

REGLUGERÐ EVRÓPUÞINGSINS OG RÁÐSINS (EB) nr. 2003/2003

2008/EES/10/11

frá 13. október 2003

um áburð (*)

EVRÓPUÞINGIÐ OG RÁÐ EVRÓPUSAMBANDSINS HAFAR,

um „einfaldari löggjöf fyrir innri markaðinn“ (SLIM) og aðgerðaáætlunina um einn óskiptan markað.

með hliðsjón af stofnsáttmála Evrópubandalagsins, einkum 95. gr.,

- 2) Löggjöf Bandalagsins um áburð er mjög tæknileg að efni til. Reglugerð er því heppilegasti löggerningurinn því að þar eru gerðar beinar og nákvæmar kröfur til framleiðenda sem þeim ber að uppfylla á sama tíma og á sama hátt í öllu Bandalaginu.

með hliðsjón af tillögu framkvæmdastjórnarinnar ⁽¹⁾,með hliðsjón af álitum efnahags- og félagsmálanefndar Evrópubandalaganna ⁽²⁾,

- 3) Áburður verður, í hverju aðildarríki, að hafa tiltekna, tæknilega eiginleika sem mælt er fyrir um með lögboðnum ákvæðum. Þessi ákvæði, sem einkum fjalla um samsetningu og skilgreiningu á mismunandi tegundum áburðar, heiti þessara tegunda, auðkenningu þeirra og umbúðir, eru breytileg eftir aðildarríkjum. Ósamræmi ákvæðanna hindrar viðskipti innan Bandalagsins og því ber að samræma þau.

í samræmi við málsmeðferðina sem mælt er fyrir um í 251. gr. sáttmálans ⁽³⁾,

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

- 1) Umtalsverðar breytingar hafa nokkrum sinnum verið gerðar á tilskipun ráðsins 76/116/EBE frá 18. desember 1975 um samræmingu á lögum aðildarríkjanna um tilbúinn áburð ⁽⁴⁾, tilskipun ráðsins 80/876/EBE frá 15. júlí 1980 um samræmingu á lögum aðildarríkjanna um eingildan ammoníumnítratáburð sem inniheldur mikið köfnunarefni ⁽⁵⁾, tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 87/94/EBE frá 8. desember 1986 um samræmingu á lögum aðildarríkjanna um leiðir til að hafa eftirlit með eiginleikum eingilds ammoníumnítratáburðar sem inniheldur mikið köfnunarefni og mörkum hans fyrir sprengipól ⁽⁶⁾ og tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 77/535/EBE frá 22. júní 1977 um samræmingu á lögum aðildarríkjanna um aðferðir við sýnatöku úr og greiningu á tilbúnum áburði ⁽⁷⁾. Til glöggvunar skulu þessar tilskipanir felldar úr gildi og í stað þeirra koma einn löggerningur í samræmi við orðsendingu framkvæmdastjórnarinnar til Evrópuþingsins og ráðsins

- 4) Þar eð markmiðið með fyrirhugaðri aðgerð er að tryggja innri markað fyrir áburð og aðildarríkin geta ekki náð þessu markmiði til fulls ef ekki eru til sameiginlegar tækniviðmiðanir og þar eð auðveldara er að ná markmiðinu á vettvangi Bandalagsins vegna þess hve aðgerðin er umfangsmikil getur Bandalagið samþykkt ráðstafanir í samræmi við dreifræðisregluna í 5. gr. sáttmálans. Í samræmi við meðalhöfsregluna, eins og hún er sett fram í þeirri grein, ganga ákvæði þessarar reglugerðar ekki lengra en nauðsynlegt er til að þessu markmiði verði náð.

- 5) Nauðsynlegt er að mæla fyrir um heiti, skilgreiningu og samsetningu tiltekinna tegunda áburðar (EB-áburðar) á vettvangi Bandalagsins.

- 6) Einnig ber að setja reglur Bandalagsins um auðkenningu, rekjanleika og merkingu EB-áburðar og um lokun umbúða.

- 7) Koma skal á málsmeðferð á vettvangi Bandalagsins sem beita skal þegar aðildarríki telur nauðsynlegt að setja takmarkanir á setningu EB-áburðar á markað.

(*) Þessi EB-gerð birtist í Stjtið. ESB L 304, 21.11.2003, bls. 1. Hennar var getið í ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 8/2005 frá 4. febrúar 2005 um breytingu á II. viðauka (Tæknilegar reglugerðir, staðlar, prófanir og vottun) við EES-samninginn, sjá *EES-viðbæti við Stjórnartíðindi Evrópusambandsins* nr. 32, 23.6.2005, bls. 9.

(¹) Stjtið. EB C 51 E, 26.2.2002, bls. 1 og Stjtið. EB C 227 E, 24.9.2002, bls. 503.

(²) Stjtið. EB C 80, 3.4.2002, bls. 6.

(³) Álit Evrópuþingsins frá 10. apríl 2002 (Stjtið. EB C 127 E, 29.5.2002, bls. 160), sameiginleg afstaða ráðsins frá 14. apríl 2003 (Stjtið. ESB C 153 E, 1.7.2003, bls. 56) og ákvörðun Evrópuþingsins frá 2. september 2003 (hefur enn ekki verið birt í *Stjórnartíðindum ESB*).

(⁴) Stjtið. EB L 24, 30.1.1976, bls. 21. Tilskipuninni var síðast breytt með tilskipun Evrópuþingsins og ráðsins 98/97/EB (Stjtið. EB L 18, 23.1.1999, bls. 60).

(⁵) Stjtið. EB L 250, 23.9.1980, bls. 7. Tilskipuninni var breytt með tilskipun Evrópuþingsins og ráðsins 97/63/EB (Stjtið. EB L 335, 6.12.1997, bls. 15).

(⁶) Stjtið. EB L 38, 7.2.1987, bls. 1. Tilskipuninni var breytt með tilskipun 88/126/EBE (Stjtið. EB L 63, 9.3.1988, bls. 12).

(⁷) Stjtið. EB L 213, 22.8.1977, bls. 1. Tilskipuninni var síðast breytt með tilskipun 95/8/EB (Stjtið. EB L 86, 20.4.1995, bls. 41).

- 8) Framleiðsla áburðar getur verið háð sveiflum sem rekja má til framleiðsluaðferða eða grunnefna. Sýnataka og greiningaraðferðir geta einnig verið breytilegar. Af þessum sökum er nauðsynlegt að heimila frávik í næringarefnainnihaldinu sem er gefið upp. Ráðlegt er að setja þessum frávikum þröngar skorður til að gæta hagsmuna notenda í landbúnaði.
- 9) Rannsóknarstofur, sem aðildarríkin hafa samþykkt og tilkynnt til framkvæmdastjórnarinnar, skulu annast opinbert eftirlit með því hvort kröfum í þessari reglugerð um gæði og samsetningu EB-áburðar sé fullnægt.
- 10) Ammoníumnítrat er undirstöðuefni vara í ýmsum vöruflokkum og eru sumar þeirra ætlaðar til notkunar sem áburður en aðrar sem sprengiefni. Með hliðsjón af sérstökum eiginleikum köfnunarefnisríks ammoníumnítratáburðar og þeim kröfum sem þar af leiðir er varða almannaoðryggi og heilsu og vernd starfsmanna er nauðsynlegt að mæla fyrir um frekari reglur Bandalagsins um EB-áburð af þessari tegund.
- 11) Sumar þessara vara kunna að vera hættulegar og gætu í tilteknum tilvikum verið notaðar í öðrum tilgangi en til var ætlast. Þetta gæti stofnað öryggi fólks og eigna í hættu. Því ber að skylda framleiðendur til að gera viðeigandi ráðstafanir til að koma í veg fyrir slíka notkun og einkum að tryggja rekjanleika áburðar af þessu tagi.
- 12) Í þágu almannaoðryggis er einkum brýnt að skilgreina á vettvangi Bandalagsins þau einkenni og eiginleika sem greina köfnunarefnisríkan EB-ammoníumnítratáburð frá annars konar ammoníumnítrati sem er notað í framleiðslu vara sem eru notaðar sem sprengiefni.
- 13) Köfnunarefnisríkur EB-ammoníumnítratáburður þarf að hafa tiltekna eiginleika til að öruggt sé að hann sé óskaðlegur. Framleiðendur skulu sjá til þess að köfnunarefnisríkur ammoníumnítratáburður sé ekki settur á markað fyrir en hann hefur staðist sprengipolspröfun.
- 14) Setja þarf reglur um aðferðir þar sem notuð eru lokuð varmaferli þótt ekki þurfi endilega í þessum aðferðum að líkja eftir öllum aðstæðum sem kunna að koma upp við flutning og geymslu.
- 15) Áburður getur mengast af efnum sem kunna að vera hættuleg heilbrigði manna og dýra og umhverfinu. Í framhaldi af álitni vísindanefndarinnar um eiturhrif, eiturhrif í umhverfinu og umhverfið ætlar framkvæmda-

stjórnin að fjalla um jarðefnaáburð, sem af slysni inniheldur kadmíum, og semja tillögu, eftir því sem við á, sem hún hyggst leggja fyrir Evrópuþingið og ráðið. Önnur aðskotaefni verða tekin til svipaðrar athugunar eftir því sem við á.

- 16) Rétt er að koma á málsmeðferð sem framleiðanda eða fulltrúa hans ber að fylgja ef hann sækist eftir að bæta nýrri tegund áburðar við í I. viðauka til að geta notað merkinguna „EB-áburður“.
- 17) Nauðsynlegar ráðstafanir til framkvæmdar þessari reglugerð skulu samþykktar í samræmi við ákvörðun ráðsins 1999/468/EB frá 28. júní 1999 um reglur um meðferð framkvæmdaavalds sem framkvæmdastjórninni er falið ⁽¹⁾.
- 18) Aðildarríkin skulu mæla fyrir um viðurlög við brotum gegn ákvæðum þessarar reglugerðar. Þau geta kveðið á um að sekta megi framleiðanda, sem brýtur gegn ákvæðum 27. gr., um fjárhæð sem jafngildir tífoldu markaðsvirði sendingar sem uppfyllir ekki ákvæðin.
- 19) Tilskipanir 76/116/EBE, 77/535/EBE, 80/876/EBE og 87/94/EBE skulu felldar úr gildi.

SAMÞYKKT REGLUGERÐ ÞESSA:

I. BÁLKUR

ALMENN ÁKVÆÐI

I. KAFLI

Gildissvið og skilgreiningar

1. gr.

Gildissvið

Reglugerð þessi tekur til vara sem eru settar á markað sem áburður undir heitinu „EB-áburður“.

2. gr.

Skilgreiningar

Í þessari reglugerð er merking eftirfarandi hugtaka sem hér segir:

- a) „Áburður“: efni sem er fyrst og fremst notað sem næring fyrir plöntur.
- b) „Aðalnæringarefni“ (primary nutrient): einungis frumefnin köfnunarefni, fosfór og kalí (kalíum).
- c) „Aukanæringarefni“ (secondary nutrient): frumefnin kalsíum, magnesíum, natríum og brennisteinn.
- d) „Snefilefni“ (micro-nutrients): frumefnin bór, kóbalt, kopar, járn, mangan, mólýbden og sink sem eru nauðsynleg fyrir vöxt plantna en í litlu magni miðað við magn aðal- og aukannæringarefna.

⁽¹⁾ Stjóð. EB L 184, 17.7.1999, bls. 23.

- e) „Ólífrænn áburður“: áburður þar sem næringarefnin, sem eru gefin upp, eru í formi steinefna sem hafa verið framleidd með útdrætti eða eðlisfræðilegum og/eða efnafræðilegum iðnferlum. Samkvæmt hefðinni má flokka kalsíumsýanamíð(tróllamjöl), þvagefni (úrea) og afleiður þess og skyld efni, og áburð, sem inniheldur klóbundin eða flókabundin snefilefni, sem ólífrænan áburð.
- f) „Klóbundið snefilefni“ (chelated micro-nutrient): snefilefni sem er bundið einni af lífrænu sameindunum sem eru taldar upp í lið E.3.1 í I. viðauka.
- g) „Flókabundið snefilefni“ (complexed micro-nutrient): snefilefni sem er bundið einni af sameindunum sem eru taldar upp í lið E.3.2 í I. viðauka.
- h) „Áburðartegund“: mismunandi afbrigði áburðar sem eiga það sameiginlegt að bera eitt og sama tegundarheitið eins og tilgreint er í I. viðauka.
- i) „Eingildur áburður“ (straight fertiliser): köfnunarefnis-, fosfór- eða kalíáburður sem inniheldur aðeins eitt aðalnæringarefnanna í magni sem skylt er að gefa upp.
- j) „Fjölgyldur áburður“ (compound fertiliser): áburður sem er framleiddur á efnafræðilegan hátt eða með blöndun eða báðum þessum aðferðum og inniheldur a.m.k. tvö aðalnæringarefnanna í magni sem skylt er að gefa upp.
- k) „Samþættur áburður“ (complex fertiliser): fjölgyldur áburður sem er framleiddur með efnahvarfi eða upplausn eða, í föstu formi, með kyrningu og inniheldur a.m.k. tvö aðalnæringarefnanna í magni sem skylt er að gefa upp. Í föstu ástandi inniheldur hvert korn öll næringarefnin í þeirri samsetningu sem gefin er upp (einkorna áburður).
- l) „Fjölkorna áburður“ (blended fertiliser): áburður sem er framleiddur, án efnahvarfa, með þurrblöndun nokkurra tegunda áburðar.
- m) „Blaðáburður“ (foliar fertiliser): áburður sem hentar til notkunar á blöð nytjaplantna sem geta tekið upp næringarefni gegnum blöðin.
- n) „Fljótandi áburður“ (fluid fertiliser): áburður í sviflausn eða í lausn.
- o) „Áburður í lausn“ (solution fertiliser): fljótandi áburður án agna.
- p) „Áburður í sviflausn“ (suspension fertiliser): tvífasa áburður með föstum ögnum í sviflausn.
- q) „Yfirlýsing“: tilgreining á magni næringarefna, sem eru örugglega innan tilgreindra vikmarka, ásamt formi þeirra og leysni.
- r) „Uppgefið innihald“: innihald frumefnis eða oxíðs þess í EB-áburði sem er gefið upp á merkimiða EB-áburðarins eða í viðeigandi fylgiskjali í samræmi við löggjöf Bandalagsins.
- s) „Vikmörk“: leyfilegt frávik mælds innihalds næringarefnis frá uppgöfnum innihaldi þess.
- t) „Evrópustaðall“: staðall Staðlasamtaka Evrópu (CEN) sem Bandalagið hefur viðurkennt opinberlega og birt tilvísun til í *Stjórnartíðindum Evrópubandalaganna*.

u) „Umbúðir“: ílát sem unnt er að loka og er notað til að geyma, verja, meðhöndla og dreifa áburði en inniheldur ekki meira en 1000 kg.

v) „Áburður í lausu“ (bulk): áburður sem er ekki í umbúðum eins og mælt er fyrir um í þessari reglugerð.

w) „Setning á markað“: afhending áburðar, hvort sem er gegn greiðslu eða án endurgjalds, eða geymsla hans með afhendingu fyrir augum. Innflutningur áburðar inn á tollsvæði Evrópubandalagins telst setning á markað.

x) „Framleiðandi“: einstaklingur eða lögaðili sem ber ábyrgð á setningu áburðar á markað. Til framleiðenda teljast einkum iðnrekendur, innflytjendur og pökkunarfyrirtæki, sem starfa á eigin vegum, og sérhver aðili sem breytir eiginleikum áburðar. Dreifingaraðili, sem breytir ekki eiginleikum áburðar, telst hins vegar ekki framleiðandi.

II. KAFLI

Setning á markað

3. gr.

EB-áburður

Ef áburður tilheyrir áburðartegund, sem er skráð í I. viðauka, og uppfyllir skilyrðin, sem mælt er fyrir í þessari reglugerð, er heimilt að gefa honum heitið „EB-áburður“.

Ekki skal nota heitið „EB-áburður“ um áburð sem uppfyllir ekki skilyrðin í þessari reglugerð.

4. gr.

Staðfesta í Bandalaginu

Framleiðandinn skal hafa staðfestu í Bandalaginu og bera ábyrgð á samræmi „EB-áburðarins“ við ákvæði þessarar reglugerðar.

5. gr.

Frjáls dreifing

1. Aðildarríkjunum er óheimilt að banna, takmarka eða hindra setningu áburðar, sem er merktur „EB-áburður“ og er í samræmi við ákvæði þessarar reglugerðar, á markað með skírskotun í samsetningu, auðkenni, merkingu eða umbúðir eða með skírskotun í önnur ákvæði þessarar reglugerðar, sbr. þó 15. gr. og aðra löggjöf Bandalagsins.

2. Dreifing áburðar, sem er merktur „EB-áburður“ í samræmi við þessa reglugerð, er frjálst í Bandalaginu.

6. gr.

Lögboðnar upplýsingar

1. Aðildarríkjnum er heimilt, til að uppfylla kröfur skv. 9. gr., að mæla svo fyrir að köfnunarefnis-, fosfór- og kalíinnihald áburðar, sem er settur á markað þeirra, skuli tilgreint með eftirfarandi hætti:

- a) köfnunarefni, einungis sem frumefni (N), og annaðhvort
- b) fosfór og kalí, einungis sem frumefni (P, K), eða
- c) fosfór og kalí, einungis sem oxíð (P_2O_5 , K_2O), eða
- d) fosfór og kalí bæði sem frumefni og oxíð.

Sé tekinn sá kostur að mæla svo fyrir að fosfór- og kalíinnihald skuli tilgreint sem frumefni skal lesa allar tilvísanir í viðaukunum til oxíða eins og þau væru í formi frumefnis og umreikna tölugildin með eftirfarandi stuðlum:

- a) fosfór (P) = fosfórpentoxíð (P_2O_5) $\times$ 0,436,
- b) kalí (K) = kalíoxíð (K_2O) $\times$ 0,830.

2. Aðildarríkjnum er heimilt að mæla svo fyrir að kalsíum-, magnesíum-, natríum- og brennisteinsinnihald í áburðartegundum, sem innihalda aukanæringarefni, og, svo fremi skilyrði skv. 17. gr. hafi verið uppfyllt, áburðartegundum sem innihalda aðalnæringarefni, sem eru settar á markaði þeirra, skuli gefið upp:

- a) sem oxíð (CaO , MgO , Na_2O , SO_3) eða
- b) sem frumefni (Ca, Mg, Na, S) eða
- c) bæði sem oxíð og frumefni.

Við umreikning á kalsíumoxíð-, magnesíumoxíð-, natríumoxíð- og brennisteinspríoxíðinnihaldi í kalsíum-, magnesíum-, natríum- og brennisteinsinnihald skal nota eftirfarandi stuðla:

- a) kalsíum (Ca) = kalsíumoxíð (CaO) $\times$ 0,715,
- b) magnesíum (Mg) = magnesíumoxíð (MgO) $\times$ 0,603,
- c) natríum (Na) = natríumoxíð (Na_2O) $\times$ 0,742,
- d) brennisteinn (S) = brennisteinspríoxíð (SO_3) $\times$ 0,400.

Þegar um er að ræða reiknað oxíð- eða frumefnisinnihald skal hækka eða lækka töluna, sem gefin er upp, í næsta aukastaf.

3. Aðildarríkin skulu ekki hindra setningu „EB-áburðar“ á markað ef hann er bæði merktur sem oxíð og frumefni skv. 1. og 2. mgr.

4. Þegar tveimur eftirtalinna skilyrða er fullnægt skal gefa upp innihald eins eða fleiri snefilefnanna bórs, kóbalts, kopars, járns, mangans, mólýbdens eða sinks í EB-áburðartegundunum sem eru skráðar í A-, B-, C- og D-hluta I. viðauka:

- a) snefilefnunum er bætt við og þau eru a.m.k. í því lágmarksmagni sem er tilgreint í liðum E.2.2 og E.2.3 í I. viðauka,
- b) EB-áburðurinn verður eftir sem áður að standast þær kröfur sem fram koma í A-, B, C og D-hluta I. viðauka.

5. Ef snefilefnin eru eðlilegir efnisþættir hráefnanna sem leggja til aðalnæringarefnin (N, P, K) og aukanæringarefnin (Ca, Mg, Na, S) er heimilt að gefa þau upp, svo fremi þessi snefilefni séu a.m.k. í því lágmarksmagni sem er tilgreint í liðum E.2.2 og E.2.3 í I. viðauka.

6. Snefilefnainnihald skal gefið upp á eftirfarandi hátt:

- a) fyrir áburð sem tilheyrir þeim tegundum sem eru skráðar í lið E.1 í I. viðauka, í samræmi við kröfur sem eru settar fram í 6. dálki þess liðar,
- b) fyrir blöndur áburðartegundanna, sem um getur í a-lið og innihalda a.m.k. tvö mismunandi snefilefni og uppfylla kröfur skv. lið E.2.1 í I. viðauka, og fyrir áburð, sem tilheyrir þeim áburðartegundum sem eru skráðar í A-, B-, C- og D-hluta I. viðauka, með því að tilgreina:
 - i) heildarinnihald, gefið upp sem hundraðshluti miðað við massa áburðarins,
 - ii) vatnsleysanlegt innihald, gefið upp sem hundraðshluti miðað við massa áburðarins, ef leysanlegi hlutinn er a.m.k. helmingur heildarinnihaldsins.

Ef snefilefni er algerlega vatnsleysanlegt skal einungis gefa upp vatnsleysanlegt innihald.

Ef snefilefni er efnafræðilega bundið lífrænni sameind skal gefa upp innihald snefilefnisins í áburðinum strax á eftir vatnsleysanlegu innihaldi sem hundraðshluta miðað við massa vörunnar þar sem annaðhvort hugtakanna „klóbundinn með“ eða „flókabundinn með“ kemur á eftir, ásamt heiti lífrænu sameindarinnar eins og það er sett fram í lið E.3 í I. viðauka. Heimilt er að setja efnatákn lífrænu sameindarinnar í stað heitis hennar.

7. gr.

Auðkenning

1. Framleiðandi EB-áburðar skal merkja hann með þeim auðkennum sem eru tilgreind í 9. gr.

2. Ef áburðurinn er í umbúðum er skylt að hafa þessi auðkenni á umbúðunum eða á áföstum merkimiðum. Ef áburðurinn er í lausu er skylt að hafa auðkennin í fylgiskjölunum.

8. gr.

Rekjanleiki

Framleiðendur skulu halda skrár yfir uppruna áburðar til að tryggja rekjanleika EB-áburðar, sbr. þó ákvæði 3. mgr. 26. gr. Aðildarríkin skulu hafa aðgang að þessum skrá til skoðunar á meðan framleiðandi heldur áfram að setja áburðinn á markað og auk þess í tvö ár eftir að framleiðandi hættir að setja hann á markað.

9. gr.

Merkingar

1. Með fyrirvara um aðrar reglur Bandalagsins skulu umbúðir, merkimiðar og fylgiskjöl, sem um getur í 7. gr., merkt með eftirfarandi hætti:

a) Lögboðin auðkenni:

- orðin „EB-ÁBURÐUR“ með hástöfum,
- tegundarheiti áburðar skv. I. viðauka, ef það er til,
- þegar um er að ræða fjölkorna áburð skal orðið „fjölkorna“ standa á eftir tegundarheitinu,
- viðbótarmerkingar sem eru tilgreindar í 19., 21. eða 23. gr.,
- næringarefni skulu tilgreind bæði með orðum og með viðeigandi efnatáknum, s.s. köfnunarefni (N), fosfór (P), fosfórpentoxíð (P_2O_5), kalí (K), kalíoxíð (K_2O), kalsíum (Ca), kalsíumoxíð (CaO), magnesíum (Mg), magnesíumoxíð (MgO), natríum (Na), natríumoxíð (Na_2O), brennisteinn (S), brennisteinsþríoxíð (SO_3), bór (B), kopar (Cu), kóbalt (Co), járn (Fe), mangan (Mn), mólýbden (Mo), sink (Zn),
- ef áburðurinn inniheldur snefilefni og þau öll eða hluti þeirra er efnafræðilega tengdur lífrænni sameind kemur önnur af eftirfarandi skýringum á eftir heiti snefilefnisins:
 - i) „klóbundinn með ...“ (heiti klóbindils (chelating agent)) eða skammstöfun þess eins og sett er fram í lið E.3.1 í I. viðauka),
 - ii) „flókabundinn með ...“ (heiti bindils (complexing agent)) eins og það er sett er fram í lið E.3.1 í I. viðauka),
- snefilefni í áburðinum, skráð í stafrófsröð efnatákna þeirra: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn,
- sérstakar notkunarleiðbeiningar fyrir vörur sem eru tilgreindar í liðum E.1 og E.2 í I. viðauka,

- magn fljótandi áburðar, gefið upp miðað við massa. Hvort valinn er sá kostur að gefa upp magn fljótandi áburðar í rúmmáli eða sem massa á rúmmál (kúlógrömm á hektólítra eða grömm á lítra) er valfrjálst,
- hreinn massi eða brúttómassi og, en það er valfrjálst, rúmmál fljótandi áburðar. Ef brúttómassinn er gefinn upp skal tilgreina törumassa við hlið hans,
- heiti eða viðskiptaheiti og heimilisfang framleiðandans.

b) Valfrjáls auðkenni:

- eins og tilgreint er í I. viðauka,
- leiðbeiningar um geymslu og meðhöndlun og, fyrir áburð sem er ekki tilgreindur í liðum E.1 og E.2 í I. viðauka, sérstakar leiðbeiningar um notkun áburðarins,
- upplýsingar um þá skammta og þau notkunarskilyrði sem hæfa ástandi jarðvegsins og þeim plöntum sem áburðurinn er ætlaður,
- merki framleiðanda og verslunarheiti vörunnar.

Upplýsingarnar, sem um getur í b-lið, mega ekki stangast á við þær sem um getur í a-lið og verða að vera skýrt aðgreindar frá þeim.

2. Allar merkingar, sem um getur í 1. mgr., verða að vera skýrt aðgreindar frá öllum öðrum upplýsingum á umbúðum, merkimiðum og í fylgiskjöllum.

3. Ekki má setja fljótandi áburð á markað nema framleiðandi láti í té viðeigandi viðbótarleiðbeiningar sem taki einkum til geymsluhita og hvernig koma meg í veg fyrir slys við geymslu.

4. Samþykktja ber ítarlegar reglur um beitingu þessarar greinar samkvæmt málsmeðferðinni sem um getur í 2. mgr. 32. gr.

10. gr.

Merking

1. Merkimiðar eða merkingar á umbúðunum með upplýsingum, sem um getur í 9. gr., skulu vera á áberandi stað. Merkimiðar skulu festir á umbúðirnar eða þann búnað sem er notaður til að loka þeim. Sé þessi búnaður innsigli skal heiti eða vörumerki umbúðafyrirtækisins standa á því.

2. Merkingarnar, sem um getur í 1. mgr., skulu vera óafmáanlegar og vel læsilegar og haldast þannig.

3. Þegar um er að ræða áburð í lausu, sem um getur í öðrum málslíð 2. mgr. 7. gr., skal eintak af skjölunum með auðkennismerkingunum fylgja vörunum og vera tiltækt til skoðunar.

11. gr.

Tungumál

Merkimiðar, merkingar á umbúðum og fylgiskjöl skulu a.m.k. vera á þjóðtungu eða þjóðtungum aðildarríkisins þar sem EB-áburðurinn er settur á markað.

12. gr.

Umbúðir

Ef um er að ræða EB-áburð sem er pakkað er skylt að loka umbúðunum þannig eða með þannig búnaði að festingin, innsigli á festingu eða umbúðirnar sjálfar eyðileggist þegar þær eru opnaðar. Heimilt er að nota sekki með loka.

13. gr.

Vikmörk

1. Næringarefnainnihald í EB-áburði skal vera í samræmi við vikmörkin sem sett eru í II. viðauka og eiga að gefa svigrúm fyrir frávík í framleiðslu, sýnatöku og greiningu.

2. Framleiðandi skal ekki færa sér skipulega í nyt þau vikmörk sem eru tilgreind í II. viðauka.

3. Engin vikmörk eru leyfð í tengslum við lágmarks- og hámarksinnihaldið sem tilgreint er í I. viðauka.

14. gr.

Kröfur sem eru gerðar til áburðar

Því aðeins er heimilt að skrá áburðartegund í I. viðauka:

- a) að áburðurinn láti greiðlega frá sér næringarefni,
- b) að séð sé fyrir viðeigandi aðferðum til sýnatöku og greiningar og, ef þörf krefur, prófunaraðferðum,
- c) að áburðurinn skaði hvorki heilbrigði manna, dýra eða plantna né umhverfið við venjuleg notkunarskilyrði.

15. gr.

Verndarákvæði

1. Hafi aðildarríki gildar ástæður til að ætla að tiltekinn EB-áburður stofni öryggi eða heilbrigði manna, dýra eða plantna í hættu eða umhverfinu, þrátt fyrir að hann uppfylli kröfur samkvæmt þessari reglugerð, er því heimilt að banna

tímabundið setningu þessa áburðar á markað á yfirráðasvæði sínu eða setja sérstök skilyrði sem gildi um hann. Það skal þegar í stað tilkynna framkvæmdastjórninni og hinum aðildarríkjunum þar um og rökstyðja ákvörðun sína.

2. Framkvæmdastjórnin skal samþykkja ákvörðun um málið innan 90 daga frá viðtöku þessara upplýsinga í samræmi við málsméðferðina sem um getur í 2. mgr. 32. gr.

3. Ákvæði þessarar reglugerðar skulu ekki koma í veg fyrir að framkvæmdastjórnin eða aðildarríki grípi til ráðstafana, sem réttlættar eru á grundvelli almannaöryggis, til að banna, takmarka eða hindra setningu EB-áburðar á markað.

II. BÁLKUR**ÁKVÆÐI UM TILTEKNAR TEGUNDIR ÁBURÐAR****I. KAFLI****Ólífrænn áburður sem inniheldur aðalnæringarefni**

16. gr.

Gildissvið

Þessi kafli gildir um ólífrænan áburð sem inniheldur aðalnæringarefni, hvort sem hann er í föstu eða fljótandi formi, eingildur eða fjölgildur, þ.m.t. áburður sem inniheldur aukanæringarefni og/eða snefilefni, og skal lágmarksinnihald af næringarefnum vera skv. A-, B-, C-hluta, lið E.22. eða lið E.2.3 í I. viðauka.

17. gr.

Yfirlýsing um aukanæringarefni í áburði sem inniheldur aðalnæringarefni

Heimilt er að gefa upp kalsíum-, magnesíum-, natríum- og brennisteinsinnihald sem innihald aukanæringarefna í EB-áburðartegundum, sem eru skráðar í A-, B- og C-hluta I. viðauka, að því tilskildu að þessi frumefni séu í áburðinum í a.m.k. eftirfarandi lágmarksmagni:

- a) 2% kalsíumoxíð (CaO), þ.e. 1,4% Ca,
- b) 2% magnesíumoxíð (MgO), þ.e. 1,2% Mg,
- c) 3% natríumoxíð (Na₂O), þ.e. 2,2% Na,
- d) 5% brennisteinsþríoxíð (SO₃), þ.e. 2% S.

Þegar svo háttar skal bæta viðbótarmerkingunni, sem er tilgreind í ii-lið 2. mgr. 19. gr., við tegundarheitið.

18. gr.

Kalsíum, magnesíum, natríum og brennisteinn

1. Yfirlýsing um magnesíum-, natríum- og brennisteinsinnihald áburðartegunda, sem eru talðar upp í A-, B- og C-hluta í I. viðauka, skal gefin á einhvern eftirfarandi máta:

a) heildarinnihald, gefið upp sem hundraðshluti áburðarins miðað við massa,

b) heildarinnihald og vatnsleysanlegt innihald, gefið upp sem hundraðshluti áburðarins miðað við massa, ef leysanlegi hlutinn er a.m.k. fjórðungur heildarinnihaldsins,

c) ef frumefni er algerlega vatnsleysanlegt skal einungis gefa upp vatnsleysanlegt innihald sem hundraðshluti miðað við massa.

2. Einungis skal gefa yfirlýsingu um innihald kalsíums ef það leysist upp í vatni og það skal gefið upp sem hundraðshluti áburðarins miðað við massa nema annað sé tekið fram í I. viðauka.

19. gr.

Auðkenni

1. Auk lögboðinna auðkennismerkinga, sem um getur í a-lið 1. mgr. 9. gr., skal nota merkingarnar sem settar eru fram í 2., 3., 4., 5. og 6. mgr. þessarar greinar.

2. Nota skal eftirfarandi merkingar eftir tegundarheiti fjölgilds áburðar:

i) Efnatákn uppgefinna aukanæringarefna, í sviga og á eftir táknum fyrir aðalnæringarefnin.

ii) Tölur sem tilgreina innihald aðalnæringarefna. Uppgefið innihald aukanæringarefna skal tilgreint í sviga á eftir innihaldi aðalnæringarefna.

3. Á eftir tegundarheiti áburðarins skulu einungis koma tölur sem sýna innihald aðal- og aukanæringarefna.

4. Ef snefilefni eru gefin upp skal nota orðin „með snefilefnum“ eða orðið „með“ og á eftir því heiti og efnatákn snefilefnisins eða snefilefnanna í áburðinum.

5. Innihald aðalnæringarefna og aukanæringarefna skal gefið upp sem hundraðshluti miðað við massa, í heilum tölum eða, ef þörf krefur og viðeigandi greiningaraðferð er fyrir hendi, með einum aukastaf.

Þegar um er að ræða áburð sem inniheldur fleiri en eitt næringarefni sem er gefið upp skulu aðalnæringarefnin talin upp í þessari röð: N, P₂O₅ og/eða P, K₂O og/eða K, og þegar um er að ræða aukanæringarefni: CaO og/eða Ca, MgO og/eða Mg, Na₂O og/eða Na, SO₃ og/eða S.

Þegar snefilefnainnihald er gefið upp skal tiltaka heiti og tákn hvers snefilefnis, hundraðshluti miðað við massa, eins og tilgreint er í liðum E.2.2 og E.2.3 í I. viðauka, ásamt leysni.

6. Einnig skal gefa upp form og leysni næringarefna sem hundraðshluti áburðarins miðað við massa nema skýrt sé tekið fram í I. viðauka að innihald þeirra skuli gefið upp á annan hátt.

Nota skal einn aukastaf nema þegar um er að ræða snefilefni en þá skal hafa þann hátt á sem er tilgreindur í liðum E.2.2 og E.2.3 í I. viðauka.

II. KAFLI

Ólífrænn áburður sem inniheldur aukanæringarefni

20. gr.

Gildissvið

Þessi kafli gildir um ólífrænan áburð sem inniheldur aukanæringarefni, hvort sem hann er í föstu eða fljótandi formi, þ.m.t. áburður sem inniheldur snefilefni, og skal lágmarksinnihald næringarefna vera skv. hluta D, lið E.2.2 og lið E.2.3 í I. viðauka

21. gr.

Auðkenni

1. Auk lögboðinna auðkennismerkinga, sem um getur í a-lið 1. mgr. 9. gr., skal nota merkingarnar sem settar eru fram í 2., 3., 4. og 5. mgr. þessarar greinar.

2. Ef snefilefni eru gefin upp skal nota orðin „með snefilefnum“ eða orðið „með“ og á eftir því heiti og efnatákn snefilefnisins eða snefilefnanna í áburðinum.

3. Innihald aukanæringarefna skal gefið upp sem hundraðshluti miðað við massa, í heilum tölum eða, ef þörf krefur og viðeigandi greiningaraðferð er fyrir hendi, með einum aukastaf.

Ef fleiri en eitt næringarefni er í áburðinum skulu þau gefin upp í þessari röð:

CaO og/eða Ca, MgO og/eða Mg, Na₂O og/eða Na, SO₃ og/eða S.

Þegar snefilefnainnihald er gefið upp skal tiltaka heiti og tákn hvers snefilefnis, hundraðshluti miðað við massa, eins og tilgreint er í liðum E.2.2 og E.2.3 í I. viðauka, ásamt leysni.

4. Einnig skal gefa upp form og leysni næringarefna sem hundraðshluta áburðar miðað við massa nema skýrt sé tekið fram í I. viðauka að innihald þeirra skuli gefið upp á annan hátt.

Nota skal einn aukastaf nema þegar um er að ræða snefilefni en þá skal hafa þann hátt á sem er tilgreindur í liðum E.2.2 og E.2.3 í I. viðauka.

5. Einungis skal gefa yfirlýsingu um kalsíuminnihald ef það leysist upp í vatni og skal það gefið upp sem hundraðshluti miðað við massa áburðarins.

III. KAFLI

Ólífrænn áburður sem inniheldur snefilefni

22. gr.

Gildissvið

Þessi kafli gildir um ólífrænan áburð sem inniheldur snefilefni, hvort sem hann er í föstu eða fljótandi formi, og skal lágmarksinnihald næringarefna vera skv. lið E.1 og E.2.1 í I. viðauka.

23. gr.

Auðkenni

1. Auk lögboðinna auðkennismerkinga, sem um getur í a-lið 1. mgr. 9. gr., skal nota merkingarnar sem settar eru fram í 2., 3., 4. og 5. mgr. þessarar greinar.

2. Ef áburðurinn inniheldur fleiri en eitt snefilefni skal nota tegundarheitið „blanda snefilefna“ og á eftir því heiti snefilefnanna í áburðinum og efnatákn þeirra.

3. Ef áburður inniheldur aðeins eitt snefilefni (sjá lið E.1 í I. viðauka) skal gefa upp snefilefnainnihald sem hundraðshluta miðað við massa, í heilum tölum eða, ef þörf krefur, með einum aukastaf.

4. Gefa skal upp form og leysni næringarefna sem hundraðshluta miðað við massa áburðarins nema skýrt sé tekið fram í I. viðauka að innihald þeirra skuli gefið upp á annan hátt.

Fjöldi aukastafa fyrir snefilefni skal vera eins og tilgreint er í lið E.2.1 í I. viðauka.

5. Eftirfarandi skal standa undir lögboðnum eða valfrjálsum yfirlýsingum á merkimiðanum og í fylgiskjölunum þegar um er að ræða vörur sem eru tilgreindar í lið E.1 og E.2.1 í I. viðauka:

„Aðeins til notkunar þar sem viðurkennd þörf er fyrir hendi. Notið ekki stærri skammta en við á.“

24. gr.

Umbúðir

EB-áburður, sem fellur undir ákvæði þessa kafla, skal vera í umbúðum.

IV. KAFLI

Köfnunarefnisríkur ammoníumnítratáburður

25. gr.

Gildissvið

Í þessum kafla merkir köfnunarefnisríkur ammoníumnítratáburður, hvort heldur er eingildur eða fjölgildur, vörur sem eru að stofni til úr ammoníumnítrati, eru framleiddar til notkunar sem áburður og innihalda yfir 28% af köfnunarefni, miðað við massa, sem hlutfall af ammoníumnítrati.

Þessi tegund áburðar kann að innihalda ólífræn eða óvirk efni.

Efnin, sem eru notuð við framleiðslu þessarar tegundar áburðar megi hvorki auka hitanæmi hans né sprengifími.

26. gr.

Öryggisráðstafanir og öryggiseftirlit

1. Framleiðandi eingिल्s, köfnunarefnisríks ammoníumnítratáburðar skal sjá til þess að hann sé í samræmi við ákvæði 1. liðar III. viðauka.

2. Þær athuganir, greiningar og prófanir vegna opinbers eftirlits með eingildum, köfnunarefnisríkum ammoníumáburði, sem kveðið er á um í þessum kafla, skulu fara fram í samræmi við aðferðirnar sem lýst er í 3. lið III. viðauka.

3. Til að tryggja rekjanleika köfnunarefnisríks EB-ammoníumnítratáburðar, sem er settur á markað, skal framleiðandi halda skrár yfir heiti og heimilisföng verksmiðjanna, þar sem áburðurinn og aðalefnisþættir hans eru framleiddir, og rekstraraðila þessara verksmiðja. Aðildarríkin skulu hafa aðgang að þessum skráum til skoðunar á meðan framleiðandi heldur áfram að setja áburðinn á markað og auk þess í tvö ár eftir að framleiðandi hættir að setja hann á markað.

27. gr.

Sprengipólspöfun

Með fyrirvara um ráðstafanirnar, sem um getur í 26. gr., skal framleiðandi köfnunarefnisríks EB-ammoníumnítratáburðar, sem er settur á markað, sjá til þess að sérhver tegund hans hafi staðist sprengipólspöfunina sem lýst er í 2. og 3. lið (3. liður 1. aðferðar) og 4. lið III. viðauka við þessa reglugerð. Ein þeirra samþykktu rannsóknarstofa, sem um getur í 1. mgr. 30. gr. eða 1. mgr. 33. gr., skal annast þessa pöfun. Framleiðendur skulu leggja niðurstöður pöfunarinnar fyrir lögbært yfirvald í viðkomandi aðildarríki a.m.k. fimm dögum áður en þeir setja áburðinn á markað eða, þegar um innflutning er að ræða, a.m.k. fimm dögum áður en komið er með áburðinn að landamærum Evrópubandalagsins. Eftir það skal framleiðandi halda áfram að ábyrgjast að allar birgðir áburðarins, sem eru settar á markaðinn, standist framangreinda pöfun.

28. gr.

Umbúðir

Köfnunarefnisríkur ammoníumnítratáburður skal ekki tiltækur neytendum nema í umbúðum.

III. BÁLKUR

SAMRÆMISMAT Á ÁBURÐI

29. gr.

Eftirlitsráðstafanir

1. Aðildarríkjum er heimilt að fella áburð, sem er merktur EB-áburður, undir opinbert eftirlit í þeim tilgangi að sannreyna að hann sé í samræmi við þessa reglugerð.

Aðildarríkjum er heimilt að krefjast þóknunar sem er ekki umfram kostnað við prófanir sem eru nauðsynlegar vegna þessara eftirlitsráðstafana en það skuldbindur framleiðendur ekki til að endurtaka prófanir eða greiða fyrir endurteknað prófanir hafi fyrsta prófunin verið framkvæmd af rannsóknarstofu, sem uppfyllir skilyrði skv. 30. gr., og hafi sú prófun sýnt að viðkomandi áburður sé í samræmi við ákvæðin.

2. Aðildarríkin skulu sjá til þess að sýnataka og greining vegna opinbers eftirlits með EB-áburði, sem eru tilgreindar í I. viðauka, fari fram í samræmi við aðferðirnar sem er lýst í III. og IV. viðauka.

3. Aðeins er unnt að sannreyna hvort farið sé að ákvæðum þessarar reglugerðar, að því er varðar samræmi við tilteknar tegundir áburðar og samræmi við uppgefið næringarinnihald og/eða uppgefið innihald sem er sett fram sem form og leysanleiki slíkra næringarefna, með því að beita sýnatöku- og greiningaraðferðum, sem fastsettar eru í samræmi við III. og IV. viðauka og að teknu tilliti til vikmarkanna sem eru tilgreind í II. viðauka.

4. Þegar aðferðir við mælingar, sýnatöku og greiningar eru aðlagðar og færðar í nútímahorf skal fylgja málsmeðferðinni sem um getur í 2. mgr. 32. gr. og leitast eftir megni við að fylgja Evrópustöðlum. Beita skal sömu málsmeðferð við samþykkt þeirra framkvæmdarreglna sem þarf til að segja til um eftirlitsráðstafanirnar sem kveðið er á um í þessari grein og í 8., 26. og 27. gr. þessarar reglugerðar. Þessar reglur skulu einkum fjalla um hversu oft þarf að endurtaka prófanir og um ráðstafanir sem eiga að tryggja að áburður, sem er settur á markað, sé sams konar áburður og sá sem var prófaður.

30. gr.

Rannsóknarstofur

1. Aðildarríkin skulu senda framkvæmdastjórninni tilkynningu um skrána yfir samþykktar rannsóknarstofur á yfirráðasvæðum sínum sem eru bærar til að veita þá þjónustu sem þarf til eftirlits með því að EB-áburður sé í samræmi við ákvæði þessarar reglugerðar. Þessar rannsóknarstofur verða að

uppfylla staðlana sem um getur í B-hluta V. viðauka. Tilkynningin skal send eigi síðar en 11. júní 2004 og við hverja breytingu eftir það.

2. Framkvæmdastjórnin skal birta skrána yfir samþykktar rannsóknarstofur í *Stjórnartíðindum Evrópusambandsins*.

3. Hafi aðildarríki gildar ástæður til að ætla að samþykkt rannsóknarstofa uppfylli ekki staðlana, sem um getur í 1. mgr., skal það vekja máls á því í nefndinni sem um getur í 32. gr. Komist nefndin að þeirri niðurstöðu að rannsóknarstofan uppfylli ekki staðlana skal framkvæmdastjórnin fella hana brott úr skránni sem um getur í 2. mgr.

4. Framkvæmdastjórnin skal samþykkja ákvörðun um málið innan 90 daga frá viðtöku þessara upplýsinga í samræmi við málsmeðferðina sem mælt er fyrir um í 2. mgr. 32. gr.

5. Framkvæmdastjórnin skal birta skrána með áorðnum breytingum í *Stjórnartíðindum Evrópusambandsins*.

IV. BÁLKUR

LOKAÁKVÆÐI

I. KAFLI

Aðlögun viðaukanna

31. gr.

Nýjar tegundir EB-áburðar

1. Skráning nýrra tegunda áburðar í I. viðauka við þessa reglugerð skal samþykkt í samræmi við málsmeðferðina sem um getur í 2. mgr. 32. gr.

2. Ef framleiðandi eða fulltrúi hans hyggst leggja til að ný tegund áburðar verði skráð í I. viðauka og sú krafa er gerð að hann taki saman tækniskjöl í því skyni skal hann, við samantekt tækniskjalanna, hafa hliðsjón af tækniskjölunum sem um getur í A-hluta V. viðauka.

3. Breytingar, sem eru nauðsynlegar til að laga viðaukana að tækniframförum, skulu samþykktar í samræmi við málsmeðferðina sem um getur í 2. mgr. 32. gr.

32. gr.

Nefndarmeðferð

1. Framkvæmdastjórnin skal njóta aðstoðar nefndar.

2. Þegar vísað er til þessarar málsgreinar gilda ákvæði 5. og 7. gr. ákvörðunar 1999/468/EB með hliðsjón af ákvæðum 8. gr. hennar.

Fresturinn, sem mælt er fyrir um í 6. mgr. 5. gr. ákvörðunar 1999/468/EB, skal vera þrír mánuðir.

3. Nefndin setur sér starfsreglur.

II. KAFLI

Bráðabirgðarákvæði

33. gr.

Þar til bærar rannsóknarstofur

1. Með fyrirvara um ákvæði 1. mgr. 30. gr. geta aðildarríkin, á tilteknu aðlögunartímabili sem lýkur 11. desember 2007, haldið áfram að beita innlendum ákvæðum um veitingu leyfa til þar til bærar rannsóknarstofa til að veita þá þjónustu sem þarf til eftirlits með því að EB-áburður sé í samræmi við ákvæði þessarar reglugerðar.

2. Aðildarríkin skulu senda framkvæmdastjórninni tilkynningu um skrána yfir þessar rannsóknarstofur ásamt upplýsingum um fyrirkomulag á veitingu leyfa til þeirra. Þessi tilkynning skal send eigi síðar en 11. júní 2004 og við hverja breytingu eftir það.

34. gr.

Pökun og merking

Þrátt fyrir ákvæði 1. mgr. 35. gr. er heimilt að halda áfram að nota merkingar, umbúðir, merkimiða og fylgiskjöl fyrir EB-áburð, samkvæmt ákvæðum eldri tilskipana, til 11. júní 2005.

III. KAFLI

Lokaákvæði

35. gr.

Niðurfelldar tilskipanir

1. Tilskipanir 76/116/EBE, 77/535/EBE, 80/876/EBE og 87/94/EBE eru hér með felldar úr gildi.

2. Líta ber á tilvísanir í niðurfelldu tilskipanirnar sem tilvísanir í þessa reglugerð. Einkum skal líta á undanþágur frá ákvæðum 7. gr. tilskipunar 76/116/EBE, sem framkvæmdastjórnin veitti skv. 6. mgr. 95. gr. sáttmálans, sem undanþágur frá ákvæðum 5. gr. í þessari reglugerð og þær gilda áfram án tillits til gildistöku þessarar reglugerðar. Uns viðurlög skv. 36. gr. hafa verið samþykkt er aðildarríkjunum heimilt að beita áfram viðurlögum við brotum á innlendum reglum sem settar hafa verið til framkvæmdar þeim tilskipunum sem nefndar eru í 1. mgr.

36. gr.

Viðurlög

Aðildarríkin skulu setja reglur um viðurlög við brotum gegn ákvæðum þessarar reglugerðar og gera allar nauðsynlegar ráðstafanir til að tryggja að þeim sé beitt. Viðurlögin skulu vera skilvirk, í réttu hlutfalli við brotið og hafa letjandi áhrif.

37. gr.

Ákvæði landslaga

Aðildarríkin skulu tilkynna framkvæmdastjórninni fyrir 11. júní 2005 um öll ákvæði landslaga sem þau hafa samþykkt skv. 6. gr. (1. og 2 mgr.), 29. gr. (1. mgr.) og 36. gr. þessarar reglugerðar og tilkynna henni tafarlaust um allar síðari breytingar á þessum ákvæðum.

38. gr.

Gildistaka

Reglugerð þessi öðlast gildi á tuttugasta degi eftir að hún birtist í *Stjórnartíðindum Evrópusambandsins* nema 8. gr. og 3. mgr. 26. gr. sem öðlast gildi 11. júní 2005.

Reglugerð þessi er bindandi í heild sinni og gildir í öllum aðildarríkjunum án frekari lögfestingar.

Gjört í Lúxemborg, 13. október 2003.

Fyrir hönd Evrópuþingsins,

P. COX

forseti.

Fyrir hönd ráðsins,

G. ALEMANNO

forseti.

EFNISYFIRLIT

	<i>Bls.</i>
I. VIÐAUKI – Skrá yfir tegundir EB-áburðar	15
A. Eingildur, ólífrænn áburður sem inniheldur aðalnæringarefni	15
A.1. Köfnunarefnisáburður	15
A.2. Fosfóráburður	19
A.3. Kalíáburður	22
B. Ólífrænn, fjölgildur áburður sem inniheldur aðalnæringarefni	23
B.1. NPK-áburður	23
B.2. NP-áburður	27
B.3. NK-áburður	30
B.4. PK-áburður	32
C. Ólífrænn, fljótandi áburður	34
C.1. Eingildur, fljótandi áburður	34
C.2. Fjölgildur, fljótandi áburður	36
D. Ólífrænn áburður sem inniheldur aukanæringarefni	42
E. Ólífrænn áburður sem inniheldur snefilefni	43
E.1. Áburður sem inniheldur aðeins eitt snefilefni	43
E.1.1. Bór	43
E.1.2. Kóbalt	44
E.1.3. Kopar	45
E.1.4. Járn	46
E.1.5. Mangan	46
E.1.6. Mólýbden	47
E.1.7. Sink	48
E.2. Lágmarksinnihald snefilefna, gefið upp sem hundraðshluti af þyngd áburðar	49
E.3. Skrá yfir leyfða, lífræna klóbindla (chelating agents) og bindla (complexing agents) fyrir snefilefni	50
II. VIÐAUKI – Vikmörk	51
1. Eingildur, ólífrænn áburður sem inniheldur aðalnæringarefni — raungildi í hundraðshlutum miðað við massa, gefið upp sem N, P ₂ O ₅ , K ₂ O, MgO, Cl	51
2. Ólífrænn, fjölgildur áburður sem inniheldur aðalnæringarefni	52
3. Aukanæringarefni í áburði	52
4. Snefilefni í áburði	52
III. VIÐAUKI – Tæknileg ákvæði fyrir köfnunarefnisríkan ammoníumnítratáburð	53
1. Eiginleikar og viðmiðunarmörk fyrir eingildan, köfnunarefnisríkan ammoníumnítratáburð	53

2.	Lýsing á sprengipólspöfun fyrir köfnunarefnisríkan ammoníumnítratáburð	53
3.	Aðferðir til að sannreyna samræmi við viðmiðunarmörkin sem eru tilgreind í 1. og 2. þætti III. viðauka	54
4.	Ákvörðun á sprengipóli	66
IV. VIÐAUKI – Aðferðir við sýnatöku og greiningu		73
A.	Aðferð við sýnatöku vegna eftirlits með áburði	73
1.	Markmið og gildissvið	73
2.	Sýnatökumenn	73
3.	Skilgreiningar	73
4.	Búnaður	73
5.	Megindlegar kröfur	74
6.	Fyrirmæli um töku, undirbúning og þökkun sýna	75
7.	Þökkun lokasýna	76
8.	Sýnatökuskra	76
9.	Viðtökustaður sýna	76
B.	Aðferðir við greiningu á áburði	76
	Almennar athugasemdir	76
	Almenn ákvæði um aðferðir við greiningu áburðar	76
Aðferð 1	— Undirbúningur sýnis fyrir greiningu	76
Aðferðir 2	— Köfnunarefni	78
Aðferð 2.1	— Ákvörðun á ammoníakbundnu köfnunarefni	78
Aðferðir 2.2	— Ákvörðun á nítrat- og ammoníakbundnu köfnunarefni	87
Aðferð 2.2.1	— Ákvörðun á nítrat- og ammoníakbundnu köfnunarefni með aðferð Ulsch	87
Aðferð 2.2.2	— Ákvörðun á nítrat- og ammoníakbundnu köfnunarefni með aðferð Arnds	88
Aðferð 2.2.3	— Ákvörðun á nítrat- og ammoníakbundnu köfnunarefni með aðferð Devardas	90
Aðferðir 2.3	— Ákvörðun á heildarköfnunarefni	94
Aðferð 2.3.1	— Ákvörðun á heildarköfnunarefni í nítratlausu kalsíumsýanamíði (tröllumjöli)	94
Aðferð 2.3.2	— Ákvörðun á heildarköfnunarefni í kalsíumsýanamíði (tröllumjöli) sem inniheldur nítröt	95
Aðferð 2.3.3	— Ákvörðun á heildarköfnunarefni í þvagefni	98
Aðferð 2.4	— Ákvörðun á sýanamíðbundnu köfnunarefni	99
Aðferð 2.5	— Ákvörðun á bíureti í þvagefni með litrófsmælingu	101
Aðferðir 2.6	— Ákvörðun á mismunandi formum köfnunarefnis í sama sýninu	104
Aðferð 2.6.1	— Ákvörðun á mismunandi formum köfnunarefnis í sama sýni áburðar sem inniheldur köfnunarefni í formi nítrats, ammoníaks, þvagefnis og sýanamíðs	104

Aðferð 2.6.2	— Ákvörðun á mismunandi formum köfnunarefnis í áburði sem inniheldur einungis köfnunarefni í formi nitrats, ammoníaks og þvagefnis	116
Aðferð 3	— Fosfór	122
Aðferð 3.1	— Útdráttur	122
Aðferð 3.1.1	— Útdráttur á fosfór sem leysist upp í ólífrænum sýrum	122
Aðferð 3.1.2	— Útdráttur á fosfór sem leysist upp í 2% maurasýru (20 g á lítra)	123
Aðferð 3.1.3	— Útdráttur á fosfór sem leysist upp í 2% sítrónusýru (20 g á lítra)	123
Aðferð 3.1.4	— Útdráttur á fosfór sem leysist upp í hlutlausu ammoníumsítrati	124
Aðferð 3.1.5	— Útdráttur með basísku ammoníumsítrati	126
Aðferð 3.1.5.1	— Útdráttur á leysanlegum fosfór með aðferð Petermanns við 65° C	126
Aðferð 3.1.5.2	— Útdráttur á leysanlegum fosfór með aðferð Petermanns við stofuhita	128
Aðferð 3.1.5.3	— Útdráttur á fosfór, sem leysist upp í basísku ammoníumsítrati, með aðferð Joulies	129
Aðferð 3.1.6	— Útdráttur á vatnsleysanlegum fosfór	130
Aðferð 3.2	— Ákvörðun á útdregnum fosfór (þyngdarmæling með kínólínfosfórmólýbdati) ...	131
Aðferð 4	— Kalíum	134
Aðferð 4.1	— Ákvörðun á innihaldi vatnsleysanlegs kalíums	134
Aðferð 5	—	137
Aðferð 6	— Klór	137
Aðferð 6.1	— Ákvörðun á klóríðum án lífrænna efna	137
Aðferð 7	— Mölunarfinleiki	139
Aðferð 7.1	— Ákvörðun á mólunarfinleika (þurr aðferð)	139
Aðferð 7.2	— Ákvörðun á mólunarfinleika linra, náttúrulegra fosfata	140
Aðferð 8	— Aukanæringarefni	141
Aðferð 8.1	— Útdráttur á öllu kalsíumi, magnesíumi, natríumi og brennisteini í formi sulfata .	141
Aðferð 8.2	— Útdráttur á öllum brennisteini í mismunandi formum	142
Aðferð 8.3	— Útdráttur á vatnsleysanlegu kalsíumi, magnesíumi, natríumi og brennisteini (í formi sulfata)	143
Aðferð 8.4	— Útdráttur á vatnsleysanlegum brennisteini ef brennisteinninn er í mismunandi formum	144
Aðferð 8.5	— Útdráttur og ákvörðun á brennisteini í formi frumefnis	145
Aðferð 8.6	— Ákvörðun með kalíumpermanganati á útdregnu kalsíumi sem hefur verið felld út sem oxalat	147
Aðferð 8.7	— Ákvörðun á magnesíumi með frumeindagleyfnimælingu	148
Aðferð 8.8	— Ákvörðun á magnesíumi með flókagreiningu (complexometry)	150
Aðferð 8.9	— Ákvörðun á sulfötum	153
Aðferð 8.10	— Ákvörðun á útdregnu natríumi	154

Aðferðir 9	— Snefilefni í styrk sem er 10% eða minni	156
Aðferð 9.1	— Útdráttur á öllum snefilefnum	156
Aðferð 9.2	— Útdráttur á vatnsleysanlegum snefilefnum	158
Aðferð 9.3	— Hreinsun lífrænna efnasambanda úr útdrætti úr áburði	159
Aðferð 9.4	— Ákvörðun á snefilefnum með frumeindagleyfnimælingu í útdrætti úr áburði (almenn aðferð)	160
Aðferð 9.5	— Ákvörðun á bór í útdrætti úr áburði með litrófsgreiningu með asómetíni-H	162
Aðferð 9.6	— Ákvörðun á kóbalti í útdrætti úr áburði með frumeindagleyfnimælingu	164
Aðferð 9.7	— Ákvörðun á kopar í útdrætti úr áburði með frumeindagleyfnimælingu	166
Aðferð 9.8	— Ákvörðun á járn í útdrætti úr áburði með frumeindagleyfnimælingu	167
Aðferð 9.9	— Ákvörðun á mangani í útdrætti úr áburði með frumeindagleyfnimælingu	169
Aðferð 9.10	— Ákvörðun á mólýbdeni í útdrætti úr áburði með litrófsmælingu efnaflóka sem inniheldur ammoníumþíósýanat	171
Aðferð 9.11	— Ákvörðun á sinki í útdrætti úr áburði með frumeindagleyfnimælingu	173
Aðferðir 10	— Snefilefni í styrk sem er yfir 10%	175
Aðferð 10.1	— Útdráttur á öllum snefilefnum	175
Aðferð 10.2	— Útdráttur á vatnsleysanlegum snefilefnum	176
Aðferð 10.3	— Hreinsun lífrænna efnasambanda úr útdrætti úr áburði	178
Aðferð 10.4	— Ákvörðun á snefilefnum með frumeindagleyfnimælingu í útdrætti úr áburði (almenn aðferð)	179
Aðferð 10.5	— Ákvörðun á bór í útdrætti úr áburði með sýrutítrun	181
Aðferð 10.6	— Ákvörðun á kóbalti í útdrætti úr áburði með þyngdarmælingu þar sem 1-nítrósó-2-naftól er notað	183
Aðferð 10.7	— Ákvörðun á kopar í útdrætti úr áburði með títrunarmælingu	184
Aðferð 10.8	— Ákvörðun á járn í útdrætti úr áburði með frumeindagleyfnimælingu	186
Aðferð 10.9	— Ákvörðun á mangani í útdrætti úr áburði með títrun	188
Aðferð 10.10	— Ákvörðun á mólýbdeni í útdrætti úr áburði með þyngdarmælingu þar sem 8-hýdroxýkínólín er notað	190
Aðferð 10.11	— Ákvörðun á sinki í útdrætti úr áburði með frumeindagleyfnimælingu	191
V. VIÐAUKI		194
A. Skrá yfir skjöl sem framleiðendur eða fulltrúar þeirra skulu hafa hliðsjón af þegar þeir taka saman tækniskjöl fyrir nýja tegund áburðar sem þeir óska eftir að verði bætt við í I. viðauka við þessa reglugerð		194
B. Staðlar fyrir faggildingu rannsóknarstofa sem eru til þess bærar og hafa heimild til að veita nauðsynlega þjónustu við eftirlit með samræmi EB-áburðar við ákvæði þessarar reglugerðar og viðauka við hana		194

I. VIÐAUKI

SKRÁ YFIR TEGUNDIR EB-ÁBURÐAR

A. Eingildur, ólífrænn áburður sem inniheldur aðalnæringarefni

A.1. Köfnunarefnisáburður

Nr.	Tegundarheiti	Upplýsingar um framleiðsluaðferð og undirstöðuefni	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd). Upplýsingar um hvernig næringarefnið skuli gefin upp Aðrar kröfur	Aðrar upplýsingar sem tengjast tegundarheiti	Næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp. Form og leysni næringarefna. Aðrar viðmiðanir
1	2	3	4	5	6
1a	Kalsíumnítrat (kalksaltpétur)	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur kalsíumnítrat sem undirstöðuefni og e.t.v. ammoníumnítrat	15% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni eða sem nítrat- og ammoníakbundið köfnunarefni. Hámarksinnihald ammoníakbundins köfnunarefnis: 1,5% N		Heildarköfnunarefni Frekari, valfrjálsar upplýsingar: Nítratbundið köfnunarefni Ammoníakbundið köfnunarefni
1b	Kalsíummagnésíumnítrat (kalkmagnésíumnítrat)	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur kalsíumnítrat og magnésíumnítrat sem undirstöðuefni	13% N Köfnunarefni, gefið upp sem nítratbundið köfnunarefni. Lágmarksinnihald magnésíums í formi vatnsleysanlegra salta, gefið upp sem magnésíumoxíð: 5% MgO		Nítratbundið köfnunarefni Vatnsleysanlegt magnésíumoxíð
1c	Magnésíumnítrat	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur sexvatnað magnésíumnítrat sem undirstöðuefni	10% N Köfnunarefni, gefið upp sem nítratbundið köfnunarefni 14% MgO Magnesíum, gefið upp sem vatnsleysanlegt magnésíumoxíð	Sé varan sett á markað sem kristallar er heimilt að bæta við „í kristölluðu formi“	Nítratbundið köfnunarefni Vatnsleysanlegt magnésíumoxíð
2a	Natríumnítrat	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur natríumnítrat sem undirstöðuefni	15% N Köfnunarefni, gefið upp sem nítratbundið köfnunarefni		Nítratbundið köfnunarefni
2b	Sílenítrat (sílesaltpétur)	Vara sem er framleidd úr saltpétursmold (caliche) og inniheldur natríumnítrat sem undirstöðuefni	15% N Köfnunarefni, gefið upp sem nítratbundið köfnunarefni		Nítratbundið köfnunarefni
3a	Kalsíumsýanamíð (tröllamjöl)	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur kalsíumsýanamíð sem undirstöðuefni en auk þess kalsíumoxíð og e.t.v. lítið magn ammoníumsalta og þvagefnis	18% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni, þar sem a.m.k. 75% uppgefins köfnunarefnis er bundið í formi sýanamíðs		Heildarköfnunarefni

1	2	3	4	5	6
3b	Köfnunarefnisríkt kalsíumsýanamíð (tröllamjöl)	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur kalsíumsýanamíð sem undirstöðuefni en auk þess kalsíumoxíð og e.t.v. lítið magn ammoníumsalta og þvagefnis, að viðbættu nítрати	18% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni, þar sem a.m.k. 75% uppgefins köfnunarefnis, sem er ekki nítратbundið, er í formi sýanamíðs. Nítратbundið köfnunarefnisinnihald: – lágmark: 1% N – hámark: 3% N		Heildarköfnunarefni Nítратbundið köfnunarefni
4	Ammoníumsúlfat	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ammoníumsúlfat sem undirstöðuefni	20% N Köfnunarefni, gefið upp sem ammoníakbundið köfnunarefni		Ammoníakbundið köfnunarefni
5	Ammoníumnítrat eða kalsíumammoníumnítrat (kalkammonsaltþéttur)	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ammoníumnítrat sem undirstöðuefni og e.t.v. fylliefni eins og malaðan kalkstein, kalsíumsúlfat, malaðan dólómít, magnesíumsúlfat og kísírít	20% N Köfnunarefni, gefið upp sem nítратbundið köfnunarefni og ammoníakbundið köfnunarefni sem hvort um sig inniheldur u.þ.b. helming köfnunarefnisins. Sjá 1. og 2. lið III. viðauka við þessa reglugerð ef þörf krefur.	Heitið „kalsíumammoníumnítrat“ má einungis nota á áburð sem inniheldur eingöngu kalsíumkarbónat (t.d. kalkstein) og/eða magnesíumkarbónat og kalsíumkarbónat (t.d. dólómít) til viðbótar við ammoníumnítrat. Lágmarksinnihald þessara karbónata skal nema 20% og hreinleiki þeirra skal a.m.k. vera 90%.	Heildarköfnunarefni Nítратbundið köfnunarefni Ammoníakbundið köfnunarefni
6	Ammoníumsúlfatnítрат (ammoníumsúlfónítрат)	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ammoníumnítrat og ammoníumsúlfat sem undirstöðuefni	25% N Köfnunarefni, gefið upp sem ammoníak- og nítратbundið köfnunarefni. Lágmarksinnihald nítратbundins köfnunarefnis: 5%		Heildarköfnunarefni Ammoníakbundið köfnunarefni Nítратbundið köfnunarefni
7	Magnesíumsúlfónítрат	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ammoníumnítrat, ammoníumsúlfat og magnesíumsúlfat sem undirstöðuefni	19% N Köfnunarefni, gefið upp sem ammoníak- og nítратbundið köfnunarefni. Lágmarksinnihald nítратbundins köfnunarefnis: 6% N 5% MgO Magnesíum í formi vatnsleysanlegra salta, gefið upp sem magnesíumoxíð		Heildarköfnunarefni Ammoníakbundið köfnunarefni Nítратbundið köfnunarefni Vatnsleysanlegt magnesíumoxíð
8	Magnesíumammoníumnítrat	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ammoníumnítröt og saltsambönd af magnesíum (magnesíumkarbónat og/eða magnesíumsúlfat í dólómíti) sem undirstöðuefni	19% N Köfnunarefni, gefið upp sem ammoníakbundið köfnunarefni og nítратbundið köfnunarefni. Lágmarksinnihald nítратbundins köfnunarefnis: 6% N 5% MgO Magnesíum, gefið upp sem vatnsleysanlegt magnesíumoxíð		Heildarköfnunarefni Ammoníakbundið köfnunarefni Nítратbundið köfnunarefni Heildarmagnesíumoxíð og e.t.v. vatnsleysanlegt magnesíumoxíð

1	2	3	4	5	6
9	Þvagefni (úrea)	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur karbónýldíamíð (karbamíð) sem undirstöðuefni	44% N Heildarinnihald þvagefnisbundins köfnunarefnis (að meðtöldu bíúreti). Hámarksinnihald bíúrets: 1,2%		Heildarköfnunarefni, gefið upp sem þvagefnisbundið köfnunarefni
10	Krótonýlídendíúrea	Vara sem er framleidd með því að láta þvagefni hvarfast við krótonaldehyð. Einliða efnasamband	28% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni A.m.k. 25% N úr krótonýlídendíúrea Hámarksinnihald þvagefnisbundins köfnunarefnis: 3%		Heildarköfnunarefni Þvagefnisbundið köfnunarefni þegar það er a.m.k. 1% miðað við þyngd Köfnunarefni úr krótonýlídendíúrea
11	Ísóbútýlídendíúrea	Vara sem er framleidd með því að láta þvagefni hvarfast við ísóbútýraldehyð Einliða efnasamband	28% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni A.m.k. 25% N úr ísóbútýlídendíúrea Hámarksinnihald þvagefnisbundins köfnunarefnis: 3%		Heildarköfnunarefni Þvagefnisbundið köfnunarefni þar sem það er a.m.k. 1% miðað við þyngd Köfnunarefni úr ísóbútýlídendíúrea
12	Þvagefnisbundið formaldehyð (úreaformaldehyð)	Vara sem er framleidd með því að láta þvagefni hvarfast við formaldehyð og inniheldur þvagefnisformaldehyðssameindir sem undirstöðuefni Fjölliða efnasamband	36% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni A.m.k. 3/5 af uppgefnu heildarköfnunarefni skal vera leysanlegt í heitu vatni A.m.k. 31% N úr þvagefnisformaldehyði Hámarksinnihald þvagefnisbundins köfnunarefnis: 5%		Heildarköfnunarefni Þvagefnisbundið köfnunarefni þegar það er a.m.k. 1% miðað við þyngd Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehyði, leysanlegt í köldu vatni Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehyði, aðeins leysanlegu í heitu vatni
13	Köfnunarefnisáburður sem inniheldur krótonýlídendíúrea	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur krótonýlídendíúrea og eingildan köfnunarefnisáburð [skrá A-1, að undanskildum vörum nr. 3a, 3b og 5]	18% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni A.m.k. 3% köfnunarefnis í formi ammoníak- og/eða nítrat- og/eða þvagefnisbundins köfnunarefnis A.m.k. 1/3 af uppgefnu heildarköfnunarefni skal vera úr krótonýlídendíúrea Hámarksinnihald bíúrets: (þvagefnisbundið köfnunarefni + köfnunarefni í krótonýlídendíúrea) $\times$ 0,026		Heildarköfnunarefni Fyrir hvert form sem nemur a.m.k. 1%: – nítratbundið köfnunarefni – ammoníakbundið köfnunarefni – þvagefnisbundið köfnunarefni Köfnunarefni úr krótonýlídendíúrea

1	2	3	4	5	6
14	Köfnunarefnisáburður sem inniheldur ísóbútýlídendiúrea	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ísóbútýlídendiúrea og eingildan köfnunarefnisáburð [skrá A-1, að undanskildum vörum nr. 3a, 3b og 5]	18% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni A.m.k. 3% köfnunarefnis í formi ammoníaks og/eða nítrats og/eða þvagefnis A.m.k. 1/3 af uppgefnu heildarköfnunarefni skal vera úr ísóbútýlídendiúrea Hámarksinnihald bíúrets: (þvagefnisbundið köfnunarefni + köfnunarefni í ísóbútýlídendiúrea) $\times$ 0,026		Heildarköfnunarefni Fyrir hvert form sem nemur a.m.k. 1%: – nítratbundið köfnunarefni – ammoníakbundið köfnunarefni – þvagefnisbundið köfnunarefni Köfnunarefni úr ísóbútýlídendiúrea
15	Köfnunarefnisáburður sem inniheldur þvagefnisformaldehýð (úreaformaldehýð)	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur þvagefnisformaldehýð og eingildan köfnunarefnisáburð [skrá A-1, að undanskildum vörum nr. 3a, 3b og 5]	18% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni A.m.k. 3% köfnunarefnis í formi ammoníaks og/eða nítrats og/eða þvagefnis A.m.k. 1/3 af uppgefnu heildarinnihaldi köfnunarefnis skal vera úr þvagefnisformaldehýði A.m.k. 3/5 köfnunarefnisins úr þvagefnisformaldehýðinu skulu vera leysanlegir í heitu vatni Hámarksinnihald bíúrets: (þvagefnisbundið köfnunarefni + þvagefnisformaldehýð) $\times$ 0,026		Heildarköfnunarefni Fyrir hvert form sem nemur a.m.k. 1%: – nítratbundið köfnunarefni – ammoníakbundið köfnunarefni – þvagefnisbundið köfnunarefni Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði, aðeins leysanlegu í köldu vatni Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði, aðeins leysanlegu í heitu vatni
16	Ammoníumsúlfat með nítrunarlata (dísýandíamíð)	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ammoníumsúlfat og dísýandíamíð	20% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni Lágmarksinnihald ammoníakbundins köfnunarefnis: 18% Lágmarksinnihald köfnunarefnis úr dísýandíamíði: 1,5%		Heildarköfnunarefni Ammoníakbundið köfnunarefni Köfnunarefni úr dísýandíamíði Tæknilegar upplýsingar, nmgr. (a)
17	Ammoníumsúlfónítrat með nítrunarlata (dísýandíamíð)	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ammoníumsúlfónítrat og dísýandíamíð	24% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni Lágmarksinnihald nítratbundins köfnunarefnis: 3% Lágmarksinnihald köfnunarefnis úr dísýandíamíði: 1,5%		Heildarköfnunarefni Nítratbundið köfnunarefni Ammoníakbundið köfnunarefni Köfnunarefni úr dísýandíamíði Tæknilegar upplýsingar, nmgr. (a)

1	2	3	4	5	6
18	Þvagefnisammoníumsúlfat (úreaammoníumsúlfat)	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt úr þvagefni og ammoníumsúlfati	30% N Köfnunarefni, gefið upp sem ammoníak- og þvagefnisbundið köfnunarefni Lágmarksinnihald ammoníakbundins köfnunarefnis: 4% Lágmarksinnihald brennisteins, gefið upp sem brennisteinspríoxíð: 12% Hámarksinnihald bíúrets: 0,9%		Heildarköfnunarefni Ammoníakbundið köfnunarefni Þvagefnisbundið köfnunarefni Vatnsleysanlegt brennisteinspríoxíð

(a) Aðili, sem annast setningu á markað, skal ábyrgjast að hverri pakkningu eða vörusendingu í lausu fylgi svo nákvæmar, tæknilegar upplýsingar sem frekast er unnt. Þessar upplýsingar skulu einkum gera notendum kleift að ákvarða hve mikið og hvenær borið er á í mismunandi ræktun.

A.2. Fosfóraburður

Þegar mælt er fyrir um tiltekna kornastærð undirstöðuefnanna í áburði sem seldur er kornaður (áburður nr. 1, 3, 4, 5, 6 og 7) skal staðfesta hana með viðeigandi greiningaraðferð.

Nr.	Tegundarheiti	Upplýsingar um framleiðsluaðferð og undirstöðuefni	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd) Upplýsingar um hvernig næringarefnin skuli gefin upp Aðrar kröfur	Aðrar upplýsingar sem tengjast tegundarheiti	Næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp. Form og leysni næringarefna. Aðrar viðmiðanir
1	2	3	4	5	6
1	Basískt gjall: – tómasarfosföt – tómasargjall	Vara sem fellur til við járnbræðslu með meðhöndlun fosfórbráðar og inniheldur kalsíumkísilfosföt sem undirstöðuefni	12% P ₂ O ₅ Fosfór, gefinn upp sem fosfórpentoxíð, leysanlegur í ólífrænum sýrum, þar sem a.m.k. 75% af uppgefnu fosfórpentoxíðsinnihaldi leysist í 2% sítrónusýru, eða 10% P ₂ O ₅ Fosfór, gefinn upp sem fosfórpentoxíð, leysanlegur í 2% sítrónusýru Kornastærð: – a.m.k. 75% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum – a.m.k. 96% fara í gegnum sigti með 0,630 mm möskvum	–	Heildarfosfórpentoxíð (leysanlegt í ólífrænum sýrum), þar sem 75% þess (mælt sem hundraðshluti miðað við þyngd) leysist í 2% sítrónusýru (til sölu í Frakklandi, Portúgal, Grikklandi og á Ítalíu og Spáni) Heildarfosfórpentoxíð (leysanlegt í ólífrænum sýrum) og fosfórpentoxíð sem leysist í 2% sítrónusýru (til sölu í Breska konungsríkinu) Fosfórpentoxíð sem leysist í 2% sítrónusýru (til sölu í Þýskalandi, Belgíu, Danmörku, Lúxemborg, Hollandi og Austurríki og á Írlandi)

1	2	3	4	5	6
2a	Súperfosfat	Vara sem er framleidd með því að láta malað jarðefnafosfat hvarfast við brennisteinssýru og inniheldur einkalsíumfosfat sem undirstöðuefni auk kalsíumsúlfats	16% P_2O_5 Fosfór, gefinn upp sem P_2O_5 , leysanlegur í hlutlausu ammoníumsítrati, þar sem a.m.k. 93% af uppgefnu innihaldi P_2O_5 skal vera vatnsleysanlegt Prófunarsýni: 1 g		Fosfórpentoxíð, leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati Vatnsleysanlegt fosfórpentoxíð
2b	Tvífosfat	Vara sem er framleidd með því að láta malað jarðefnafosfat hvarfast við brennisteinssýru og fosfórsýru og inniheldur einkalsíumfosfat sem undirstöðuefni auk kalsíumsúlfats	25% P_2O_5 Fosfór gefinn upp sem P_2O_5 , leysanlegur í hlutlausu ammoníumsítrati, þar sem a.m.k. 93% af uppgefnu innihaldi P_2O_5 skal vera vatnsleysanlegt Prófunarsýni: 1 g		Fosfórpentoxíð leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati Vatnsleysanlegt fosfórpentoxíð
2c	Þrífosfat	Vara sem er framleidd með því að láta malað jarðefnafosfat hvarfast við fosfórsýru og inniheldur einkalsíumfosfat sem undirstöðuefni	38% P_2O_5 Fosfór, gefinn upp sem P_2O_5 , leysanlegur í hlutlausu ammoníumsítrati, þar sem a.m.k. 93% af uppgefnu innihaldi P_2O_5 skal vera vatnsleysanlegt Prófunarsýni: 3 g		Fosfórpentoxíð, leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati Vatnsleysanlegt fosfórpentoxíð
3	Hráfosfat, uppleyst að hluta	Vara sem er framleidd með því að leysa að hluta upp malað hráfosfat með brennisteinssýru eða fosfórsýru og inniheldur einkalsíumfosfat, þríkalsíumfosfat og kalsíumsúlfat sem undirstöðuefni	20% P_2O_5 Fosfór, gefinn upp sem P_2O_5 , leysanlegur í ólífrænum sýrum, þar sem a.m.k. 40% af uppgefnu innihaldi P_2O_5 skal vera vatnsleysanlegt Kornastærð: – a.m.k. 90% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum – a.m.k. 98% fara í gegnum sigti með 0,630 mm möskvum	–	Heildarfosfórpentoxíð (leysanlegt í ólífrænum sýrum) Vatnsleysanlegt fosfórpentoxíð
4	Tvíkalsíumfosfat	Vara sem er framleidd með útfellingu á uppleystri fosfórsýru úr jarðefnafosfötum eða beinum og inniheldur tvíkalsíumfosfathýdrat sem undirstöðuefni	38% P_2O_5 Fosfór, gefinn upp sem P_2O_5 , leysanlegur í basísku ammoníumsítrati (Petermann) Kornastærð: – a.m.k. 90% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum – a.m.k. 98% fara í gegnum sigti með 0,630 mm möskvum	–	Fosfórpentoxíð, leysanlegt í basísku ammoníumsítrati

1	2	3	4	5	6
5	Glæðifosfat	Vara sem er framleidd með því að hita malað hráfosfat með basískum efnasamböndum og kísilsýru og inniheldur basískt kalsíumfosfat og kalsíumsilíkat sem undirstöðuefni	25% P ₂ O ₅ Fosfór, gefinn upp sem P ₂ O ₅ , leysanlegur í basísku ammoníumsítrati (Petermann) Kornastærð: – a.m.k. 75% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum – a.m.k. 96% fara í gegnum sigti með 0,630 mm möskvum		Fosfórpentoxíð, leysanlegt í basísku ammoníumsítrati
6	Álkalsíumfosfat	Vara sem er framleidd í ókristölluðu formi með hitameðferð og mólun og inniheldur ál- og kalsíumfosfat sem undirstöðuefni	30% P ₂ O ₅ Fosfór, gefinn upp sem P ₂ O ₅ , leysanlegur í ólífrænum sýrum, a.m.k. 75% af uppgefnu innihaldi P ₂ O ₅ skal vera leysanlegt í basísku ammoníumsítrati (Joulie) Kornastærð: – a.m.k. 90% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum – a.m.k. 98% fara í gegnum sigti með 0,630 mm möskvum		Heildarfosfórpentoxíð (leysanlegt í ólífrænum sýrum) Fosfórpentoxíð, leysanlegt í basísku ammoníumsítrati
7	Lint, malað hráfosfat	Vara sem er framleidd með mólun á linum jarðefnafosfötum og inniheldur þríkalsíumfosfat og kalsíumkarbónat sem undirstöðuefni	25% P ₂ O ₅ Fosfór, gefinn upp sem P ₂ O ₅ , leysanlegur í ólífrænum sýrum, a.m.k. 55% af uppgefnu innihaldi P ₂ O ₅ skal vera leysanlegt í 2% maurasýru Kornastærð: – a.m.k. 90% fara í gegnum sigti með 0,063 mm möskvum – a.m.k. 99% fara í gegnum sigti með 0,125 mm möskvum		Heildarfosfórpentoxíð (leysanlegt í ólífrænum sýrum) Fosfórpentoxíð, leysanlegt í 2% maurasýru Efni sem fara í gegnum sigti með 0,063 mm möskvum, hundraðshluti miðað við þyngd

A.3.Kalíaburður

Nr.	Tegundarheiti	Upplýsingar um framleiðsluaðferð og undirstöðuefni	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd). Upplýsingar um hvernig næringarefnið skuli gefin upp Aðrar kröfur	Aðrar upplýsingar sem tengjast tegundarheiti	Næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp. Form og leysni næringarefna. Aðrar viðmiðanir
1	2	3	4	5	6
1	Kaínít	Vara sem er framleidd úr óhreinsuðum kalíumsöltum	10% K ₂ O Kalí, gefið upp sem vatnsleysanlegt K ₂ O 5% MgO Magnesíum í formi vatnsleysanlegra salta, gefið upp sem magnesíumoxíð	Heimilt er að bæta við viðteknum vöruheitum	Vatnsleysanlegt kalíoxíð Vatnsleysanlegt magnesíumoxíð
2	Auðgað kaínítsalt	Vara sem er framleidd úr óhreinsuðum kalísöltum sem hafa verið auðguð með blöndun við kalíklóríð	18% K ₂ O Kalí, gefið upp sem vatnsleysanlegt K ₂ O	Heimilt er að bæta við viðteknum vöruheitum	Vatnsleysanlegt kalíoxíð Tilgreining vatnsleysanlegs magnesíumoxíðinnihalds er valfrjáls ef MgO-innihaldið er meira en 5%
3	Kalíklóríð	Vara sem er framleidd úr óhreinsuðum kalísöltum og inniheldur kalíklóríð sem undirstöðuefni	37% K ₂ O Kalí, gefið upp sem vatnsleysanlegt K ₂ O	Heimilt er að bæta við viðteknum vöruheitum	Vatnsleysanlegt kalíoxíð
4	Kalíklóríð með magnesíumsalti	Vara sem er framleidd úr óhreinsuðum kalísöltum að viðbættum magnesíumsöltum, og inniheldur kalíklóríð og magnesíumsölt sem undirstöðuefni	37% K ₂ O Kalí, gefið upp sem vatnsleysanlegt K ₂ O 5% MgO Magnesíum í formi vatnsleysanlegra salta, gefið upp sem magnesíumoxíð		Vatnsleysanlegt kalíoxíð Vatnsleysanlegt magnesíumoxíð
5	Kalísúlfat	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt úr kalísöltum og inniheldur kalísúlfat sem undirstöðuefni	47% K ₂ O Kalí, gefið upp sem vatnsleysanlegt K ₂ O Hámarksklórinnihald: 3% Cl		Vatnsleysanlegt kalíoxíð Tilgreining klórinnihalds er valfrjáls

1	2	3	4	5	6
6	Kalísúlfat með magnesíumsalti	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt úr kalísöltum, e.t.v. að viðbættum magnesíumsöltum, og inniheldur kalísúlfat og magnesíumsúlfat sem undirstöðuefni	22% K ₂ O Kalí, gefið upp sem vatnsleysanlegt K ₂ O 8% MgO Magnesíum í formi vatnsleysanlegra salta, gefið upp sem magnesíumoxíð Hámarksklórinnihald: 3% Cl	Heimilt er að bæta við viðteknum vöruheitum	Vatnsleysanlegt kalíoxíð Vatnsleysanlegt magnesíumoxíð Tilgreining klórinnihalds er valfrjáls
7	Kíserít ásamt kalísúlfati	Vara sem er framleidd úr kíseríti, að viðbættu kalísúlfati	8% MgO Magnesíum, gefið upp sem vatnsleysanlegt MgO 6% K ₂ O Kalí, gefið upp sem vatnsleysanlegt K ₂ O Heildarinnihald MgO + K ₂ O: 20% Hámarksklórinnihald: 3% Cl	Heimilt er að bæta við viðteknum vöruheitum	Vatnsleysanlegt magnesíumoxíð Vatnsleysanlegt kalíoxíð Tilgreining klórinnihalds er valfrjáls

B Ólífrænn, fjölgildur áburður sem inniheldur aðalnæringarefni

B.1. NPK-áburður

B.1.1.	Tegundarheiti:	NPK-áburður
	Upplýsingar um framleiðsluaðferð:	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt eða með blöndun, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu.
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd):	- Samtals: 20% (N + P₂O₅ + K₂O) - Fyrir hvert næringarefni: 3% N, 5% P₂O₅, 5% K₂O.

Form, leysni og næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki			Upplýsingar um eiginleika áburðarins		
Kornastærð			Aðrar kröfur		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Heildarköfnunarefni	(1) Vatnsleysanlegt P ₂ O ₅	Vatnsleysanlegt K ₂ O	(1) Heildarköfnunarefni	1. Fyrir NPK-áburð, sem inniheldur ekki tómasargjall, glæðifosfat, álkalsíumfosfat, hráfosfat, sem er uppleyst að hluta, eða lint, malað hráfosfat, er skylt að gefa upp leysni (1), (2) eða (3): – ef vatnsleysanlegt P₂O₅ nær ekki 2% er einungis skylt að gefa upp leysni (2), – ef vatnsleysanlegt P₂O₅ nemur a.m.k. 2% er skylt að gefa upp leysni (3) og tilgreina vatnsleysanlegt innihald P₂O₅ [leysni (1)]. Innihald P₂O₅, sem er einungis leysanlegt í ólífrænum sýrum, má ekki vera meira en 2%. Fyrir þessa áburðartegund, 1, skal prófunarsýnið til að ákvarða leysni (2) og (3) vera 1 g. 2.a NPK-áburður, sem inniheldur hráfosfat, sem er uppleyst að hluta, eða lint, malað hráfosfat, má ekki innihalda tómasargjall, glæðifosfat eða álkalsíumfosfat. Fyrir hann er skylt að gefa upp leysni (1), (3) og (4). Þessi tegund áburðar skal innihalda: – a.m.k. 2% P₂O₅ sem er einungis leysanlegt í ólífrænum sýrum [leysni 4], – a.m.k. 5% P₂O₅ sem er leysanlegt í vatni og hlutlausu ammoníumsítrati [leysni (3)], – a.m.k. 2,5% vatnsleysanlegt P₂O₅ [leysni (1)]. Þessi tegund áburðar skal sett á markað sem „NPK-áburður sem inniheldur lint, malað hráfosfat“ eða „NPK-áburður sem inniheldur hráfosfat sem er uppleyst að hluta“. Fyrir þessa áburðartegund, 2a, skal prófunarsýnið til að ákvarða leysni (3) vera 3 g.	(1) Vatnsleysanlegt kalíoxíð (2) Áritunin „klórsnauður“ er einungis heimil þegar klórinnihaldið er ekki yfir 2% (3) Heimilt er að gefa upp klórinnihald
(2) Nítratbundið köfnunarefni	(2) P ₂ O ₅ , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati		(2) Ef eitthvert forma köfnunarefnis í (2) til (5) nemur minnst 1% miðað við þyngd er skylt að gefa það form upp		
(3) Ammoníakbundið köfnunarefni	(3) P ₂ O ₅ , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati og vatni		(3) Sjá 2. lið III. viðauka ef innihaldið er meira en 28%		
(4) Þvagefnisbundið köfnunarefni	(4) P ₂ O ₅ , leysanlegt í ólífrænum sýrum eingöngu				
(5) Sýanamíðbundið köfnunarefni	(5) P ₂ O ₅ , leysanlegt í basísku ammoníumsítrati (Petermann)				
	(6a) P ₂ O ₅ , leysanlegt í ólífrænum sýrum, þar af skal a.m.k. 75% af uppgefnu innihaldi P ₂ O ₅ vera leysanlegt í 2% sítrónusýru				
	(6b) P ₂ O ₅ , leysanlegt í 2% sítrónusýru				
	(7) P ₂ O ₅ , leysanlegt í ólífrænum sýrum, þar af skal a.m.k. 75% af uppgefnu innihaldi P ₂ O ₅ vera leysanlegt í basísku ammoníumsítrati (Joulie)				
	(8) P ₂ O ₅ , leysanlegt í ólífrænum sýrum, þar af skal a.m.k. 55% af uppgefnu innihaldi P ₂ O ₅ vera leysanlegt í 2% maurasýru				

1	2	3	4	5	6
Kornastærð undirstöðuefna úr fosfati:				2.b NPK-áburður, sem inniheldur álkalsíumfosfat, má ekki innihalda tómasargjall, glæðifosfat, lint, malað hráfosfat og hráfosfat sem er uppleyst að hluta. Fyrir hann er skylt að gefa upp leysni (1) og (7), í síðara tilvikinu eftir að vatnsleysni hefur verið dregin frá.	
Tómasargjall:	a.m.k. 75% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum			Þessi tegund áburðar skal innihalda:	
Álkalsíumfosfat:	a.m.k. 90% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum			– a.m.k. 2% vatnsleysanlegt P_2O_5 [leysni (1)], – a.m.k. 5% P_2O_5 samkvæmt leysni (7).	
Glæðifosfat	a.m.k. 75% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum			Þessi tegund áburðar skal sett á markað sem „NPK-áburður sem inniheldur álkalsíumfosfat“.	
Lint, mulið hráfosfat:	a.m.k. 90% fara í gegnum sigti með 0,063 mm möskvum			3. Þegar um er að ræða NPK-áburð sem inniheldur einungis eina af eftirfarandi tegundum fosfatáburðar: tómasargjall, glæðifosfat, álkalsíumfosfat eða lint, malað hráfosfat: skylt er að gefa upp tegund fosfatsins fyrir aftan tegundarheitið.	
Hráfosfat, uppleyst að hluta:	a.m.k. 90% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum			Yfirlýsing um leysni P_2O_5 skal vera í samræmi við eftirfarandi leysni:	
				– fyrir áburð að stofni til úr tómasargjalli: leysni (6a) (Frakkland, Ítalía, Spánn, Portúgal og Grikkland), (6b) (Þýskaland, Belgía, Danmörk, Írland, Lúxemborg, Holland, Breska konungsríkið og Austurríki), – fyrir áburð að stofni til úr glæðifosfati: leysni (5), – fyrir áburð úr álkalsíumfosfati: leysni (7), – fyrir áburð úr linu, möluðu hráfosfati: leysni (8).	

B.1. NPK-áburður (framhald)

B.1.2.	Tegundarheiti:	NPK-áburður sem inniheldur krótonýlídendíúrea eða ísóbútýlídendíúrea eða þvagefnisformaldehýð (eftir því sem við á).
	Upplýsingar um framleiðsluaðferð:	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu, og inniheldur krótonýlídendíúrea eða ísóbútýlídendíúrea eða þvagefnisformaldehýð.
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd):	– Samtals: 20% (N + P₂O₅ + K₂O) – Fyrir hvert næringarefni: – 5% N. A.m.k. ¼ af uppgefnu heildarinnihaldi köfnunarefnis skal vera köfnunarefni í formi (5) eða (6) eða (7). - A.m.k. 3/5 af uppgefnu heildarinnihaldi köfnunarefnis (7) skal vera leysanlegt í heitu vatni, – 5% P₂O₅, – 5% K₂O.

Form, leysni og næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki Kornastærð			Upplýsingar um eiginleika áburðarins Aðrar kröfur		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Heildarköfnunarefni	(1) Vatnsleysanlegt P ₂ O ₅	Vatnsleysanlegt K ₂ O	(1) Heildarköfnunarefni	Fyrir NPK-áburð, sem inniheldur ekki tómasargjall, glæðifosfat, álkalsíumfosfat, hráfosfat, sem er uppleyst að hluta, eða hráfosfat, er skylt að gefa upp leysni (1), (2) og (3): – ef vatnsleysanlegt P₂O₅ nær ekki 2% er einungis skylt að gefa upp leysni (2), – ef vatnsleysanlegt P₂O₅ nemur a.m.k. 2% er skylt að gefa upp leysni (3) og tilgreina vatnsleysanlegt innihald P₂O₅ [leysni (1)]. Innihald P₂O₅, sem er einungis leysanlegt í ólífrænum sýrum, má ekki vera meira en 2%. Prófunarsýnið til að ákvarða leysni (2) og 3 skal vera 1 g.	(1) Vatnsleysanlegt kalíoxíð
(2) Nítratbundið köfnunarefni	(2) P ₂ O ₅ , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati		(2) Ef eitthvert forma köfnunarefnis frá (2) til (4) nemur minnst 1% miðað við þyngd er skylt að gefa það form upp		(2) Áritunin „klórsnauður“ er einungis heimil þegar klórinnihaldið er ekki yfir 2%
(3) Ammoníakbundið köfnunarefni	(3) P ₂ O ₅ , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati og vatni		(3) Eitt af formum köfnunarefnis í (5) til (7) (eftir því sem við á). Köfnunarefni í formi (7) skal gefið upp sem köfnunarefni í formi (8) og (9)		(3) Heimilt er að gefa upp klórinnihald
(4) Þvagefnisbundið köfnunarefni					
(5) Köfnunarefni úr krótonýlídendíúrea					
(6) Köfnunarefni úr ísóbútýlídendíúrea					
(7) Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði					
(8) Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði, aðeins leysanlegt í heitu vatni					
(9) Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði, leysanlegt í köldu vatni					

B.2. NP-áburður

B.2.1.	Tegundarheiti:	NP-áburður.
	Upplýsingar um framleiðsluaðferð:	Varan sem er framleidd á efnafræðilegan hátt eða með blöndun, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu.
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd):	– Samtals: 18% (N + P₂O₅) – Fyrir hvert næringarefni: 3% N, 5% P₂O₅.

Form, leysni og næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki			Upplýsingar um eiginleika áburðarins		
Kornastærð			Aðrar kröfur		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Heildarköfnunarefni (2) Nítratbundið köfnunarefni (3) Ammoníakbundið köfnunarefni (4) Þvagefnisbundið köfnunarefni (5) Sýanamíðbundið köfnunarefni	(1) Vatnsleysanlegt P ₂ O ₅ (2) P ₂ O ₅ , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati (3) P ₂ O ₅ , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati og í vatni (4) P ₂ O ₅ , leysanlegt í ólífrænum sýrum eingöngu (5) P ₂ O ₅ , leysanlegt í basísku ammoníumsítrati (Petermann) (6a) P ₂ O ₅ , leysanlegt í ólífrænum sýrum, þar af skal a.m.k. 75% af uppgefnu P ₂ O ₅ -innihaldi vera leysanlegt í 2% sítrónusýru (6b) P ₂ O ₅ , leysanlegt í 2% sítrónusýru (7) P ₂ O ₅ , leysanlegt í ólífrænum sýrum, þar af skal a.m.k. 75% af uppgefnu P ₂ O ₅ -innihaldi vera leysanlegt í basísku ammoníumsítrati (Joulie) (8) P ₂ O ₅ , leysanlegt í ólífrænum sýrum, þar af skal a.m.k. 55% af uppgefnu innihaldi P ₂ O ₅ vera leysanlegt í 2% maurasýru.		(1) Heildarköfnunarefni (2) Ef eitthvert forma köfnunarefnis í (2) til (5) nemur minnst 1% miðað við þyngd er skylt að gefa það form upp	1. Fyrir NP-áburð, sem inniheldur ekki tómasargjall, glæðifosfat, álkalsíumfosfat, hráfosfat, sem er uppleyst að hluta, eða lint, malað hráfosfat er skylt að gefa upp leysni (1), (2) og (3): – ef vatnsleysanlegt P₂O₅ nær ekki 2% er einungis skylt að gefa upp leysni (2), – ef vatnsleysanlegt P₂O₅ nemur a.m.k. 2% er skylt að gefa upp leysni (3) og tilgreina vatnsleysanlegt innihald P₂O₅ [leysni (1)]. Innihald P ₂ O ₅ , sem er einungis leysanlegt í ólífrænum sýrum, má ekki vera meira en 2%. Fyrir þessa áburðartegund, 1, skal prófunarsýnið til að ákvarða leysni (2) og (3) vera 1 g. 2a NP-áburður, sem inniheldur lint, malað hráfosfat eða fosfat, sem er uppleyst að hluta, má ekki innihalda tómasargjall, glæðifosfat eða álkalsíumfosfat. Fyrir hann er skylt að gefa upp leysni (1), (3) og (4). Þessi tegund áburðar skal innihalda: – a.m.k. 2% P₂O₅ sem er einungis leysanlegt í ólífrænum sýrum [leysni (4)], – a.m.k. 5% P₂O₅ sem er leysanlegt í vatni og hlutlausu ammoníumsítrati [leysni (3)],	

1	2	3	4	5	6
				– a.m.k. 2,5% vatnsleysanlegt P_2O_5 [leysni (1)]. Þessi tegund áburðar skal sett á markað sem „NPK-áburður sem inniheldur lint, malað hráfosfat“ eða „NPK-áburður sem inniheldur hráfosfat, uppleyst að hluta“. Fyrir þessa áburðartegund, 2a, skal prófunarsýnið til að ákvarða leysni (3) vera 3 g. 2 (b) NPK-áburður, sem inniheldur álkalsíumfosfat, má ekki innihalda tómasargjall, glæðifosfat, lint, malað hráfosfat eða hráfosfat sem er uppleyst að hluta. Fyrir hann er skylt að gefa upp leysni (1) og (7), í síðara tilvikinu eftir að vatnsleysni hefur verið dregin frá. Þessi tegund áburðar skal innihalda: – a.m.k. 2% vatnsleysanlegt P_2O_5 [leysni (1)], – a.m.k. 5% P_2O_5 samkvæmt leysni (7). Þessi tegund áburðar skal sett á markað sem „NP-áburður sem inniheldur álkalsíumfosfat“. 3. Þegar um er að ræða NP-áburð sem inniheldur einungis eina af eftirfarandi tegundum fosfatáburðar: tómasargjall, glæðifosfat, álkalsíumfosfat eða lint, malað hráfosfat er skylt að gefa upp tegund fosfats fyrir aftan tegundarheitið. Yfirlýsing um leysni P_2O_5 skal vera í samræmi við eftirfarandi leysni: – fyrir áburð að stofni til úr tómasargjalli: leysni (6a) (Frakkland, Ítalía, Spánn, Portúgal og Grikklandi), (6b) (Þýskaland, Belgía, Danmörk, Írland, Lúxemborg, Hollandi, Breska konungsríkið og Austurríki),	
Kornastærð undirstöðuefna úr fosfati:					
Tómasargjall	a.m.k. 75% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum				
Álkalsíumfosfat	a.m.k. 90% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum				
Glæðifosfat	a.m.k. 75% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum				
Lint, mulið hráfosfat	a.m.k. 90% fara í gegnum sigti með 0,063 mm möskvum				
Hráfosfat, uppleyst að hluta	a.m.k. 90% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum				

1	2	3	4	5	6
				– fyrir áburð að stofni til úr glæðifosfati: leysni (5), – fyrir áburð að stofni til úr álkalsíumfosfati: leysni (7), – fyrir áburð að stofni til úr linu, möluðu hráfosfati: leysni (8).	

B.2. NP-áburður (framhald)

B.2.2.	Tegundarheiti:	NP- áburður sem inniheldur krótonýlídendiúrea eða ísóbútýlídendiúrea eða þvagefnisformaldehýð (eftir því sem við á)
	Upplýsingar um framleiðsluaðferð:	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu, og inniheldur krótonýlídendiúrea eða ísóbútýlídendiúrea eða þvagefnisformaldehýð
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd):	– Samtals: 18% (N + P ₂ O ₅) – Fyrir hvert næringarefni: – 5% N A.m.k. ¼ af uppgefnu heildarinnihaldi köfnunarefnis skal vera köfnunarefni í formi (5) eða (6) eða (7). A.m.k. 3/5 af uppgefnu heildarinnihaldi köfnunarefnis (7) skulu vera leysanlegir í heitu vatni, – 5% P ₂ O ₅ .

Form, leysni og næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki Kornastærð			Upplýsingar um eiginleika áburðarins Aðrar kröfur		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Heildarköfnunarefni (2) Nítratbundið köfnunarefni (3) Ammoníakbundið köfnunarefni (4) Þvagefnisbundið köfnunarefni (5) Köfnunarefni úr krótonýlídendiúrea (6) Köfnunarefni úr ísóbútýlídendiúrea (7) Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði	(1) Vatnsleysanlegt P ₂ O ₅ (2) P ₂ O ₅ , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati (3) P ₂ O ₅ , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati og í vatni		(1) Heildarköfnunarefni (2) Ef eitthvert forma köfnunarefnis í (2) til (4) nemur minnst 1% miðað við þyngd er skylt að gefa það form upp (3) Eitt af formum köfnunarefnis í (5) til (7) (eftir því sem við á). Köfnunarefni í formi (7) skal gefið upp sem köfnunarefni í formi (8) og (9)	Fyrir NP-áburð, sem inniheldur ekki tómasargjall, glæðifosfat, álkalsíumfosfat, hráfosfat, sem er uppleyst að hluta, eða hráfosfat, er skylt að gefa upp leysni (1), (2) eða (3): – ef vatnsleysanlegt P ₂ O ₅ nær ekki 2% er einungis skylt að gefa upp leysni (2), – ef vatnsleysanlegt P ₂ O ₅ nemur a.m.k. 2% er skylt að gefa upp leysni (3) og tilgreina vatnsleysanlegt innihald P ₂ O ₅ [leysni (1)].	

1	2	3	4	5	6
(8) Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði, aðeins leysanlegt í heitu vatni				Innihald P_2O_5 , sem er einungis leysanlegt í ólífrænum sýrum, má ekki vera meira en 2%.	
(9) Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði, aðeins leysanlegt í köldu vatni				Prófunarsýnið til að ákvarða leysni (2) og (3) skal vera 1 g.	

B.3. NK-áburður

B.3.1.	Tegundarheiti:	NK-áburður
	Upplýsingar um framleiðsluaðferð:	Varan er framleidd á efnafræðilegan hátt eða með blöndun, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu.
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd):	– Samtals: 18% (N + K_2O) – Fyrir hvert næringarefni: 3% N, 5% K_2O .

Form, leysni og næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki Kornastærð			Upplýsingar um eiginleika áburðarins Aðrar kröfur		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Heildarköfnunarefni		Vatnsleysanlegt K_2O	(1) Heildarköfnunarefni		(1) Vatnsleysanlegt kalíoxíð
(2) Nítratbundið köfnunarefni			(2) Ef eitthvert forma köfnunarefnis í (2) til (5) nemur minnst 1% miðað við þyngd er skylt að gefa það form upp		(2) Áritunin „klórsnauður“ er einungis heimil þegar klórinnihaldið er ekki yfir 2%
(3) Ammoníakbundið köfnunarefni					(3) Heimilt er að gefa upp klórinnihald
(4) Þvagefnisbundið köfnunarefni					
(5) Sýanamíðbundið köfnunarefni					

B.3. NK-áburður (framhald)

B.3.2.	Tegundarheiti:	NK- áburður sem inniheldur krótonýlídendíúrea eða ísóbútýlídendíúrea eða þvagefnisformaldehýð (eftir því sem við á)			
	Upplýsingar um framleiðsluaðferð:	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu, og inniheldur krótonýlídendíúrea eða ísóbútýlídendíúrea eða þvagefnisformaldehýð			
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd):	— Samtals: 18% (N + K ₂ O) — Fyrir hvert næringarefni: — 5% N A.m.k. ¼ af uppgefnu heildarinnihaldi köfnunarefnis skal vera köfnunarefni í formi (5) eða (6) eða (7). A.m.k. 3/5 af uppgefnu heildarinnihaldi köfnunarefnis (7) skulu vera leysanlegir í heitu vatni, — 5% K ₂ O.			
Form, leysni og næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki Kornastærð			Upplýsingar um eiginleika áburðarins Aðrar kröfur		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Heildarköfnunarefni		Vatnsleysanlegt K ₂ O	(1) Heildarköfnunarefni		(1) Vatnsleysanlegt kalíoxíð
(2) Nítratbundið köfnunarefni			(2) Ef eitthvert forma köfnunarefnis í (2) til (4) nemur minnst 1% miðað við þyngd er skylt að gefa það form upp		(2) Áritunin „klórsnauður“ er einungis heimil þegar klórinnihaldið er ekki yfir 2%
(3) Ammoníakbundið köfnunarefni			(3) Eitt af formum köfnunarefnis í (5) til (7) (eftir því sem við á). Köfnunarefni í formi (7) skal gefið upp sem köfnunarefni í formi (8) og (9)		(3) Heimilt er að gefa upp klórinnihald
(4) Þvagefnisbundið köfnunarefni					
(5) Köfnunarefni úr krótonýlídendíúrea					
(6) Köfnunarefni úr ísóbútýlídendíúrea					
(7) Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði					
(8) Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði, aðeins leysanlegt í heitu vatni					
(9) Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði, aðeins leysanlegt í köldu vatni					

B.4. PK-áburður

Tegundarheiti:	PK-áburður
Upplýsingar um framleiðsluaðferð:	Varan sem er framleidd á efnafræðilegan hátt eða með blöndun, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu.
Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd):	– Samtals: 18% (P_2O_5 + K_2O) – Fyrir hvert næringarefni: 5% P_2O_5, 5% K_2O.

Form, leysni og næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki Kornastærð			Upplýsingar um eiginleika áburðarins Aðrar kröfur		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vatnsleysanlegt P_2O_5 (2) P_2O_5 , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati (3) P_2O_5 , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati og í vatni (4) P_2O_5 , leysanlegt í ólífrænum sýrum eingöngu (5) P_2O_5 , leysanlegt í basísku ammoníumsítrati (Petermann) (6a) P_2O_5 , leysanlegt í ólífrænum sýrum, þar af skal a.m.k. 75% af uppgefnu P_2O_5 -innihaldi vera leysanlegt í 2% sítrónusýru (6b) P_2O_5 , leysanlegt í 2% sítrónusýru (7) P_2O_5 , leysanlegt í ólífrænum sýrum, þar af skal a.m.k. 75% af uppgefnu P_2O_5 -innihaldi vera leysanlegt í basísku ammoníumsítrati (Joulie) (8) P_2O_5 , leysanlegt í ólífrænum sýrum, þar af skal a.m.k. 55% af uppgefnu P_2O_5 -innihaldi vera leysanlegt í 2% maurasýru	Vatnsleysanlegt K_2O		1. Fyrir PK-áburð, sem inniheldur ekki tómasargjall, glæðifosfat, álkalsíumfosfat, hráfosfat, sem er uppleyst að hluta, eða lint, malað hráfosfat, er skylt að gefa upp leysni (1), (2) eða (3): – ef vatnsleysanlegt P_2O_5 nær ekki 2% er einungis skylt að gefa upp leysni (2), – ef vatnsleysanlegt P_2O_5 nemur a.m.k. 2% er skylt að gefa upp leysni (3) og tilgreina vatnsleysanlegt innihald P_2O_5 [leysni (1)]. Innihald P_2O_5 , sem er einungis leysanlegt í ólífrænum sýrum, má ekki vera meira en 2%. Fyrir þessa áburðartegund, 1, skal prófunarsýnið til að ákvarða leysni (2) og (3) vera 1 g. 2a PK-áburður, sem inniheldur hráfosfat, sem er uppleyst að hluta, eða lint, malað hráfosfat, má ekki innihalda tómasargjall, glæðifosfat og álkalsíumfosfat. Fyrir hann er skylt að gefa upp leysni (1), (3) og (4). Þessi tegund áburðar skal innihalda: – a.m.k. 2% P_2O_5 sem er einungis leysanlegt í ólífrænum sýrum [leysni (4)], – a.m.k. 5% P_2O_5 sem leysist í vatni og hlutlausu ammoníumsítrati [leysni (3)], – a.m.k. 2,5% vatnsleysanlegt P_2O_5 [leysni (1)].	(1) Vatnsleysanlegt kalíoxíð (2) Áritunin „klórsnauður“ er einungis heimil þegar klórinnihaldið er ekki yfir 2% (3) Heimilt er að gefa upp klórinnihald

1	2	3	4	5	6
Kornastærð undirstöðuefna úr fosfati: Tómasargjall Álkalsíumfosfat Glæðifosfat Lint, mulið hráfosfat Hráfosfat, uppleyst að hluta	a.m.k. 75% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum a.m.k. 90% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum a.m.k. 75% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum a.m.k. 90% fara í gegnum sigti með 0,063 mm möskvum a.m.k. 90% fara í gegnum sigti með 0,160 mm möskvum			Þessi tegund áburðar skal sett á markað sem „PK-áburður sem inniheldur lint, malað hráfosfat“ eða „PK-áburður sem inniheldur hráfosfat uppleyst að hluta“. Fyrir þessa áburðartegund, 2a, skal prófunarsýnið til að ákvarða leysni (3) vera 3 g. 2b PK-áburður, sem inniheldur álkalsíumfosfat, má ekki innihalda tómasargjall, glæðifosfat og hráfosfat sem er uppleyst að hluta. Fyrir hann er skylt að gefa upp leysni (1) og (7), í síðara tilvikinu eftir að vatnsleysni hefur verið dregin frá. Þessi tegund áburðar skal innihalda: – a.m.k. 2% vatnsleysanlegt P ₂ O ₅ [(leysni (1))], – a.m.k. 5% P ₂ O ₅ samkvæmt leysni (7). Þessi tegund áburðar skal sett á markað sem „PK-áburður sem inniheldur álkalsíumfosfat“. 3. Þegar um er að ræða PK-áburð sem inniheldur einungis eina af eftirfarandi tegundum fosfatáburðar: tómasargjall, glæðifosfat, álkalsíumfosfat eða lint, malað hráfosfat er skylt að gefa upp tegund fosfats fyrir aftan tegundarheitið. Yfirlýsing um leysni P ₂ O ₅ skal vera í samræmi við eftirfarandi leysni: – fyrir áburð að stofni til úr tómasargjalli: leysni (6a) (Frakkland, Ítalía, Spánn, Portúgal og Grikkland), (6b) (Þýskaland, Belgía, Danmörk, Írland, Lúxemborg, Hollandi, Breska konungsríkið og Austurríki), – fyrir áburð að stofni til úr glæðifosfati: leysni (5), – fyrir áburð að stofni til úr álkalsíumfosfati: leysni (7), – fyrir áburð að stofni til úr linu, möluðu hráfosfati: leysni (8).	

C. Ólífrænn, fljótandi áburður

C.1. Eingildur, fljótandi áburður

Nr.	Tegundarheiti	Upplýsingar um framleiðsluaðferð og undirstöðuefni	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd) Upplýsingar um hvernig næringarefnin skuli gefin upp Aðrar kröfur	Aðrar upplýsingar sem tengjast tegundarheiti	Næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp. Form og leysni næringarefna. Aðrar viðmiðanir
1	2	3	4	5	6
1	Köfnunarefnisáburður í lausn	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og leyst upp í vatni, í formi sem er stöðugt við þrýsting andrúmsloftsins, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu	15% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni, eða, sé það einungis fyrir hendi í einu formi, sem nítратbundið köfnunarefni, ammoníakbundið köfnunarefni eða þvagefnisbundið köfnunarefni. Hámarksinnihald bíúrets: $\text{þvagefnisbundið köfnunarefni} \times 0,026$		Heildarköfnunarefni og, fyrir hvert form sem nemur minnst 1%, nítратbundið köfnunarefni, ammoníakbundið köfnunarefni og/eða þvagefnisbundið köfnunarefni Ef innihald bíúrets er innan við 0,2% er heimilt að bæta við orðinu „bíúretsnaður“
2	Þvagefnis- (úrea-) og ammoníumnítратáburður í lausn	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og leyst upp í vatni, inniheldur ammoníumnítрат og þvagefni	26% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni, þar sem u.þ.b. helmingur köfnunarefnisins er þvagefnisbundið köfnunarefni Hámarksinnihald bíúrets: 0,5%		Heildarköfnunarefni Nítратbundið köfnunarefni, ammoníakbundið köfnunarefni og þvagefnisbundið köfnunarefni Ef innihald bíúrets er innan við 0,2% er heimilt að bæta við orðinu „bíúretsnaður“
3	Kalsíumnítратlausn	Vara sem er framleidd með því að leysa kalsíumnítрат upp í vatni	8% N Köfnunarefni, gefið upp sem nítратbundið köfnunarefni þar sem 1% köfnunarefnis eða minna er í formi ammoníaks Kalsíum, gefið upp sem vatnsleysanlegt CaO	Heimilt er að láta eina af eftirfarandi ábendingum fylgja tegundarheitinu eftir því sem við á: – notist á laufblöð, – notist í næringarefnalausnir, – notist til áburðarvökvunar	Heildarköfnunarefni Vatnsleysanlegt kalsíumoxíð til þeirra nota sem mælt er fyrir um í 5. dálki. Valfrjálst: – nítратbundið köfnunarefni – ammoníakbundið köfnunarefni
4	Magnesiumnítратlausn	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og með því að leysa magnesiumnítрат upp í vatni	6% N Köfnunarefni, gefið upp sem nítратbundið köfnunarefni 9% MgO Magnesium, gefið upp sem vatnsleysanlegt magnesiumoxíð Lágmarks pH-gildi: 4		Nítратbundið köfnunarefni Vatnsleysanlegt magnesiumoxíð

1	2	3	4	5	6
5	Kalsíumnítratsviflausn	Vara sem er framleidd með sviflausn kalsíumnítrats í vatni	8% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni eða sem nítrat- og ammoníakbundið köfnunarefni Hámarksinnihald ammoníakbundins köfnunarefnis: 1,0% 14% CaO Kalsíum, gefið upp sem vatnsleysanlegt CaO	Heimilt er að láta eina af eftirfarandi ábendingum fylgja tegundarheitinu: – notist á laufblöð – notist í næringarefnalausnir og – sviflausnir, – notist til áburðarvökvunar.	Heildarköfnunarefni Nítratbundið köfnunarefni Vatnsleysanlegt kalsíumoxíð til þeirra nota sem mælt er fyrir um í 5. dálki.
6	Köfnunarefnisáburður í lausn með þvagefnisformaldehýði	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt eða framleidd með því að leysa upp þvagefnisformaldehýð og köfnunarefnisáburð í skrá A-1 í þessari reglugerð, að undanskildum vörum nr. 3a, 3b og 5, upp í vatni	18% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni A.m.k. 1/3 af uppgefnu heildarinnihaldi köfnunarefnis skal unnið úr þvagefnisformaldehýði Hámarksinnihald bíúrets: (þvagefnisbundið köfnunarefni + köfnunarefni í þvagefnisformaldehýði) $\times$ 0,026		Heildarköfnunarefni Fyrir hvert form sem inniheldur a.m.k. 1%: – nítratbundið köfnunarefni, – ammoníakbundið köfnunarefni, – þvagefnisbundið köfnunarefni Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði
7	Köfnunarefnisáburður í sviflausn með þvagefnisformaldehýði	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt eða með sviflausn þvagefnisformaldehýðs og köfnunarefnisáburðar í skrá A-1 í þessari reglugerð, að undanskildum vörum nr. 3a, 3b og 5, í vatni	18% N Köfnunarefni, gefið upp sem heildarköfnunarefni A.m.k. 1/3 af uppgefnu heildarinnihaldi köfnunarefnis verður að koma úr þvagefnisformaldehýði en af því verða minnst 3/5 að vera leysanlegir í heitu vatni Hámarksinnihald bíúrets: (þvagefnisbundið köfnunarefni + köfnunarefni í þvagefnisformaldehýði) $\times$ 0,026		Heildarköfnunarefni Fyrir hvert form sem inniheldur a.m.k. 1%: – nítratbundið köfnunarefni – ammoníakbundið köfnunarefni, – þvagefnisköfnunarefni. Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði, aðeins leysanlegu í köldu vatni Köfnunarefni úr þvagefnisformaldehýði, aðeins leysanlegu í heitu vatni

C.2. Fjöl-gildur, fljótandi áburður

C.2.1.	Tegundarheiti:	NPK-áburður í lausn
	Upplýsingar um framleiðsluáðferð:	Vara, sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og leyst upp í vatni, í formi sem er stöðugt við þrýsting andrúmsloftsins, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd) og aðrar kröfur:	– Samtals: 15%, (N + P₂O₅ + K₂O) – Fyrir hvert næringarefni: 2% N, 3% P₂O₅, 3% K₂O – Hámarksinnihald bíúrets: þvagefnisbundið köfnunarefni × 0,026

Form, leysni og næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki Kornastærð			Upplýsingar um eiginleika áburðarins Aðrar kröfur		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Heildarköfnunarefni	Vatnsleysanlegt P ₂ O ₅	Vatnsleysanlegt K ₂ O	(1) Heildarköfnunarefni	Vatnsleysanlegt P ₂ O ₅	(1) Vatnsleysanlegt kalíoxíð
(2) Nítratbundið köfnunarefni			(2) Ef eitthvert forma köfnunarefnis í (2) til (4) nemur minnst 1% miðað við þyngd er skylt að gefa það form upp		(2) Einungis er heimilt að nota orðið „klórsnauður“ þegar klórinnihaldið er ekki yfir 2%
(3) Ammoníakbundið köfnunarefni			(3) Ef innihald bíúrets er innan við 0,2% er heimilt að bæta við orðinu „bíúretsnaður“		(3) Heimilt er að gefa upp klórinnihald
(4) Þvagefnisköfnunarefni					

C.2. Fjöl-gildur, fljótandi áburður (framhald)

C.2.2.	Tegundarheiti:	NPK-áburður í sviflausn
	Upplýsingar um framleiðsluáðferð:	Vara í fljótandi formi þar sem næringarefnin eru fengin úr efnum sem eru í senn í sviflausn í vatni og uppleyst, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd) og aðrar kröfur:	– Samtals: 20%, (N + P₂O₅ + K₂O) – Fyrir hvert næringarefni: 3% N, 4% P₂O₅, 4% K₂O – Hámarksinnihald bíúrets: þvagefnisbundið köfnunarefni × 0,026

Form, leysni og næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki Kornastærð			Upplýsingar um eiginleika áburðarins Aðrar kröfur		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Heildarköfnunarefni (2) Nítratbundið köfnunarefni (3) Ammoníakbundið köfnunarefni (4) Þvagefnisbundið köfnunarefni	(1) Vatnsleysanlegt P ₂ O ₅ (2) P ₂ O ₅ , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati (3) P ₂ O ₅ , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati og vatni	Vatnsleysanlegt K ₂ O	(1) Heildarköfnunarefni (2) Ef eitthvert forma köfnunarefnis í (2) til (4) nemur minnst 1% miðað við þyngd er skylt að gefa það form upp (3) Ef innihald bíúrets er innan við 0,2% er heimilt að bæta við orðinu „bíúretsnaður“	Áburðurinn má ekki innihalda tómasargjall, álkalsíumfosfat, glæðifosföt, fosföt, sem eru uppleyst að hluta, eða hráfosfat (1) ef vatnsleysanlegt P ₂ O ₅ nær ekki 2% ber einungis að gefa upp leysni (2) (2) ef vatnsleysanlegt P ₂ O ₅ nemur a.m.k. 2% er skylt að gefa upp leysni (3) og tilgreina vatnsleysanlegt P ₂ O ₅ -innihald.	(1) Vatnsleysanlegt kalíoxíð (2) Einungis er heimilt að nota orðið „klórsnaður“ þegar klórinnihaldið er ekki yfir 2% (3) Heimilt er að gefa upp klórinnihald

C.2. Fjörgildur, fljótandi áburður (framhald)

C.2.3.	Tegundarheiti:	NP-áburður í lausn
	Upplýsingar um framleiðsluáðferð:	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og leyst upp í vatni, í formi sem er stöðugt við þrýsting andrúmsloftsins, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd):	– Samtals: 18%, (N + P ₂ O ₅) – Fyrir hvert næringarefni: 3% N, 5% P ₂ O ₅ – Hámarksinnihald bíúrets: þvagefnisbundið köfnunarefni × 0,026

Form, leysni og næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki Kornastærð			Upplýsingar um eiginleika áburðarins Aðrar kröfur		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Heildarköfnunarefni (2) Nítratbundið köfnunarefni (3) Ammoníakbundið köfnunarefni (4) Þvagefnisbundið köfnunarefni	Vatnsleysanlegt P ₂ O ₅		(1) Heildarköfnunarefni (2) Ef eitthvert forma köfnunarefnis í (2) til (4) nemur minnst 1% miðað við þyngd er skylt að gefa það form upp	Vatnsleysanlegt P ₂ O ₅	

1	2	3	4	5	6
			(3) Ef innihald bíúrets er innan við 0,2% er heimilt að bæta við orðinu „bíúretsnaður“		

C.2. Fjölildur, fljótandi áburður (framhald)

C.2.4.	Tegundarheiti:	NP-áburður í sviflausn
	Upplýsingar um framleiðsluaðferð:	Vara í fljótandi formi þar sem næringarefnin eru fengin úr efnum sem eru í senn uppleyst og í sviflausn í vatni, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd):	– Samtals: 18%, (N + P₂O₅) – Fyrir hvert næringarefni: 3% N, 5% P₂O₅ – Hámarksinnihald bíúrets: þvagefnisbundið köfnunarefni × 0,026

Form, leysni og næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki Kornastærð			Upplýsingar um eiginleika áburðarins Aðrar kröfur		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Heildarköfnunarefni	(1) Vatnsleysanlegt P ₂ O ₅		(1) Heildarköfnunarefni	(1) Ef vatnsleysanlegt P ₂ O ₅ nær ekki 2% ber einungis að gefa upp leysni (2),	
(2) Nítratbundið köfnunarefni	(2) P ₂ O ₅ , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati		(2) Ef eitthvert forma köfnunarefnis í (2) til (4) nemur minnst 1% miðað við þyngd er skylt að gefa það form upp	(2) Ef vatnsleysanlegt P ₂ O ₅ nemur a.m.k. 2% er skylt að gefa upp leysni (3) og tilgreina vatnsleysanlegt innihald P ₂ O ₅ .	
(3) Ammoníakbundið köfnunarefni	(3) P ₂ O ₅ , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati og vatni		(3) Ef innihald bíúrets er innan við 0,2% er heimilt að bæta við orðinu „bíúretsnaður“	Áburðurinn má ekki innihalda tómasargjall, álkalsíumfosfat, glæðifosföt og fosfat, sem er uppleyst að hluta, eða hráfosfat	
(4) Þvagefnisköfnunarefni					

C.2. Fjölildur, fljótandi áburður (framhald)

C.2.5.	Tegundarheiti:	NK-áburður í lausn
	Upplýsingar um framleiðsluaðferð:	Vara, sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og leyst upp í vatni, í formi sem er stöðugt við þrýsting andrúmsloftsins, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd):	– Samtals: 15% (N + K₂O) – Fyrir hvert næringarefni: 3% N, 5% K₂O – Hámarksinnihald bíúrets: þvagefnisbundið köfnunarefni × 0,026

Form, leysni og næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki Kornastærð			Upplýsingar um eiginleika áburðarins Aðrar kröfur		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Heildarköfnunarefni		Vatnsleysanlegt K ₂ O	(1) Heildarköfnunarefni		(1) Vatnsleysanlegt kalíoxíð
(2) Nítratbundið köfnunarefni			(2) Ef eitthvert forma köfnunarefnis í (2) til (4) nemur minnst 1% miðað við þyngd er skylt að gefa það form upp		(2) Einungis er heimilt að nota orðið „klórsnauður“ þegar klórinnihaldið er ekki yfir 2%
(3) Ammoníakbundið köfnunarefni			(3) Ef innihald bíúrets er innan við 0,2% er heimilt að bæta við orðinu „bíúretsnaður“		(3) Heimilt er að gefa upp klórinnihald
(4) Þvagefnisbundið köfnunarefni					

C.2. Fjölildur, fljótandi áburður (framhald)

C.2.6.	Tegundarheiti:	NK-áburður í sviflausn
	Upplýsingar um framleiðsluaðferð:	Vara í fljótandi formi þar sem næringarefnin eru fengin úr efnum sem eru í senn uppleyst og í sviflausn í vatni, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd):	– Samtals: 18% (N + K₂O) – Fyrir hvert næringarefni: 3% N, 5% K₂O – Hámarksinnihald bíúrets: þvagefnisbundið köfnunarefni × 0,026

Form, leysni og næringarefnainnihald sem er skylt að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki Kornastærð			Upplýsingar um eiginleika áburðarins Aðrar kröfur		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Heildarköfnunarefni		Vatnsleysanlegt K ₂ O	(1) Heildarköfnunarefni		(1) Vatnsleysanlegt kalíoxíð
(2) Nítratbundið köfnunarefni			(2) Ef eitthvert forma köfnunarefnis í (2) til (4) nemur minnst 1% miðað við þyngd er skylt að gefa það form upp		(2) Einungis er heimilt að nota orðið „klórsnauður“ þegar klórinnihaldið er ekki yfir 2%
(3) Ammoníakbundið köfnunarefni			(3) Ef innihald bíúrets er innan við 0,2% er heimilt að bæta við orðinu „bíúretsnaður“		(3) Heimilt er að gefa upp klórinnihald
(4) Þvagefnisbundið köfnunarefni					

C.2. Fjörgildur, fljótandi áburður (framhald)

C.2.7.	Tegundarheiti:	PK-áburður í lausn
	Upplýsingar um framleiðsluaðferð:	Vara, sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og leyst upp í vatni, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu.
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd):	– Samtals: 18% (P ₂ O ₅ + K ₂ O) – Fyrir hvert næringarefni: 5% P ₂ O ₅ , 5% K ₂ O.

Form, leysni og næringarefnainnihald sem er skylt að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki Kornastærð			Upplýsingar um eiginleika áburðarins Aðrar kröfur		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
	Vatnsleysanlegt P ₂ O ₅	Vatnsleysanlegt K ₂ O		Vatnsleysanlegt P ₂ O ₅	(1) Vatnsleysanlegt kalíoxíð (2) Einungis er heimilt að nota orðið „klórsnauður“ þegar klórinnihaldið er ekki yfir 2% (3) Heimilt er að gefa upp klórinnihald

C.2. Fjölgildur, fljótandi áburður (framhald)

C.2.8.	Tegundarheiti:	PK-áburður í sviflausn
	Upplýsingar um framleiðsluaðferð:	Vara í fljótandi formi þar sem næringarefnin eru fengin úr efnum sem eru í senn uppleyst og í sviflausn í vatni, án íblöndunar lífrænna næringarefna úr dýra- eða jurtaríkinu
	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd):	– Samtals: 18% ($P_2O_5 + K_2O$) – Fyrir hvert næringarefni: 5% P_2O_5 , 5% K_2O

Form, leysni og næringarefnainnihald sem er skylt að gefa upp eins og nánar er tiltekið í 4., 5. og 6. dálki Kornastærð			Upplýsingar um eiginleika áburðarins Aðrar kröfur		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vatnsleysanlegt P_2O_5 (2) P_2O_5 , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati (3) P_2O_5 , leysanlegt í hlutlausu ammoníumsítrati og í vatni	Vatnsleysanlegt K_2O		(1) Ef vatnsleysanlegt P_2O_5 nær ekki 2% er einungis skylt að gefa upp leysni (2), (2) ef vatnsleysanlegt P_2O_5 nemur a.m.k. 2% er skylt að gefa upp leysni (3) og vatnsleysanlegt innihald P_2O_5 . Áburðurinn má ekki innihalda tómasargjall, álkalsíumfosfat, glæðifosföt, fosföt, sem eru uppleyst að hluta, eða hráfosfat	(1) Vatnsleysanlegt kalíoxíð (2) Einungis er heimilt að nota orðið „klórsnauður“ þegar klórinnihaldið er ekki yfir 2% (3) Heimilt er að gefa upp klórinnihald

D. Ólífærn áburður sem inniheldur aukanæringarefni

Nr.	Tegundarheiti	Upplýsingar um framleiðsluaðferð og undirstöðuefni	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd). Upplýsingar um hvernig næringarefinn skuli gefin upp Aðrar kröfur	Aðrar upplýsingar sem tengjast tegundarheiti	Næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp. Form og leysni næringarefna. Aðrar viðmiðanir
1	2	3	4	5	6
1	Kalsíumsúlfat	Náttúruleg afurð eða iðnaðarvara sem inniheldur kalsíumsúlfat með breytilegu vatnsinnihaldi	25% CaO 35% SO ₃ Kalsíum og brennisteinn, gefin upp sem heildarinnihald CaO + SO ₃ Mölnarfinleiki: – a.m.k. 80% fara í gegnum sigti með 2 mm möskvum, – a.m.k. 99% fara í gegnum sigti með 10 mm möskvum	Heimilt er að bæta við viðteknum vöruheitum	Heildarbrennisteinspríoxíð Valkvætt: heildarinnihald CaO
2	Kalsíumklóríðlausn	Kalsíumklóríðlausn úr iðnaðarframleiðslu	12% CaO Kalsíum, gefið upp sem vatnsleysanlegt CaO		Kalsíumoxíð Valkvætt: til úðunar á plöntur
3	Brennisteinn sem frumefni	Meira eða minna hreinsaður brennisteinn af náttúrulegum toga eða úr iðnaðarframleiðslu	98% S (245%: SO ₃) Brennisteinn, gefinn upp sem heildarinnihald SO ₃		Heildarinnihald brennisteinspríoxíðs
4	Kíserít	Vara úr jarðefnum, aðalinnihaldsefni er einvatnað magnesíumsúlfat	24% MgO 45% SO ₃ Magnesíum og brennisteinn, gefin upp sem vatnsleysanlegt magnesíumoxíð og brennisteinspríoxíð	Heimilt er að bæta við viðteknum vöruheitum	Vatnsleysanlegt magnesíumoxíð Valkvætt: vatnsleysanlegt brennisteinspríoxíð
5	Magnesíumsúlfat	Vara sem inniheldur sjövatnað magnesíumsúlfat sem undirstöðuefni	15% MgO 28% SO ₃ Magnesíum og brennisteinn, gefin upp sem vatnsleysanlegt magnesíumoxíð og brennisteinspríoxíð	Heimilt er að bæta við viðteknum vöruheitum	Vatnsleysanlegt magnesíumoxíð Valkvætt: vatnsleysanlegt brennisteinspríoxíð
5.1	Magnesíumsúlfatlausn	Vara sem er framleidd með því að leysa iðnaðar-magnesíumsúlfat upp í vatni	5% MgO 10% SO ₃ Magnesíum og brennisteinn, gefin upp sem vatnsleysanlegt magnesíumoxíð og vatnsleysanlegt brennisteinsanhýdríð	Heimilt er að bæta við viðteknum vöruheitum	Vatnsleysanlegt magnesíumoxíð Valkvætt: vatnsleysanlegt brennisteinsanhýdríð
5.2	Magnesíumhýdroxíð	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur magnesíumhýdroxíð sem undirstöðuefni	60% MgO Kornastærð: minnst 99% í fara í gegnum sigti með 0,063 mm möskvum		Heildarmagnesíumoxíð

1	2	3	4	5	6
5.3	Sviflausn magnesíumhydroxíðs	Vara sem er framleidd með sviflausn tegundar nr. 5.2	24% MgO		Heildarmagnesíumoxíð
6	Magnesíumklóríðlausn	Vara sem er framleidd með því að leysa upp iðnaðar-magnesíumklóríð.	13% MgO Magnesíum, gefið upp sem magnesíumoxíð Hámarksinnihald kalsíums: 3% CaO		Magnesíumoxíð

E. Ólífrænn áburður sem inniheldur snefilefni

Til skýringar: Eftirfarandi athugasemdir gilda um allan E-hlutann.

1. *athugasemd:* Heimilt er að tilgreina klóbindil með efnatákni hans eins og sett er fram í E.3.

2. *athugasemd:* Leysist varan upp að fullu í vatni án leifa í föstu formi er heimilt að lýsa henni með orðunum „til upplausnar“.

3. *athugasemd:* Sé snefilefni fyrir hendi í klóbundnu formi er skylt að gefa upp á hvaða sýrustigsbili klóbundni hlutinn er nægilega stöðugur.

E.1. Áburður sem inniheldur aðeins eitt snefilefni

E.1.1. Bór

Nr.	Tegundarheiti	Upplýsingar um framleiðsluaðferð og undirstöðuefni	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd). Upplýsingar um hvemig næringarefnin skuli gefin upp Aðrar kröfur	Aðrar upplýsingar sem tengjast tegundarheiti	Næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp. Form og leysni næringarefna. Aðrar viðmiðanir
1	2	3	4	5	6
1a	Bórsýra	Vara sem er framleidd með því að láta síru verka á bórát	14% vatnsleysanlegt B	Heimilt er að bæta við viðteknum vörueitum	Vatnsleysanlegt bór (B)
1b	Natríumbórat	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur natríumbórat	10% vatnsleysanlegt B	Heimilt er að bæta við viðteknum vörueitum	Vatnsleysanlegt bór (B)
1c	Kalsíumbórat	Vara sem er framleidd úr kólmaníti eða pandermíti og inniheldur kalsíumbóröt sem undirstöðuefni	7% heildarinnihald B Kornastærð: a.m.k. 98% fara í gegnum sigti með 0,063 mm móskevum	Heimilt er að bæta við viðteknum vörueitum	Heildarbór (B)
1d	Bóretanólamín	Vara sem er framleidd með því að láta bórsýru hvarfast við etanólamín	8% vatnsleysanlegt B		Vatnsleysanlegt bór (B)

1	2	3	4	5	6
1e	Bóratáburður í lausn	Vara sem er framleidd með því að leysa upp tegundir nr. 1a og/eða 1b og/eða 1d	2% vatnsleysanlegt B	Skylt er að tilgreina heiti efnisþáttanna í tegundarheitinu	Vatnsleysanlegt bór (B)
1f	Bóratáburður í sviflausn	Vara sem er framleidd með því að leysa upp tegundir nr. 1a og/eða 1b og/eða 1d í vatni	2% vatnsleysanlegt B	Skylt er að tilgreina heiti efnisþáttanna í tegundarheitinu	Vatnsleysanlegt bór (B)

E.1.2. Kóbalt

Nr.	Tegundarheiti	Upplýsingar um framleiðsluaðferð og undirstöðuefni	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd). Upplýsingar um hvernig næringarefnin skuli gefin upp Aðrar kröfur	Aðrar upplýsingar sem tengjast tegundarheiti	Næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp. Form og leysni næringarefna. Aðrar viðmiðanir
1	2	3	4	5	6
2a	Kóbaltsalt	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ólífrænt kóbalt	19% vatnsleysanlegt Co	Skylt er að tilgreina heiti ólífrænu mínusjónarinnar í tegundarheitinu	Vatnsleysanlegt kóbalt (Co)
2b	Klóbundið kóbalt	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt með tengingu kóbalts og klóbindils	2% vatnsleysanlegt Co, þar af skulu a.m.k. 8/10 af uppgöfnu gildi vera klóbundnir	Heiti klóbindils	Vatnsleysanlegt kóbalt (Co) Klóbundið kóbalt (Co)
2c	Klóbaltáburður í lausn	Vara sem er framleidd með því að leysa upp tegundir nr. 2a og/eða eina af tegundum nr. 2b í vatni	2% vatnsleysanlegt Co	Skylt er að tilgreina í tegundarheitinu: (1) heiti ólífrænu mínusjónarinnar eða -jónanna, (2) heiti klóbindla, ef um þá er að ræða	Vatnsleysanlegt kóbalt (Co) Klóbundið kóbalt (Co), ef um það er að ræða

E.1.3. *Kopar*

Nr.	Tegundarheiti	Upplýsingar um framleiðsluaðferð og undirstöðuefni	Lágmarksinnihald næringarefna (hundradshluti miðað við þyngd). Upplýsingar um hvernig næringarefnin skuli gefin upp Aðrar kröfur	Aðrar upplýsingar sem tengjast tegundarheiti	Næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp Form og leysni næringarefna. Aðrar viðmiðanir
1	2	3	4	5	6
3a	Koparsalt	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ólífrænt koparsalt sem undirstöðuefni	20% vatnsleysanlegur Cu	Skylt er að tilgreina heiti ólífrænu mínusjónarinnar í tegundarheitinu	Vatnsleysanlegur kopar (Cu)
3b	Koparoxíð	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur koparoxíð sem undirstöðuefni	70% heildarinnihald Cu Kornastærð: a.m.k. 98% fara í gegnum sigti með 0,063 mm möskvum		Heildarkopar (Cu)
3c	Koparhýdroxíð	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur koparhýdroxíð sem undirstöðuefni	45% heildarkopar Kornastærð: a.m.k. 98% fara í gegnum sigti með 0,063 mm möskvum		Heildarkopar (Cu)
3d	Klóbundinn kopar	Vatnsleysanleg vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt með tengingu kopars og klóbindils	9% vatnsleysanlegur Cu, þar af skulu a.m.k. 8/10 af uppgefnu gildi vera klóbundnir	Heiti klóbindils	Vatnsleysanlegur kopar (Cu) Klóbundinn kopar (Cu)
3e	Koparáburður	Vara sem er framleidd með blöndun tegunda nr. 3a og/eða 3b og/eða 3c og/eða einni tegund nr. 3d og, ef þörf krefur, fylliefni sem er hvorki eitrað né hefur næringargildi	5% heildarinnihald Cu	Skylt er að tilgreina í tegundarheitinu: (1) heiti koparþáttarins eða -þáttanna (2) heiti klóbindla, ef um þá er að ræða	Heildarkopar (Cu) Vatnsleysanlegur kopar (Cu), ef hann nemur a.m.k. fjórðungi heildarkopars Klóbundinn kopar (Cu), ef um hann er að ræða
3f	Koparáburður í lausn	Vara sem er framleidd með því að leysa upp tegundir nr. 3a og/eða eina af tegundum nr. 3d í vatni	3% vatnsleysanlegur Cu	Skylt er að tilgreina í tegundarheitinu: (1) heiti ólífrænu mínusjónarinnar eða -jónanna, (2) heiti klóbindla, ef um þá er að ræða	Vatnsleysanlegur kopar (Cu) Klóbundinn kopar (Cu), ef um hann er að ræða
3g	Koparoxýklóríð	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur koparoxýklóríð $[Cu_2Cl(OH)_3]$ sem undirstöðuefni	50% heildarkopar Kornastærð: a.m.k. 98% fara í gegnum sigti með 0,063 mm möskvum		Heildarkopar (Cu)
3h	Koparoxýklóríð í sviflausn	Vara sem er framleidd með sviflausn tegundar nr. 3g	17% heildarinnihald Cu		Heildarkopar (Cu)

E.1.4. Járn

Nr.	Tegundarheiti	Upplýsingar um framleiðsluaðferð og undirstöðuefni	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd). Upplýsingar um hvemig næringarefnin skuli gefin upp Aðrar kröfur	Aðrar upplýsingar sem tengjast tegundarheiti	Næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp. Form og leysni næringarefna. Aðrar viðmiðanir
1	2	3	4	5	6
4a	Járnsalt	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ólífrænt járnsalt sem undirstöðuefni	12% vatnsleysanlegt Fe	Skylt er að tilgreina heiti ólífrænu mínusjónarinnar í tegundarheitinu	Vatnsleysanlegt járn (Fe)
4b	Klóbundið járn	Vatnsleysanleg vara sem er framleidd með því að láta járn hvarfast við klóbindlana sem eru tilgreindir í skránni í kafla E.3 í I. viðauka	5% vatnsleysanlegt járn (Fe), þar af skal klóbundni hlutinn vera a.m.k. 80%.	Heiti klóbindlananna	– Vatnsleysanlegt járn (Fe) – Klóbundinn hluti (EN 13366) – Hver klóbundinn hluti járns (Fe), svo fremi hlutfall hans sé yfir 2% (EN 13368, 1. og 2. hluti)
4c	Járnáburður í lausn	Vara sem er framleidd með því að leysa upp tegundir nr. 4a og/eða eina af tegundum nr. 4b í vatni	2% vatnsleysanlegt Fe	Skylt er að tilgreina í tegundarheitinu: (1) heiti ólífrænu mínusjónarinnar eða -jónanna, (2) heiti klóbindla, ef um þá er að ræða	Vatnsleysanlegt járn (Fe) Klóbundið járn (Fe), ef um það er að ræða

E.1.5. Mangan

Nr.	Tegundarheiti	Upplýsingar um framleiðsluaðferð og undirstöðuefni	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd). Upplýsingar um hvemig næringarefnin skuli gefin upp Aðrar kröfur	Aðrar upplýsingar sem tengjast tegundarheiti	Næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp. Form og leysni næringarefna. Aðrar viðmiðanir
1	2	3	4	5	6
5a	Mangansalt	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ólífrænt mangansalt (Mn II) sem undirstöðuefni	17% vatnsleysanlegt Mn	Skylt er að tilgreina heiti mínusjónarinnar í saltinu í tegundarheitinu	Vatnsleysanlegt mangan (Mn)
5b	Klóbundið mangan	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt með tengingu mangans og klóbindils	5% vatnsleysanlegt Mn, þar af skulu a.m.k. 8/10 af uppgefnu gildi vera klóbundnir	Heiti klóbindilsins	Vatnsleysanlegt mangan (Mn) Klóbundið mangan (Mn)
5c	Manganoxíð	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur manganoxíð sem undirstöðuefni	40% heildarmangan Mn Kornastærð: a.m.k. 80% fara í gegnum sigti með 0,063 mm móskevum		Heildarmangan (Mn)

1	2	3	4	5	6
5d	Manganáburður	Vara fengin með því að blanda saman tegundum nr. 5a og 5c	17% heildarinnihald Mn	Skylt er að tilgreina heiti efnisþátta mangans í tegundarheitinu	Heildarmangan (Mn) Vatnsleysanlegt mangan (Mn), þar sem það nemur a.m.k. fjórðungi heildarinnihalds mangans
5e	Manganáburður í lausn	Vara sem er framleidd með því að leysa upp tegundir nr. 5a og/eða eina af tegundum nr. 5b í vatni	3% vatnsleysanlegt Mn	Skylt er að tilgreina í tegundarheitinu: (1) heiti ólífrænu mínusjónarinnar eða -jónanna, (2) heiti klóbindla, ef um þá er að ræða	Vatnsleysanlegt mangan (Mn) Klóbundið mangan (Mn), ef um það er að ræða

E.1.6. Mólýbden

Nr.	Tegundarheiti	Upplýsingar um framleiðsluaðferð og undirstöðuefni	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd). Upplýsingar um hvemig næringarefnin skuli gefin upp Aðrar kröfur	Aðrar upplýsingar sem tengjast tegundarheiti	Næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp. Form og leysni næringarefna. Aðrar viðmiðanir
6a	Natríummólýbdat	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur natríummólýbdat sem undirstöðuefni	35% vatnsleysanlegt Mo		Vatnsleysanlegt mólýbden (Mo)
6b	Ammoníummólýbdat	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ammoníummólýbdat sem undirstöðuefni	50% vatnsleysanlegt Mo		Vatnsleysanlegt mólýbden (Mo)
6c	Mólýbdenáburður	Vara fengin með því að blanda saman tegundum nr. 6a og 6b	35% vatnsleysanlegt Mo	Skylt er að tilgreina heiti mólýbdenþáttanna í tegundarheitinu	Vatnsleysanlegt mólýbden (Mo)
6d	Mólýbdenáburður í lausn	Vara sem er framleidd með því að leysa upp tegundir nr. 6a og/eða eina af tegundum nr. 6b í vatni	3% vatnsleysanlegt Mo	Skylt er að tilgreina heiti mólýbdenþáttarins eða -þáttanna í tegundarheitinu	Vatnsleysanlegt mólýbden (Mo)

E.1.7. Sink

Nr.	Tegundarheiti	Upplýsingar um framleiðsluaðferð og undirstöðuefni	Lágmarksinnihald næringarefna (hundraðshluti miðað við þyngd). Upplýsingar um hvemig næringarefnin skuli gefin upp Aðrar kröfur	Aðrar upplýsingar sem tengjast tegundarheiti	Næringarefnainnihald sem skylt er að gefa upp. Form og leysni næringarefna. Aðrar viðmiðanir
1	2	3	4	5	6
7a	Sinksalt	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur ólífrænt sinksalt sem undirstöðuefni	15% vatnsleysanlegt Zn	Skylt er að tilgreina heiti ólífrænu mínusjónarinnar í tegundarheitinu	Vatnsleysanlegt sink (Zn)
7b	Klóbundið sink	Vatnsleysanleg vara sem er framleidd með efnafræðilegri tengingu sinks og klóbindils	5% vatnsleysanlegt Zn, þar af skulu a.m.k. 8/10 af uppgefnu innihaldi vera klóbundnir	Heiti klóbindilsins	Vatnsleysanlegt sink (Zn) Klóbundið sink (Zn)
7c	Sinkoxíð	Vara sem er framleidd á efnafræðilegan hátt og inniheldur sinkoxíð sem undirstöðuefni	70% heildarsink Kornastærð: a.m.k. 80% fara í gegnum sigti með 0,063 mm móskevum		Heildarsink (Zn)
7d	Sinkáburður	Vara sem er framleidd með því að blanda saman tegundum nr. 7a og 7c	30% heildainnihald Zn	Skylt er að tilgreina heiti sinkþáttanna í tegundarheitinu	Heildarsink (Zn) Vatnsleysanlegt sink (Zn), ef það nemur a.m.k. fjórðungi heildarsinks
7e	Sinkáburður í lausn	Vara sem er framleidd með því að leysa upp tegundir nr. 7a og/eða eina af tegund nr. 7b í vatni	3% vatnsleysanlegt Zn	Skylt er að tilgreina í tegundarheitinu: (1) heiti ólífrænu mínusjónarinnar eða -jónanna, (2) heiti klóbindla, ef um þá er að ræða	Vatnsleysanlegt sink (Zn) Klóbundið sink (Zn), ef um það er að ræða

E.2. Lágmarksinnihald snefilefna, gefið upp sem hundraðshluti af þyngd áburðar

E.2.1. Áburðarblöndur í föstu eða fljótandi formi sem innihalda snefilefni

	Ef snefilefnið er	
	einungis í formi steinda	klóbundið eða flókabundið
Fyrir snefilefni		
Bór (B)	0,2	0,2
Kóbalt (Co)	0,02	0,02
Kopar (Cu)	0,5	0,1
Járn (Fe)	2,0	0,3
Mangan (Mn)	0,5	0,1
Mólybden (Mo)	0,02	—
Sink (Zn)	0,5	0,1

Lágmarksinnihald snefilefnis í blöndu í föstu formi: 5% miðað við massa áburðarins.

Lágmarksinnihald snefilefnis í fljótandi blöndu: 2% miðað við massa áburðarins.

E.2.2. EB-áburður sem inniheldur aðal- og/eða aukanæringarefni ásamt snefilefnum og er borinn á jarðveg

	Til notkunar á akra eða graslendi	Til notkunar í garðrækt
Bór (B)	0,01	0,01
Kóbalt (Co)	0,002	—
Kopar (Cu)	0,01	0,002
Járn (Fe)	0,5	0,02
Mangan (Mn)	0,1	0,01
Mólybden (Mo)	0,001	0,001
Sink (Zn)	0,01	0,002

E.2.3. EB-áburður sem inniheldur aðal- og/eða aukanæringarefni ásamt snefilefnum og er úðað á lauf

Bór (B)	0,010
Kóbalt (Co)	0,002
Kopar (Cu)	0,002
Járn (Fe)	0,020
Mangan (Mn)	0,010
Mólybden (Mo)	0,001
Sink (Zn)	0,002

E.3. Skrá yfir leyfða, lífræna klóbindla (*chelating agents*) og bindla (*complexing agents*) fyrir snefilefni

Eftirfarandi vörur eru leyfðar, að því tilskildu að þær uppfylli kröfumar í tilskipun 67/548/EBE ⁽¹⁾, með áorðnum breytingum

E.3.1. Klóbindlar ⁽²⁾

Sýrur eða sölt af natríum, kalíum eða ammoníum ásamt:

etýlendíamíntetraedíksýru	EDTA	C ₁₀ H ₁₆ O ₈ N ₂
dítýlentríamín-pentaedíksýru	DTPA	C ₁₄ H ₂₃ O ₁₀ N ₃
[o,o]: etýlendíamín-dí-(o-hýdroxýfenýl)edíkssýru	EDDHA	C ₁₈ H ₂₀ O ₆ N ₂
[o,p]: etýlendíamín-N-(o-hýdroxýfenýl)edíkssýra-N'-(p-hýdroxýfenýl)edíkssýru	EDDHA	C ₁₈ H ₂₀ O ₆ N ₂
2-hýdroxýetýl-etýlendíamíntríedíksýru	HEEDTA	C ₁₀ H ₁₈ O ₇ N ₂
[o,o]: etýlendíamín-dí-(o-hýdroxý-o-metýlfenýl)edíkssýru	EDDHMA	C ₂₀ H ₂₄ O ₆ N ₂
[o,p]: etýlendíamín-dí-(o-hýdroxý-p-metýlfenýl)edíkssýru	EDDHMA	C ₂₀ H ₂₄ O ₆ N ₂
[p,o]: etýlendíamín-dí-(p-hýdroxý-o-metýlfenýl)edíkssýru	EDDHMA	C ₂₀ H ₂₄ O ₆ N ₂
[2,4]: etýlendíamín-dí-(2-hýdroxý -4 karboxýfenýl)edíkssýru	EDDCHA	C ₂₀ H ₂₀ O ₁₀ N ₂
[2,5]: etýlendíamín-dí-(2-karboxý -5 hýdroxýfenýl)edíkssýru	EDDCHA	C ₂₀ H ₂₀ O ₁₀ N ₂
[5,2]: etýlendíamín-dí-(5-karboxý -2 hýdroxýfenýl)edíkssýru	EDDCHA	C ₂₀ H ₂₀ O ₁₀ N ₂

E.3.2. Bindlar:

Skrá yfir bindla verður tekin saman síðar.

⁽¹⁾ Stjtið. EB L 196, 16.8.1967, bls. 1.

⁽²⁾ Klóbindlarnir skulu auðkenndir og magngreindir skv. 1. og 2. hluta Evrópustaðalsins EN 13368 svo fremi hann taki til framangreindra bindla.

II. VIÐAUKI

VIKMÖRK

Vikmörkin, sem eru tilgreind í þessum viðauka, eru gefin upp sem neikvæð gildi í hundraðshlutum miðað við massa.

Leyfileg vikmörk frá uppgefnu innihaldi næringarefna í mismunandi EB-áburðartegundum eru sem hér segir:

1. **Eingildur, ólífrænn áburður sem inniheldur aðalnæringarefni — raungildi í hundraðshlutum miðað við massa, gefið upp sem N, P₂O₅, K₂O, MgO, Cl**

1.1. *Köfnunarefnisáburður*

kalsíumnítrat	0,4
kalsíummagnesiumnítrat	0,4
natríumnítrat	0,4
sílenítrat	0,4
kalsíumsýanamíð (tröllamjöl)	1,0
köfnunarefnisríkt kalsíumsýanamíð (tröllamjöl)	1,0
ammoníumsúlfat	0,3
ammoníumnítrat eða kalsíumammoníumnítrat:	
— 32% eða minna	0,8
— meira en 32%	0,6
ammoníumsúlfatnítat	0,8
magnesiúmsúlfónítrat	0,8
magnesiúmammoníumnítrat	0,8
þvagefni (úrea)	0,4
kalsíumnítrat í sviflausn	0,4
köfnunarefnisáburður í lausn með þvagefnisformaldehýði	0,4
köfnunarefnisáburður í sviflausn með þvagefnisformaldehýði	0,4
þvagefnisammoníumsúlfat	0,5
köfnunarefnisáburður í lausn	0,6
ammoníumnítratþvagefni í lausn	0,6

1.2. *Fosfóráburður*

Tómasargjall:

— gefið upp í yfirlýsingu um innihald með 2% nákvæmni miðað við massa	0,0
— gefið upp í yfirlýsingu um innihald sem ein tala	1,0

Aðrar tegundir fosfóráburðar

Leysanleiki P ₂ O ₅ í:	(númer áburðartegundar í I. viðauka)	
— ólífrænni sýru	(3, 6, 7)	0,8
— maurasýru	(7)	0,8
— hlutlausu ammoníumsítrati	(2a, 2b, 2c)	0,8
— basísku ammoníumsítrati	(4, 5, 6)	0,8
— vatni	(2a, 2b, 3)	0,9
	(2c)	1,3

1.3.	<i>Kalíáburður</i>	
	kaínít	1,5
	auðgað kaínítsalt	1,0
	kalíumklóríð:	
	— 55% eða minna	1,0
	— meira en 55%	0,5
	kalíumklóríð sem inniheldur magnesíumsalt	1,5
	kalíumsúlfat	0,5
	kalíumsúlfat sem inniheldur magnesíumsalt	1,5
1.4.	<i>Aðrir efnisþættir</i>	
	klóríð	0,2
2.	Ólífrænn, fjölgildur áburður sem inniheldur aðalnæringarefni	
2.1.	<i>Næringarefni</i>	
	N	1,1
	P ₂ O ₅	1,1
	K ₂ O	1,1
2.2.	<i>Neikvætt heildarfrávik frá uppgefnu gildi</i>	
	tvígildur áburður	1,5
	þrígildur áburður	1,9
3.	Aukanæringarefni í áburði	
	Leyfileg vikmörk fyrir uppgengið innihald kalsíums, magnesíums, natríums og brennisteins skulu vera fjórðungur af uppgefnu innihaldi þessara næringarefna en þó að hámarki 0,9% að raungildi fyrir CaO, MgO, Na ₂ O og SO ₃ , þ.e. 0,64 fyrir Ca, 0,55 fyrir Mg, 0,67 fyrir Na og 0,36 fyrir S.	
4.	Snefilefni í áburði	
	Leyfileg vikmörk fyrir uppgengið innihald snefilefna skulu vera:	
	— 0,4% að raungildi ef innihaldið er yfir 2%,	
	— fimmtungur af uppgefnu gildi ef innihaldið er ekki yfir 2%.	
	Leyfileg vikmörk frá uppgefnu innihaldi mismunandi forma köfnunarefnis eða uppgefinni leysni fosfórpentoxíðs er einn tíundi af heildarinnihaldi viðkomandi næringarefnis en þó að hámarki 2% miðað við massa, að því tilskildu að heildarinnihald næringarefnisins verði áfram innan þeirra marka sem tilgreind eru í I. viðauka og innan þeirra vikmarka sem eru tilgreind hér að framan.	

III. VIÐAUKI

TÆKNILEG ÁKVÆÐI FYRIR KÖFNUNAREFNISRÍKAN AMMONÍUMNÍTRATÁBURÐ

1. Eiginleikar og viðmiðunarmörk fyrir eingildan, köfnunarefnisríkan ammoníumnítratáburð

1.1. Grop (olíuupptaka)

Olíuupptaka áburðar, sem skal tvisvar sinnum hafa fengið hitameðferð við 25 til 50 °C og sem samræmist ákvæðum 2. hluta 3. þáttar þessa viðauka, skal ekki nema meira en 4% miðað við massa.

1.2. Brennanlegir efnisþættir

Massahlutfall brennanlegra efna, mælt sem kolefni, skal ekki vera meira en 0,2% í áburði með köfnunarefnisinnihaldi sem nemur a.m.k. 31,5% miðað við massa og ekki meira en 0,4% í áburði með köfnunarefnisinnihaldi sem nemur a.m.k. 28% en innan við 31,5% miðað við massa.

1.3. Sýrustig

Sýrustig lausnar, þar sem 10 g af áburði eru leyst í 100 ml af vatni, skal a.m.k. vera 4,5.

1.4. Kornastærð

Í mesta lagi 5% áburðar, miðað við massa, skal fara í gegnum sigti með 1 mm möskvum og ekki meira en 3%, miðað við massa, í gegnum sigti með 0,5 mm möskvum.

1.5. Klór

Hámarksinnihald klórs má mest vera 0,02% miðað við massa.

1.6. Þungmálmar

Forðast ber að bæta þungmálmum við í áburð af ásettu ráði en ef þau koma fyrir í snefilmagni vegna framleiðsluferlisins skulu þeir vera innan þeirra marka sem nefndin fastsetur.

Innihald kopars skal ekki vera meira en 10 mg/kg.

Ekki er kveðið á um viðmiðunarmörk fyrir aðra þungmálma.

2. Lýsing á sprengipolsprófun fyrir köfnunarefnisríkan ammoníumnítratáburð

Nota skal dæmigert sýni áburðar við prófunina. Áður en sprengipolsprófun fer fram skal láta allt sýnið fara í gegnum hitaferli fimm sinnum í samræmi við ákvæði 3. hluta 3. þáttar þessa viðauka.

Sprengipól áburðar skal prófað í láréttu stálröri þar sem skilyrði eru sem hér segir:

— heildregið stálrör

— lengd rörs: a.m.k. 1 000 mm

— uppgengið ytra þvermál: a.m.k. 114 mm

— uppgegin þykkt rörs: a.m.k. 5 mm

— forsprengja: tegund forsprengiefnis og stærð forsprengihleðslu skal velja þannig að mesti mögulegi sprengiþrýstingur náist á áburðarsýnið,

— prófunarhitastig: 15–25 °C,

— hólkar úr blýi til að meta sprengikraftinn: 50 mm að þvermáli og 100 mm á hæð,

— þessi hólkar skulu settir með 150 mm millibili undir lárétt rörið. Prófun skal gerð tvisvar. Niðurstaðan er álitin afgerandi ef einn eða fleiri undirstöðuhólkanna aflagast minna en 5% í báðum prófununum.

3. Aðferðir til að sannreyna samræmi við viðmiðunarmörkin sem eru tilgreind í 1. og 2. þætti III. viðauka

Aðferð 1

Aðferðir við notkun hitameðferða

1. *Umfang og notkunarvið*

Í þessu skjali er því lýst hvernig hitameðferð er notuð áður en olíugleypni eingिल्s, köfnunarefnisríks ammoníumnítratáburðar er ákvörðuð og sprengipól bæði eingिल्s og fjölgिल्s, köfnunarefnisríks ammoníumnítratáburðar er ákvarðað.

Talið er að hægt sé, með þeim aðferðum sem byggjast á lokuðum hitameðferðum sem lýst er í þessum þætti, að líkja nægilega eftir aðstæðum sem taka þarf tillit til í tengslum við beitingu II. bóls IV. kafla þótt ef til vill takist ekki að líkja eftir öllum aðstæðum sem kunna að koma upp í flutningi og geymslu.

2. **Hitameðferðir sem um getur í 1. þætti III. viðauka**

2.1. *Notkunarvið*

Aðferðin er notuð við hitameðferð sem er framkvæmd áður en olíuupptaka áburðar er ákvörðuð.

2.2. *Grundvöllur aðferðar og skilgreining*

Sýnið er hitað í keiluflösku frá stofuhita upp í 50 °C og því haldið við það hitastig í tvær klukkustundir (fasi við 50 °C). Sýnið er síðan kælt niður í 25 °C og haldið við það hitastig í tvær klukkustundir (fasi við 25 °C). Þessir fasar í röð við 50 °C og 25 °C teljast til samans ein hitameðferð. Eftir að prófunarsýnið hefur tvisvar sinnum fengið hitameðferð skal halda því við 20 ± 3 °C til að ákvarða olíuupptöku þess.

2.3. *Búnaður*

Venjulegur búnaður á rannsóknarstofu, einkum

— hitastíllt vatnsböð við 25 (± 1) eða 50 (± 1) °C,

— 150 ml keiluflooskur.

2.4. *Aðferð*

Hvert 70 (±5) g prófunarsýni er látið í keilufloosku sem er síðan lokað með tappa.

Hver flaska er síðan flutt á tveggja tíma fresti úr 50 °C vatnsbaði í 25 °C vatnsbað og ófugt.

Halda skal vatninu í báðum böðunum við stöðugt hitastig og á stöðugri hreyfingu með því að hræra kröftuglega í til að tryggja að vatnsborðið nái upp fyrir sýnið. Tappann skal verja gegn rakapéttingu með svampgúmmihettu.

3. **Hitameðferðir sem nota á fyrir 2. þátt III. viðauka**

3.1. *Notkunarvið*

Aðferðin er notuð við hitameðferð sem er framkvæmd áður en sprengipól áburðar er kannað.

3.2. *Grundvöllur aðferðar og skilgreining*

Sýnið er hitað í vatnsheldum kassa úr stofuhita upp í 50 °C og haldið við það hitastig í eina klukkustund (fasi við 50 °C). Sýnið er síðan kælt niður í 25 °C og haldið við það hitastig í eina klukkustund (fasi við 25 °C). Þessir fasar í röð við 50 °C og 25 °C teljast til samans ein hitameðferð. Eftir að prófunarsýni hefur farið í gegnum tilskilinn fjölda hitameðferða skal halda því við hitastigið 20 ± 3 °C þangað til sprengipólspöfun fer fram.

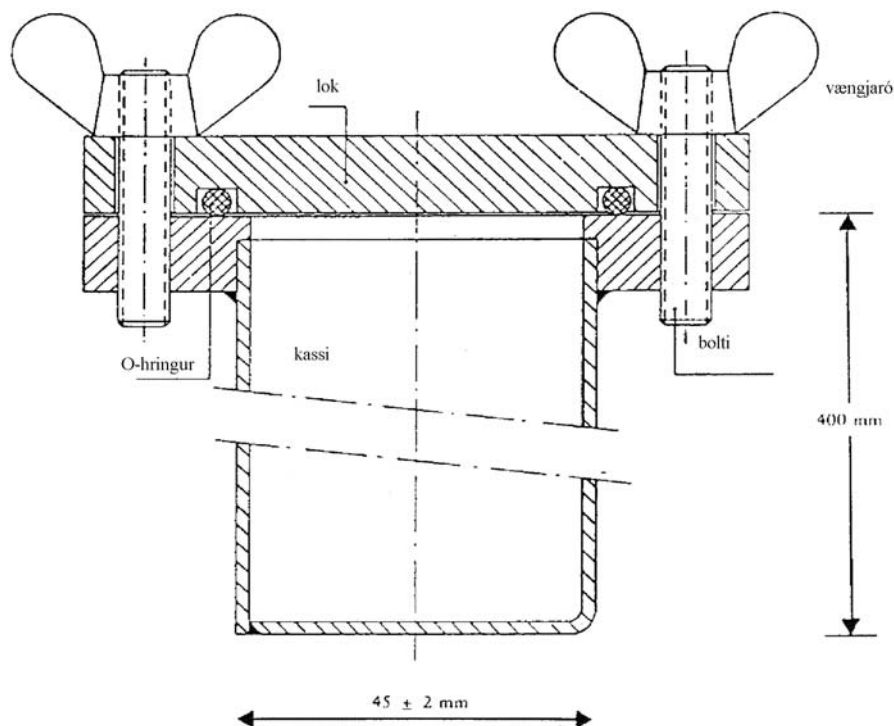
3.3. Búnaður

- Vatnsbað, sem hægt er að stilla á hitastig frá 20–51 °C og með lágmarkshitunar- og kólnunarhraða sem er 10 °C á klst., eða tvö vatnsböð, annað sem haldið er við 20 °C og hitt við 51 °C. Hræra skal stöðugt í vatnsbaðinu eða -böðunum og skal rúmmál baðs vera svo mikið að nægileg hreyfing vatnsins sé tryggð.
- Kassi úr ryðfríu stáli, algerlega vatnspéttur og með tvinni í miðjunni. Kassinn skal vera 45 (± 2) mm á breidd að ytra máli og með 1,5 mm þykkum veggjum (sjá 1. mynd). Miða má hæð og lengd kassans við stærð vatnsbaðsins, t.d. lengd 600 mm, hæð 400 mm.

3.4. Aðferð

Áburðarmagn, sem nægir til að koma einni sprengingu af stað, er sett í kassann og honum lokað. Kassinn er síðan látinn í vatnsbaðið. Vatnið er hitað upp í 51 °C og hitinn í miðju áburðarins mældur. Einni klukkustund eftir að hitinn í miðju áburðarins hefur náð 50 °C skal láta vatnið kólna. Einni klukkustund eftir að hitinn í miðju áburðarins hefur náð 25 °C skal hita vatnið aftur til að endurtaka ferlið. Ef vatnböðin eru tvö skal flytja ílátið yfir í hitt baðið að loknu hverju hitunar- eða kælingartímabili.

1. mynd



Aðferð 2

Ákvörðun á olíuupptöku

1. Umfang og notkunarvið

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða olíuupptöku eingिल्s, köfnunarefnisríks ammoníumnítratáburðar.

Aðferðin er notuð fyrir bæði perlaðan og kornaðan áburð sem inniheldur ekki efni sem leysast upp í olíu.

2. Skilgreining

Olíuupptaka áburðar: magn olíu sem áburðurinn tekur í sig, ákvarðað við tiltekin skilyrði og gefið upp sem hundraðshluti miðað við massa.

3. Grundvöllur aðferðar

Sýninu er sökkt algerlega í gasolíu í tilgreindan tíma, síðan er afgangsolían látin hripa af við nákvæmlega tilgreind skilyrði. Massaaukning sýnishlutans er mæld.

4. Prófefni

Gasolía

Hámarksseigja: 5 mPas við 40 °C

Eðlismassi: 0,8 til 0,85 g/ml við 20 °C

Brennisteinsinnihald: $\leq 1,0\%$ (miðað við massa)

Aska: $\leq 0,1\%$ (miðað við massa)

5. Búnaður

Venjulegur búnaður rannsóknarstofu og

5.1. vog, með nákvæmni upp á 0,01 g.

5.2. 500 ml bikarglös.

5.3. Trekt úr plasti, helst keilulöguð efst, u.þ.b. 200 mm í þvermál.

5.4. Sigtí með 0,5 mm möskvum sem passar í trektina (5.3).

Athugasemd: Stærð trektar og sigtis er þannig valin að einungis örfá korn liggi ofan á öðrum kornum og olían hripi auðveldlega af.

5.5. Mjúkur, krepður síupappír sem síast hratt í gegnum, 150 g/m².

5.6. Ídrægur pappír (ætlaður fyrir rannsóknarstofur).

6. Aðferð

6.1. Tvær ákvarðanir úr aðskildum hlutum sama sýnis gerðar með stuttu millibili.

6.2. Allar agnir, sem eru undir 0,5 mm að stærð, eru teknar frá með því að nota prófunarsigtíð (5.4). Um 50 g af sýninu eru vegin með 0,01 g nákvæmni og látin í bikarglas (5.2). Svo mikil gasolía (4. liður) er látin í bikarglasið svo að hún fljóti yfir perlurnar og hrært varlega saman þannig að allt yfirborð perlunnar blotni vel. Úrgler er sett ofan á glasið og það látið standa óhreyft í u.þ.b. eina klukkustund við 25 (± 2) °C.

6.3. Allt innihald bikarglassins er síað í gegnum trektina (5.3) sem sigtið er í (5.4). Sýnið, sem eftir stendur í sigtinu, er látið standa í klukkustund til að tryggja að mestöll umframolía hripi af því.

6.4. Tvær síupappírsarkir (5.5) (u.þ.b. 500 x 500 mm) eru lagðar saman ofan á sléttan flöt með um 4 cm uppbot á öllum fjórum hliðum til að koma í veg fyrir að perlurnar velti burt. Tvö lög af ídrægum pappír (5.6) eru breidd ofan á síupappírinn. Innihaldi sigtisins (5.4) er öllu hellt yfir ídræga pappírinn og dreift jafnt úr perlunum með mjúkum og flötum pensli. Eftir tvær mínútur er þurrkunum lyft varlega upp öðrum megin og þær dregnar burt svo að perlurnar rúlla niður á síupappírinn fyrir neðan þar sem dreift er úr þeim með penslinum. Ný örki af síupappír, einnig með uppþreutum hliðum, er lögð ofan á sýnið og perlunum núð í hringi á milli síupappírsarkanna undir dálitlum þrýstingi. Gert er hlé eftir hverja átta hringi til að lyfta upp gagnstæðum jöðrum pappírsins og velja perlunum, sem hafa dreift út til jaðranna, aftur inn að miðju. Eftirfarandi aðferð er beitt: farið er fjóra hringi réttsælis, síðan fjóra hringi rangsælis. Síðan er perlunum velt aftur inn að miðju eins og lýst var áður. Þetta er endurtekið þrisvar sinnum (24 hringir, jöðrunum lyft tvisvar). Nýrri síupappírsörki er smeygt varlega á milli neðstu og næstneðstu arkanna, næstneðstu örkinni lyft varlega upp öðrum megin, hún dregin burt og perlurnar látnar renna út á nýju örkina. Ný síupappírsörki er lögð ofan á perlurnar sem fyrr og aðgerð sú sem lýst var hér að framan er endurtekin. Perlunum er þessu næst hellt strax í taraða skál og vegnar á ný með 0,01 g nákvæmni til að ákvarða massa gasolíunnar sem þær hafa tekið upp.

6.5. *Endurtekning veltiaðgerðar og endurvigtun*

Reynist magn gasolíunnar, sem sýnið hefur tekið upp, vera meira en 2 g er sýnið látið aftur á tvær nýjar síupappírsarkir og velturinn endurtekinn, jöðrunum lyft eins og greint var frá í 6.4 (tvisvar sinnum átta hringir, lyft einu sinni). Síðan er sýnið vigtað á ný.

7. **Framsetning niðurstaðna**7.1. *Útreikningsaðferð og formúla*

Olíuupptakan úr hverri ákvörðun (6.1), gefin til kynna sem hundraðshluti miðað við massa hins sigtaða prófunarsýnis, er reiknuð samkvæmt eftirfarandi formúlu:

$$\text{Olíuupptaka} = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100$$

þar sem:

m_1 = massi sigtaða sýnisins í grömmum (6.2),

m_2 = massi sýnisins í grömmum þegar vigtað er á ný, annaðhvort skv. lið 6.4 eða 6.5.

Niðurstaða er fengin með því að taka meðaltal ákvarðananna tveggja.

Aðferð 3

Ákvörðun á brennanlegum efnisþáttum1. **Umfang og notkunarsvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða brennanlega efnisþætti í eingildum, köfnunarefnisríkum ammoníumnítratáburði.

2. **Grundvöllur aðferðar**

Koltvíoxíðið, sem myndast úr ólífrænum fylliefnum, er fyrst fjarlægt með sýrumeðferð. Lífrænu efnasamböndin eru síðan oxuð með blöndu af krómsýru og brennisteinssýru. Baríumhýdroxíðlausn er látin taka til sín koltvíoxíðið sem þá losnar. Botnfallið er leyst upp í saltsýrulausn og mælt með því að títra til baka með natriumhýdroxíðlausn.

3. **Prófefni**

3.1. Króm-(VI)-þríoxíð, Cr_2O_3 , af greiningarhreinleika.

3.2. Brennisteinssýra, 60% miðað við rúmmál: 360 ml af vatni er hellt í eins lítra bikarglas og 640 ml af brennisteinssýru (eðlismassi við $20^\circ\text{C} = 1,83 \text{ g/ml}$) bætt varlega út í.

3.3. Silfurnítrat: 0,1 mól/l lausn.

3.4. *Baríumhýdroxíð*

15 g af baríumhýdroxíði [$\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$] eru vegin og leyst upp að fullu í heitu vatni. Blandan er látin kólna og sett í eins lítra flösku. Fyllt er að markinu og þessu blandað saman. Þá er blandan síuð gegnum samanbrotinn síupappír.

3.5. Saltsýrulausn: 0,1 mól/l staðallausn.

3.6. Natriumhýdroxíðlausn: 0,1 mól/l staðallausn.

3.7. Brómfenólblátt: 0,4 g af efninu leyst upp í lítra af vatni.

3.8. Fenólfalín: 2 g í lítra af etanóli sem er 60% miðað við rúmmál.

3.9. Blanda af víttissóða og kalsíumhýdroxíði: kornastærð u.þ.b. 1,0–1,5 mm.

3.10. Steinefnasneytt vatn, nýsoðið til að fjarlægja koldíoxíð.

4. Búnaður**4.1. Venjulegur rannsóknarstofubúnaður, einkum eftirfarandi:**

— 15 ml síudeigla með plötu úr hertu gleri; glerplatan skal vera 20 mm að þvermáli; hæð samtals: 50 mm; gropstig 4 (opstærð milli 5 og 15 µm),

— 600 ml bikarglas.

4.2. Köfnunarefni undir þrýstingi.**4.3. Búnaður samsettur úr eftirtöldum hlutum og samtengdur, sé þess nokkur kostur, með slípuðum keilusamskeytum (sjá 2. mynd).****4.3.1. Ísogsrör A, u.þ.b. 200 mm á lengd og 30 mm að þvermáli, fyllt með blöndu af natríumhýdroxíði og kalsíumhýdroxíði (3.9) sem er haldið á sínum stað með töppum úr trefjagleri fyrir báðum endum.****4.3.2. 500 ml hvarfaflaska B, með hliðarstúti og kúptum botni.****4.3.3. Vigreux-þáttaeimingarsúla (C'), 150 mm á lengd.****4.3.4. Eimsvali C með tvöföldu þéttingaryfirborði, 200 mm á lengd.****4.3.5. Drechsels-flaska D, notuð sem gildra til að safna umframsýru sem kann að eimast yfir.****4.3.6. Ísbað E til að kæla Drechsels-flöskuna.****4.3.7. Tvö ísogsglös, F₁ og F₂, 32–35 mm að þvermáli, með gasdreifi sem er með 10 mm disk úr hertu gleri með lágu gropstigi.****4.3.8. Sogdæla og sogstjórnunarbúnaður G, ásamt T-röri sem tengt er við hringrásina öðrum megin en hinum megin við hárpípu með gúmmíslöngu sem á er slönguklemma.**

Varúð: notkun sjóðandi krómsýrulausnar í búnaði við undirþrýsting hefur hættu í för með sér og krefst viðeigandi varúðarráðstafana.

5. Aðferð**5.1. Sýni til greiningar**

U.þ.b. 10 g sýni af ammoníumnítrati er vigtað með um 0,001 g nákvæmni.

5.2. Fjarlæging karbónata

Sýnið er látið í hvarfaflösku B. Við það er bætt 100 ml af H₂SO₄ (3.2). Perlurnar leysast upp á u.þ.b. 10 mínútum við stofuhita. Búnaðurinn er settur saman eins og sýnt er á skýringarmyndinni: annar endi íogsrörsins (A) er tengdur við köfnunarefnisgjafa (4.2) um gaslås með þrýstingi, sem svarar til 5–6 mm kvikasílfurssúlu, og hinn endinn við aðrennslisrörið yfir í hvarfaflöskuna Vigreux-þáttaeimingarsúlunni (C') og eimsvalanum (C) með kælivatni er komið fyrir á sínum stað. Hæfilegt magn köfnunarefnis er látið streyma í gegnum lausnina, sem er hituð að suðumarki og haldið við það í tvær mínútur. Að þeim tíma liðnum ætti lausnin að vera hætt að freyða. Myndist enn loftbólur er hitað áfram í þrjátíu mínútur. Lausnin er síðan látin kólna í a.m.k. 20 mínútur og köfnunarefni látið streyma í gegnum hana.

Afgangurinn af búnaðinum er settur saman eins og sýnt er á skýringarmyndinni með því að tengja eimsvalarörið við Drechsels-flöskuna (D) og hana síðan við ísogsglösin (F₁ og F₂). Köfnunarefnið verður að streyma áfram í gegnum lausnina meðan búnaðurinn er settur saman. Síðan er 50 ml af baríumhýdroxíðlausn (3.4) hellt snögglega í bæði ísogsglösin (F₁ og F₂).

Köfnunarefni er látið streyma í gegnum lausnina í u.þ.b. tíu mínútur. Lausnin í ísogsglösunum verður að haldast tær allan tímann Ef svo er ekki verður að endurtaka ferlið þar sem karbónötin eru fjarlægð.

5.3. *Oxun og ísog*

Eftir að köfnunarefnisgjafinn hefur verið aftengdur er 20 g af krómþríoxíði (3.1) og 6 ml af silfurnítratlausn (3.3) bætt hratt við í flöskuna (B) í gegnum hliðarstútinn. Búnaðurinn er tengdur við sogdæluna og streymi köfnunarefnis stillt þannig að stöðugt streymi loftbólna sé gegnum ísogsglösinn F_1 og F_2 .

Hvarfaflaskan (B) er hituð þangað til vökvinn sýður og honum er haldið sjóðandi í hálfa aðra klukkustund ⁽¹⁾. Nauðsynlegt getur verið að endurstilla ventilinn sem stjórnar sogkraftinum (G) og þar með streymi köfnunarefnis, þar eð baríumkarbónat, sem fallið hefur út í prófuninni, getur stíflað hertu glerplötumar. Aðgerðin telst fullnægjandi ef baríumhýdroxíðlausnin í ísogsglasinu F_2 er tær. Að öðrum kosti ber að endurtaka hana. Hitun er hætt og búnaðurinn tekinn í sundur. Báðir dreifarnir (3.10) eru skolaðir bæði að innan og utan til að fjarlægja allt baríumhýdroxíð og skolvatninu safnað í tilheyrandi ísogsglas. Dreifarnir eru látnir hvor á eftir öðrum í 600 ml bikarglas sem síðan er notað við ákvörðunina.

Innihald ísogsglasanna, fyrst F_2 og síðan F_1 , er síað hratt og með sozi í glersíudeiglunni. Botnfallinu er safnað með því að skola ísogsglösinn með vatni (3.10) og deiglan skoluð með 50 ml af sama vatni. Deiglan er látin í 600 ml bikarglas og u.þ.b. 100 ml af vatni bætt við. 50 ml af soðnu vatni er hellt í hvort ísogsglas og köfnunarefni látið streyma í gegnum búnaðinn í fimm mínútur. Þessu vatni og vatninu úr bikarglasinu er blandað saman. Þetta er endurtekið til að tryggja að dreifarnir hafi skolast rækilega.

5.4. *Mæling á karbónötum úr lífrænu efni*

Fimm dropum af fenólfalíni (3.8) er bætt út í vökvann í bikarglasinu. Lausnin tekur á sig rauðan lit Saltsýru (3.5) er bætt við í dropatali þar til rauði liturinn hverfur. Hrært er vel í lausninni í deiglu til að ganga úr skugga um að rauði liturinn komi ekki aftur fram. Fimm dropum af brómfenólbláu (3.7) er bætt út í og títrað með saltsýru (3.5) þar til lausnin tekur á sig gulan lit. 10 ml af saltsýru er bætt við.

Lausnin er hituð að suðumarki og haldið sjóðandi í eina mínútu að hámarki. Gengið er vandlega úr skugga um að ekkert botnfall verði eftir óuppleyst.

Lausnin er kæld og natríumhýdroxíðlausnin (3.6) notuð til að títra til baka.

6. **Núllprófun**

Núllprófun er gerð með sömu aðferð og sama magni af öllum prófefnum og fyrr.

7. **Framsetning niðurstaðna**

Innihald brennanlegra efna (C), gefið upp sem kolefni, sem hundraðshluti miðað við massa sýnisins, er reiknað samkvæmt eftirfarandi formúlu:

$$C \% = 0,06 \frac{V_1 - V_2}{E}$$

þar sem:

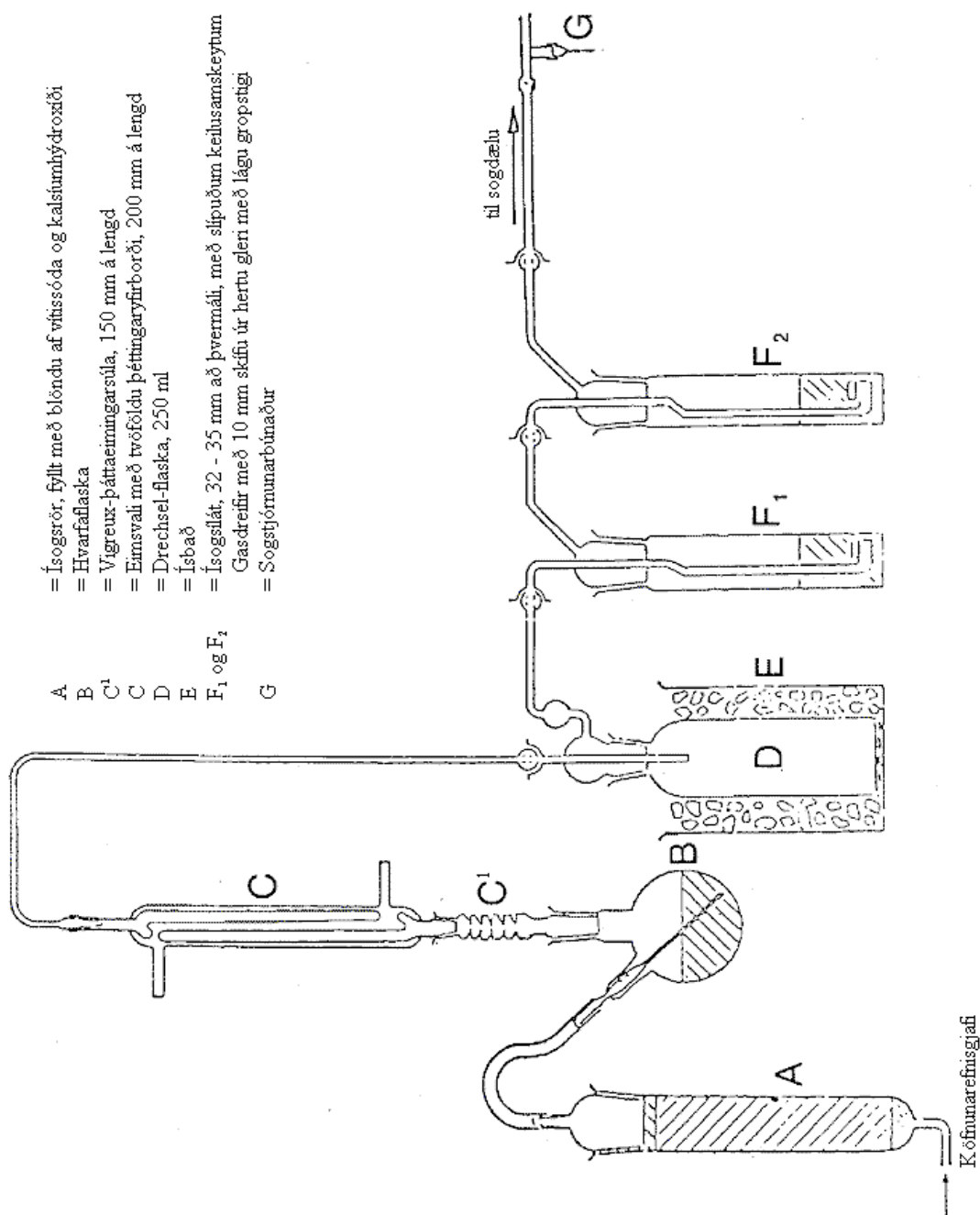
E = massi prófunarhluta sýnisins í grömmum,

V_1 = heildarrúmmál 0,1 mól/l saltsýrulausnarinnar, sem bætt var út í eftir litarbreytingu fenólfalínsins, í ml

V_2 = rúmmál 0,1 mól/l natríumhýdroxíðlausnarinnar, sem notuð er við títrun til baka, í ml.

⁽¹⁾ Hálft önnur klukkustund er nægilegur tími til efnahvarfa fyrir flest lífræn efni þegar silfurnítrat er notað sem hvati.

2. mynd



Aðferð 4

Ákvörðun á sýrustigi

- ## 1. Umfang og notkunarsvið

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að mæla sýrustig í lausn með eingildum, köfnunarefnisríkum ammoníumnítratáburði.

- ## 2. Grundvöllur aðferðar

Mæling sýrustigs í ammoníumnítratlausn með sýrustigsmæli.

- ### 3. Prófefni

Eimað eða steinefnasneytt vatn sem inniheldur ekki koltvísýring.

3.1. *Jafnalausn, pH-gildi = 6,88 við 20 °C*

3,40 ± 0,01 g af kalíumtívetnisortófosfati (KH_2PO_4) er leyst upp í u.þ.b. 400 ml af vatni. Síðan er 3,55 ± 0,01 g af tvínatríumvetniortófosfati (Na_2HPO_4) leyst upp í 400 ml af vatni. Báðum lausnum er hellt í 1 000 ml mæliflösku og þess gætt að ekkert fari til spillis, fyllt er að markinu og þessu blandað saman. Lausnin er geymd í loftþéttu íláti.

3.2. *Jafnalausn, pH-gildi = 4,00 við 20 °C*

10,21 ± 0,01 g af kalíumvetnisþalati ($\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$) er leyst upp í vatni og hellt í 1 000 ml mæliflösku og þess gætt að ekkert fari til spillis, fyllt er að markinu og þessu blandað saman.

Lausnin er geymd í loftþéttu íláti.

3.3. Heimilt er að nota staðlaðar sýrustigslausnir sem eru á markaði.

4. **Búnaður**

Sýrustigsmælir, búinn rafskautum úr gleri og kalómeli eða sambærilegu efni, með næmi upp á 0,05 sýrustigseiningar.

5. **Aðferð**5.1. *Kvörðun sýrustigsmælisins*

Sýrustigsmælirinn (4) er kvarðaður við hitastig 20 (± 1) °C með því að nota stuðpúðalausnirnar (3.1), (3.2) eða (3.3). Köfnunarefni er látið streyma hægt um yfirborð lausnarinnar á meðan prófað er.

5.2. *Ákvörðun*

100,0 ml af vatni er hellt yfir 10 (± 0,01) g af sýninu í 250 ml bikarglasi. Óleysanlegt efni er skilið frá með því að sía vökvann, hella honum burt eða skilja hann í skilvindu. Sýrustig tæra vökvans er síðan mælt við 20 (± 1) °C með sömu aðferð og notuð er við kvörðun mælisins.

6. **Framsetning niðurstaðna**

Niðurstöðurnar skulu gefnar upp sem sýrustigseiningar með einum aukastaf og hitastigið skal tilgreint.

Aðferð 5

Ákvörðun á kornastærð1. **Umfang og notkunarsvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða kornastærð eingिल्s, köfnunarefnisríks ammoníumnítratáburðar með sigtun.

2. **Grundvöllur aðferðar**

Sýnið er sigtað í gegnum þrjú sigti sem eru hrist, annaðhvort handvirkt eða vélvirkt. Massi efnisins, sem eftir verður í hvert skipti, er skráður og hlutfall efnisins sem fer í gegnum hvert sigti reiknað.

3. **Búnaður**

3.1. Stöðluð sigti, 200 mm í þvermál með 2,0 mm, 1,0 mm og 0,5 mm möskvum. Eitt lok og eitt viðtökuílát fyrir sigtin þrjú.

3.2. *Vog með 0,1 g nákvæmni.*

3.3. Vélknúinn sigtishristari (ef hann er fánlegur) sem hristir sýnin bæði lárétt og lóðrétt.

4. **Aðferð**

4.1. Sýninu er skipt í u.þ.b. 100 g hluta

4.2. Einn þessara hluta er veginn með 0,1 g nákvæmni.

4.3. Sigtunum er raðað þannig: neðst kemur viðtökuílatið, þá 0,5 mm, 1 mm og efst 2 mm sigti og vegna sýnið er látið í efsta sigtið. Lokið er sett á efsta sigtið.

- 4.4. Sigtin eru hrist, annaðhvort með handvirkir eða vélvirkir, bæði lárétt og lóðrétt, og bönkuð af og til ef handafli er beitt. Þessu er haldið áfram í 10 mínútur eða þangað til innan við 0,1 g fer gegnum sigtin á einni mínútu.
- 4.5. Sigtin eru tekin af hvert af öðru og efninu, sem eftir verður á þeim, er safnað með því að bursta þau varlega að utanverðu með mjúkum pensli, ef þörf krefur.
- 4.6. Efnið, sem eftir verður í hverju sigti, og efnið, sem safnast hefur í söfnunarílátíð, er vigtað með 0,1 g nákvæmni.
5. **Mat á niðurstöðum**
- 5.1. Massi hvers þáttar er umreiknaður í hundraðshluta af samanlögðum massa þáttanna (ekki af upprunalega massanum).
- Hundraðshluti efnisins í söfnunarílátinu (þ.e. < 0,5 mm) er reiknaður: A%.
- Hundraðshluti efnisins, sem eftir verður í sigtinu með 0,5 mm möskvum, er reiknaður: B%.
- Hundraðshluti efnisins, sem fer í gegnum sigtið með 1,0 mm möskvum, er reiknaður, þ.e. (A + B)%.
- Samanlagður massi allra þáttanna ætti ekki að víkja meira en 2% frá þeim massa sem var tekinn í upphafi.
- 5.2. Skyld er að framkvæma a.m.k. tvær sjálfstæðar mælingar og tölulegur mismunur á niðurstöðunum fyrir A ætti ekki að vera meiri en 1,0% og ekki meiri en 1,5% fyrir B. Að öðrum kosti ber að endurtaka prófunina.
6. **Framsetning niðurstaðna**
- Meðaltal gildanna tveggja sem fengust úr A og úr A + B skal gefið upp.

Aðferð 6

Ákvörðun á klórinnihaldi (klóríðjónum)

1. **Umfang og notkunarsvið**
- Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða klórinnihald (klóríðjónir) í eingildum, köfnunarefnisríkum ammoníumnítratáburði.
2. **Grundvöllur aðferðar**
- Klóríðjónir, sem leystar hafa verið upp í vatni, eru ákvarðaðar með spennutítrun með silfurnítrati í súrum miðli.
3. **Prófefni**
- Eimað eða steinefnasneytt vatn, án klóríðjóna.
- 3.1. *Aseton AR*
- 3.2. Óblönduð saltpéturssýra (eðlismassi við 20 °C = 1,40 g/ml).
- 3.3. Silfurnítrat, 0,1 mól/l staðallausn. Lausnin er geymd í brúnni glerflösku.
- 3.4. Silfurnítrat, 0,004 mól/l lausn – lausnin er notuð strax eftir að hún hefur verið tilreidd.
- 3.5. Kalíumklóríð, 0,1 mól/l stöðluð viðmiðunarlausn. Vigtuð eru með 0,1 mg nákvæmni 3,7276 g af kalíumklóríði af greiningarhreinleika, sem hefur verið þurrkað í ofni við 130 °C í eina klukkustund og kælt niður í stofuhita í þurrkara. Efnið er leyst upp í dálitlu vatni, því hellt í 500 ml mæliflösku og þess gætt að ekkert fari til spillis, fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað saman.
- 3.6. Kalíumklóríð, 0,004 mól/l stöðluð viðmiðunarlausn – lausnin er tilreidd rétt fyrir notkun.
4. **Búnaður**
- 4.1. Spennudeilir með vísirafskauti úr silfri og viðmiðunarrafskaut úr kalómeli, með næmi 2 mV og mælisvið – 500 til + 500 mV.
- 4.2. Brú, sem inniheldur mettaða kalíumnítratlausn og tengd er við kalómelrafskautið (4.1), með gropna tappa á endunum.

4.3. Segulhrærari með teflonhúðuðum pinna.

4.4. Örmælípípa með oddhvössum enda og 0,01 ml kvarða.

5. Aðferð

5.1. Stöðlun silfurnítratlausnarinnar

Í tvö lág bikarglös af hentugri stærð (t.d. 250 ml) eru látnir 5,00 og 10,00 ml af staðlaðri viðmiðunarlausn kalíumklóríðs (3.6). Innihald beggja bikarglása er síðan títrað eins og greint er frá hér á eftir.

5 ml af saltpéturssýru (3.2) og 120 ml af asetoni (3.1) er bætt út í ásamt nægilegu vatni til þess að heildarrúmmálið verði u.þ.b. 150 ml. Pinninn úr segulhræranum (4.3) er látinn í bikarglasið og hrærarinn settur í gang. Silfurafskautið (4.1) er látið ofan í lausnina ásamt lausa endanum á brúnni (4.2). Rafskautin eru tengd við spennudeilinn (4.1) og upphafsspennan mæld eftir að núllgildið hefur verið sannreynt.

Lausnin er títruð með því að nota örmælípípu (4.4) og bætt við 4 eða 9 ml af silfurnítratlausn eins og við á eftir því hvaða staðlaða viðmiðunarlausn kalíumklóríðs er notuð. Áfram er haldið og bætt við 0,1 ml skömmtum í einu þegar um er að ræða 0,004 mól/l lausn og 0,05 ml skömmtum þegar 0,1 mól/l lausn er notuð. Eftir hvern skammt er beðið þangað til spennan er orðin stöðug á ný.

Rúmmál lausnanna, sem bætt er út í og samsvarandi spennugildi, eru skráð í fyrstu tveimur dálkum í töflu.

Í þriðja dálki er skráð stigmögnuð aukning ($\Delta_1 E$) spennunnar E. Í fjórða dálki er skráður mismunur ($\Delta_2 E$), annaðhvort jákvæður eða neikvæður, milli aukningar í spennunni ($\Delta_1 E$). Títrun er lokið þegar 0,1 eða 0,05 ml viðbótarskammtur af silfurnítratlausn (V_1) gefur hæsta gildi fyrir $\Delta_1 E$.

Til að reikna út nákvæmlega það rúmmál silfurnítratlausnarinnar (V_{eq}), sem þarf til að ljúka efnahvarfinu, er notuð eftirfarandi formúla:

$$V_{eq} = V_0 + (V_1 \times \frac{b}{B})$$

þar sem:

V_0 er heildarrúmmál (í ml) þeirrar silfurnítratlausnar sem er rétt undir því rúmmáli sem veldur mestri aukningu í $\Delta_1 E$,

V_1 er rúmmál (í ml) síðasta skammts silfurnítratlausnarinnar sem bætt er við (0,1 eða 0,05 ml),

b er síðasta jákvæða gildi fyrir $\Delta_2 E$,

B er summa raungildanna fyrir síðasta jákvæða gildi $\Delta_2 E$ og fyrsta neikvæða gildi $\Delta_2 E$ (sjá dæmi í töflu 1).

5.2. Núllprófun

Núllprófun er gerð og tekið mið af henni þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

Niðurstaðan V_4 úr núllprófuninni á prófefnunum er reiknuð (í ml) samkvæmt eftirfarandi formúlu:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

þar sem:

V_2 er gildi (í ml) fyrir nákvæmlega það rúmmál (V_{eq}) af silfurnítratlausn sem notað var til að títra 10 ml af stöðluðu kalíumklóríðviðmiðunarlausninni sem notuð var,

V_3 er gildi (í ml) fyrir nákvæmlega það rúmmál (V_{eq}) af silfurnítratlausn sem notað var til að títra 5 ml af stöðluðu kalíumklóríðlausninni sem var notuð.

5.3. Eftirlitsprófun

Einnig er unnt að styðjast við núllprófunina til þess að ganga úr skugga um að búnaðurinn starfi rétt og að prófunaraðferðin sé rétt útfærð.

5.4. Ákvörðun

Milli 10 og 20 g af sýninu eru tekin og vigtuð með 0,01 g nákvæmni. Þetta magn allt er látið í 250 ml bikarglas. 20 ml af vatni, 5 ml af saltpéturssýrulausn (3.2) og 120 ml af asetoni (3.1) er bætt við og nægu vatni til þess að rúmmálið verði u.þ.b. 150 ml.

Pinninn úr segulhræranum (4.3) er látinn í bikarglasið, það er sett á hræranann og hann settur í gang. Silfurrafskautið (4.1) er látið ofan í lausnina ásamt lausa endanum á brúnni (4.2), rafskautin eru tengd við spennudeilinn (4.1) og upphafsspennan mæld eftir að núllgildið hefur verið sannreynt.

Lausnin er titruð með silfurnítratlausn sem bætt er við í 0,1 ml skömmum með örmælípípu (4.4). Eftir hvern skammt er beðið þangað til spennan er orðin stöðug.

Áfram er haldið með titrun eins og um getur í 5.1, frá og með fjórðu málgrein: „Rúmmál lausnanna, sem bætt er út í og samsvarandi spennugildi, eru skráð í fyrstu tveimur dálkum í töflu ...“

6. Framsetning niðurstaðna

Niðurstöður greiningarinnar eru settar fram sem hundraðshluti klórs í sýninu eins og tekið var við því til greiningar. Hundraðshluti klórinnihalds (Cl) er reiknaður samkvæmt eftirfarandi formúlu:

$$\text{Cl \%} = \frac{0,3545 \times T \times (V_5 - V_4) \times 100}{m}$$

þar sem:

T er styrkur silfurnítratlausnarinnar, sem notuð er, í mól/l,

V₄ er niðurstaðan (í ml) úr núllprófuninni (5.2),

V₅ er gildi (í ml) fyrir V_{eq} samkvæmt ákvörðuninni (5.4),

m er massi vegna sýnisins í grömmum.

Tafla 1: Dæmi

Rúmmál silfurnítratlausnarinnar V (ml)	Spenna E (mV)	Δ ₁ E	Δ ₂ E
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	– 49
5,10	306	23	– 10
5,20	319	13	

$$V_{eq} = 4,9 + 0,1 \times \frac{37}{37 + 49} = 4,943$$

Aðferð 7

Ákvörðun á kopar

1. Umfang og notkunarsvið

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða koparinnihald í eingildum, köfnunarefnisríkum ammoníumnítratáburði.

2. Grundvöllur aðferðar

Sýnið er leyst upp í þynntri saltsýru og koparinnihaldið ákvarðað með frumeindagleypnimælingu.

3. Prófefni

- 3.1. Saltsýra (eðlismassi við 20 °C = 1,18 g/ml).
- 3.2. Saltsýra: 6 mól/l.
- 3.3. Saltsýra, 0,5 mól/l.
- 3.4. Ammoníumnítrat.
- 3.5. Vetríperoxíð, 30%, massi miðað við rúmmál.
- 3.6. Koparlausn ⁽¹⁾ (stofnlausn): 1 g af hreinum kopar er vigtað með 0,001 g nákvæmni og leyst upp í 25 ml af 6 mól/l saltsýrulausn (3.2); út í er bætt 5 ml af vetríperoxíði (3.5) í skömmum og fyllt að einum lítra með vatni. Í 1 ml af þessari lausn eru 1 000 µg kopars (Cu).
- 3.6.1. Koparlausn ⁽¹⁾ (þynnt): 10 ml af stofnlausninni (3.6) eru þynntir með vatni að 100 ml, síðan eru 10 ml af þeirri lausn þynntir aftur með vatni að 100 ml; 1 ml af lokaþynningunni inniheldur 10 µg kopars (Cu).

Lausnin er notuð strax eftir að hún hefur verið tilreidd.

4. Búnaður

Frumeindagleypnimælir með koparlampa (324,8 nm).

5. Aðferð**5.1. Tilreiðsla lausnar til greiningar**

25 g af sýninu eru vigtuð með 0,001 g nákvæmni, það er látið í 400 ml bikarglas og 20 ml af saltsýru (3.1) bætt út í með varkárni (hætta er á kröftugum efnahvörfum vegna myndunar koltvísýrings). Meiri saltsýru er bætt út í, gerist þess þörf. Þegar gosmyndun er hætt er látið gufa upp af lausninni í sjóðandi vatnsbaði þar til hún hefur öll gufað upp og hrært í af og til með glerstaf. 15 ml af 6 mól/l saltsýrulausn (3.2) er bætt við og 120 ml af vatni. Hrært er í með glerstafnum, hann síðan látinn standa í bikarglasinu og úrgler sett ofan á. Lausnin er soðin við vægan hita þangað til efnið er uppleyst að fullu og hún síðan kæld.

Lausnin öll er flutt yfir í 250 ml mæliflösku þannig að bikarglasið er skolað einu sinni með 5 ml af 6 mól/l saltsýru (3.2) og tvisvar með 5 ml af sjóðandi heitu vatni, fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýru (3.3) og þessu blandað vel saman.

Lausnin er síuð gegnum koparfrían síupappír ⁽²⁾ og fyrstu 50 ml hent.

5.2. Núlllausn

Tilreidd er núlllausn án sýnisins en aðrir þættir eru óbreyttir og tekið mið af henni þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

5.3. Ákvörðun**5.3.1. Tilreiðsla sýnis- og núlllausna**

Sýnislausnin (5.1) og núlllausnin (5.2) eru þynntar með 0,5 mól/l saltsýru (3.3) uns fenginn er koparstyrkleiki á því sviði sem hentar best til mælinga með litrófsmæli. Yfirleitt er engin þörf á þynningu.

5.3.2. Tilreiðsla kvörðunarlausna

Með því að þynna staðallausnina (3.6.1) með 0,5 mól/l saltsýrulausn (3.3) eru tilreiddar a.m.k. fimm staðallausnir með þeim koparstyrk sem best hentar til mælinga með litrófsmæli (0–5,0 mg/l Cu). Ammoníumnítrati (3.4) er bætt út í hverja lausn, þangað til styrkur þess er 100 mg í ml, áður en fyllt er að markinu.

⁽¹⁾ Heimilt er að nota staðlaða koparlausn sem er á markaði.

⁽²⁾ Whatman 541 eða jafngildur síupappír

5.4. *Mæling*

Litrósmælirinn (4) er stilltur á bylgjulengd 324,8 nm. Nota skal búnað til mælinga við gasloga (asetýlen og loft). Úðað er þrisvar sinnum með kvörðunarlausninni (5.3.2), sýnislausninni og núlllausninni (5.3.1), hverri á eftir annari, og tækið skolað með eimuðu vatni eftir hverja úðun. Kvörðunarferill er teiknaður þar sem lóðhnitin eru meðalgleypni hverrar staðallausnar og láhnitin samsvarandi styrkur kopars í µg/ml.

Styrkur kopars í lokasýninu og núlllausnunum er ákvarðaður út frá kvörðunarferlinum.

6. **Framsetning niðurstaðna**

Koparinnihald sýnisins er reiknað með hliðsjón af massa prófunarsýnisins, þeirri þynningu sem átti sér stað við greininguna og gildinu úr núllprófuninni. Niðurstöðurnar eru gefnar upp í mg Cu/kg.

4. **Ákvörðun á sprengipoli**4.1. *Umfang og notkunarsvið*

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða sprengipól eingिल्s, köfnunarefnisríks ammoníumnítratáburðar.

4.2. *Grundvöllur aðferðar*

Sýninu er komið fyrir í stálröri og látið verða fyrir sprengingarhöggi frá forsprenghleðslu. Útbreiðsla sprengingarinnar er mæld með því að athuga hversu mikið blýhólkar aflagast sem rörið hvílir lárétt á meðan á prófuninni stendur.

4.3. *Efni*

4.3.1. Plestið sprengiefni sem inniheldur 83–86% pentrít

Eðlismassi: 1 500–1 600 kg/m³

Sprengihraði: 7 300–7 700 m/s

Massi: 500 (± 1) grömm.

4.3.2. Sjö bútar af sveigjanlegum kveikipræði án málmslífar

Fyllimassi: 11–13 g/m

Lengd hvers þráðar: 400 (± 2) mm.

4.3.3. Pressuð kúla úr annars stigs sprengiefni með dæld fyrir hvellhettu

Sprengiefni: hexógen/vax 95/5 eða tetrýl eða sambærilegt annars stigs sprengiefni, með eða án viðbættis graffits.

Eðlismassi: 1 500–1 600 kg/m³

Þvermál: 19–21 mm

Hæð: 19–23 mm

Dæld í miðju fyrir hvellhettu: þvermál 7–7,3 mm, dýpt 12 mm.

4.3.4. Heildregið stálrör eins og tilgreint er í ISO 65 – 1981 – Heavy Series, nafnmál DN 100 (4")

Ytra þvermál: 113,1–115,0 mm

Þykkt rörveggja: 5,0–6,5 mm

Lengd: 1 005 (± 2) mm.

4.3.5. Botnplata

Efni: stál sem auðvelt er að sjóða

Stærð: 160 x 160 mm

Þykkt: 5–6 mm

- 4.3.6. Sex blýhólkur
Þvermál: 50 ($\pm$ 1) mm
Hæð: 100–101 mm
Efni: hreinsað, mjúkt, blý, a.m.k. 99,5% hreint
- 4.3.7. Stálkubbur
Lengd: a.m.k. 1 000 mm
Breidd: a.m.k. 150 mm
Hæð: a.m.k. 150 mm
Massi: a.m.k. 300 kg ef engin föst undirstaða er fyrir kubbin.
- 4.3.8. Hólkur úr plasti eða pappa fyrir forsprengjuna
Þykkt veggja: 1,5–2,5 mm
Þvermál: 92–96 mm
Hæð: 64–67 mm
- 4.3.9. Hvellhetta (með eða án rafstýringar) með kveikikrafti 8–10
- 4.3.10. Tréskífa
Þvermál: 92–96 mm Þvermálið passar við innra þvermál plast- eða pappahólksins (4.3.8)
Þykkt: 20 mm
- 4.3.11. Trépinni af sömu stærð og hvellhattan (4.3.9)
- 4.3.12. Títuprjónar (hámarks lengd 20 mm)
- 4.4. *Aðferð*
- 4.4.1. Undirbúningur forsprengjunnar áður en henni er komið fyrir í stálrórinu
Tvær aðferðir eru notaðar við að kveikja í forsprengjunni eftir því hvaða búnaður er áanlegur.
- 4.4.1.1. Sjö punkta samtímakveiking
Á 1. mynd má sjá tilbúna forsprengju.
- 4.4.1.1.1. Boruð eru göt í tréskífuna (4.3.10), samsíða ási hennar, í miðjuna og gegnum sex punkta sem dreifast samhverft á sammiðja hring sem er 55 mm að þvermáli. Götin skulu vera 6–7 mm í þvermál (sjá A–B á 1. mynd), eftir því hve sver kveikiþráðurinn (4.3.2) er.
- 4.4.1.1.2. Klipptir eru sjö bútar af sveigjanlegum kveikiþræði (4.3.2), hver um sig 400 mm, og komið er í veg fyrir að sprengiefni fari til spillis til endanna með hreinum skurði og með því að loka endunum strax með lími. Bútinum sjö er þrýst í gegnum götin sjö í tréskífunni (4.3.10) þar til endarnir standa út hinum megin sem nemur nokkrum sentímetrum. Litlum títuprjóni (4.3.12) er stungið þvert í slífar kveikiþráðanna, 5–6 cm frá endunum, og lím borið á 2 cm breitt svæði hjá títuprjónunum á ytra borði kveikiþráðanna. Að lokum er lengri endi hvers þráðar dreginn til baka þar til títuprjóninn snertir skífuna.
- 4.4.1.1.3. Plestið sprengiefnið (4.3.1) er mótað í hól, 92–96 mm í þvermál, eftir því hve víður hólkurinn (4.3.8) er. Mótaða sprengiefnið er síðan látið ofan í hólkin sem komið hefur verið fyrir í lóðréttri stöðu á sléttum fleti. Tréskífan ⁽¹⁾ með kveikiþráðunum sjö er látin inn í hólkin að ofanverðu og þrýst niður í sprengiefnið. Hæð hólksins (64–67 mm) skal stillt þannig að efri brúnin nái ekki upp fyrir tréskífuna. Að lokum er hólkurinn festur við tréskífuna meðfram allri röndinni með heftum eða litlum nöglum.
- 4.4.1.1.4. Kveikiþræðirnir sjö eru dregnir saman um trépinann (4.3.11) þannig að allir endarnir séu í sama fleti sem er hornréttur á pinann. Þeir eru festir við pinann með límbandi ⁽²⁾.

⁽¹⁾ Þvermál skífunnar verður ætíð að samsvara innra þvermáli hólksins.

⁽²⁾ Ath.: Þegar strekkt er á þráðunum sex eftir að þeir hafa verið tengdir saman skal miðþráðurinn vera aðeins slakur áfram.

4.4.1.2. Miðlæg kveiking með pressaðri kúlu

Á 2. mynd má sjá tilbúna forsprengru.

4.4.1.2.1. Gerð samþjappaðrar kúlu

Þegar nauðsynlegar öryggisráðstafanir hafa verið gerðar eru 10 g af annars stigs sprengiefni (4.3.3) látin í mót sem er 19–21 mm að innra þvermáli og efninu þjappað saman í viðeigandi form og þykkt.

(Hlutfall þvermáls og hæðar ætti að vera u.þ.b. 1:1.).

Í miðjum botni mótsins er pinni sem er 12 mm á hæð og 7,0–7,3 mm í þvermál (eftir þvermáli hvellhettunnar) og myndar sívalningslagaða dæld í pressuðu hleðslunni þar sem hvellhettunni verður síðan komið fyrir.

4.4.1.2.2. Forsprengihleðslan undirbúin

Sprengiefninu (4.3.1) er komið fyrir í hólknum (4.3.8) sem stendur lóðrétt á sléttum fleti og því þrýst niður með tréstimpli til að það verði sívalningslaga með dæld í miðjunni. Pressuðu kúlunni er komið fyrir í dældinni. Ofan á sívalningslagaða sprengiefnið með pressuðu kúlunni er látin tréskífa (4.3.10) með gati, 7,0–7,3 cm í þvermál, í miðjunni fyrir hvellhettuna. Tréskífan er fest á sprengiefnissívalninginn með límbandi í kross. Gengið er úr skugga um að boraða gatið í skífunni og dældin standist á með því að reka trépinnann í gegnum gatið (4.3.11).

4.4.2. Stálrörin búin undir sprengipolsprófanir

Tvö gagnstæð göt, 4 mm í þvermál, eru boruð hornrétt á rörvegginn 4 mm frá öðrum enda stálrörsins (4.3.4).

Botnplatan (4.3.5) er logsoðin saman við hinn enda rörsins þannig að rétta hornið milli botnplötunnar og rörveggins er fyllt með suðumálmi allan hringinn um rörið.

4.4.3. Rörið fyllt og hlaðið

Sjá 1. og 2. mynd.

4.4.3.1. Sýnið, stálrörið og forsprengihleðslan verða að ná um 20 (± 5) °C hita. Til þess að framkvæma tvær sprengiprófanir þarf 16–18 kg af sýninu.

4.4.3.2. Rörið er látið standa upprétt á botnplötunni á föstum, sléttum fleti, helst steinsteypu. Rörið er fyllt að einum þriðja með sýni og látið falla fimm sinnum á flötinn úr 10 cm hæð til að þjappa kúlunum eða kornunum vel saman í rörinu. Til að flýta fyrir samþjöppun er rörið hrist með því að berja það utan með 750–1 000 g hamri milli falla, alls tíu sinnum.

Þessi hleðsluaðferð er endurtekin með öðrum skammti af sýninu. Að lokum er bætt við svo stórum skammti að hleðslan fylli rörið að 70 mm frá opi þegar henni hefur verið þjappað saman með því að láta rörið falla tíu sinnum og slá það með hamri tuttugu sinnum þess á milli.

Haga verður yfirborðshæð sýnisins í stálrörinu þannig að forsprengihleðslan (4.4.1.1 eða 4.4.1.2), sem síðar er sett í rörið, snerti allt yfirborð sýnisins.

4.4.3.3. Forsprengihleðslunni er komið fyrir í rörinu þannig að hún snerti sýnið; efra borð tréskífunnar verður að vera u.þ.b. 6 mm fyrir neðan efri enda rörsins. Til að tryggja nána snertingu milli sprengiefnis og sýnisins er smáskömmum af sýni bætt við eða þeir fjarlægðir. Splittum er stungið í götin við efri enda rörsins eins og sýnt er á 1. og 2. mynd og splittisendarnir beygðir aftur að rörveggnum.

4.4.4. Staðsetning stálrörsins og blýhólkanna (sjá 3. mynd)

4.4.4.1. Blýhólkarnir (4.3.6) eru tölusettir 1–6. Sex strik eru mörkuð með 150 mm millibili á miðlínu stálkubbs (4.3.7) sem hvílir á lárétttri undirstöðu og er fyrsta merkið a.m.k. 75 mm frá ytri brún hans. Blýhólkunum sex er komið fyrir í lóðréttri stöðu á strikunum þannig að botnmiðja hvers og eins sé á strikinu.

- 4.4.4.2. Stálrörinu, sem útbúið hefur verið eins og lýst er í 4.4.3, er lagt lárétt ofan á blýhólkana þannig að ás þess sé samsíða miðlinu stálkubbanna og soðni endi þess nái 50 mm út fyrir blýhólk nr. 6. Til að koma í veg fyrir að rörið velti eru litlir tréflýgar reknir hvor sínum megin (einn á hvorri hlið) milli hliða rörsins og endaflatar hólkana eða trékrossi er komið fyrir milli rörsins og stálkubbsins.

Athugasemd: Mikilvægt er að rörið snerti alla blýhólkana sex; sé rörið lítillega sveigt má rétta það með því að snúa því um lengdarás sinn; sé einhver blýhólkanna of hár (100 mm) skal hann sleginn varlega með hamri þar til réttari hæð er náð.

- 4.4.5. Sprenging undirbúin

- 4.4.5.1. Búnaðurinn er settur upp eins og um getur í 4.4.4 í byrgi eða á sérstaklega til þess gerðum stað neðanjarðar (t.d. í námu eða göngum). Áður en sprengt er skal sjá til þess að hita rörsins sé haldið við 20 (± 5) °C.

Athugasemd: Séu slíkir staðir til sprenginga ekki í boði er unnt að láta tilraunina fara fram í gryfju, steyptri að innan og með trébjálkum ofan á. Þar eð sprengingin getur þeytt stálbrotum af miklum krafti í allar áttir er nauðsynlegt að tryggja að hún fari fram í hæfilegri fjarlægð frá byggð eða umferðaræðum.

- 4.4.5.2. Sé notuð forsprengihleðsla með sjö punkta kveikingu er nauðsynlegt að sjá til þess að kveikiþræðir séu strektir eins og lýst er neðanmáls í 4.4.1.1.4 og hafðir láréttir eftir því sem unnt er.

- 4.4.5.3. Að lokum er tréþinninn fjarlægður og hvellhettunni komið fyrir í hans stað. Áður en sprengt er skal gengið úr skugga um að allir hafi yfirgefið hættusvæðið og prófunarmenn leitað skjóls.

- 4.4.5.4. Sprengiefnið er sprengt.

- 4.4.6. Þegar nógu langur tími er liðinn frá því að reykurinn frá sprengingunni (loftkennd og stundum eitruð niðurbrotsefni, s.s. köfnunarefnisgastegundir) hefur náð að dreifast er blýhólkunum safnað saman og hæð þeirra mæld með brotmæli.

Aflögun hvers og eins hinna merktu blýhólka er skráð sem hundraðshluti af upprunalegri hæð hans sem var 100 mm. Hafi hólkarnir skekkst við aflögunina skal skrá hæsta og lægsta gildi og reikna meðaltalið.

- 4.4.7. Ef þörf krefur má nota nema til samfelldrar mælingar á sprengihraða. Nemanum skal komið fyrir í rörinu, samsíða lengdarási þess eða á hlið rörsins.

- 4.4.8. Gera skal tvær sprengipólspófanir á hverju sýni.

- 4.5. *Prófunarskýrsla*

Tiltaka ber gildi eftirfarandi færíbreytna í prófunarskýrslu fyrir hverja sprengiprófun:

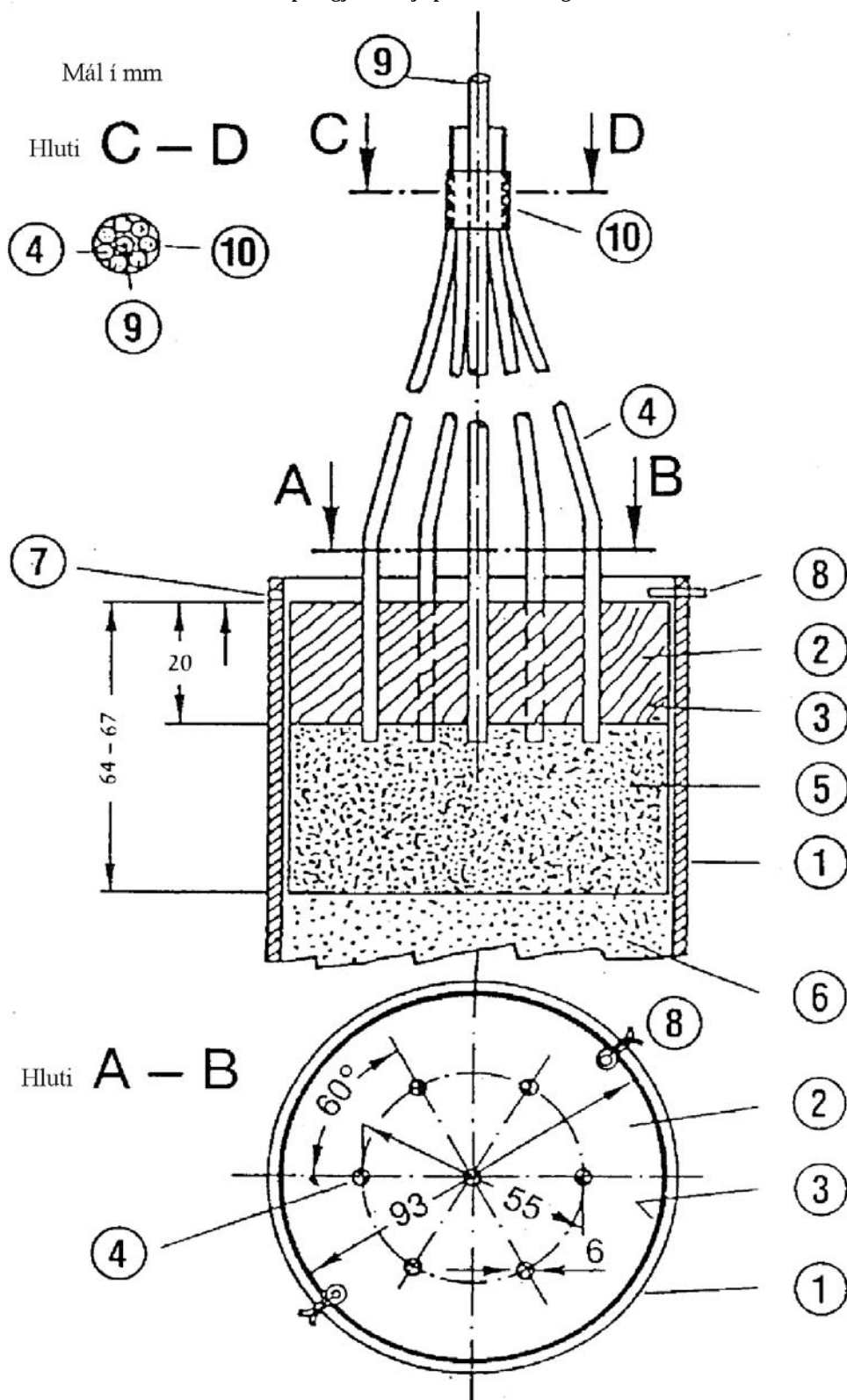
- nákvæmt ytra þvermál stálrörsins eins og það mælist í raun og veggþykkt rörsins,
- Brinell-harka stálrörsins,
- hitastig rörsins og sýnisins skömmu áður en sprengt er,
- eðlismassi pressaða sýnisins í stálrörinu (kg/m^3),
- hæð hvers blýhólks að sprengingu lokinni ásamt númeri hans,
- kveikingaraðferð sem notuð er fyrir forsprengjuna.

- 4.5.1. Mat á niðurstöðum prófunar

Ef aflögun a.m.k. eins hólks í hverju prófi er 5% eða minna teljast niðurstöður prófunarinnar afgerandi og sýnið í samræmi við skilyrði 2. þáttar III. viðauka.

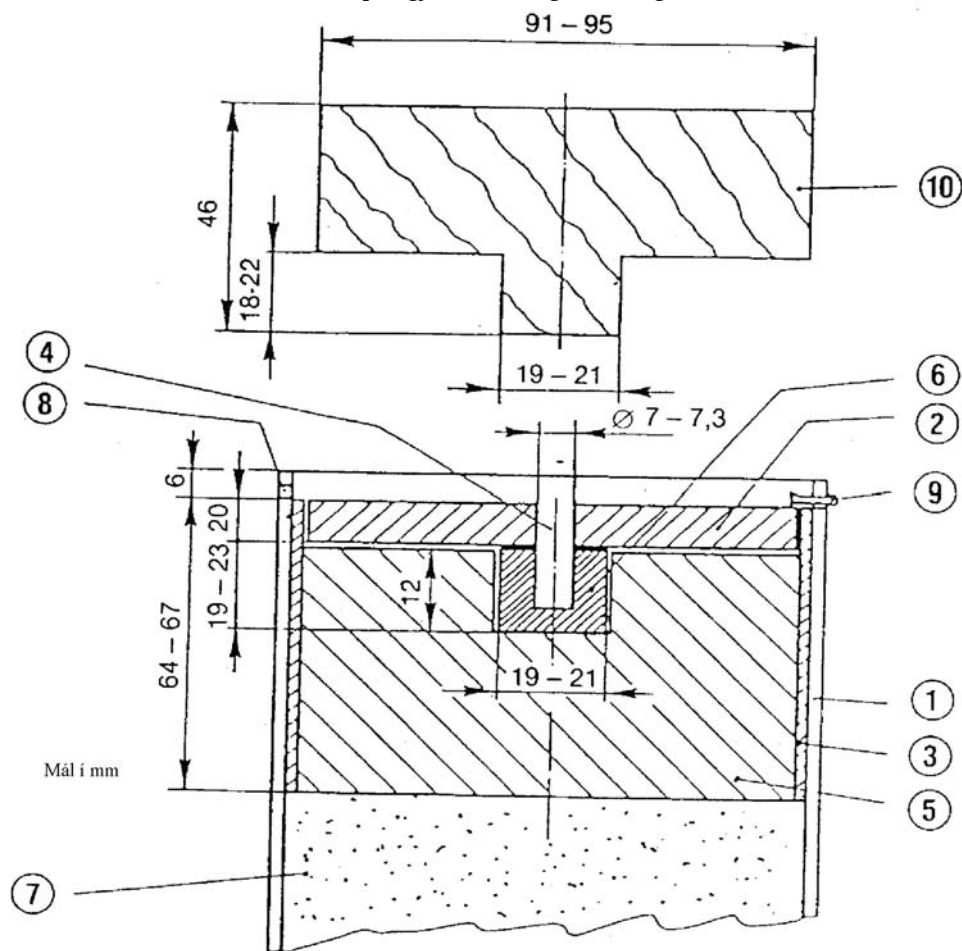
1. mynd

Forsprengja með sjö punkta kveikingu



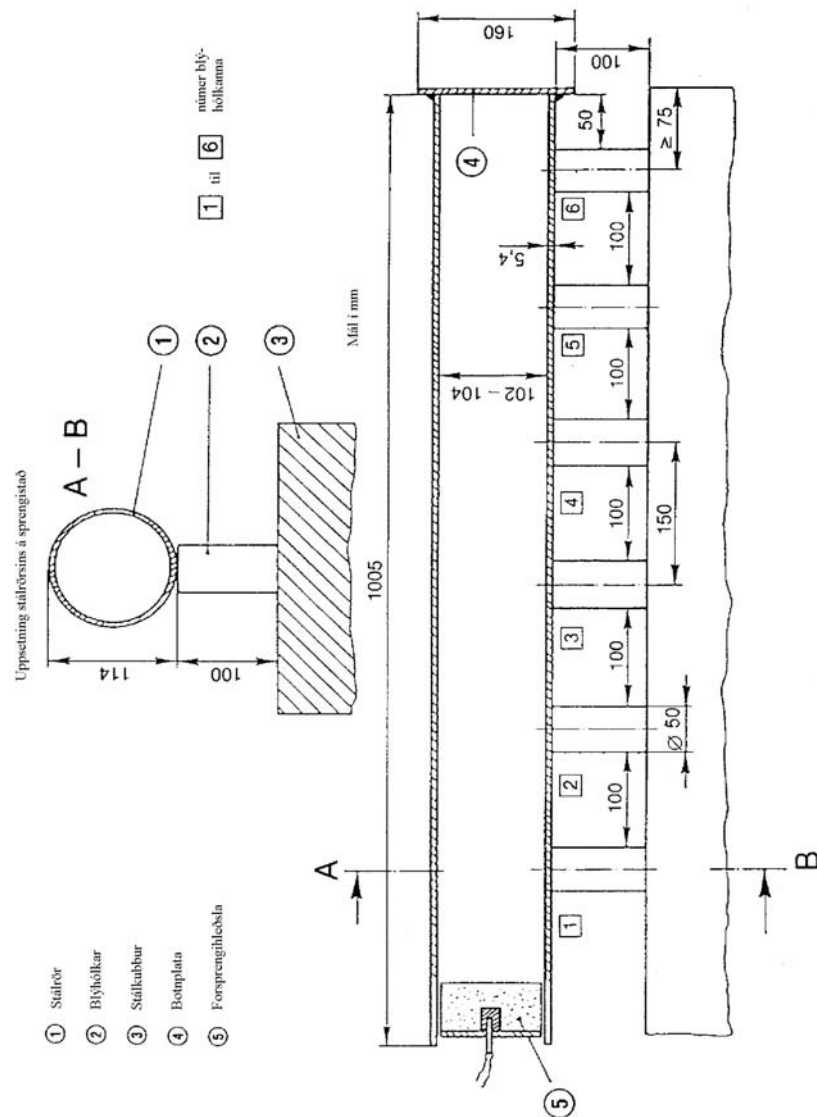
2. mynd

Forsprengja með miðlægri kveikingu



- | | |
|------------------------------|---|
| ① Stálrör | ⑥ Pressuð kúla |
| ② Tréskífa | ⑦ Prófunarsýni |
| ③ Hólkur úr plasti eða pappa | ⑧ 4 mm borað gat fyrir splitti ⑨ |
| ④ Trépinni | ⑨ Splitti |
| ⑤ Plestið sprengiefni | ⑩ Tréstimpill fyrir plestið sprengiefni ⑤ |

3. mynd



IV. VIÐAUKI

AÐFERÐIR VIÐ SÝNATÖKU OG GREININGU

A. AÐFERÐ VIÐ SÝNATÖKU VEGNA EFTIRLITS MEÐ ÁBURÐI

INNGANGUR

Erfitt er að taka sýni á réttan hátt og það krefst mikillar vandvirkni. Því verður aldrei lögð á það næg áhersla að nauðsynlegt er að sýni, sem tekið er vegna opinbers eftirlits með áburði, sé nægilega dæmigert.

Sýnatökuaðferðinni, sem lýst er hér á eftir, skal beitt af ítrustu nákvæmni af sérfræðingum með reynslu í hefðbundinni sýnatöku.

1. **Markmið og gildissvið**

Sýni vegna opinbers eftirlits með gæðum og samsetningu áburðar skulu tekin í samræmi við þær aðferðir sem lýst er hér á eftir. Sýni, sem þannig eru fengin, skulu teljast dæmigerð fyrir þær vörueiningar sem þau eru tekin úr.

2. **Sýnatökumenn**

Sérfræðingar, sem aðildarríkin hafa veitt umboð til þess, skulu taka sýni.

3. **Skilgreiningar**

Vörueining: Efnismagn sem er ein heild og telst hafa einsleita eiginleika.

Hlutasýni (incremental sample): Sýni sem er tekið á einum stað í vörueiningunni.

Safnsýni: Safn hlutasýna úr sömu vörueiningunni.

Smækkað sýni: Dæmigerður hluti safnsýnis, fenginn með smækkun, þ.e. með því að hluta það niður.

Lokasýni: Dæmigerður hluti smækkaðs sýnis.

4. **Búnaður**

4.1. Sýnatökubúnaðurinn skal vera úr efnum sem geta ekki haft áhrif á eiginleika varanna sem sýni eru tekin úr. Aðildarríkin geta veitt opinbert samþykki fyrir þessum búnaði.

4.2. *Búnaður sem mælt er með við töku sýna úr áburði í föstu formi*

4.2.1. Handvirk sýnataka.

4.2.1.1. Skófla með flötu blaði og lóðréttum hliðum.

4.2.1.2. Sýnatökuspjót með langri rauf eða hólfum. Mál spjótsins verður að vera í samræmi við eiginleika vörueiningarinnar (dýpt íláts, sekkjarstærð o.s.frv.) og stærð agna í áburðinum.

4.2.2. Vélvirk sýnataka

Heimilt er að nota samþykktan tækjabúnað til sýnatöku úr áburði á hreyfingu.

4.2.3. Sýnadeilir

Heimilt er að nota búnað sem skiptir sýni í jafna hluta, til að taka hlutasýni og til að útbúa smækkuð sýni og lokasýni.

4.3. *Búnaður sem mælt er með við sýnatöku á fljótandi áburði*

4.3.1. Handvirk sýnataka

Opið rör, inntaksnemi, flaska eða annar hentugur búnaður til að taka slembisýni úr vörueiningu.

4.3.2. Vélvirk sýnataka

Heimilt er að nota viðurkenndan tækjabúnað til sýnatöku úr fljótandi áburði á hreyfingu.

5. **Megindlegar kröfur**5.1. *Vörueining*

Vörueiningin verður að vera svo stór að unnt sé að taka sýni af öllum efnisþáttum sem hún er samsett úr.

5.2. *Hlutasýni*

5.2.1. Fastur áburður í lausu eða fljótandi áburður í umbúðum sem taka meira en 100 kg.

5.2.1.1. Vörueiningar sem vega ekki meira en 2,5 tonn:

Lágmarksfjöldi hlutasýna: 7

5.2.1.2. Vörueiningar sem vega meira en 2,5 tonn en ekki meira en 80 tonn:

Lágmarksfjöldi hlutasýna: $\sqrt{\text{tuttugufaldur fjöldi tonna í vörueiningunni}}^{(1)}$

5.2.1.3. Vörueiningar sem vega meira en 80 tonn:

Lágmarksfjöldi hlutasýna: 40

5.2.2. Pakkaður áburður í föstu formi eða fljótandi áburður í ílátum (= pakkningar sem taka 100 kg hið mesta).

5.2.2.1. Pakkningar sem rúma meira en 1 kg

5.2.2.1.1. Vörueiningar sem eru færri en 5 pakkningar:

Lágmarksfjöldi pakkninga sem taka á sýni úr ⁽²⁾: allar pakkningar

5.2.2.1.2. Vörueiningar sem eru 5–16 pakkningar:

Lágmarksfjöldi pakkninga sem taka á sýni úr ⁽²⁾: fjórar.

5.2.2.1.3. Vörueiningar sem eru 17–400 pakkningar:

Lágmarksfjöldi pakkninga sem taka á sýni úr ⁽²⁾: $\sqrt{\text{fjöldi pakkninga utan um vörueininguna}}^{(1)}$

5.2.2.1.4. Vörueiningar sem eru yfir 400 pakkningar:

Lágmarksfjöldi pakkninga sem taka á sýni úr ⁽²⁾: 20.

5.2.2.2. Pakkningar sem eru ekki yfir 1 kg:

Lágmarksfjöldi pakkninga sem taka á sýni úr ⁽²⁾: fjórar.

5.3. *Safnsýni*

Krafist er eins safnsýnis úr hverri vörueiningu. Heildarmassi hlutasýna í safnsýni skal ekki vera minni en sem hér segir:

5.3.1. Fastur áburður í lausu eða fljótandi áburður í ílátum sem rúma meira en 100 kg: 4 kg.

5.3.2. Pakkaður áburður í föstu formi eða fljótandi áburður í ílátum (= pakkningar) sem rúma ekki yfir 100 kg.

5.3.2.1. Pakkningar sem rúma meira en 1 kg: 4 kg

5.3.2.2. Pakkningar sem rúma ekki meira en 1 kg: Massi innihalds í fjórum upprunalegum pakkningum.

5.3.3. Sýni úr ammoníumnítratáburði til prófunar í samræmi við 2. þátt III. viðauka: 75 kg

⁽¹⁾ Ef útkoman er ekki heil tala skal hækka hana upp í næstu heilu tölu.

⁽²⁾ Ef um er að ræða pakkningar þar sem innihaldið er ekki meira en 1 kg skal hlutasýni vera innihald einnar upprunalegrar pakkningar.

5.4. *Lokasýni*

Lokasýnin eru tekin úr safnsýninu, eftir smækkun þess ef þörf krefur. Krafist er greiningar á a.m.k. einu lokasýni. Massi sýnis, sem greina á, má ekki vera undir 500 g.

5.4.1. Fastur og fljótandi áburður

5.4.2. Sýni úr ammoníumnítratáburði til prófunar

Lokasýnið til prófunar er tekið úr safnsýninu, eftir smækkun þess ef þörf krefur.

5.4.2.1. Lágmarksmassi lokasýnis til prófunar skv. 1. þætti III. viðauka: 1 kg

5.4.2.2. Lágmarksmassi lokasýnis til prófunar skv. 2. þætti III. viðauka: 25 kg

6. **Fyrirmæli um töku, undirbúning og pökkun sýna**6.1. *Almenn atriði*

Sýnin skulu tekin og undirbúin eins fljótt og unnt er með það í huga að nauðsynlegt er að gera varúðarráðstafanir til að tryggja að þau verði áfram dæmigerð fyrir áburðinn sem þau eru tekin úr. Verkfæri, svo og allt yfirborð og ílát sem sýnin komast í snertingu við, verða að vera hrein og þurr.

Þegar um er að ræða fljótandi áburð skal blanda vörueininguna, ef því verður við komið, áður en sýni er tekið úr henni.

6.2. *Hlutasýni*

Hlutasýni skulu tekin af handahófi úr allri vörueiningunni og þau skulu öll vera því sem næst jöfn að stærð.

6.2.1. Fastur áburður í lausu eða fljótandi áburður í ílátum sem geta tekið meira en 100 kg.

Hugsa skal sér að vörueiningunni sé skipt í ákveðinn fjölda jafnstórra hluta. Velja skal af handahófi jafnmarga hluta og samsvara fjölda hlutasýna sem krafist er í samræmi við lið 5.2 og taka a.m.k. eitt sýni úr hverjum þessara hluta. Sé ekki hægt að fullnægja kröfum þeim sem gerðar eru í lið 5.1 við sýnatöku úr áburði í lausu eða fljótandi áburði í ílátum sem taka meira en 100 kg skal taka sýni á meðan skoðaði skammturinn er á hreyfingu (við hleðslu og afhleðslu). Í því tilviki skal taka sýnin úr hugsuðu hlutunum sem valdir eru af handahófi, eins og skilgreint er hér að framan, á meðan þessir hlutar eru á hreyfingu.

6.2.2. Fastur eða fljótandi áburður í ílátum (= umbúðum) sem taka 100 kg hið mesta.

Þegar valinn hefur verið sá fjöldi pakkninga, sem taka á sýni úr skv. lið 5.2, skal taka hluta innihaldsins úr hverjum þeirra. Ef þörf krefur skal taka sýnin eftir að pakkningarnar hafa verið tæmdar hverjar fyrir sig.

6.3. *Undirbúningur safnsýnis*

Hlutasýnunum skal blandað saman svo að úr verði eitt safnsýni.

6.4. *Undirbúningur lokasýnis*

Öllu efninu í safnsýninu skal blandað vandlega saman ⁽¹⁾

Ef þörf krefur skal fyrst hluta safnsýnið niður í a.m.k. 2 kg (smækkað sýni), annaðhvort með vélrænum sýnadeili eða fjórðungsaðferðinni.

Síðan skal útbúa a.m.k. þrjú álíka stór lokasýni sem uppfylla megindlegu kröfum á lið 5.4. Hvert sýni skal sett í hentugt, loftþétt ílát. Gera skal allar nauðsynlegar varúðarráðstafanir til að koma í veg fyrir að eiginleikar sýnisins breytist.

Lokasýni, sem prófa skal skv. 1. og 2. þætti III. viðauka, skulu geymd við 0–25 °C.

⁽¹⁾ Merja skal alla kekki (ef þörf krefur með því að taka þá úr og setja þá svo aftur saman við sýnið.)

7. Pökkun lokasýna

Skylt er að innsigla ílátin eða pakkningarnar og merkja þau (innsiglið verður að ná yfir allt merkið) þannig að ekki sé hægt að opna þau án þess að skaða innsiglið.

8. Sýnatökuskrá

Halda verður skrá yfir öll tekin sýni svo að hægt sé að sanngreina hverja vörueiningu.

9. Viðtökustaður sýna

Úr hverri vörueiningu skal senda am.k. eitt lokasýni eins fljótt og unnt er til viðurkenndrar rannsóknarstofu eða prófunarstofu ásamt upplýsingum sem nauðsynlegar eru fyrir greiningu þess.

B. AÐFERÐIR VIÐ GREININGU Á ÁBURÐI

(Sjá efnisyfirlit á bls. 2.)

Almennar athugasemdir**Búnaður á rannsóknarstofu**

Í lýsingum á aðferðum er almennur búnaður á rannsóknarstofu ekki skilgreindur nákvæmlega að öðru leyti en því að stærð á flöskum og rennipípum er tilgreind. Búnaður verður ávallt að vera vel hreinsaður, einkum þegar mæla á mjög litla skammta efna.

Samanburðarprófanir

Fyrir greiningu er nauðsynlegt að ganga úr skugga um að allur búnaður starfi rétt og greiningaraðferðinni sé beitt á réttan hátt og notuð viðeigandi efnasambönd með þekktri samsetningu (s.s. ammoníumsúlfat, einkalífosfat o.s.frv.). Þrátt fyrir þetta geta niðurstöður úr greiningu á tilbúnum áburði veitt rangar upplýsingar um efnasamsetninguna ef greiningaraðferðinni er ekki fylgt nákvæmlega. Hins vegar er tiltekinn fjöldi ákvarðana reynslubundinn og varðar vörur sem eru flóknar að efnasamsetningu. Mælt er með því að rannsóknarstofur noti staðlaðan viðmiðunarábúrd með vel þekktri samsetningu þegar því verður við komið.

Almenn ákvæði um aðferðir við greiningu áburðar**1. Prófefni**

Öll prófefni skulu vera af greiningarhreinleika nema kveðið sé á um annað í greiningaraðferðinni. Þegar greina á snefilefni verður að prófa hreinleika prófennanna með núllprófun. Nauðsynlegt kann að reynast að beita frekari hreinsun gefi niðurstöður prófunarinnar tilefni til

2. Vatn

Þegar aðgerðir, s.s. uppleysing, þynning, skolun eða þvottur, eru tilgreindar í greiningaraðferðunum án þess að getið sé um leysa eða þynningarefni er gert ráð fyrir því að vatn sé notað. Venjan er að vatnið sé steinefnasneytt eða eimað. Í sérstökum tilvikum, sem þá er getið í greiningaraðferðinni, skal hreinsa vatnið á tiltekinn hátt.

3. Búnaður á rannsóknarstofu

Með tilliti til venjulegs búnaðar á rannsóknarstofu takmarkast sá búnaður, sem kveðið er á um í greiningaraðferðum, við sérstök áhöld og tæki eða við áhöld og tæki sem eru nauðsynleg þegar gerðar eru sérstakar kröfur. Þessi búnaður verður að vera tandurhreinn, einkum þegar lítið magn er ákvarðað. Sé um kvarðaðan búnað úr gleri að ræða skal rannsóknarstofan ganga úr skugga um að kvörðunin standist viðeigandi mælistaðla

Aðferð 1**Undirbúningur sýnis fyrir greiningu****1. Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð við undirbúning sýnis, sem tekið er úr lokasýni, fyrir greiningu.

2. Grundvöllur aðferðar

Undirbúningur lokasýnis, sem rannsóknarstofa fær til greiningar, er margþætt og venjulega felst hún í sigtun, mölun og blöndun, þar sem þess er gætt:

- að annars vegar sé minnsta magn, sem mælt er fyrir um í greiningaraðferðinni, dæmigert fyrir rannsóknarstofusýnið og
- að hins vegar hafi fínleiki áburðarins ekki breyst við meðhöndlunina að því marki að það hafi greinileg áhrif á leysni hans í mismunandi prófefnum sem notuð eru við útdráttinn.

3. Búnaður

Sýnadeilir (valfrjálst).

Sigti með 0,2 mm og 0,5 mm möskvum.

250 ml flöskur með tappa.

Mortél og stautur úr postulíni eða kvörn.

4. Val á meðferð

Formálsorð

Ef varan er til þess fallin er einungis þörf á að geyma dæmigerðan hluta lokasýnis.

4.1. Lokasýni sem ekki má mala

Kalsíumnítrat, kalsíummagnesiumnítrat, natriumnítrat, sílenítrat, kalsíumsýanamíð (tröllumjöl), köfnunarefnisríkt kalsíumsýanamíð, ammoníumsúlfat, ammoníumnítröt með meira en 30% N, þvagefni (úrea), basískt gjall, náttúrulegt fosfat, gert leysanlegt að hluta, díkalsíumfosfat, glæðifosfat, álkalsíumfosfat, lint hráfosfat.

4.2. Lokasýni sem þarf að skipta og skal mala hluta þeirra

Ákvörðun á þessum vörum þarf að fara fram á tiltekinn hátt án undanfarandi mölunar (t.d. ákvörðun á kornastærð) og síðan aftur eftir mölun. Til þeirra telst allur fjölgildur áburður sem inniheldur eftirfarandi fosfatsambönd: basískt gjall, álkalsíumfosfat, glæðifosfat, lint hráfosfat og náttúrulegt fosfat sem gert hefur verið leysanlegt að hluta. Í þessu skyni skal skipta lokasýninu með sýnadeili eða fjórðungsaðferðinni í tvo hluta sem eru svo líkir sem framast er unnt.

4.3. Lokasýni þar sem ákvörðun er eingöngu gerð á malaðri vöru

Hér nægir að mala aðeins dæmigerðan hluta af lokasýninu. Þetta gildir um allan áburð í skránni sem fellur ekki undir liði 4.1 og 4.2.

5. Aðferð

Sá hluti lokasýnis, sem um getur í liðum 4.2 og 4.3, er sigtaður hratt í sigti með 0,5 mm möskvastærð. Leifin í sigtinu er gröfmöluð til að fá fram vöru með sem fæstum fínum ögnum og síðan sigtuð. Mala skal þannig að varan hitni ekki að því er greint verði. Aðgerðin er endurtekin þar til ekkert er eftir í sigtinu og henni skal lokið eins fljótt og auðið er til að koma í veg fyrir að varan taki í sig eða missi efni (vatn, ammoníak). Malaða og sigtaða varan er síðan öll sett í hreina flösku sem unnt er að loka með tappa.

Áður en nokkur vigtun fer fram fyrir greiningu skal blanda öllu sýninu vandlega saman.

6. Sérstök tilvik**a) Áburður sem inniheldur tvær eða fleiri tegundir kristalla**

Í þessu tilviki skilst varan oft í sundur. Því er alveg nauðsynlegt að merja sýnið og sigta það í sigti með 0,2 mm möskvastærð. Sem dæmi má nefna blöndu ammóníumfosfats og kalíumnítrats. Þegar um þessar vörur er að ræða er mælt með því að allt lokasýnið sé malað.

b) Leif sem erfitt er að mala og inniheldur ekki áburðarefni

Leifin er vegin og tillit tekið til massa hennar þegar lokaniðurstaðan er reiknuð.

c) Vörur sem brotna niður við hitun

Mala skal þannig að komist verði hjá hitun. Sé hætt á hitun skal helst mala í mortéli. Dæmi: fjölgildur áburður sem inniheldur kalsíumsýanamíð eða þvagefni.

d) Vörur sem eru óvenjulega rakar eða verða að mauki við mölun

Til að tryggja einsleitni skal velja sigti með minnstu möskvastærð sem nota má til að sigta vöruna þegar kekkirnir eru marðir með höndunum eða stautnum. Þetta getur átt við þegar sumir efnisþættirnir innihalda kristalvatn.

Aðferðir 2

Köfnunarefni

Aðferð 2.1

Ákvörðun á ammoníakbundnu köfnunarefni

1. Gildissvið

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða ammoníakbundið köfnunarefni.

2. Notkunarsvið

Aðferðin er notuð fyrir allan áburð sem inniheldur köfnunarefni, þ.m.t. fjölgildur áburður þar sem köfnunarefni er aðeins á formi ammoníumsalta eða ammoníumsalta og nitrata.

Aðferðinni má ekki beita að því er varðar áburð sem inniheldur þvagefni (úrea), sýanamíð eða önnur lífræn köfnunarefnissambönd.

3. Grundvöllur aðferðar

Ammoníak er losað með umframmagni af natríumhýdroxíði; eiming; magn ammoníaksins er ákvarðað í tilteknu rúmmáli af staðlaðri brennisteinssýru og umframmagn sýrunnar títrað með staðallausn af natríum- eða kalíumhýdroxíði.

4. Prófefni

Eimað eða steinefnasneytt vatn sem inniheldur hvorki koltvísýring né köfnunarefnissambönd.

4.1. Þynnt saltsýra: einn hluti HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) og einn hluti af vatni.

4.2. Brennisteinssýra: 0,1 mól/l

4.3. Natríumhýdroxíðlausn, karbónatfrí: 0,1 mól/l

} fyrir afbrigði a.

4.4. Brennisteinssýra: 0,2 mól/l

4.5. Natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn, karbónatfrí: 0,2 mól/l

} fyrir afbrigði b (sjá 2. athugasemd).

4.6. Brennisteinssýra: 0,5 mól/l

4.7. Natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn, karbónatfrí: 0,5 mól/l

} fyrir afbrigði c (sjá 2. athugasemd).

4.8. Natríumhýdroxíðlausn, um 30% NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml), ammoníakfrí

4.9. Litvísislausnir

4.9.1. Blandaður litvísir

Lausn A: 1 g af metýlrauða er leyst upp í 37 ml af 0,1 mól/l natríumhýdroxíðlausn og fyllt að einum lítra með vatni.

Lausn B: 1 g af metýlenbláa er leyst upp í vatni og fyllt að einum lítra.

Einum hluta af A er blandað saman við tvo hluta af B.

Þessi litvísir er fjólublár í súrri lausn, grár í hlutlausri lausn og grænn í basískri lausn. Notaðir eru 0,5 ml (10 dropar) af þessari litvísislausn.

4.9.2. Metýlrauð litvísislausn

0,1 g af metýlrauða er leyst upp í 50 ml af 95% etanóli. Fyllt er að 100 ml með vatni og síað ef nauðsyn krefur. Nota má þennan litvísi (fjóra eða fimm dropa) í stað fyrrgreinds litvísis.

4.10. Vikurkorn til að varna höggstuðu, þvegin í saltsýru og glædd

4.11. Ammoníumsúlfat af greiningarhreinleika.

5. **Búnaður**

5.1. Eimingarbúnaður sem er hæfilega stór flaska með kúptum botni sem er tengd við eimsvala með dropavara.

1. athugasemd

Mismunandi gerðir viðurkennds tækjabúnaðar, sem mælt er með við þessa ákvörðun, eru sýndar á 1., 2., 3. og 4. mynd ásamt öllum upplýsingum um gerð þeirra.

5.2. Rennipípur, 10, 20, 25, 50, 100 og 200 ml

5.3. Mæliflaska, 500 ml

5.4. Snúningshristari (35–40 snúningar á mínútu)

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. **Greiningaraðferð**

7.1. *Tilreiðsla lausnar*

Leysni sýnisins er prófuð í vatni við stofuhita í hlutfallinu 2% (þyngd/rúmmál). 5, 7 eða 10 g af tilreiddu sýni eru vegin samkvæmt leiðbeiningum í töflu 1 með 0,001 g nákvæmni og sett í 500 ml mæliflösku. Haldið er áfram á eftirfarandi hátt í samræmi við niðurstöður leysniþrófunarinnar:

a) Vörur sem leysast að fullu í vatni

Vatnsmagni því, sem þarf til að leysa sýnið upp, er bætt í flöskuna, hún hrist og þegar sýnið er alveg uppleyst er fyllt að markinu með vatni og þessu blandað vel saman.

b) Vörur sem leysast ekki að fullu í vatni

Út í flöskuna er bætt 50 ml af vatni og síðan 20 ml af saltsýru (4.1). Lausnin er hrist. Látið standa þar til koltvísýringur er hættur að myndast. 400 ml af vatni er bætt við og lausnin hrist í hálfa klukkustund í snúningshristara (5.4). Fyllt er að markinu með vatni, þessu blandað saman og síað gegnum þurra síu í þurrt ílát.

7.2. *Greining lausnarinnar*

Nákvæmlega mælt magn af staðalbrennisteinssýru samkvæmt töflu 1 er sett í viðtökuflöskuna í samræmi við það afbrigði sem valið er. Viðeigandi magni er bætt út í af þeirri litvísislausn, sem valin er (4.9.1 eða 4.9.2), og vatni, ef þörf krefur, þannig að rúmmálið verði a.m.k. 50 ml. Endir framlengingarrörsins á eimsvalanum verður að vera á kafi í lausninni.

Deiliskammtur af tærri lausninni ⁽¹⁾, sem tilgreindur er í töflunni, er fluttur með mælipípu yfir í eimingarflösku búnaðarins. Vatni er bætt við þannig að heildarrúmmálið verði 350 ml, ásamt nokkrum vikurkornum til að hafa stjórn á suðunni.

⁽¹⁾ Magn ammoníakbundins köfnunarefnis í deiliskammtinum samkvæmt töflu 1 verður u.þ.b.:

— 0,05 g fyrir afbrigði a,
— 0,10 g fyrir afbrigði b,
— 0,20 g fyrir afbrigði c.

Eimingarbúnaðurinn er settur saman og þess gætt að ammoníak glatist ekki, 10 ml af óblandaðri natríumhýdroxíðlausn (4.8) er bætt saman við innihald eimingarflöskunnar eða 20 ml af prófefni í þeim tilvikum þegar 20 ml af saltsýru (4.1) hafa verið notaðir til að leysa prófsýnið upp. Flaskan er hituð hægt upp til að varna því að bullsjóði. Þegar suða kemur upp skal eima u.þ.b. 100 ml á 10–15 mínútum þar til heildarmagn eimisins er um 250 ml ⁽¹⁾. Þegar ekki eru lengur líkur á því að meira ammoníak myndist er viðtökuflaskan lækkuð svo að endinn á framlengingarröri eimsvalans sé fyrir ofan yfirborð vökvans.

Eimið, sem fæst, er prófað með viðeigandi prófefni til að ganga úr skugga um að allt ammoníakið hafi eimast. Framlengingarrör eimsvalans er þvegið með dálitlu vatni og umframsýran títruð með staðallausn af natríum- eða kalíumhýdroxíði, sem er tilskilin fyrir afbrigðið sem valið var (sjá 2. athugasemd).

2. athugasemd

Þegar títrað er til baka er heimilt að nota staðallausnir af öðrum styrkleika, að því tilskildu að rúmmálið, sem notað er við títrunina, fari ekki yfir 40–45 ml svo fremi því verði við komið.

7.3. Núllprófun

Núllprófun er gerð við sömu skilyrði og áður og skal taka mið af henni þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

7.4. Samanburðarprófun

Áður en greining hefst skal ganga úr skugga um að búnaðurinn starfi rétt og að greiningaraðferðinni sé beitt á réttan hátt með því að greina deiliskammt af nýtilreiddri staðallausn ammoníumsúlfats (4.11) sem inniheldur tilskilið hámarksmagn af köfnunarefni fyrir það afbrigði sem valið er.

8. Framsetning niðurstaðna

Niðurstöður greiningarinnar eru settar fram sem hundraðshluti ammoníakbundins köfnunarefnis í áburðinum eins og tekið var við honum til greiningar.

9. Viðaukar

Eins og tilgreint er í 1. athugasemd við lið 5.1, „Búnaður“, veita 1., 2., 3. og 4. mynd upplýsingar um gerð mismunandi tækjabúnaðar sem notuð eru í þessu skjali.

Tafla 1

Ákvörðun á ammoníakbundnu köfnunarefni og ammoníak- og nítatbundnu köfnunarefni í áburði

Tafla yfir vegið magn, þynningu og útreikninga fyrir afbrigði a, b og c af aðferðinni, hvert um sig

Afbrigði a

Hámarksmagn köfnunarefnis til eimingar: u.þ.b. 50 mg.

Brennisteinssýra (0,1 mól/l) sem setja á í viðtökufloksku: 50 ml.

Títrun til baka með NaOH eða KOH (0,1 mól/l).

Uppgefið innihald (% N)	Magn sem vega á (g)	Þynning (ml)	Lausn sýnis til eimingar (ml)	Framsetning niðurstaðna (a) (% N = (50 — A) F)
0–5	10	500	50	$(50 - A) \times 0,14$
5–10	10	500	25	$(50 - A) \times 0,28$
10–15	7	500	25	$(50 - A) \times 0,40$
15–20	5	500	25	$(50 - A) \times 0,56$
20–40	7	500	10	$(50 - A) \times 1,00$

a) Í formúlunni fyrir framsetningu niðurstaðna merkir:

- 50 eða 35 = ml af staðallausn brennisteinssýru sem setja á í viðtökufloksku,
- A = ml af natríum- eða kalíumhýdroxíði sem þarf til að títra til baka,
- F = stuðull sem tekur til vegins magns, þynningar, deiliskammtur af lausn sýnis til eimingar og til rúmmálsjafngildis.

⁽¹⁾ Stilla þarf eimsvalann til að tryggja samfelldt flæði þéttunnar. Eimingunni ætti að ljúka á 30–40 mínútum.

Afbrigði b

Hámarks magn köfnunarefnis til eimingar: u.þ.b. 100 mg.

Brennisteinssýra (0,2 mól/l) sem setja á í viðtökuflösku: 50 ml.

Títrun til baka með NaOH eða KOH (0,2 mól/l).

Uppgefið innihald (% N)	Magn sem vega á (g)	Þynning (ml)	Lausn sýnis til eimingar (ml)	Framsetning niðurstaðna (a) (% N = (50 — A) F)
0–5	10	500	100	$(50 - A) \times 0,14$
5–10	10	500	50	$(50 - A) \times 0,28$
10–15	7	500	50	$(50 - A) \times 0,40$
15–20	5	500	50	$(50 - A) \times 0,56$
20–40	7	500	20	$(50 - A) \times 1,00$

(a) Í formúlunni fyrir framsetningu niðurstaðna merkir:

- 50 eða 35 = ml af staðallausn brennisteinssýru sem setja á í viðtökuflösku,
- A = ml af natríum- eða kalíumhýdroxíði sem þarf til að títra til baka,
- F = stuðull sem tekur til vegins magns, þynningar, deiliskammtur af lausn sýnis til eimingar og til rúmmálsjafngildis.

Afbrigði c

Hámarks magn köfnunarefnis til eimingar: u.þ.b. 200 mg.

Brennisteinssýra (0,5 mól/l) sem setja á í viðtökuflösku: 35 ml.

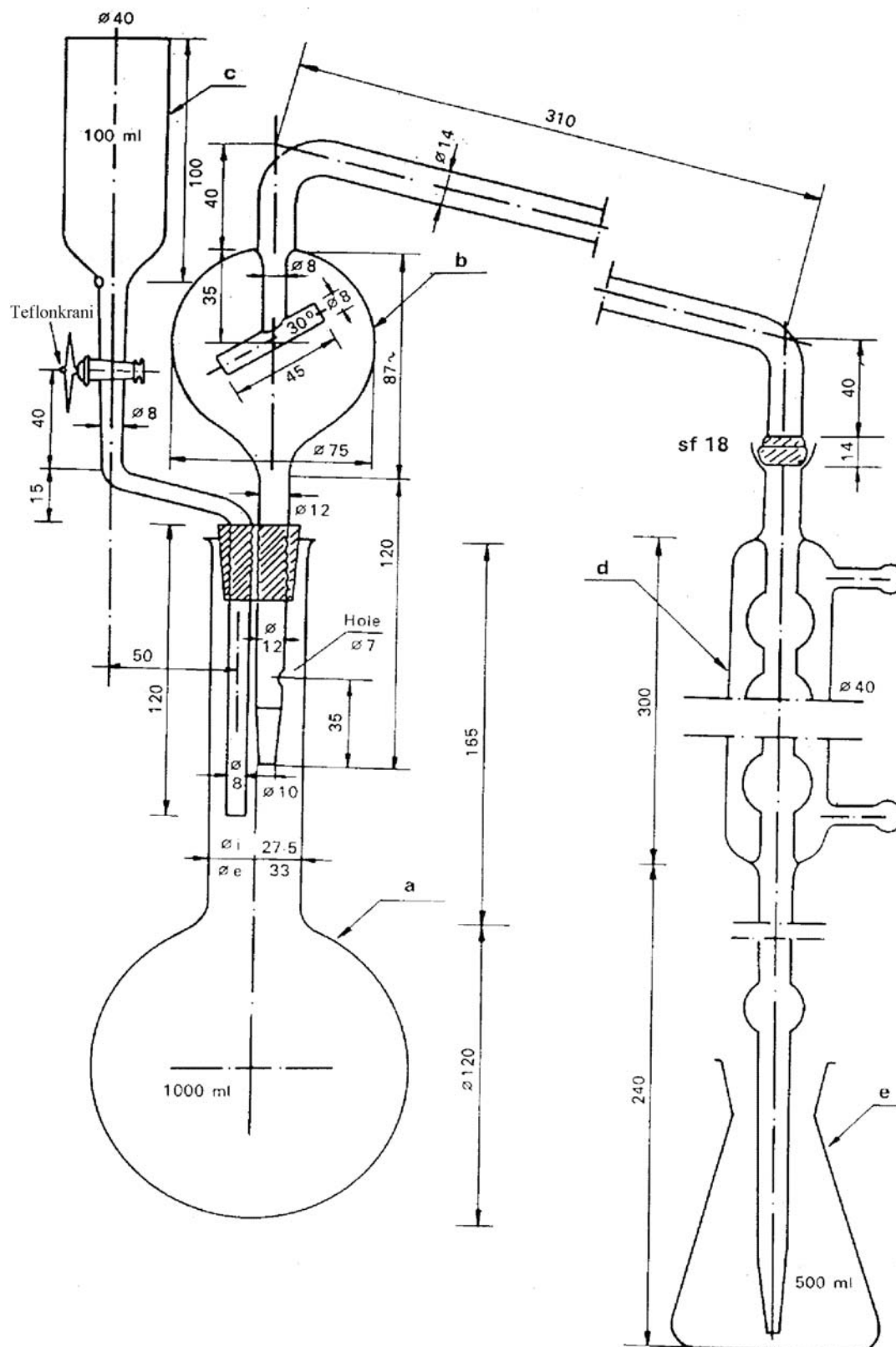
Títrun til baka með NaOH eða KOH (0,5 mól/l).

Uppgefið innihald (% N)	Magn sem vega á (g)	Þynning (ml)	Lausn sýnis til eimingar (ml)	Framsetning niðurstaðna (a) (% N = (35 — A) F)
0–5	10	500	200	$(35 - A) \times 0,175$
5–10	10	500	100	$(35 - A) \times 0,350$
10–15	7	500	100	$(35 - A) \times 0,500$
15–20	5	500	100	$(35 - A) \times 0,700$
20–40	5	500	50	$(35 - A) \times 1,400$

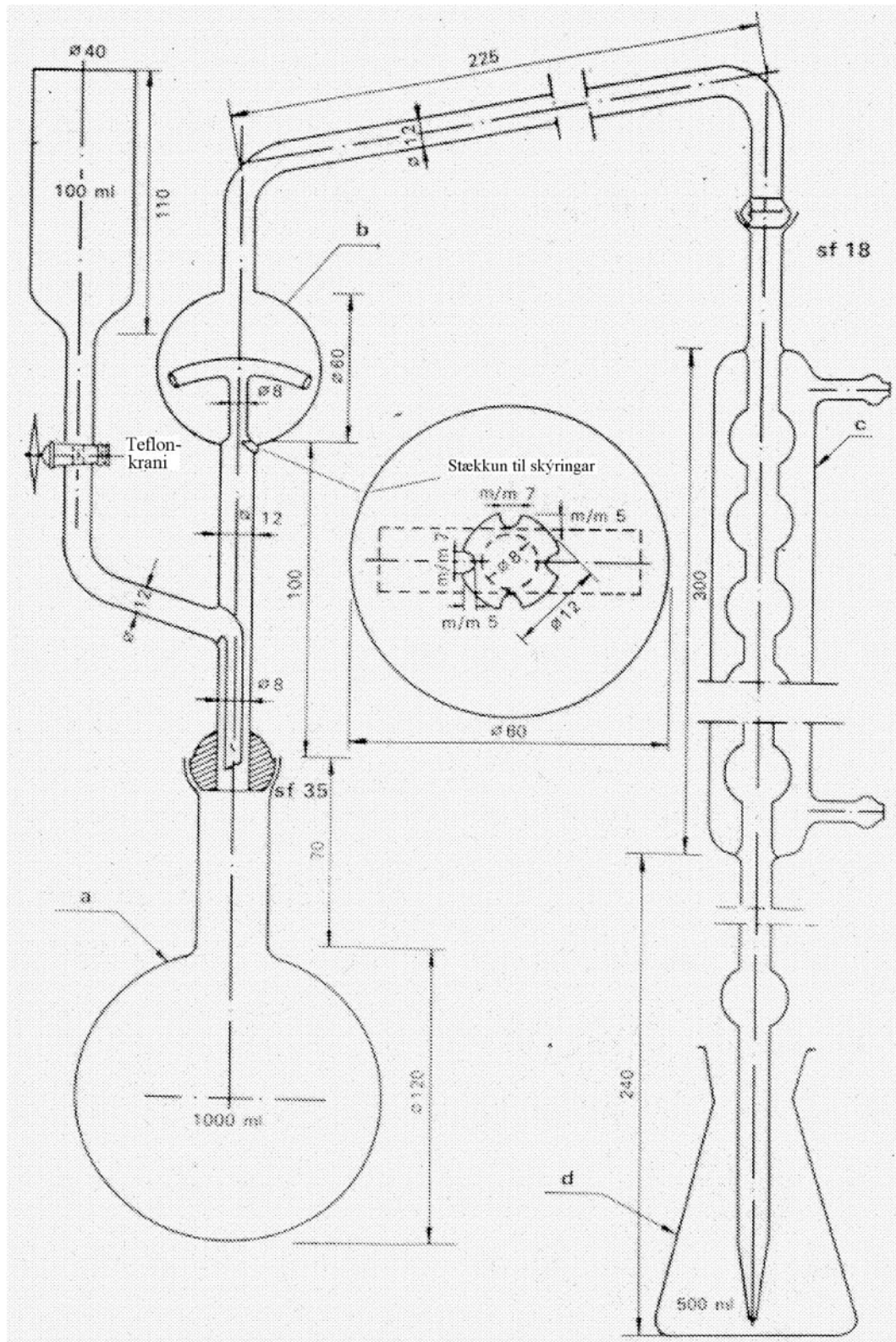
(a) Í formúlunni fyrir framsetningu niðurstaðna merkir:

- 50 eða 35 = ml af staðallausn brennisteinssýru sem setja á í viðtökuflösku,
- A = ml af natríum- eða kalíumhýdroxíði sem þarf til að títra til baka,
- F = stuðull sem tekur til vegins magns, þynningar, deiliskammtar af lausn sýnis til eimingar og til rúmmálsjafngildis.

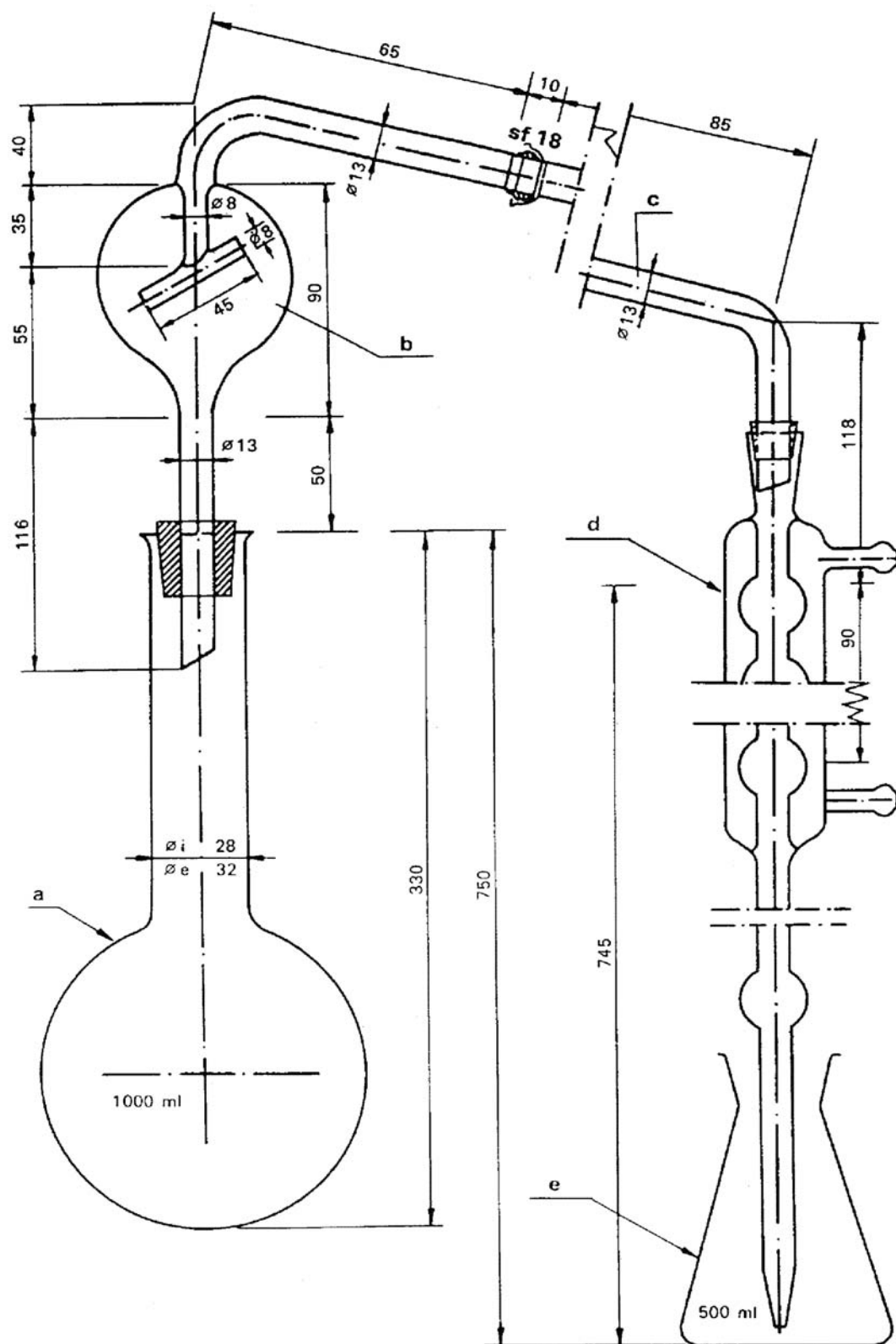
1. mynd



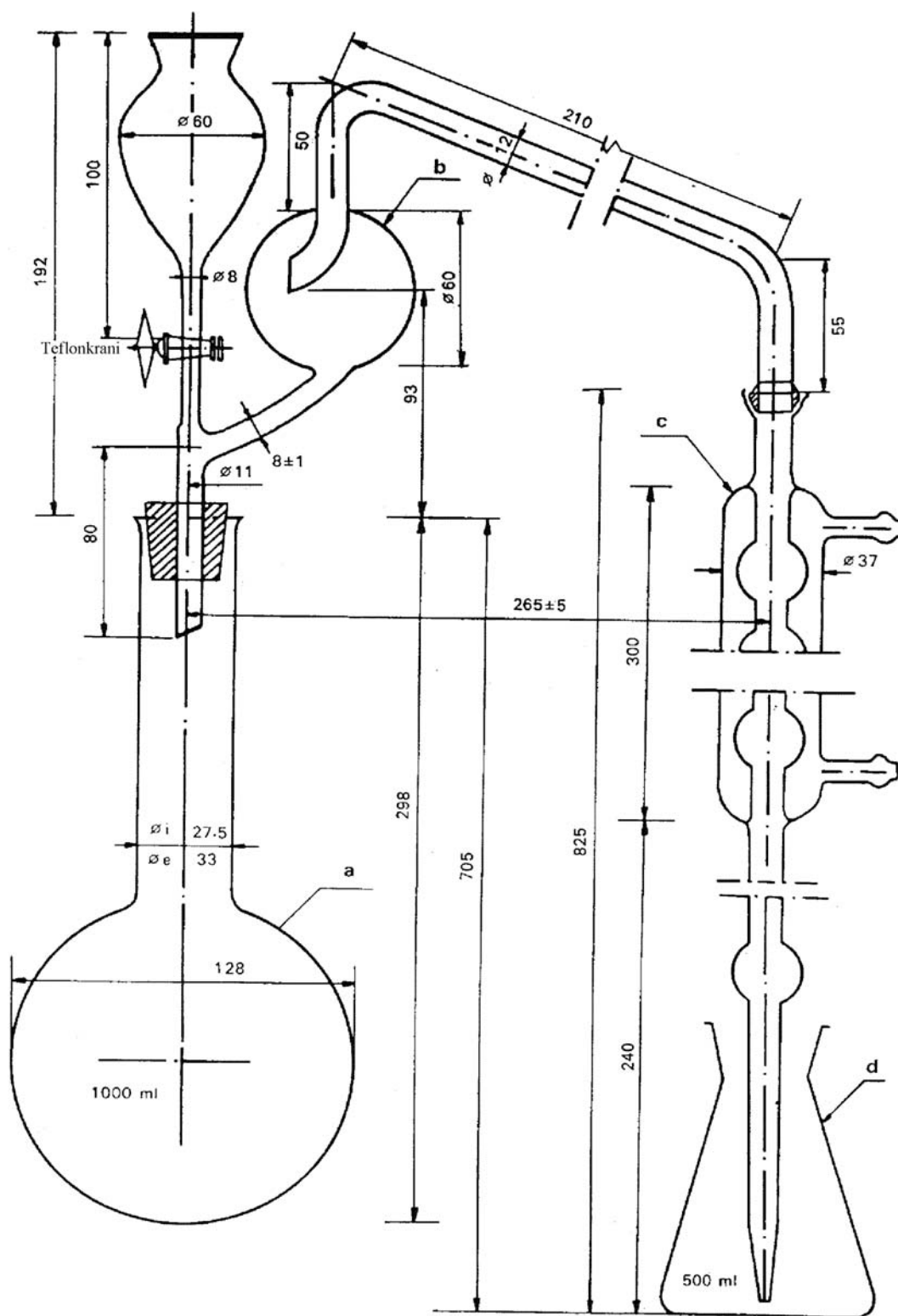
2. mynd



3. mynd



4. mynd



Skýringar við 1., 2., 3. og 4. mynd.

1. mynd

- a) Hálslöng 1 000 ml flaska með kúptum botni.
- b) Eimingarrör með dropavara, tengt við eimsvalann með keilusamskeytum (nr. 18) (í stað þeirrar tengingar við eimsvalann má nota viðeigandi gúmmíslöngu).
- c) Trekt með teflonkrana til að bæta við natríumhýdroxíði (í stað kranans má einnig nota gúmmíslöngu með klemmu).
- d) Kúlueimsvali (sex kúlur) með keilusamskeytum (nr. 18) við inntakið sem framlengist með glerröri sem tengt er úttakinu með lítilli gúmmíslöngu (þegar eimingarrörið er tengt við eimsvalann með gúmmíslöngu má nota hentugan gúmmítappa í stað keilusamskeytanna).
- e) 500 ml flaska sem tekur við eiminu.

Tækjabúnaðurinn er úr bórsilíkatgleri.

2. mynd

- a) Hálsstutt 1 000 ml flaska með kúptum botni og keilusamskeytum (nr. 35).
- b) Eimingarrör með dropavara, keilusamskeytum (nr. 35) við inntakið og keilusamskeytum (nr. 18) við úttakið, tengt til hliðar við trekt með teflonkrana til að bæta við natríumhýdroxíði.
- c) Kúlueimsvali (sex kúlur) með keilusamskeytum (nr. 18) við inntakið sem framlengist með glerröri sem fest er við úttakið með lítilli gúmmíslöngu.
- d) 500 ml flaska sem tekur við eiminu.

Tækjabúnaðurinn er úr bórsilíkatgleri.

3. mynd

- a) Hálslöng 750 ml eða 1 000 ml flaska með kúptum botni og útvíðum stúti (bell mouth).
- b) Eimingarrör með dropavara og keilusamskeytum (nr. 18) við úttakið.
- c) Hnérör með keilusamskeytum (nr. 18) við inntakið og dropastúti við úttakið (tengja má við eimingarrörið með gúmmíslöngu í stað keilusamskeyta).
- d) Kúlueimsvali (sex kúlur), sem framlengist með glerröri sem fest er við úttakið með lítilli gúmmíslöngu.
- e) 500 ml flaska sem tekur við eiminu.

Tækjabúnaðurinn er úr bórsilíkatgleri.

4. mynd

- a) Hálslöng 1 000 ml flaska með kúptum botni og útvíðum stúti.
- b) Eimingarrör með dropavara og keilusamskeytum (nr. 18) við úttakið, tengt til hliðar við trekt með teflonkrana til að bæta við natríumhýdroxíði (nota má hentugan gúmmítappa í stað keilusamskeyta; í stað kranans má nota gúmmíslöngu með viðeigandi klemmu).
- c) Kúlueimsvali (sex kúlur) með keilusamskeytum (nr. 18) við inntakið sem framlengist með glerröri sem fest er við úttakið með gúmmíslöngu (þegar eimingarrörið er tengt við eimsvalann með gúmmíslöngu má nota hentugan gúmmítappa í stað keilusamskeytanna).
- d) 500 ml flaska sem tekur við eiminu.

Tækjabúnaðurinn er úr bórsilíkatgleri.

Aðferðir 2.2

Ákvörðun á níturat- og ammoníakbundnu köfnunarefni

Aðferð 2.2.1

Ákvörðun á níturat- og ammoníakbundnu köfnunarefni með aðferð Ulsch

1. Gildissvið

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða níturat- og ammoníakbundið köfnunarefni með afoxun samkvæmt aðferð Ulsch.

2. Notkunarsvið

Aðferðin er notuð fyrir allan áburð sem inniheldur köfnunarefni, þ.m.t. fjölgildur áburður, þar sem köfnunarefni er aðeins sem nítrot eða ammoníum- og nitratsambönd.

3. Grundvöllur aðferðar

Nítrot og nítrit eru afoxuð í ammoníaki með járnmalmi í súru umhverfi og ammoníakið, sem myndast við þetta, er losað með því að bæta við umframmagni af natríumhýdroxíði: ammoníakið er eimað og magn ammoníaksins ákvarðað í þekktu rúmmáli af staðallausn brennisteinssýru. Umframmagn brennisteinssýrunnar er títrað með staðallausn af natríum- eða kalíumhýdroxíði.

4. Prófefni

Eimað eða steinefnasneytt vatn sem inniheldur hvorki koltvísýring né köfnunarefnissambönd.

4.1. Þynnt saltsýra: einn hluti HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) og einn hluti af vatni.

4.2. Brennisteinssýra: 0,1 mól/l

4.3. Natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn, karbónatfrí: 0,1 mól/l

4.4. Brennisteinssýrulausn sem inniheldur u.þ.b. 30% af H_2SO_4 (þyngd miðað við rúmmál), ammoníakfrí.

4.5. Járnduft, afoxað í vetni (tilskilið magn járnss verður að geta afoxað a.m.k. 0,05 g af níturatbundnu köfnunarefni).

4.6. Natríumhýdroxíðlausn, um 30% NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml), ammoníakfrí

4.7. Litvísislausnir

4.7.1. Blandaður litvísir

Lausn A: 1 g af metýlrauða er leyst upp í 37 ml af 0,1 mól/l natríumhýdroxíðlausn og fyllt að einum lítra með vatni.

Lausn B: 1 g af metýlenbláa er leyst upp í vatni og fyllt að einum lítra.

Einum hluta af A er blandað saman við tvo hluta af B.

Þessi litvísir er fjólublár í súrri lausn, grár í hlutlausri lausn og grænn í basískri lausn. Notaðir eru 0,5 ml (10 dropar).

4.7.2. Litvísislausn með metýlrauða

0,1 g af metýlrauða er leyst upp í 50 ml af 95% etanóli. Fyllt er að 100 ml með vatni og síað ef nauðsyn krefur.

Nota má fjóra til fimm dropa af þessum litvísi í stað fyrrgreinds litvísis.

4.8. Vikurkorn til að varna höggusuðu, þvegin í saltsýru og glædd.

4.9. Natríumníturat af greiningarhreinleika.

5. Búnaður

Sjá aðferð 2.1: „Ákvörðun á ammoníakbundnu köfnunarefni“.

6. Undirbúningur sýnis

Sjá aðferð 1: „Undirbúningur sýnis“.

7. Greiningaraðferð**7.1. Tilreiðsla lausnarinnar**

Sjá aðferð 2.1: „Ákvörðun á ammoníakbundnu köfnunarefni“.

7.2. Aðferð

Nákvæmlega mældir 50 ml af staðalbrennisteinssýru, samkvæmt töflu 1 við aðferð 2.1 (afbrigði a), eru settir í viðtökuflöskuna og bætt við viðeigandi magni af litvísislausn 4.7.1 eða 4.7.2. Endir framlengingarrörsins á eimsvalanum verður að vera á kafi í staðalsýrunni í viðtökuflöskunni.

Deiliskammtur, sem tilgreindur er í töflu 1 við aðferð 2.1 (afbrigði a), af tærri lausninni er fluttur með mælípípu yfir í eimingarflösku búnaðarins. 350 ml af vatni og 20 ml af 30% brennisteinssýrulausn (4.4) er bætt við og hrært saman og því næst er 5 g af afoxuðu járni (4.5) bætt við. Flöskuhálsinn er skolaður með nokkrum millílítrum af vatni og lítilli trekt með löngum stút stungið í flöskuhálsinn. Flaskan er hituð í sjóðandi vatnsbaði í klukkustund og trektarstúturinn því næst skolaður með nokkrum millílítrum af vatni.

Við innihald eimingarflöskunnar er bætt 50 ml af óblandaðri natríumhýdroxíðlausn (4.6), og þess gætt að ammoníak tapist ekki, eða 60 ml af óblandaðri natríumhýdroxíðlausn (4.6) þegar 20 ml af saltsýru (1 + 1) (4.1) hafa verið notaðir til að leysa sýnið upp. Síðan er búnaðurinn settur saman. Ammoníakið er eimað samkvæmt aðferð 2.1.

7.3. Núllprófun

Núllprófun (þar sem sýninu er sleppt) er gerð við sömu skilyrði og skal taka mið af henni þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

7.4. Samanburðarprófun

Áður en greining hefst skal ganga úr skugga um að búnaðurinn starfi rétt og að greiningaraðferðinni sé beitt á réttan hátt með því að greina skammt af nýtilreiddri kalíumnítratlausn (4.9) sem inniheldur 0,045–0,050 g af köfnunarefni.

8. Framsetning niðurstaðna

Niðurstöður greiningarinnar eru settar fram sem hundraðshluti ammoníakbundins köfnunarefnis eða hundraðshluti ammoníak- og nítratbundins köfnunarefnis í áburðinum eins og tekið var við honum til greiningar.

Aðferð 2.2.2**Ákvörðun á nítrat- og ammoníaksbundnu köfnunarefni með aðferð Arnds****1. Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða nítrat- og ammoníakbundið köfnunarefni með afoxun samkvæmt aðferð Arnds (löguð að afbrigðunum a, b og c, hverju fyrir sig).

2. Notkunarsvið

Sjá aðferð 2.2.1.

3. Grundvöllur aðferðar

Nítröt og nítrít eru afoxuð í ammoníak í hlutlausri vatnslausn með málmblandi úr 60% Cu og 40% Mg (Arnds-blendi) með magnesíumklóríði ($MgCl_2$).

Ammoníakið er eimað og magn þess ákvarðað í þekktu rúmmáli staðallausnar brennisteinssýru. Umframmagn sýrunnar er titrað með staðallausn af natríum- eða kalíumhýdroxíði.

4. Prófefni

Eimað eða steinefnasneytt vatn sem inniheldur hvorki koltvísýring né köfnunarefnissambönd.

- 4.1. Þynnt saltsýra: einn hluti saltsýru ($d = 1,18 \text{ g/ml}$) og einn hluti af vatni.
- 4.2. Brennisteinssýra: $0,1 \text{ mól/l}$
- 4.3. Natriúm- eða kalíumhýdroxíðlausn: karbónatfrí: $0,1 \text{ mól/l}$
- 4.4. Brennisteinssýra: $0,2 \text{ mól/l}$
- 4.5. Natriúm- eða kalíumhýdroxíðlausn, karbónatfrí: $0,2 \text{ mól/l}$
- 4.6. Brennisteinssýra: $0,5 \text{ mól/l}$
- 4.7. Natriúm- eða kalíumhýdroxíðlausn, karbónatfrí: $0,5 \text{ mól/l}$
- 4.8. Natríumhýdroxíðlausn: u.þ.b. 2 mól/l
- 4.9. Arnds-blendi til greiningar: dyft þannig að það fari í gegnum sigti með minna en 1 mm möskvastærð.
- 4.10. *20% magnesíumklóríðlausn*
- 200 g af magnesíumklóríði ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) eru leyst upp í 600–700 ml af vatni í eins lítra, flatbotna flösku. Til að koma í veg fyrir froðumyndun er 15 g af magnesíumsúlfati ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) bætt út í.
- Þegar allt er leyst upp er 2 g af magnesíumoxíði, auk nokkurra vikurkorna til að varna höggstuðu, bætt út í og svíflausnin þykkt með suðu niður í 200 ml og þannig er fjarlægður allur vottur af ammoníaki úr prófeyfnunum. Eftir kælingu er fyllt að einum lítra og síað.
- 4.11. *Litvísislausnir*
- 4.11.1. Blandaður litvísir
- Lausn A: 1 g af metýlrauða er leyst upp í 37 ml af $0,1 \text{ mól/l}$ natríumhýdroxíðlausn og fyllt að einum lítra með vatni.
- Lausn B: 1 g af metýlenbláa er leyst upp í vatni og fyllt að einum lítra.
- Einum hluta af A er blandað saman við tvo hluta af B.
- Þessi litvísir er fjólublár í súrri lausn, grár í hlutlausri lausn og grænn í basískri lausn. Notaðir eru $0,5 \text{ ml}$ (10 dropar)
- 4.11.2. Litvísislausn með metýlrauða
- $0,1 \text{ g}$ af metýlrauða er leyst upp í 50 ml af 95% etanóli. Fyllt er að 100 ml með vatni og síað ef nauðsyn krefur. Nota má fjóra til fimm dropa af þessum litvísi í stað fyrrgreinds litvísis.
- 4.11.3. Litvísislausn með kongórauða
- 3 g af kongórauða eru leyst upp í einum lítra af volgu vatni og lausnin síuð, ef þörf krefur, eftir kælingu. Heimilt er að nota þennan litvísi í stað tveggja framangreindra litvísra þegar sýruútdráttur er hlutleysur fyrir eimingu og nota $0,5 \text{ ml}$ á hverja 100 ml af vökva sem hlutleysa á.
- 4.12. Vikurkorn til að varna höggstuðu, þvegin í saltsýru og glædd.
- 4.13. Natríumnítrat til greiningar.
5. **Búnaður**
- Sjá aðferð 2.1: „Ákvörðun á ammoníakbundnu köfnunarefni“.
6. **Undirbúningur sýnis**
- Sjá aðferð 1.

7. Greiningaraðferð**7.1. Tilreiðsla lausnar fyrir greiningu**

Sjá aðferð 2.1: „Ákvörðun á ammoníakbundnu köfnunarefni“.

7.2. Greining lausnarinnar

Nákvæmlega mælt magn af staðalbrennisteinssýru samkvæmt töflu 1 við aðferð 2.1 er sett í viðtökuflöskuna í samræmi við það afbrigði sem valið er. Viðeigandi magni af þeirri litvísislausn, sem valin er (4.11.1 eða 4.11.2), er bætt út í og að síðustu nægilegu vatni til að rúmmálið verði a.m.k. 50 ml. Endir framlengingarrörsins á eimsvalanum verður að vera á kafi í lausninni.

Tekinn er deiliskammtur (samkvæmt töflu 1) með mælípípu úr tærri lausninni. Deiliskammturinn er settur í eimingarflöskuna.

Vatni er bætt út í þar til rúmmálið er orðið um 350 ml (sjá 1. athugasemd), 10 g af Arnds-blendi (4.9), 50 ml af magnesíumklóríðlausn (4.10) og nokkrum vikurkornum (4.12). Flaskan er tengd fljótt við eimingarbúnaðinn. Hitað er við vægan hita í u.þ.b. 30 mínútur. Þá er hitinn hækkaður til að eima ammoníakið. Eimingunni er haldið áfram í u.þ.b. eina klukkustund. Þá ættu eftirstöðvarnar í flöskunni að vera orðin seigfljótandi. Þegar eimingunni er lokið er umframmagn sýru í viðtökuflöskunni úttrað samkvæmt aðferð 2.1.

1. athugasemd

Ef sýnislausnin er súr (20 ml af HCl (1 + 1) (4.1) er bætt við til að leysa sýnið upp) er deiliskammturinn, sem tekinn er til greiningar, hlutleystur á eftirfarandi hátt: 250 ml af vatni er bætt í eimingarflöskuna, sem inniheldur skammtinn sem tekinn var ásamt því magni sem til þarf af einum litvísanna (4.11.1, 4.11.2, 4.11.3), og lausnin hrist varlega.

Lausnin er hlutleyst með 2 mól/l af natríumhýdroxíðlausn (4.8) og sýrð aftur með dropa af saltsýru (4.1). Síðan er haldið áfram eins og tilgreint er í 7.2 (annarri línu).

7.3. Núllprófun

Núllprófun (þar sem sýninu er sleppt) er gerð við sömu skilyrði og skal taka mið af henni þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

7.4. Samanburðarprófun

Áður en greining hefst skal ganga úr skugga um að búnaðurinn starfi rétt og að greiningaraðferðinni sé beitt á réttan hátt með því að nota nýtilreidda lausn af natríumnítrati (4.13) sem inniheldur 0,050–0,150 g af nítratbundnu köfnunarefni í samræmi við það afbrigði sem valið er.

8. Framsetning niðurstaðna

Sjá aðferð 2.2.1.

Aðferð 2.2.3**Ákvörðun á nítrat- og ammoníakbundnu köfnunarefni með aðferð Devardas****1. Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða nítrat- og ammoníakbundið köfnunarefni með afoxun samkvæmt aðferð Devardas (löguð að afbrigðunum a, b og c, hverju fyrir sig).

2. Notkunarsvið

Sjá aðferð 2.2.1.

3. Grundvöllur aðferðar

Nítröt og nítrít eru afoxuð í ammoníak í mjög basískri vatnslausn með málmblandi úr 45% Al, 5% Zn og 50% Cu (Devardas-blendi). Ammoníakið er eimað og magn ammoníaksins ákvarðað í þekktu rúmmáli af staðalbrennisteinssýru. Umframmagn sýrunnar er úttrað með staðallausn af natríum- eða kalíumhýdroxíði.

4. **Prófefni**

Eimað eða steinefnasneytt vatn sem inniheldur hvorki koltvísýring né köfnunarefnissambönd.

4.1. Þynnt saltsýra: einn hluti HCl ($d = 1,18 \text{ g/ml}$) og einn hluti af vatni

4.2. Brennisteinssýra: $0,1 \text{ mól/l}$

4.3. Natrium- eða kalíumhýdroxíðlausn, karbónatfrí: $0,1 \text{ mól/l}$ } fyrir afbrigði a.

4.4. Brennisteinssýra: $0,2 \text{ mól/l}$

4.5. Natrium- eða kalíumhýdroxíðlausn, karbónatfrí: $0,2 \text{ mól/l}$ } fyrir afbrigði b (sjá 2. athugasemd, aðferð 2.1).

4.6. Brennisteinssýra: $0,5 \text{ mól/l}$

4.7. Natrium- eða kalíumhýdroxíðlausn, karbónatfrí: $0,5 \text{ mól/l}$ } fyrir afbrigði c (sjá 2. athugasemd, aðferð 2.1).

4.8. *Devardas-blendi til greiningar*

Dyft þannig að 90–100% fari í gegnum sigti með minni en $0,25 \text{ mm}$ möskvum og 50–75% fari í gegnum sigti með minni en $0,075 \text{ mm}$ möskvum.

Mælt er með átöppuðum flöskum sem innihalda í mesta lagi 100 g .

4.9. Natriumhýdroxíðlausn, um 30% NaOH ($d_{20} = 1,33 \text{ g/ml}$), ammoníakfrí

4.10. *Litvísislausnir*

4.10.1. Blandaður litvísir

Lausn A: 1 g af metýlrauða er leyst upp í 37 ml af $0,1 \text{ mól/l}$ natriumhýdroxíðlausn og fyllt að einum lítra með vatni.

Lausn B: 1 g af metýlenbláa er leyst upp í vatni og fyllt að einum lítra.

Einum hluta af A er blandað saman við tvo hluta af B.

Þessi litvísir er fjólblár í súrri lausn, grár í hlutlausri lausn og grænn í basískri lausn. Notaðir eru $0,5 \text{ ml}$ (10 dropar).

4.10.2. Metýlrauð litvísislausn

$0,1 \text{ g}$ af metýlrauða er leyst upp í 50 ml af 95% etanóli. Fyllt er að 100 ml með vatni og síað ef nauðsyn krefur.

Nota má fjóra til fimm dropa af þessum litvísi í stað fyrrgreinds litvísis.

4.11. Etanól, 95–96%

4.12. Natriumnítrat til greiningar.

5. **Búnaður**

Sjá aðferð 2.1.

5.1. Eimingarbúnaður sem er hæfilega stór flaska með kúptum botni, tengd við eimsvala með eimingarröri með dropavara og auk þess búið loftbólugildru á viðtökuflöskunni til að koma í veg fyrir að ammoníak tapist.

Sú tegund búnaðar, sem samþykkt hefur verið fyrir þessa ákvörðun, er sýnd á 5. mynd ásamt öllum upplýsingum um gerð hans.

5.2. Rennipípur, 10, 20, 25, 50, 100 og 200 ml

5.3. Mæliflaska, 500 ml

5.4. Snúningshristari (35–40 snúningar á mínútu)

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. **Aðferð**

7.1. *Tilreiðsla lausnar fyrir greiningu*

Sjá aðferð 2.1: „Ákvörðun á ammoníakbundnu köfnunarefni“.

7.2. *Greining lausnarinnar*

Magn nítrítbundins köfnunarefnis í deiliskammti lausnarinnar má ekki vera meira en hámarks magn samkvæmt töflu 1.

Nákvæmlega mælt magn af staðalbrennisteinssýru samkvæmt töflu 1 er sett í viðtökufloškuna í samræmi við það afbrigði sem valið er. Viðeigandi magni af þeirri litvísislausn, sem valin er (4.10.1 eða 4.10.2), er bætt út í og að síðustu nægilegu vatni til að rúmmálið verði am.k. 50 ml. Endir framlengingarrörsins á eimsvalanum verður að vera undir yfirborði lausnarinnar. Loftbólugildran er fyllt með eimuðu vatni.

Tekinn er deiliskammtur samkvæmt töflu 1 við aðferð 2.1. með mælípípu. Deiliskammturinn er settur í eimingarfloškuna.

Nægu vatni er bætt út í eimingarfloškuna svo að rúmmálið verði 250–300 ml, 5 ml af etanóli (4.11) og 4 g af Devardas-blendi (4.8) (sjá athugasemd 2).

Út í floškuna er bætt 30 ml af 30% natriumhýdroxíðlausn (4.9) og þess vandlega gætt að ammoníak glatist ekki og að síðustu, ef um er að ræða sýni sem leysast upp í sýru, er nægjanlegu magni bætt við til að hlutleysa saltsýrumagnið (4.1) sem er í deiliskammtinum sem tekinn var til greiningar. Eimingarflaskan er tengd við búnaðinn og þess gætt að samskeytin séu þétt. Flaskan er hrist varlega til að innihaldið blandist saman.

Lausnin er hituð við vægan hita til að verulega dragi úr losun vetnis á rúmlega hálfum tíma og vökvinn sjóði. Eimingunni er haldið áfram og hitinn hækkaður svo að a.m.k. 200 ml eimist á u.þ.b. 30 mínútum (ekki skal eima lengur en í 45 mínútur).

Að eimingu lokinni er viðtökuflaskan losuð frá búnaðinum, framlengingarrörið og loftbólugildran þvegin vandlega og skolvökvanum safnað í títrunarfloškuna. Umframmagn sýrunnar er títrað í samræmi við aðferð 2.1.

2. athugasemd

Þegar kalsíumsambönd eru til staðar, s.s. kalsíumnítrat og kalsíumammoníumnítrat, er nauðsynlegt að bæta við 0,700 g af natriumfosfati ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) á hvert gramm sýnis í deiliskammtinum áður en eimað er til að koma í veg fyrir að $\text{Ca}(\text{OH})_2$ myndist.

7.3. *Núllprófun*

Núllprófun (þar sem sýninu er sleppt) er gerð við sömu skilyrði og skal taka mið af henni þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

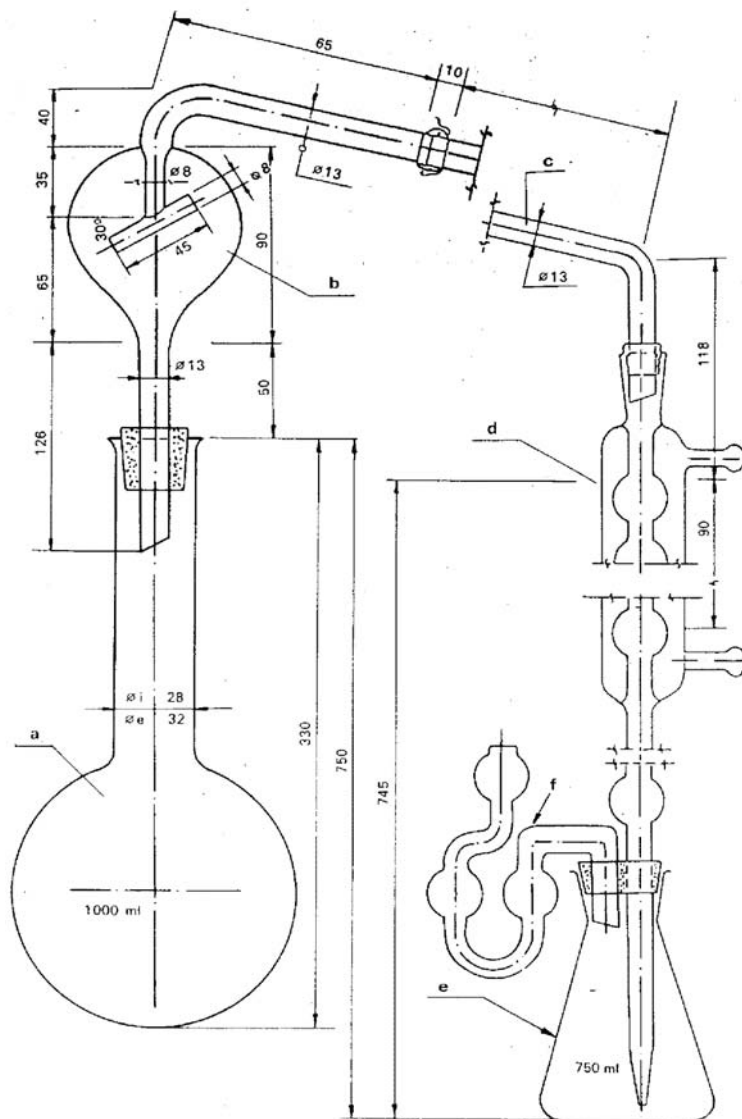
7.4. *Samanburðarprófun*

Áður en greining hefst skal ganga úr skugga um að búnaðurinn starfi rétt og að greiningaraðferðinni sé beitt á réttan hátt með því að greina deiliskammt af nýtilreiddri natriumnítratlausn (4.12) sem inniheldur, eftir því hvaða afbrigði var valið, 0,050 til 0,150 g af nítratbundnu köfnunarefni.

8. **Framsetning niðurstaðna**

Sjá aðferð 2.2.1.

5. mynd



Skýringar við 5. mynd

- Hálslöng 750 ml (1 000 ml) flaska með kúptum botni og útvíðum stúti.
- Eimingarrör með dropavara og keilusamskeyti (nr. 18) við úttakið.
- Hnérör með keilusamskeytum (nr. 18) við inntakið og dropastúti við úttakið (tengja má við eimingarrörið með gúmmíslöngu í stað keilusamskeyta).
- Kúlueimsvali (sex kúlur) með framlengingarrör sem stungið er í gúmmítappa með áfestri loftbólugildru.
- 750 ml viðtökuflaska.
- Loftbólugildra til að koma í veg fyrir að ammoníak tapist.

Tækjabúnaðurinn er úr bórsílikatgleri.

Aðferðir 2.3

Ákvörðun á heildarköfnunarefni

Aðferð 2.3.1

Ákvörðun á heildarköfnunarefni í níttratlausu kalsíumsýanamíði (tröllumjöli)

1. Gildissvið

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða heildarköfnunarefni í níttratfríu kalsíumsýanamíði.

2. Notkunarsvið

Eingöngu notuð fyrir kalsíumsýanamíð (níttratfrítt).

3. Grundvöllur aðferðar

Að loknu Kjeldahls-niðurbroti er ammoníaksköfnunarefnið, sem myndast, losað með natríumhýdroxíði, því safnað og það ákvarðað í staðallausn af brennisteinssýru.

4. Prófefni

Eimað eða steinefnasneytt vatn sem inniheldur hvorki koltvísýring né köfnunarefnissambönd.

4.1. Þynnt brennisteinssýra ($d_{20} = 1,54$ g/ml): einn hluti brennisteinssýru ($d_{20} = 1,84$ g/ml) í einum hluta af vatni.

4.2. Kalíumsúlfat til greiningar.

4.3. Koparoxíð (CuO): 0,3–0,4 g fyrir hverja ákvörðun eða jafngilt magn fimmvatnaðs koparsúlfats ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), frá 0,95–1,25 g fyrir hverja ákvörðun.

4.4. Natríumhýdroxíðlausn, um 30% NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml), ammoníakfrí

4.5. Brennisteinssýra: 0,1 mól/l

4.6. Natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn, karbónatfrí: 0,1 mól/l

} fyrir afbrigði a (sjá aðferð 2.1).

4.7. Brennisteinssýra: 0,2 mól/l

4.8. Natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn, karbónatfrí: 0,2 mól/l

} fyrir afbrigði b (sjá 2. athugasemd, aðferð 2.1).

4.9. Brennisteinssýra: 0,5 mól/l

4.10. Natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn, karbónatfrí: 0,5 mól/l

} fyrir afbrigði c (sjá 2. athugasemd, aðferð 2.1).

4.11. Litvísislausnir

4.11.1. Blandaður litvísir

Lausn A: 1 g af metýlrauða er leyst upp í 37 ml af 0,1 mól/l natríumhýdroxíðlausn og fyllt að einum lítra með vatni.

Lausn B: 1 g af metýlenbláa er leyst upp í vatni og fyllt að einum lítra.

Einum hluta af A er blandað saman við tvo hluta af B.

Þessi litvísir er fjóluhlár í súrri lausn, grár í hlutlausri lausn og grænn í basískri lausn. Notaðir eru 0,5 ml (10 dropar).

4.11.2. Metýlrauð litvísislausn

0,1 g af metýlrauða er leyst upp í 50 ml af 95% etanóli og fyllt að 100 ml með vatni. Síað ef nauðsyn krefur. Nota má fjóra til fimm dropa af þessum litvísi í stað fyrrgreinds litvísis.

- 4.12. Vikurkorn til að varna höggsuðu, þvegin í saltsýru og glædd
- 4.13. Kalíumþíósýanat til greiningar
5. **Búnaður**
- 5.1. Eimingarbúnaður, sjá aðferð 2.1: „Ákvörðun á ammoníakbundnu köfnunarefni“.
- 5.2. Hæfilega stór, háslöng Kjeldahls-flaska
- 5.3. Rennipípur, 50, 100 and 200 ml
- 5.4. Mæliflaska, 250 ml
6. **Undirbúningur sýnis**
- Sjá aðferð 1.
7. **Aðferð**
- 7.1. *Tilreiðsla lausnar fyrir greiningu*
- 1 g af sýninu er vegið með 0,001 g nákvæmni og sett í Kjeldahls-flöskuna. 50 ml af þynntri brennisteinssýru (4.1) er bætt við ásamt 10–15 g af kalíumsúlfati (4.2) og tilskildum hvata (4.3). Sýnið er hitað við vægan hita til að fjarlægja vatnið, látið sjóða við vægan hita í tvær klukkustundir, þá er lausnin kæld og þynnt með 100–150 ml af vatni. Aftur er kælt og svíflausnin öll færð yfir í 250 ml mæliflösku, vatni bætt við að markinu, lausnin hrist og síuð og síað gegnum þurra síu í þurra flösku.
- 7.2. *Greining lausnarinnar*
- 50, 100 eða 200 ml (eftir því hvaða afbrigði er valið (sjá aðferð 2.1)) af lausninni, sem fæst með þessu móti, eru fjarlægðir með rennipípu, ammoníakið eimað eins og lýst er í aðferð 2.1 og nægri NaOH-laun (4.4) bætt við til að tryggja verulegt umframmagn.
- 7.3. *Núllprófun*
- Núllprófun (þar sem sýninu er sleppt) er gerð við sömu skilyrði og skal taka mið af henni þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.
- 7.4. *Samanburðarprófun*
- Áður en greining hefst skal ganga úr skugga um að búnaðurinn starfi rétt og að greiningaraðferðinni sé beitt á réttan hátt með því að greina deiliskammt af staðallausn kalíumþíósýanats (4.13) sem inniheldur u.þ.b. sama magn köfnunarefnis og sýnið.
8. **Framsetning niðurstaðna**
- Niðurstöður eru settar fram sem hundraðshluti köfnunarefnis (N) í áburðinum eins og tekið var við honum til greiningar.
- Afbrigði a: $\% N = (50 - A) \times 0,7$
- Afbrigði b: $\% N = (50 - A) \times 0,7$
- Afbrigði c: $\% N = (35 - A) \times 0,875$

Aðferð 2.3.2

Ákvörðun á heildarköfnunarefni í kalsíumsýanamíði (tröllumjöli) sem inniheldur nítröt

1. **Gildissvið**
- Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða heildarköfnunarefni í kalsíumsýanamíði.
2. **Notkunarsvið**
- Aðferðin er notuð fyrir kalsíumsýanamíð sem inniheldur nítröt.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Ekki er hægt að nota aðferð Kjeldahls beint fyrir kalsíumsýanamíð sem inniheldur nítröt. Því er nítratköfnunarefnið afoxað í ammoníak með járnmalmi og tinklóríði fyrir Kjeldahls-niðurbrot.

4. **Prófefni**

Eimað eða steinefnasneytt vatn sem inniheldur hvorki koltvísýring né köfnunarefnissambönd.

4.1. Brennisteinssýra ($d_{20} = 1,84$ g/ml)

4.2. Járnduft, afoxað í vetni.

4.3. Kalíumsúlfat til greiningar, fínalað.

4.4. Brennisteinssýra: 0,1 mól/l

4.5. Natríum- eða kalíumhýdroxíðstaðallausn, karbónatfrí: 0,1 mól/l

} fyrir afbrigði a (sjá aðferð 2.1).

4.6. Brennisteinssýra: 0,2 mól/l

4.7. Natríum- eða kalíumhýdroxíðstaðallausn, karbónatfrí: 0,2 mól/l

} fyrir afbrigði b (sjá 2. athugasemd, aðferð 2.1).

4.8. Brennisteinssýra: 0,5 mól/l

4.9. Natríum- eða kalíumhýdroxíðstaðallausn, karbónatfrí: 0,5 mól/l

} fyrir afbrigði c (sjá 2. athugasemd, aðferð 2.1).

4.10. *Litvísislausnir*

4.10.1. Blandaður litvísir

Lausn A: 1 g af metýlrauða er leyst upp í 37 ml af 0,1 mól/l natríumhýdroxíðlausn og fyllt að einum lítra með vatni.

Lausn B: 1 g af metýlenbláa er leyst upp í vatni og fyllt að einum lítra.

Einum hluta af A er blandað saman við tvo hluta af B.

Þessi litvísir er fjóublár í súrri lausn, grár í hlutlausri lausn og grænn í basískri lausn. Notaðir eru 0,5 ml (10 dropar) af þessari litvísislausn.

4.10.2. Metýlrauð litvísislausn

0,1 g af metýlrauða er leyst upp í 50 ml af 95% etanóli, fyllt að 100 ml með vatni og síað ef nauðsyn krefur. Nota má fjóra til fimm dropa af þessum litvísi í stað fyrrgreinds litvísis.

4.11. *Tinklóríðlausn*

120 g af $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ eru leyst upp í 400 ml af óblandaðri saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) og fyllt að einum lítra með vatni. Lausnin verður að vera alveg tær og hana verður að nota strax eftir að hún hefur verið tilreidd. Mikilvægt er að kanna afoxunargetu tinklóríðsins.

Athugasemd

0,5 g af $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ eru leyst í 2 ml af óblandaðri saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) og fyllt að 50 ml með vatni. Því næst er bætt við 5 g af Rochelle-salti (kalíumnatríumtartrati) og nægilegu magni af matarsóða fyrir greiningu til að lausnin sýni basíska svörun á lakkmúspappír.

Títírað er með 0,1 mól/l joðlausn þar sem sterkjulausn er notuð sem litvísir.

1 ml af 0,1 mól/l joðlausn samsvarar 0,01128 g af $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

A.m.k. 80% af heildartíðinu í lausn, sem er þannig tilreidd, skal vera í tvígildu formi. Því þarf að nota a.m.k. 35 ml af 0,1 mól/l joðlausn við tíðrunina.

4.12. Natríumhýdroxíðlausn, um 30% NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml), ammoníakfrí

4.13. *Staðallausn nitrats og ammoníums*

2,5 g af kalíumnítrati af greiningarhreinleika eru vegin svo og 10,16 g af ammoníumsúlfati af greiningarhreinleika og sett í 250 ml mæliflösku. Leyst upp í vatni og fyllt að 250 ml. Í 1 ml af þessari lausn eru 0,01 g af köfnunarefni.

4.14. Vikurkorn til að varna höggusuðu, þvegin í saltsýru og glædd

5. **Búnaður**

Sjá aðferð 2.3.1.

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. **Aðferð**

7.1. *Tilreiðsla lausnarinnar*

1 g af sýninu er vegið með 0,001 g nákvæmni og sett í Kjeldahls-flöskuna. Þá er bætt við 0,5 g af járndufti (4.2) og 50 ml af tinklóriðlausn (4.11), þessu er hrært saman og látið standa í hálf tíma. Á meðan lausnin stendur er hrært eftir 10 mínútur og síðan aftur eftir 20 mínútur. Þá er bætt við 10 g af kalíumsúlfati (4.3) og 30 ml af brennisteinssýru (4.1). Suðan er lätin koma upp og henni viðhaldið í klukkustund í viðbót eftir að hvítar gufur koma í ljós. Lausnin er lätin kólna og síðan þynnt með 100–150 ml af vatni. Sviflausnin er öll flutt yfir í 250 ml mæliflösku, kæld og fyllt með vatni að markinu, hrærð og síuð gegnum þurra síu í þurrt ílát. Í stað þess að fleyta sviflausnina af með vökvasugu til að geta notað afbrigði a, b eða c af aðferð 2.1 er einnig hægt að eima ammoníakbundna köfnunarefnið í þessari lausn beint eftir að nægilegu natríumhýdroxíði hefur verið bætt við til að tryggja mikið umframmagn (4.12).

7.2. *Greining lausnarinnar*

50, 100 eða 200 ml af lausninni (eftir því hvort afbrigði a, b eða c er valið (sjá aðferð 2.1)) sem fæst með þessu móti eru fjarlægðir með rennipípu. Ammoníakið er eimað samkvæmt aðferð 2.1 og þess gætt að nægri natríumhýdroxíðlausn (4.12) sé bætt út í eimingarflöskuna til að tryggja verulegt umframmagn.

7.3. *Núllprófun*

Núllprófun (þar sem sýninu er sleppt) er gerð við sömu skilyrði og skal taka mið af henni þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

7.4. *Samanburðarprófun*

Áður en greining hefst skal ganga úr skugga um að búnaðurinn starfi rétt og að greiningaraðferðinni sé beitt á réttan hátt með því að nota staðallausn (4.13) sem inniheldur ammoníak- og nítratbundið köfnunarefni í magni sem er sambærilegt við magn sýnamíðs og nítratbundins köfnunarefnis í kalsíumsýnamíði sem inniheldur nítrat.

Í þessu skyni eru 20 ml af staðallausninni (4.13) settar í Kjeldahls-flösku.

Greiningin fer fram samkvæmt aðferðinni sem lýst er í 7.1 og 7.2.

8. **Framsetning niðurstaðna**

Niðurstöður greiningarinnar eru settar fram sem hundraðshluti heildarköfnunarefnis (N) í áburðinum eins og tekið var við honum til greiningar.

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

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

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

Aðferð 2.3.3

Ákvörðun á heildarköfnunarefni í þvagefni

1. **Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða heildarköfnunarefni í þvagefni (úrea).

2. **Notkunarsvið**

Aðferðin er eingöngu notuð fyrir nítратfrían þvagefnisáburð.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Öllu þvagefninu er breytt í ammoníak með suðu með brennisteinssýru. Ammoníakið, sem þannig fæst, er síðan eimað úr basískum vökva og eiminu safnað í umframmagn staðalbrennisteinssýru. Umframsýran er titruð með basískri staðallausn.

4. **Prófefni**

Eimað eða steinefnasneytt vatn sem inniheldur hvorki koltvísýring né köfnunarefnissambönd.

4.1. Óblönduð brennisteinssýra ($d_{20} = 1,84$ g/ml)4.2. Natriúmhydroxíðlausn, um 30% NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml), ammoníakfrí

4.3. Brennisteinssýra: 0,1 mól/l

4.4. Natriúm- eða kalíúmhydroxíðlausn, karbónatfrí: 0,1 mól/l

} fyrir afbrigði a (sjá aðferð 2.1).

4.5. Brennisteinssýra: 0,2 mól/l

4.6. Natriúm- eða kalíúmhydroxíðlausn, karbónatfrí: 0,2 mól/l

} fyrir afbrigði b (sjá 2. athugasemd, aðferð 2.1).

4.7. Brennisteinssýra: 0,5 mól/l

4.8. Natriúm- eða kalíúmhydroxíðlausn, karbónatfrí: 0,5 mól/l

} fyrir afbrigði c (sjá 2. athugasemd, aðferð 2.1).

4.9. *Litvísislausnir*

4.9.1. Blandaður litvísir

Lausn A: 1 g af metýlrauða er leyst upp í 37 ml af 0,1 mól/l natriúmhydroxíðlausn og fyllt að einum lítra með vatni.

Lausn B: 1 g af metýlenbláa er leyst upp í vatni og fyllt að einum lítra.

Einum hluta af A er blandað saman við tvo hluta af B.

Þessi litvísir er fjórlublar í súrri lausn, grár í hlutlausri lausn og grænn í basískri lausn. Notaðir eru 0,5 ml (10 dropar).

4.9.2. Litvísislausn með metýlrauða

0,1 g af metýlrauða er leyst upp í 50 ml af 95% etanóli og fyllt að 100 ml með vatni. Síað ef nauðsyn krefur. Nota má fjóra til fimm dropa af þessum litvísi í stað fyrrgreinds litvísis.

4.10. Vikurkorn til að varna höggusuðu, þvegin í saltsýru og glædd

4.11. Þvagefni til greiningar.

5. **Búnaður**

5.1. Eimingarbúnaður, sjá aðferð 2.1: „Ákvörðun á ammoníakbundnu köfnunarefni“.

5.2. Mæliflaska, 500 ml

5.3. Rennipípur, 25, 50 and 100 ml

6. Undirbúningur sýnis

Sjá aðferð 1.

7. Aðferð**7.1. Tilreiðsla lausnarinnar**

2,5 g af sýninu er vegið með 0,001 g nákvæmni, sett í 300 ml Kjeldahls-flösku og vætt með 20 ml af vatni. Þá er 20 ml af óblandaðri brennisteinssýru (4.1) bætt við meðan hrært er í og nokkrum glerkúlum bætt út í til að varna höggusuðu. Glertrekt með löngum stút er stungið í háls flöskunnar til að koma í veg fyrir að skvettist upp úr. Hitað við vægan hita í fyrstu en síðan er hitinn aukinn þar til hvítar gufur koma í ljós (30–40 mín).

Lausnin er kæld og síðan þynnt með 100–150 ml af vatni. Öllum vökvanum er hellt í 500 ml mæflösku en botnfalli kastað ef um það er að ræða. Látið kólna niður í stofuhita. Fyllt er að markinu með vatni, þessu blandað saman og síðan síað, ef þörf krefur, í gegnum þurra síu í þurrt ílát.

7.2. Greining lausnarinnar

25, 50 eða 100 ml af lausninni, eftir því afbrigði sem valið er (sjá aðferð 2.1), sem þannig fæst eru fluttir með mælípípu yfir í eimingarflöskuna. Ammoníakið er eimað samkvæmt aðferð 2.1 og nægu NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml) (4.2) bætt út í eimingarflöskuna til að tryggja verulegt umframmagn.

7.3. Núllprófun

Núllprófun (þar sem sýninu er sleppt) er gerð við sömu skilyrði og skal taka mið af henni þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

7.4. Samanburðarprófun

Áður en greining hefst skal ganga úr skugga um að búnaðurinn starfi rétt og að greiningaraðferðinni sé beitt á réttan hátt með því að greina deiliskammt af nýtilreiddri þvagefnislausn (4.11).

8. Framsetning niðurstaðna

Niðurstöður eru settar fram sem hundraðshluti köfnunarefnis (N) í áburðinum eins og tekið var við honum til greiningar.

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

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

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

Aðferð 2.4**Ákvörðun á sýnamíðbundnu köfnunarefni****1. Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða sýnamíðbundið köfnunarefni.

2. Notkunarsvið

Kalsíumsýnamíð og kalsíumsýnamíð sem inniheldur köfnunarefni.

3. Grundvöllur aðferðar

Sýnamíðbundið köfnunarefni er felld út sem silfurflóki og botnfallið ákvarðað með aðferð Kjeldahls.

4. Prófefni

Eimað eða steinefnasneytt vatn sem inniheldur hvorki koltvísýring né köfnunarefnissambönd.

- 4.1. Ísedik
- 4.2. Ammoníakslausn sem inniheldur 10% ammoníaks á formi lofttegundar miðað við massa ($d_{20} = 0,96$ g/ml).
- 4.3. *Ammoníakssilfurlausn samkvæmt Tollens*
- 500 ml af 10% lausn silfurnítrats (AgNO_3) er blandað saman við vatn með 500 ml af 10% ammoníaki (4.2).
- Blandan skal ekki að óþörfu standa í birtu, ekki hitna að óþörfu og skal helst geymast í loftþéttu ílát. Venjulega geymist lausnin árum saman. Meðan lausnin er tær er prófefnið gott.
- 4.4. Óblönduð brennisteinssýra ($d_{20} = 1,84$ g/ml)
- 4.5. Kalíumsúlfat til greiningar.
- 4.6. Koparoxíð (CuO), 0,3–0,4 g fyrir hverja ákvörðun eða jafngilt magn fimmvatnaðs koparsúlfats ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), 0,95–1,25 g fyrir hverja ákvörðun.
- 4.7. Natríumhýdroxíðlausn, um 30% NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml), ammoníakfrí
- 4.8. Brennisteinssýra: 0,1 mól/l
- 4.9. Natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn, 0,1 mól/l.
- 4.10. *Litvísislausnir*
- 4.10.1. Blandaður litvísir
- Lausn A: 1 g af metýlrauða er leyst upp í 37 ml af 0,1 mól/l natríumhýdroxíðlausn og fyllt að einum lítra með vatni.
- Lausn B: 1 g af metýlenbláa er leyst upp í vatni og fyllt að einum lítra.
- Einum hluta af A er blandað saman við tvo hluta af B.
- Þessi litvísir er fjólublár í súrri lausn, grár í hlutlausri lausn og grænn í basískri lausn. Notaðir eru 0,5 ml (10 dropar).
- 4.10.2. Litvísislausn með metýlrauða
- 0,1 g af metýlrauða er leyst upp í 50 ml af 95% etanóli og fyllt að 100 ml með vatni. Síðað ef nauðsyn krefur. Nota má fjóra til fimm dropa af þessum litvísi í stað fyrrgreinds litvísis.
- 4.11. Vikurkorn til að varna höggusuðu, þvegin í saltsýru og glædd
- 4.12. Kalíumþíósýanat til greiningar
5. **Búnaður**
- 5.1. Eimingarbúnaður, sjá aðferð 2.1: „Ákvörðun á ammoníakbundnu kófnunarefni“.
- 5.2. Mæliflaska, 500 ml (t.d. Stohmanns-flaska)
- 5.3. Hæfilega stór, hálslöng Kjeldahls-flaska (300 til 500 ml)
- 5.4. Rennipípa, 50 ml
- 5.5. Snúningshristari (35–40 snúningar á mínútu)
6. **Undirbúningur**
- Sjá aðferð 1.
7. **Aðferð**
- 7.1. *Varúðarráðstafanir*
- Ávallt skal nota hlífðargleraugu þegar fengist er við ammoníakssilfurlausnir. Myndist þunn himna á yfirborði vökvans getur hristingur komið af stað sprengingu og því er nauðsynlegt að sýna ítrustu varkárni.

7.2. Tilreiðsla lausnar fyrir greiningu

Vega skal 2,5 g af sýninu með 0,001 g nákvæmni og setja í lítið glermortél. Sýnið er malað þrisvar í vatni og vatninu hellt eftir hverja mölun í 500 ml Stohmanns-flösku (5.2). Sýnið er allt fært yfir í 500 ml Stohmanns-flöskuna og mortélið, stauturinn og trektin skoluð með vatni. Fyllt er að u.þ.b. 400 ml með vatni. 15 ml af ediksýru (4.1) er bætt við. Lausnin er hrist í snúningshrístara (5.5) í tvær klukkustundir.

Fyllt er að 500 ml með vatni, þessu blandað saman og síað.

Greininguna verður að framkvæma eins skjótt og unnt er.

7.3. Greining lausnarinnar

50 ml af síuvökvanum eru færðir í 250 ml bikarglas.

Ammoníakslausn (4.2) er bætt við þar til lausnin er orðin lítillaga basísk og er þá 30 ml af volgu ammoníakssilfurnítrati (4.3) bætt við til að fella út gula silfursýanamíðflókann.

Lausnin er látin standa yfir nótt og síðan síuð og botnfallið þvegið með köldu vatni þar til allt ammoníak er horfið úr því.

Sían og botnfallið, sem enn er rakt, er sett í Kjeldahls-flösku, 10–15 g af kalíumsúlfati (4.5) og tilskildum skammti af hvatanum (4.6) er bætt út í og því næst 50 ml af vatni og 25 ml af óblandaðri brennisteinssýru (4.4).

Flaskan er hituð við vægan hita og hrist varlega um leið þar til innihaldið nær suðumarki. Þá er hitinn hækkaður og innihald flöskunnar sodið þar til það verður litlaust eða fölgrænt.

Suðunni er viðhaldið í klukkustund í viðbót en þá er lausnin látin kólna.

Vökvanum í Kjeldahls-flöskunni er nú öllum hellt yfir í eimingarflöskuna, nokkrum vikurkornum til að varna höggusuðu (4.11) bætt út í og síðan er vatni bætt við þar til heildarrúmmál er u.þ.b. 350 ml. Vökvunum er blandað saman og lausnin látin kólna.

Ammoníakið er eimað samkvæmt aðferð 2.1, afbrigði a, og er nægri NaOH-lausn (4.7) bætt við til að tryggja verulegt umframmagn.

7.4. Núllprófun

Núllprófun (þar sem sýninu er sleppt) er gerð við sömu skilyrði og skal taka mið af henni þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

7.5. Samanburðarprófun

Áður en greining hefst skal ganga úr skugga um að búnaðurinn starfi rétt og að greiningaraðferðinni sé beitt á réttan hátt með því að nota deiliskammt staðallausnar kalíumbíósýanats (4.12) sem samsvarar 0,05 g köfnunarefnis.

8. Framsetning niðurstaðna

Niðurstöðurnar eru settar fram sem hundraðshluti sýanamíðbundins köfnunarefnis í áburðinum eins og tekið var við honum til greiningar.

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

Aðferð 2.5

Ákvörðun á bíúreti í þvagefni með litrófsmælingu**1. Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða bíúret í þvagefni.

2. Notkunarsvið

Aðferðin er eingöngu notuð fyrir þvagefni.

3. Grundvöllur aðferðar

Í basískum miðli, sem í er kalíumnatríumtartrat, mynda bíúret og tvígildur kopar fjólublátt koparsamband. Gleygni lausnarinnar er mæld við um 546 nm (nanómetra) bylgjulengd.

4. Prófefni

Eimað eða steinefnasneytt vatn sem inniheldur hvorki koltvísýring né ammoníak. Gæði vatnsins eru einkum mikilvæg í þessari ákvörðun.

4.1. Metanól**4.2. Brennisteinssýrulausn, um 0,1 mól/l****4.3. Natríumhýdroxíðlausn, um 0,1 mól/l****4.4. Basísk kalíumnatríumtartratlausn**

40 g af natríumhýdroxíði eru leyst upp í 500 ml af vatni í eins lítra mæliflösku og lausnin látin kólna. Bætt er við 50 g af kalíumnatríumtartrati ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$). Fyllt er að markinu. Lausnin er látin standa í sólarhring áður en hún er notuð.

4.5. Koparsúlfatlausn

Í eins lítra mæliflösku eru 15 g af fimmvötnuðu koparsúlfati ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) leyst upp í 500 ml af vatni. Fyllt er að markinu.

4.6. Nýtilreidd bíúretstaðallausn

Í 250 ml mæliflösku eru 0,250 g af hreinu bíúreti ⁽¹⁾ leyst upp í vatni. Fyllt er að 250 ml. 1 ml af þessari lausn inniheldur 0,001 g af bíúreti.

4.7. Litvísislausn

Í 100 ml mæliflösku eru 0,1 g af metýlrauðu leyst upp í 50 ml af 95% etanóli og fyllt með vatni að 100 ml. Verði eftir óleysanleg efni er lausnin síuð.

5. Búnaður**5.1. Litrófsmælir eða ljósmælir með síum sem eru nógu næmar og nákvæmar til að gera megi mælingar, sem unnt er að endurtaka, við T sem er minna en 0,5% ⁽²⁾.****5.2. Mæliflöskur, 100, 250 og 1 000 ml.****5.3. Kvarðaðar 2, 5, 10, 20, 25 og 50 ml rennipípur eða 25 ml mælípípa með 0,05 ml kvörðun.****5.4. Bikarglas, 250 ml.****6. Undirbúningur sýnisins**

Sjá aðferð 1.

7. Aðferð**7.1. Gerð kvörðunarferilsins**

Settir eru 0, 2, 5, 10, 20, 25 og 50 ml deiliskammtar af bíúretstaðallausn (4.6) í röð af sjö 100 ml mæliflöskum. Fyllt er með vatni að u.þ.b. 50 ml og 1 dropi af litvísi settur út í (4.7) og lausnir hlutleystar, ef þörf krefur, með brennisteinssýru sem er 0,1 mól/l (4.2). Hræra skal 20 ml af basísku tartratlausninni (4.4) saman við og síðan 20 ml af koparsúlfatlausninni (4.5).

Athugasemd

Þessar lausnir (4.4 and 4.5) skulu mældar í tveimur nákvæmnismælípípum eða í rennipípum, sem væri ákjósanlegra.

Fyllt að 100 ml með eimuðu vatni, þessu blandað saman og látið standa í 15 mínútur við 30 (± 2) °C.

⁽¹⁾ Hægt er að hreinsa bíúretið fyrir fram með því að skola það með 10% ammoníakslausn, síðan með asetoni og þurrka það í lofttæmi.

⁽²⁾ Sjá 9. lið „Viðbætur“.

Gleypni hveirrar lausnar er mæld á u.þ.b. 546 nm bylgjulengd, með nemum af hæfilegri ljósfræðilengd og með „0“-bíúretsstaðallausnina sem viðmiðun.

Teiknaður er kvörðunarferill með gleypni sem lóðhnit og samsvarandi magn bíúrets í millígrömmum sem láhnit.

7.2. Tilreiðsla lausnar til greiningar

10 g af undirbúnu sýni eru vegin með 0,001 g nákvæmni, leyst upp í um 150 ml af vatni í 250 ml mæliflösku og fyllt að markinu. Síað ef nauðsyn krefur.

Athugasemd 1

Innihaldi sýnið, sem á að greina, meira en 0,015 g af ammoníakbundnu köfnunarefni er það leyst upp í 50 ml af metanóli (4.1) í 250 ml bikarglasi. Rúmmálið er minnkað með uppgufun niður í um 25 ml. Þetta magn er allt fært yfir í 250 ml mæliflösku. Fyllt að markinu með vatni. Ef þörf krefur er lausnin síuð með þurri fellingarsíu yfir í þurrt ílát.

Athugasemd 2

Óþalbjarma eytt: ef svifagnir eru í lausninni getur reynst erfitt að sía hana. Í því tilviki er lausnin, sem á að greina, tilreidd á eftirfarandi hátt: sýni til greiningar er leyst upp í 150 ml af vatni, 2 ml af 1 mól/l saltsýru er bætt út í og lausnin síuð í gegnum tvær flatar og mjög fingerðar síur yfir í 250 ml mæliflösku. Síurnar eru skolaðar með vatni og fyllt að markinu. Haldið er áfram samkvæmt aðferðinni sem lýst er í lið 7.3, „Ákvörðun“.

7.3. Ákvörðun

Í samræmi við áætlað innihald bíúrets eru 25 eða 50 ml af lausninni, sem um getur í lið 7.2., færðir með rennipípu yfir í 100 ml mæliflösku og hlutleystir, ef þörf krefur, með 0,1 mól/l af prófefni (4.2 eða 4.3), þar sem metýlrauði er notaður sem litvísir, og 20 ml af basísku kalíumnatríumtartratlausninni (4.4) og 20 ml af koparlausninni (4.5) bætt við með sömu nákvæmni og notuð var við gerð kvörðunarferilsins. Fyllt er að markinu, þessu blandað vel saman og látið standa í 15 mínútur við 30 (± 2) °C.

Því næst eru gerðar ljósmælingar og bíúretinnihald þvagefnisins reiknað.

8. Framsetning niðurstaðna

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

Þar sem:

„C“ er massi bíúrets í millígrömmum, lesin af kvörðunarferlinum, og

„V“ er rúmmál deiliskammtsins.

9. Viðbætur

Ef „Jo“ er styrkur bunu einlitra geisla (af tiltekinni bylgjulengd) áður en hún fer í gegnum gagnsæjan hlut og „J“ er styrkur þessarar bunu eftir að hún fer í gegnum hlutinn er:

gegnskinstuðull: $T = (J/J_0)$

ljósdeyfitala: $O = (J_0/J)$

gleypni $E = \log O$

gleypni á ljósfræðilega lengdareiningu: $k = (E/s)$

eðlisgleypnistuðull $K = (E/(C \times S))$

þar sem

s = þykkt lagsins í sentimetrum.

c = styrkur í millígrömmum á lítra.

k = sértækur stuðull fyrir hvert efni samkvæmt Lambert-Beer lögmálinu.

Aðferðir 2.6

Ákvörðun á mismunandi formum köfnunarefnis í sama sýninu

Aðferð 2.6.1

Ákvörðun á mismunandi formum köfnunarefnis í sama sýni áburðar sem inniheldur köfnunarefni í formi nítrats, ammoníaks, þvagefnis og sýanamíðs

1. Gildissvið

Í þessu skjali er fastsett aðferð við ákvörðun á tilteknu formi köfnunarefnis þegar það er með öðrum formum köfnunarefnis.

2. Notkunarsvið

Allur áburður sem kveðið er á um I. viðauka og inniheldur köfnunarefni í mismunandi formum.

3. Grundvöllur aðferðar

3.1. Heildarinnihald leysanlegs og óleysanlegs köfnunarefnis

Samkvæmt skránni yfir staðlaðan áburð (I. viðauki) er þessi ákvörðun notuð fyrir vörur sem innihalda kalsíumsýanamíð (tröllamjöl).

3.1.1. Innihaldi áburðurinn engin nítröt er prófunarsýninu sundrað beint með Kjeldahls-niðurbroti.

3.1.2. Innihaldi áburðurinn nítröt er prófunarsýninu sundrað með Kjeldahls-niðurbroti eftir afoxun með járnmalmi og tinklóríði.

Í báðum tilvikum er ammoníakið ákvarðað í samræmi við aðferð 2.1.

Athugasemd

Leiði efnagreining í ljós að innihald óleysanlegs köfnunarefnis er meira en 0,5% má draga þá ályktun að áburðurinn innihaldi önnur form óleysanlegs köfnunarefnis sem eru ekki í skránni í I. viðauka.

3.2. Form leysanlegs köfnunarefnis

Úr sömu sýnislausn eru teknir mismunandi deiliskammtar til ákvörðunar á eftirfarandi:

3.2.1. heildarinnihaldi leysanlegs köfnunarefnis:

3.2.1.1. innihaldi áburðurinn engin nítröt er innihaldið ákvarðað beint með Kjeldahls-niðurbroti,

3.2.1.2. innihaldi áburðurinn nítröt er innihaldið ákvarðað með Kjeldahls-niðurbroti í deiliskammti sem tekinn er úr lausninni eftir afoxun með aðferð Ulsch og er ammoníakið í báðum tilvikum ákvarðað eins og lýst er í aðferð 2.1,

3.2.2. heildarinnihaldi leysanlegs köfnunarefnis, að nítratbundnu köfnunarefni undanskildu, sem er ákvarðað með Kjeldahls-niðurbroti eftir að nítratbundið köfnunarefni hefur verið numið brott í súrum miðli með ferrósúlfati og er ammoníakið ákvarðað eins og lýst er í aðferð 2.1,

3.2.3. nítratbundnu köfnunarefni, sem er reiknað sem mismunur:

3.2.3.1. innihaldi áburðurinn ekki kalsíumsýanamíð, sem mismunur á liðum 3.2.1.2 og 3.2.2 eða sem mismunur á heildarinnihaldi leysanlegs köfnunarefnis (3.2.1.2) og summu ammoníakbundins köfnunarefnis og þvagefnisbundins lífræns köfnunarefnis (3.2.4 + 3.2.5),

3.2.3.2. innihaldi áburðurinn sýanamíð, sem mismunur á liðum 3.2.1.2 og 3.2.2 eða sem mismunur á lið 3.2.1.2 og summu liðanna 3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6,

3.2.4. ammoníakbundnu köfnunarefni:

3.2.4.1. ef áburðurinn inniheldur eingöngu ammoníakbundið köfnunarefni eða ammoníak- og nítratbundið köfnunarefni er ákvarðað með því að beita aðferð 1,

3.2.4.2. ef áburðurinn inniheldur þvagefnisbundið köfnunarefni og/eða sýanamíðbundið köfnunarefni er framkvæmd kaldeiming í vægt basisku umhverfi, ammoníakinu er safnað í staðallausn af brennisteinssýru og ákvarðað eins og lýst er í aðferð 2.1,

3.2.5. Þvagefnisbundnu köfnunarefni:

3.2.5.1. ákvarðað er með ummyndun með úreasa í ammoníak, sem er títrað með staðallausn saltsýru,

eða

3.2.5.2. með þyngdarmælingu með xanthýdróli: reikna má bíúretið, sem er fellt út samtímis, með þvagefnisbundna köfnunarefninu án þess að það skekki niðurstöðuna að ráði þar eð raungildi innihalds þess í fjölgildum áburði er yfirleitt lítið,

eða

3.2.5.3. út frá mismun samkvæmt eftirfarandi töflu:

Dæmi	Nítratbundið köfnunarefni	Ammoníakbundið köfnunarefni	Sýanamíðbundið köfnunarefni	Mismunur
1	0	+	+	(3.2.1.1) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
2	+	+	+	(3.2.2) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
3	0	+	0	(3.2.1.1) – (3.2.4.2)
4	+	+	0	(3.2.2) – (3.2.4.2)

3.2.6. sýanamíðbundnu köfnunarefni með því að fella það út sem silfursamband og þá er köfnunarefnið í botnfallinu ákvarðað með aðferð Kjeldahls.

4. Prófefni

Eimað eða steinefnasneytt vatn.

4.1. Kalíumsúlfat af greiningarhreinleika.

4.2. Járnduft, afoxað með vetni (tilskilið magn járnsins verður að geta afoxað a.m.k. 50 mg nítratbundins köfnunarefnis).

4.3. Kalíumþíósýanat af greiningarhreinleika.

4.4. Kalíumnítrat af greiningarhreinleika.

4.5. Ammoníumsúlfat af greiningarhreinleika.

4.6. Þvagefni af greiningarhreinleika.

4.7. Þynnt brennisteinssýra í hlutfallinu 1:1 miðað við rúmmál: einn hluti brennisteinssýru ($d_{20} = 1,84$ g/ml) í einum hluta af vatni.

4.8. Staðallausn brennisteinssýru: 0,2 mól/l.

4.9. Óblönduð natriumhýdroxíðlausn. Vatnslausn með um 30% NaOH (massi miðað við rúmmál), ammoníakfrí.

4.10. Staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs: 0,2 mól/l, karbónatfrí.

4.11. Tinklóriðlausn

Í 400 ml af óblandaðri saltsýru eru 120 g af $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($d_{20} = 1,18$ g/ml) leyst upp og fyllt að einum lítra með vatni. Lausnin verður að vera alveg tær og hana verður að nota strax eftir að hún hefur verið tilreidd.

Athugasemd

Mikilvægt er að kanna afoxunargetu tinklóriðs: í 2 ml af óblandaðri saltsýru eru 0,5 g af $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($d_{20} = 1,18$ g/ml) leyst upp og fyllt að 50 ml með vatni. Þá er 5 g af Rochellesalti (kalíumnatríumtartrati) bætt við og síðan nægilegu magni natriumbíkarbónats til að lausnin sé basísk á lakkmúspappír.

Títtrað er með 0,1 mól/l joðlausn þar sem sterkjulausn er notuð sem litvísir.

1 ml af 0,1 mól/l joðlausn samsvarar 0,01128 g af $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

A.m.k. 80% af heildartíni í lausn, sem er þannig tilreidd, skal vera í tvígildu formi. Því þarf að nota a.m.k. 35 ml af 0,1 mól/l joðlausn við títrunina.

- 4.12. Brennisteinssýra ($d_{20} = 1,84$ g/ml)
- 4.13. Þynnt saltsýra: einn hluti saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) og einn hluti vatns.
- 4.14. Ediksýra: 96 til 100%
- 4.15. Brennisteinssýrulausn sem inniheldur u.þ.b. 30% af H_2SO_4 (massi miðað við rúmmál)
- 4.16. Ferrósúlfat: kristallað, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$
- 4.17. Staðallausn brennisteinssýru: 0,1 mól/l
- 4.18. Oktýlalkóhól
- 4.19. Mettuð kalíumkarbónatlausn
- 4.20. Staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs: 0,1 mól/l, (karbónatlaus)
- 4.21. Mettuð baríumhýdroxíðlausn
- 4.22. Natríumkarbónatlausn: 10% (massi miðað við rúmmál)
- 4.23. Saltsýra: 2 mól/l
- 4.24. Staðallausn saltsýru: 0,1 mól/l
- 4.25. *Úreasalausn*
Í 100 ml af eimuðu vatni er sett 0,5 g af virkum úreasa. Með því að nota 0,1 mól/l saltsýru (4.24) er sýrustig stillt á 5,4 á sýrustigsmæli.
- 4.26. *Xanthýdról*
5% lausn í etanóli eða metanóli (4.31) (ekki skal nota vörur sem gefa hátt hlutfall óleysanlegs efnis). Lausnina má geyma í þrjá mánuði í flösku, sem er lokað þétt með tappa, og í myrkri.
- 4.27. Koparoxíð (CuO): 0,3–0,4 g fyrir hverja ákvörðun eða jafngilt magn fimmvatnaðs koparsúlfats ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$), frá 0,95–1,25 g fyrir hverja ákvörðun.
- 4.28. Korn, þvegin í saltsýru og glædd, notuð sem suðuvári
- 4.29. *Litvísislausnir*
- 4.29.1. Lausn A: Í 37 ml af 0,1 mól/l natríumhýdroxíðlausn er 1 g af metýlrauðu leyst upp og fyllt að einum lítra með vatni.
Lausn B: 1 g af metýlenbláa er leyst upp í vatni og fyllt að einum lítra.
Einum hluta af A er blandað saman við tvo hluta af B.
Þessi litvísir er fjóluhlár í súrri lausn, grár í hlutlausri lausn og grænn í basískri lausn. Notaðir eru 0,5 ml (10 dropar) af þessari litvísislausn.
- 4.29.2. Metýlrauð litvísislausn
0,1 g af metýlrauða er leyst upp í 50 ml af 95% etanóli. Fyllt er að 100 ml með vatni og síað ef nauðsyn krefur. Nota má þennan litvísi (fjóra eða fimm dropa) í stað fyrrgreinds litvísis.
- 4.30. *Litvísispappír*
Lakk mús, brómóþýmólblár (eða annar pappír sem sýnir svörun við sýrustigi 6–8).
- 4.31. Etanól eða metanól: 95% lausn
5. **Búnaður**
- 5.1. Eimingarbúnaður
Sjá aðferð 2.1.

- 5.2. *Búnaður til að ákvarða ammoníakbundið köfnunarefni samkvæmt greiningaraðferð í lið 7.2.5.3 (sjá 6. mynd)*

Búnaðurinn er settur saman úr sérstaklega löguðu íláti með hálsi úr slípuðu gleri og öðrum hálsi til hliðar við hann, tengiröri með dropavara og hornréttu röri sem er loftinntak. Unnt er að tengja rörin við ílátin með einföldum, götuðum gúmmítappa. Mikilvægt er að endarnir á loftinntaksrörunum séu með réttu lagi þar eð loftbólurnar verða að dreifast fullkomlega í lausnunum í ílátinu og gildrunni. Best er að þeir séu eins og litlir sveppir í laginu, 20 mm að ytra þvermáli og með sex opum, 1 mm hvert, meðfram brúninni.

- 5.3. *Búnaður til að ákvarða þvagefnisbundið köfnunarefni með úreasa-aðferðinni (7.2.6.1)*

Búnaðurinn er 300 ml keiluflaska með skiltrekt og lítilli gildru (sjá 7. mynd).

- 5.4. Snúningshristari (35–40 snúningar á mínútu)

- 5.5. Sýrustigsmælir

- 5.6. *Stillanlegur hitaskápur*

- 5.7. *Búnaður úr gleri:*

rennipípur, 2, 5, 10, 20, 25, 50 og 100 ml,

hálslangar Kjeldahls-flöskur, 300 og 500 ml,

mæliflöskur, 100, 250, 500 og 1 000 ml,

deiglur úr hertu gleri, opstærð 5–15 µ,

mortél.

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. **Greiningaraðferð**

- 7.1. *Heildarinnihald leysanlegs og óleysanlegs köfnunarefnis*

- 7.1.1. Innihaldi áburðurinn engin nítröt

- 7.1.1.1. *Niðurbrot*

Sýni, sem inniheldur í mesta lagi 100 mg köfnunarefnis, er vegið með 0,001 g nákvæmni. Sýnið er sett í eimingarflöskuna (5.1). 10–15 g kalíumsúlfats (4.1), hvatanum (4.27) og nokkrum kornum til að varna höggusuðu (4.28) er bætt við. Þá er 50 ml af þynntri brennisteinssýru (4.7) bætt út í og þessu blandað vel saman. Fyrst er sýnið hitað við vægan hita og hrært í við og við þar til froða hættir að myndast. Þá er sýnið hitað þar til vökvinn sýður stöðugt og hann látinn sjóða áfram í eina klukkustund eftir að lausnin er orðin tær og þess gætt að lífræn efni loði ekki við innra borð flöskunnar. Sýnið er látið kólna. 350 ml af vatni er bætt varlega út í og þessu blandað saman. Gengið er úr skugga um að allt leysist upp eins vel og unnt er. Sýnið er látið kólna og flaskan tengd við eimingarbúnaðinn (5.1).

- 7.1.1.2. Eiming ammoníaks

Fluttur eru 50 ml af 0,2 mól/l staðallausn brennisteinssýru (4.8) með nákvæmnissrennipípu yfir í viðtökuílát búnaðarins. Litvísi er bætt út í (4.29.1 eða 4.29.2). Þess skal gætt að endi eimsvalans sé a.m.k. 1 cm undir yfirborði lausnarinnar.

Um leið og þess er gætt að ekkert ammoníak tapist er nægjanlegu magni af óblandaðri natríumhýdroxíðlausn (4.9) bætt við innihald eimingarflöskunnar til að gera vökvann mjög basískan (120 ml nægja venjulega; þetta skal sannreynt með því að bæta nokkrum dropum af fenólfalíni við. Að eimingu lokinni verður lausnin í flöskunni enn að vera greinilega basísk). Hitinn á flöskunni er stilltur þannig að 150 ml eimist á hálfri klukkustund. Prófað er með litvísispappír (4.30) hvort eimingu sé lokið. Ef svo er ekki eru 50 ml eimaðir til viðbótar og prófunin endurtekin þar til litvísispappírinn sýnir að eimingarvökvinn er orðinn hlutlaus (4.30). Þá er viðtökuílatið lækkað, nokkrir millilítrar eimaðir í viðbót og endi eimsvalans skolaður. Umframsýra er títruð með 0,2 mól/l staðallausn kalíum- eða natríumhýdroxíðs (4.10) þar til litvísirinn breytir um lit.

7.1.1.3. Núllprófun

Núllprófun (þar sem sýninu er sleppt) er gerð við sömu skilyrði og taka skal mið af henni þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

7.1.1.4. Framsetning niðurstaðna

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

þar sem

a = fjöldi millilítra af 0,2 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við núllprófunina sem framkvæmd er með því að flytja 50 ml af 0,2 mól/l staðallausn brennisteinssýru (4.8) með rennipípu yfir í viðtökuflát búnaðarins (5.1),

A = fjöldi millilítra af 0,2 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við greininguna,

M = massi prófunarsýnis í grömmum.

7.1.2. Innihaldi áburðurinn nítrat

7.1.2.1. Prófunarsýni

Sýni, sem inniheldur ekki meira en 40 mg nítratbundins köfnunarefnis, er vegið með 0,001 g nákvæmni.

7.1.2.2. Afoxun köfnunarefnis

Prófunarsýninu er blandað í litlu mortéli saman við 50 ml af vatni. Það er síðan flutt, ásamt lágmarksmagni af eimuðu vatni, yfir í 500 ml Kjeldahls-flösku. Þá er bætt við 5 g af afoxuðu jární (4.2) og 50 ml af tinklórlöslausn (4.11). Flaskan er hrist og látin standa í hálfa klukkustund. Á meðan hún stendur er aftur hrist eftir 10 og síðan 20 mínútur.

7.1.2.3. Kjeldahls-niðurbrot

Bætt er við 30 ml af brennisteinssýru (4.12) 5 g af kalíumsúlfati (4.1), tilskildu magni af hvata (4.27) og nokkrum kornum til að varna höggsuðu (4.28). Hitað er við vægan hita og flaskan látin hallast aðeins. Hitinn er aukinn hægt og lausnin hrist með stuttu millibili til að koma í veg fyrir botnfall. Vökvinn dökkar og verður síðan tær þegar gulgræn, vatnsfrí járn-súlfatsviflausn myndast. Haldið er áfram að hita lausnina í eina klukkustund eftir að hún er orðin tær og henni haldið við suðumark. Lausnin er látin kólna. Smám saman er 100 ml af vatni bætt varlega við innihald flöskunnar. Flaskan er hrist og innihaldið flutt yfir í 500 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með vatni. Þessu er blandað saman og lausnin síuð í gegnum þurra síu yfir í þurrt ílát.

7.1.2.4. Greining lausnarinnar

Deiliskammtur, sem inniheldur í mesta lagi 100 mg köfnunarefnis, er fluttur með rennipípu yfir í eimingarflösku (5.1). Lausnin er þynnt með um 350 ml af eimuðu vatni, nokkrum kornum til að varna höggsuðu (4.28) er bætt við, þá er flaskan tengd við eimingarbúnaðinn og ákvörðuninni haldið áfram á þann hátt sem lýst er í 7.1.1.2.

7.1.2.5. Núllprófun

Sjá 7.1.1.3.

7.1.2.6. Framsetning niðurstaðna

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

þar sem

a = fjöldi millilítra af 0,2 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við núllprófunina sem framkvæmd er með því að flytja 50 ml af 0,2 mól/l staðallausn brennisteinssýru (4.8) með rennipípu yfir í viðtökuflát búnaðarins (5.1),

A = fjöldi millilítra af 0,2 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við greininguna,

M = massi sýnis í deiliskammtinum (7.1.2.4.), gefinn upp í grömmum.

- 7.2. *Form leysanlegs köfnunarefnis*
- 7.2.1. Tilreiðsla lausnar til greiningar
- 10 g af sýninu eru vegin með 1 mg nákvæmni og sett í 500 ml mæliflösku.
- 7.2.1.1. Áburður sem inniheldur ekki sýanamíðbundið köfnunarefni
- Út í flöskuna er bætt 50 ml af vatni og síðan 20 ml af þynntri saltsýru (4.13). Lausnin er hrist og látin standa þar til koltvísýringur er hættur að myndast. Þá er 400 ml af vatni bætt við og lausnin hrist í hálfa klukkustund í snúningshristara (5.4). Fyllt er að markinu með vatni, þessu blandað saman og síðan síað í gegnum þurra síu yfir í þurrt ílát.
- 7.2.1.2. Áburður sem inniheldur sýanamíðbundið köfnunarefni
- Út í flöskuna er bætt 400 ml af vatni ásamt nokkrum dropum af metýlrauða (4.29.2). Ef nauðsyn krefur er lausnin sýrð með ediksýru (4.14). Bætt er við 15 ml af ediksýru (4.14). Lausnin er hrist í snúningshristara (5.4) í tvær klukkustundir. Ef nauðsyn krefur er lausnin sýrð aftur með ediksýru (4.14) meðan hrist er. Fyllt er að markinu með vatni, þessu blandað saman og síað strax gegnum þurra síu yfir í þurrt ílát og sýanamíðbundna köfnunarefnið ákvarðað strax.
- Í báðum tilvikum skal ákvarða leysanleg form köfnunarefnis sama dag og lausnin er búin til og byrja á sýanamíðbundnu köfnunarefni og þvagefnisbundnu köfnunarefni ef um þau form er að ræða.
- 7.2.2. Heildarinnihald leysanlegs köfnunarefnis
- 7.2.2.1. Innihaldi áburðurinn ekki nítat
- Deiliskammtur af súvökvanum (7.2.1.1 eða 7.2.1.2), sem inniheldur í mesta lagi 100 mg köfnunarefnis, er fluttur með rennipípu yfir í 300 ml Kjeldahls-flösku. Bætt er við 15 ml af óblandaðri brennisteinssýru (4.12), 0,4 g af koparoxíði eða 1,25 g af koparsúlfati (4.27) og nokkrum kornum til að varna höggsuðu (4.28). Fyrst er vökvinn hitaður við vægan hita til að niðurbrotið hefjist og svo við hærri hita þar til hann er orðinn litlaus eða fölgrænn og hvítar gufur sjást greinilega. Eftir kælingu er lausnin færð öll yfir í eimíngarflöskuna, þynnt með vatni að um 500 ml og bætt við nokkrum kornum til að varna höggsuðu (4.28). Flaskan er tengd við eimíngarbúnaðinn (5.1) og ákvörðuninni haldið áfram á þann hátt sem lýst er í 7.1.1.2.
- 7.2.2.2. Innihaldi áburðurinn nítat
- Deiliskammtur af súvökvanum (7.2.1.1 eða 7.2.1.2), sem inniheldur innan við 40 mg nítatbundins köfnunarefnis, er fluttur með rennipípu yfir í 500 ml keilufloösku. Á þessu stigi greiningarinnar skiptir heildarmagn köfnunarefnis ekki máli. Þá er 10 ml af 30% brennisteinssýru (4.15) og 5 g af afoxuðu jární (4.2) bætt við og keilufloöskunni tafarlaust lokað með úrgleri. Lausnin er hituð við vægan hita þar til efnahvörfin eru stöðug en ekki kröftug. Þá er hætt að hita og flaskan látin standa við stofuhita í a.m.k. þrjár klukkustundir. Vökvinn er allur fluttur með vatni yfir í 250 ml mælifloösku en óleysta járníð skilið eftir og fyllt að markinu með vatni. Þessu er blandað vel saman og deiliskammtur, sem inniheldur í mesta lagi 100 mg köfnunarefnis, er fluttur með nákvæmnissrennipípu yfir í 300 ml Kjeldahls-flösku. Bætt er við 15 ml af óblandaðri brennisteinssýru (4.12), 0,4 g af koparoxíði eða 1,25 g af koparsúlfati (4.27) og nokkrum kornum til að varna höggsuðu (4.28). Fyrst er vökvinn hitaður við vægan hita til að niðurbrotið hefjist og svo við hærri hita þar til hann er orðinn litlaus eða fölgrænn og hvítar gufur sjást greinilega. Eftir kælingu er lausnin færð öll yfir í eimíngarflösku, þynnt með vatni að um 500 ml og nokkrum kornum til að varna höggsuðu (4.28) bætt við. Flaskan er tengd við eimíngarbúnaðinn (5.1) og ákvörðuninni haldið áfram á þann hátt sem lýst er í 7.1.1.2.
- 7.2.2.3. Núllprófun
- Sjá 7.1.1.3.
- 7.2.2.4. Framsetning niðurstaðna

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

þar sem

a = fjöldi millilítra af 0,2 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við núllprófunina sem framkvæmd er með því að flytja 50 ml af 0,2 mól/l staðallausn brennisteinssýru (4.8) með rennipípu yfir í viðtökuflát búnaðarins (5.1),

A = fjöldi millilítra af 0,2 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við greininguna,

M = massi sýnis í deiliskammtinum (7.2.2.1 eða 7.2.2.2.), gefinn upp í grömmum.

7.2.3. Heildarinnihald leysanlegs köfnunarefnis, að nítatrundnu köfnunarefni undanskildu

Deiliskammtur af síuvökvanum (7.2.1.1 eða 7.2.1.2), sem inniheldur innan við 50 mg köfnunarefnis sem skal ákvarða, er fluttur með rennipípu yfir í 300 ml Kjeldahls-flösku. Þynnt er með vatni að 100 ml og 5 g af ferrósúlfati (4.16), 20 ml af óblandaðri brennisteinssýru (4.12) og nokkrum kornum til að varna höggusuðu (4.28) bætt við. Fyrst er hitað við vægan hita og síðan hitinn aukinn þar til hvítar gufur koma í ljós. Niðurbrotinu er haldið áfram í 15 mínútur. Þá er hætt að hita flöskuna, koparoxíði (4.27) bætt við sem hvata og réttu hitastigi haldið til að hvítar gufur haldi áfram að myndast í 10–15 mínútur í viðbót. Eftir kælingu er innihald Kjeldahls-flöskunnar fært yfir í eimingarflösku búnaðarins (5.1). Þynnt er með vatni að um 500 ml og nokkrum kornum til að varna höggusuðu bætt við (4.28). Flaskan er tengd við eimingarbúnaðinn og ákvörðuninni haldið áfram á þann hátt sem lýst er í 7.1.1.2.

7.2.3.1. Núllprófun

Sjá 7.1.1.3.

7.2.3.2. Framsetning niðurstaðna

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

þar sem

a = fjöldi millilítra af 0,2 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við núllprófunina sem framkvæmd er með því að flytja 50 ml af 0,2 mól/l staðallausn brennisteinssýru (4.8) með rennipípu yfir í viðtökuflát búnaðarins (5.1),

A = fjöldi millilítra af 0,2 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við greininguna,

M = massi sýnis í deiliskammtinum, sem tekinn var til ákvörðunar, gefinn upp í grömmum.

7.2.4. Nítatrundið köfnunarefni

7.2.4.1. Innihaldi áburðurinn ekki kalsíumsýanamíð

er nítatrundið köfnunarefni ákvarðað sem mismunur á niðurstöðum úr 7.2.2.4 og 7.2.3.2 og/eða niðurstöðum úr 7.2.2.4 og summu niðurstaðna úr (7.2.5.2 eða 7.2.5.5) og (7.2.6.3 eða 7.2.6.5 eða 7.2.6.6).

7.2.4.2. Innihaldi áburðurinn kalsíumsýanamíð

er nítatrundið köfnunarefni ákvarðað sem mismunur á niðurstöðum úr 7.2.2.4 og 7.2.3.2 og á niðurstöðum úr 7.2.2.4 og summu niðurstaðna úr (7.2.5.5), (7.2.6.3 eða 7.2.6.5 eða 7.2.6.6) og (7.2.7).

7.2.5. Ammoníakbundið köfnunarefni

7.2.5.1. Þegar áburðurinn inniheldur eingöngu ammoníakbundið köfnunarefni og ammoníak- og nítatrundið köfnunarefni

Deiliskammtur af síuvökvanum (7.2.1.1), sem inniheldur í mesta lagi 100 mg af ammoníakbundnu köfnunarefni, er fluttur með nákvæmnisrennipípu yfir í flösku eimingartækisins (5.1). Vatni er bætt við þannig að heildarrúmmálið sé 350 ml ásamt nokkrum kornum til að varna höggusuðu (4.28) til að auðvelda suðuna. Flaskan er tengd við eimingarbúnaðinn, 20 ml af natríumhýdroxíðlausn (4.9) bætt við og eimað á þann hátt sem lýst er í 7.1.1.2.

7.2.5.2. Framsetning niðurstaðna

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

þar sem

a = fjöldi millilítra af 0,2 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við núllprófunina sem framkvæmd er með því að flytja 50 ml af 0,2 mól/l staðallausn brennisteinssýru (4.8) með rennipípu yfir í viðtökuflát búnaðarins (5.1),

A = fjöldi millilítra af 0,2 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við greininguna,

M = massi sýnis í deiliskammtinum, sem tekinn var til ákvörðunar, gefinn upp í grömmum.

7.2.5.3. Innihaldi áburðurinn þvagefni og/eða sýanamíðbundið köfnunarefni

Deiliskammtur af síuvökvanum (7.2.1.1 eða 7.2.1.2), sem inniheldur í mesta lagi 20 mg ammoníakbundins köfnunarefnis, er fluttur með nákvæmnisrennipípu yfir í þurra flösku eimingarbúnaðarins (5.2). Síðan er búnaðurinn settur saman. Með rennipípu eru 50 ml af 0,1 mól/l staðallausn brennisteinssýru (4.17) og nægilegt magn af eimuðu vatni til að borð vökvans sé um 5 cm fyrir ofan opið á aðrennslisrörinu flutt yfir í 300 ml keiluflösku. Eimuðu vatni er hellt niður um hliðarhálsinn á flöskunni þar til innihald hennar er um 50 ml. Þessu er blandað saman. Til að koma í veg fyrir froðumyndun við loftun er nokkrum dropum af oktylalkóhóli (4.18) bætt við. Þá er lausnin gerð basísk með 50 ml af mettaðri kalíumkarbónatlausn (4.19) og strax tekið til við að fjarlægja ammoníakið sem losnar úr kaldri sviflausninni. Til þess þarf sterkan loftstraum (u.þ.b. 3 l flæði á mínútu) sem er hreinsaður áður með því að láta hann fara gegnum skolflöskur sem innihalda þynnta brennisteinssýru og þynnt natríumhýdroxíð. Í stað þrýstilofts er einnig hægt að nota lofttæmi (vatnsdælu), að því tilskildu að tengingin milli inntaksrörsins og flöskunnar, sem tekur við ammoníakinu, sé nógu loftþétt. Fjarlægingu ammoníaks er venjulega lokið á þremur klukkustundum. Þó er skynsamlegt að ganga úr skugga um að svo sé með því að skipta um viðtökuflösku. Að þessu loknu er flaskan losuð frá búnaðinum og rörendinn og innra borð flöskunnar skolað með dálitlu af eimuðu vatni. Umframsýra er títruð með 0,1 mól/l staðallausn natríumhýdroxíðs (4.20) þar til litvísirinn verður grár (4.29.1).

7.2.5.4. Núllprófun

Sjá 7.1.1.3.

7.2.5.5. Framsetning niðurstaðna

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

þar sem

a = fjöldi millilítra af 0,1 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við núllprófunina sem framkvæmd er með því að flytja 50 ml af 0,1 mól/l staðallausn brennisteinssýru (4.17) með rennipípu yfir í 300 ml keiluflösku búnaðarins (5.2),

A = fjöldi millilítra af 0,1 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við greininguna,

M = massi sýnis í deiliskammtinum, sem tekinn var til greiningar, gefinn upp í grömmum.

7.2.6. Þvagefnisbundið köfnunarefni

7.2.6.1. Úreasaaðferð

Deiliskammtur af síuvökvanum (7.2.1.1 eða 7.2.1.2), sem inniheldur ekki meira en 250 mg af þvagefnisbundnu köfnunarefni, er fluttur með nákvæmnisrennipípu yfir í 500 ml mæliflösku. Til að fella fosfötin út er dálitlu af mettaðri baríumhýdroxíðlausn (4.21) bætt við þar til útfellingu lýkur. Þá er umframmagn baríumjóna fjarlægt (og uppleystar kalsíumjónir ef þær eru til staðar) með 10% natríumkarbónatlausn (4.22).

Lausnin er lätin standa og gengið úr skugga um að útfellingin sé algjör. Fyllt er að markinu, þessu blandað saman og síðan í gegnum samanbrotna síu. Þá eru 50 ml af síuvökva fluttir með rennipípu yfir í 300 ml keiluflösku búnaðarins (5.3). Síuvökvinn er sýrður með 2 mól/l saltsýru (4.23) þar til sýrustigsmælir sýnir sýrustig 3,0 (5.5). Þá er sýrustigið hækkað upp í 5,4 með 0,1 mól/l natríumhýdroxíði (4.20).

Til að koma í veg fyrir að ammoníak tapist meðan úreasinn brotnar niður er keiluflöskunni lokað með tappa sem búinn er skiltrekt og lítilli loftbólugildru sem inniheldur nákvæmlega 2 ml af staðallausn 0,1 mól/l saltsýru (4.24). Þá er 20 ml af úreasalausn (4.25) hellt í skiltrektina og lausnin lätin standa í eina klukkustund við 20–25 °C. Þá eru 25 ml af staðallausn 0,1 mól/l saltsýru (4.24) fluttir með rennipípu yfir í lausnina gegnum skiltrektina og trektin síðan skoluð með dálitlu vatni. Á sama hátt er allt innihald öryggislátsins fært yfir í lausnina í keiluflöskunni. Umframsýran er títruð með 0,1 mól/l staðallausn af natríumhýdroxíði (4.20) þar til sýrustigsmælir sýnir sýrustigið 5,4.

7.2.6.2. Núllprófun

Sjá 7.1.1.3.

7.2.6.3. Framsetning niðurstaðna

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

þar sem

a = fjöldi millilítra af 0,1 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við núllprófunina sem framkvæmt er við nákvæmlega sömu skilyrði og greiningin,

A = fjöldi millilítra af 0,1 mól/l staðallausn natríum- eða kalíumhýdroxíðs sem er notaður við greininguna,

M = massi sýnis í deiliskammtinum, sem tekinn var til greiningar, gefinn upp í grömmum.

Athugasemd

- (1) Eftir útfellingu með baríumhýdroxíð- og natríumkarbónatlausnum er fyllt að markinu, síað og lausnin gerð hlutlaus eins fljótt og framast er unnt.
- (2) Títrunarprófunina má einnig gera með litvísi (4.29.2) en þá er erfiðara að fylgjast með endapunktinum.

7.2.6.4. Þyngdarmæling með xanthýdróli

Deiliskammtur af síuvökvanum (7.2.1.1 eða 7.2.1.2), sem inniheldur ekki meira en 20 mg þvagefnis, er fluttur með nákvæmnisrennipípu yfir í 250 ml bikarglas. 40 ml af ediksýru (4.14) er bætt við. Hrært er í með glerstaf í eina mínútu og lausnin látin standa í fimm mínútur þannig að hugsanlegt botnfall geti sest til. Lausnin er síuð í gegnum flata síu yfir í 100 ml bikarglas, skolað er með nokkrum millílítrum af ediksýru (4.14) og síðan er 10 ml af xanthýdróli (4.26) bætt við síuvökvanum í dropatali og um leið hrært án afláts með glerstaf. Lausnin er látin standa og um leið og útfellingar verður vart er hrært aftur í eina til tvær mínútur. Síðan er hún látin standa í eina og hálfa klukkustund. Lausnin er síuð við svolítinn undirþrýsting gegnum glersíudeiglu sem hefur áður verið þurrkuð og vegin; botnfallið er þvegið þrisvar sinnum með 5 ml af etanóli (4.31) án þess að reynt sé að losa alla ediksýruna. Síudeiglan er sett í hitaskápinn í eina klukkustund við 130 °C (hitinn má ekki fara yfir 145 °C). Hún er látin kólna í þurrkara og síðan vegin.

7.2.6.5. Framsetning niðurstaðna

$$\% \text{þvagefnisbundið köfnunarefni} + \text{bíúret} = \frac{6,67 \times m_1}{M_2}$$

þar sem

m_1 = massi botnfalls, gefinn upp í grömmum,

M_2 = massi sýnis í deiliskammtinum, sem tekinn var til ákvörðunar, gefinn upp í grömmum.

Leiðrétt er með hliðsjón af niðurstöðum úr núllprófuninni. Yfirleitt er hægt að reikna bíúret með þvagefnisbundna köfnunarefninu án mikillar skekkju þar eð raungildi innihalds þess í fjölgildum áburði er lítið.

7.2.6.6. Ákvörðun út frá mismun

Þvagefnisbundið köfnunarefni má einnig reikna samkvæmt eftirfarandi töflu:

Dæmi	Nítratbundið köfnunarefni	Ammoníakbundið köfnunarefni	Sýanamíðbundið köfnunarefni	Þvagefnisbundið köfnunarefni
1	0	+	+	(7.2.2.4) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
2	+	+	+	(7.2.3.2) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
3	0	+	0	(7.2.2.4) – (7.2.5.5)
4	+	+	0	(7.2.3.2) – (7.2.5.5)

7.2.7. Sýanamíðbundið köfnunarefni

Deiliskammtur síuvökva (7.2.1.2), sem inniheldur 10–30 mg sýanamíðbundins köfnunarefnis, er settur í 250 ml bikarglas. Greiningu er haldið áfram í samræmi við aðferð 2.4.

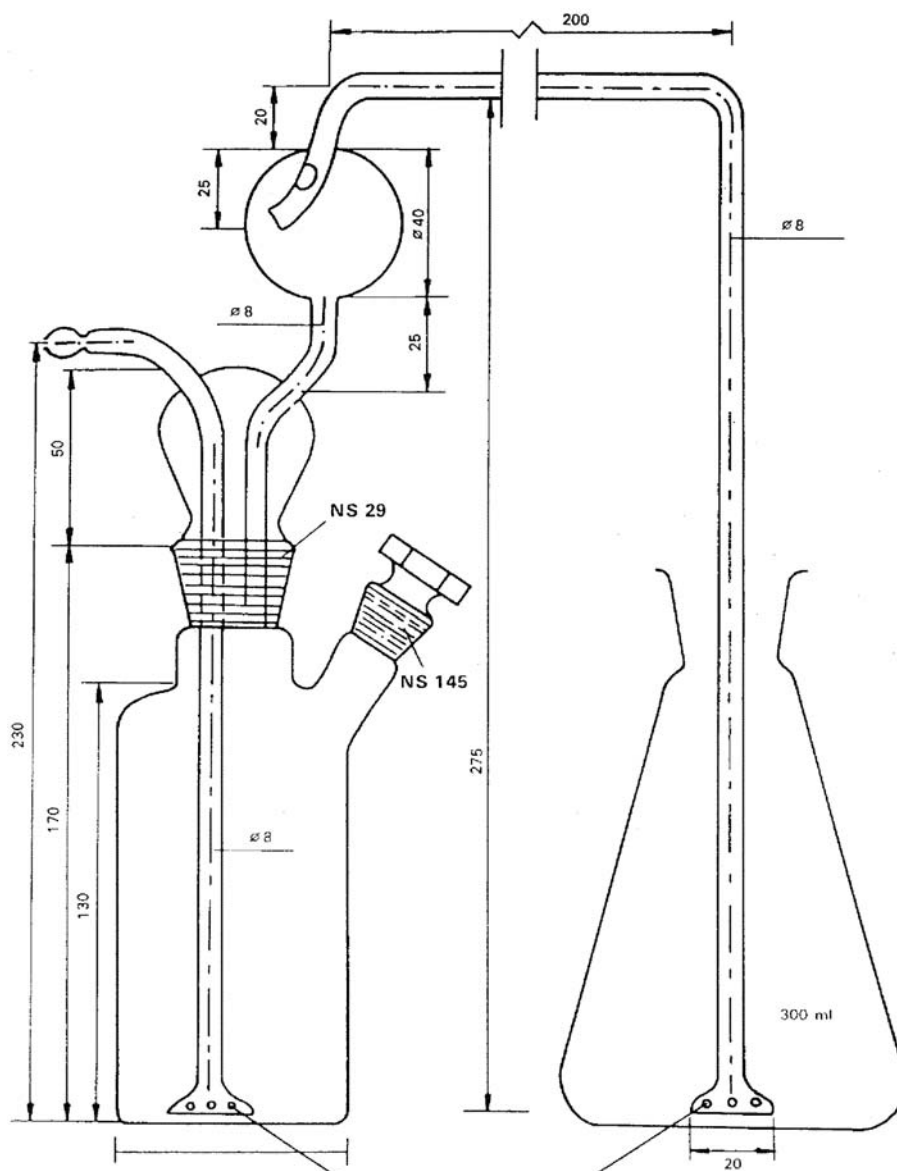
8. **Sannprófun niðurstaðna**

8.1. Í tilteknum tilvikum getur komið fram munur á heildarinnihaldi köfnunarefnis sem er ákvarðað beint í vegnu sýni (7.1) og heildarinnihaldi leysanlegs köfnunarefnis (7.2.2). Mismunurinn ætti þó ekki að vera meiri en 0,5%. Ef svo er ekki inniheldur áburðurinn óleysanlegt köfnunarefni í formum sem eru ekki í skránni í I. viðauka.

8.2. Fyrir hverja greiningu skal ganga úr skugga um að búnaðurinn starfi rétt og að greiningaraðferðinni sé beitt á réttan hátt með staðallausn sem inniheldur mismunandi form köfnunarefnis í svipuðum hlutföllum og í prófunarsýninu. Þessi staðallausn er tilreidd úr staðallausnum kalíumþíósýanats (4.3), kalíumnítrats (4.4), ammoníumsúlfats (4.5) og þvagefnis (4.6).

6. mynd

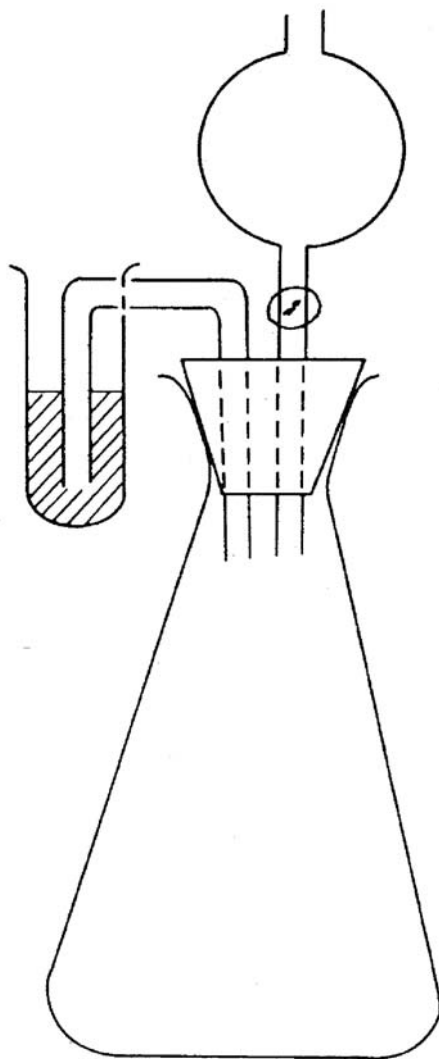
Búnaður til að ákvarða ammoníakbundið köfnunarefni (7.2.5.3)



Sex op sem hvert um sig er 1 mm í þvermál

7. mynd

Búnaður til að ákvarða þvagefnisbundið köfnunarefni (7.2.6.1)



Aðferð 2.6.2

Ákvörðun á mismunandi formum köfnunarefnis í áburði sem inniheldur einungis köfnunarefni í formi nitrats, ammoníaks og þvagefnis**1. Markmið**

Markmiðið með þessu skjali er að tilgreina einfaldaða aðferð til að ákvarða mismunandi form köfnunarefnis í áburði sem inniheldur einungis köfnunarefni í formi nitrats, ammoníaks og þvagefnis.

2. Notkunarsvið

Unnt er að nota þessa aðferð fyrir allan áburð sem um getur í I. viðauka og inniheldur eingöngu níturat-, ammoníak- eða þvagefnisbundið köfnunarefni.

3. Grundvöllur aðferðar

Eftirfarandi ákvarðanir skulu gerðar á mismunandi hlutum sömu sýnislausnar:

3.1. Heildarinnihald leysanlegs köfnunarefnis:

3.1.1. innihaldi áburðurinn engin nitröt er innihaldið ákvarðað beint með Kjeldahls-niðurbroti á lausninni,

3.1.2. innihaldi áburðurinn nitröt er innihaldið ákvarðað með Kjeldahls-niðurbroti á hluta lausnarinnar eftir afoxun með aðferð Ulsch og er ammoníakið þá ákvarðað í báðum tilvikum eins og lýst er í aðferð 2.1.

3.2. Heildarinnihald leysanlegs köfnunarefnis, að nítatbundnu köfnunarefni undanskildu: innihaldið er ákvarðað með Kjeldahls-niðurbroti eftir að nítatbundið köfnunarefni hefur verið numið brott í súrum miðli með ferrósúlfati og er ammoníakið þá ákvarðað eins og lýst er í aðferð 2.1.

3.3. Nítatbundið köfnunarefni er reiknað sem mismunur á liðum 3.1.2 og 3.2 eða á heildarinnihaldi leysanlegs köfnunarefnis (3.1.2) og summu ammoníaks- og þvagefnisbundins köfnunarefnis (3.4 + 3.5).

3.4. Ammoníakbundið köfnunarefni er ákvarðað með kaldeimingu í vægt basísku umhverfi; ammoníakinu er safnað í staðallausn brennisteinssýru og ákvarðað eins og lýst er í aðferð 2.1.

3.5. Þvagefnisbundið köfnunarefni er ákvarðað:

3.5.1. annaðhvort með ummyndun með úreasa í ammoníak, sem er mælt með titrun með staðallausn saltsýru, eða

3.5.2. með þyngdarmælingu með xanthýdróli: reikna má bíúretið, sem er felld út samtímis, með þvagefnisbundna köfnunarefninu án þess að það skekki niðurstöðuna að ráði þar eð raungildi innihalds þess í fjölgildum áburði er yfirleitt lítið eða

3.5.3. út frá mismun samkvæmt eftirfarandi töflu:

Dæmi	Nítatbundið köfnunarefni	Ammoníakbundið köfnunarefni	Mismunur
1	0	+	(3.1.1) – (3.4)
2	+	+	(3.2) – (3.4)

4. Prófefni

Eimað eða steinefnasneytt vatn.

4.1. Kalíumsúlfat af greiningarhreinleika.

4.2. Járn af greiningarhreinleika, afoxað með vetni (tilgreint járn magn verður að geta afoxað a.m.k. 50 mg af nítatbundnu köfnunarefni).

4.3. Kalíumníturat af greiningarhreinleika.

4.4. Ammoníumsúlfat af greiningarhreinleika.

4.5. Þvagefni af greiningarhreinleika.

4.6. Brennisteinssýrulausn: 0,2 mól/l

4.7. Óblönduð natríumhýdroxíðlausn: um 30% (massi miðað við rúmmál) vatnslausn NaOH, ammoníakfrí.

- 4.8. Natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn: 0,2 mól/l, karbónatfrí
- 4.9. Brennisteinssýra ($d_{20} = 1,84$ g/ml)
- 4.10. Þynnt saltsýra: einn hluti saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) og einn hluti af vatni.
- 4.11. Ediksýra: 96 til 100%
- 4.12. Brennisteinssýrulausn sem inniheldur u.þ.b. 30% af H_2SO_4 (massi miðað við rúmmál), ammoníakfrí.
- 4.13. Ferrósúlfat: kristallað, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$
- 4.14. Títtruð brennisteinssýrulausn: 0,1 mól/l
- 4.15. Oktýlalkóhól
- 4.16. Mettuð kalíumkarbónatlausn
- 4.17. Natríum- eða kalíumhýdroxíð: 0,1 mól/l
- 4.18. Mettuð baríumhýdroxíðlausn
- 4.19. Natríumkarbónatlausn: 10% (massi miðað við rúmmál).
- 4.20. Saltsýra: 2 mól/l
- 4.21. Saltsýrulausn: 0,1 mól/l
- 4.22. *Úreasalausn*
Búin er til sviflausn úr 0,5 g af virkum úreasa í 100 ml af eimuðu vatni og sýrustig stillt með 0,1 mól/l saltsýru (4.21) þar til sýrustigsmælir sýnir 5,4.
- 4.23. *Xanthýdról*
5% lausn í etanóli eða metanóli (4.28) (ekki skal nota vörur sem gefa hátt hlutfall óleysanlegs efnis). Lausnina má geyma í þrjá mánuði í myrkri í flösku sem er lokað þétt með tappa.
- 4.24. *Hvati*
Koparoxíð (CuO): 0,3–0,4 g fyrir hverja ákvörðun eða jafngilt magn fimmvatnaðs koparsúlfats ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) frá 0,95–1,25 g fyrir hverja ákvörðun.
- 4.25. Vikurkorn þvegin með saltsýru og glædd
- 4.26. *Litvísislausnir*
- 4.26.1. Blandaður litvísir
Lausn A: 1 g af metýlrauða er leyst upp í 37 ml af 0,1 mól/l natríumhýdroxíðlausn og fyllt að einum lítra með vatni.
Lausn B: 1 g af metýlenbláa er leyst upp í vatni og fyllt að einum lítra.
Einum hluta af A er blandað saman við tvo hluta af B.
Þessi litvísir er fjólublár í súrri lausn, grár í hlutlausri lausn og grænn í basískri lausn. Notaðir eru 0,5 ml (10 dropar) af þessum litvísi.
- 4.26.2. Litvísislausn með metýlrauða
0,1 g af metýlrauða er leyst upp í 50 ml af 95% etanóli. Fyllt er að 100 ml með vatni og síað ef nauðsyn krefur. Nota má fjóra til fimm dropa af þessum litvísi í stað fyrrgreinds litvísi.
- 4.27. *Litvísispappír*
Lakk mús, brómþýmólblár (eða annar pappír sem sýnir svörun við sýrustigi 6–8).
- 4.28. Etanól eða metanól: 95% (massi miðað við rúmmál)

5. **Búnaður**5.1. *Eimingarbúnaður*

Sjá aðferð 2.1.

5.2. *Búnaður til ákvörðunar á ammoníakbundnu köfnunarefni (7.5.1)*

Sjá aðferð 2.6.1 og 6. mynd.

5.3. *Búnaður til ákvörðunar á þvagefnisbundnu köfnunarefni með úreasaaðferðinni (7.6.1)*

Sjá aðferð 2.6.1 og 7. mynd.

5.4. Snúningshristari (35–40 snúningar á mínútu)

5.5. Sýrustigsmælir

5.6. *Búnaður úr gleri:*

nákvæmnisrennipípur, 2, 5, 10, 20, 25, 50 og 100 ml,

hálslangar Kjeldahls-flöskur, 300 og 500 ml,

mæliflöskur, 100, 250, 500 og 1 000 ml,

deigljur úr hertu gleri, opstærð 5–15 µm,

mortél.

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. **Aðferðir**7.1. *Tilreiðsla lausnar fyrir greiningu*

Vegin eru 10 g sýnis með 1 mg nákvæmni og sett í 500 ml mæliflösku. Þá er 50 ml af vatni bætt við og síðan 20 ml af þynntri saltsýru (4.10). Hrist. Látið standa þar til allri koltvísýringsmyndun er lokið. 400 ml af vatni er bætt við og lausnin hrist í hálfa klukkustund (5.4), fyllt að markinu með vatni, þessu blandað saman og síað í gegnum þurra síu yfir í þurrt ílát.

7.2. *Heildarköfnunarefni*

7.2.1. Innihaldi áburðurinn engin nítröt

Skammtur af síuvökvanum (7.1), sem inniheldur í mesta lagi 100 mg N, er fluttur með rennipípu yfir í 300 ml Kjeldahls-flösku. 15 ml af óblandaðri brennisteinssýru (4.9) er bætt við, 0,4 g af koparoxíði eða 1,25 g af koparsúlfati (4.24) ásamt nokkrum glerkúlum til að hafa stjórn á suðunni. Í fyrstu er hitað við vægan hita til að setja efnahvörfin af stað og síðan er hitinn aukinn þar til vökvinn verður litlaus eða fölgrænn og hvítar gufur sjást greinilega. Eftir kælingu er lausnin færð yfir í eimingarflösku, þynnt með vatni að um 500 ml og nokkrum vikurkornum bætt við (4.25). Flaskan er tengd við eimingarbúnaðinn (5.1) og ákvörðunin gerð á þann hátt sem lýst er í 7.1.1.2, aðferð 2.6.1.

7.2.2. Innihaldi áburðurinn nítröt

Hluti af síuvökvanum (7.1), sem inniheldur innan við 40 mg af nítratbundnu köfnunarefni, er fluttur með rennipípu yfir í 500 ml keiluflösku. Á þessu stigi greiningarinnar skiptir heildarmagn köfnunarefnis ekki máli. Þá er 10 ml af 30% brennisteinssýru (4.12) og 5 g af afoxuðu jámi (4.2) bætt við og keiluflokkunni tafarlaust lokað með úrgleri. Lausnin er hituð við vægan hita þar til efnahvörfin eru stöðug en ekki kröftug. Þegar þar er komið er hætt að hita og lausnin látin standa við stofuhita í minnst þrjá klukkustundir. Vökvinn er allur fluttur yfir í 250 ml mæliflösku en óleyst járn skilið eftir. Fyllt að markinu með vatni. Blandist vel saman. Hluti, sem inniheldur í mesta lagi 100 mg köfnunarefnis, er fluttur með rennipípu yfir í 300 ml Kjeldahls-flösku. 15 ml af óblandaðri brennisteinssýru (4.9) er bætt við ásamt 0,4 g af koparoxíði eða 1,25 g koparsúlfati (4.24) og nokkrum glerkúlum til að hafa stjórn á suðunni. Í fyrstu er hitað við vægan hita til að setja efnahvörfin af stað og síðan er hitinn aukinn þar til vökvinn verður litlaus eða fölgrænn og hvítar gufur sjást greinilega. Eftir kælingu er öll lausnin færð yfir í eimingarflösku, þynnt með vatni að um 500 ml og nokkrum vikurkornum bætt við (4.25). Flaskan er tengd við eimingarbúnaðinn (5.1) og ákvörðuninni haldið áfram á þann hátt sem lýst er í 7.1.1.2, aðferð 2.6.1.

7.2.3. Núllprófun

Núllprófun (þar sem sýninu er sleppt) er gerð við sömu skilyrði og skal tala mið af henni þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

7.2.4. Framsetning niðurstaðna

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

þar sem

a = fjöldi millilítra af titraðri 0,2 mól/l natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn (4.8) sem er notaður við núllprófunina sem framkvæmd er með því að flytja 50 ml af titraðri 0,2 mól/l brennisteinssýrulausn yfir í viðtökuflát búnaðarins (4.6),

A = fjöldi millilítra af titraðri 0,2 mól/l natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn (4.8) sem er notaður við greininguna,

M = massi prófunarsýnis í deiliskammtinum (7.2.1 eða 7.2.2), gefinn upp í grömmum.

7.3. *Heildarinnihald köfnunarefnis, að því nítarbundna undanskildu*

7.3.1. Greining

Deiliskammtur af síuvökvanum (7.1), sem inniheldur innan við 50 mg köfnunarefnis til ákvörðunar, er fluttur með rennipípu yfir í 300 ml Kjeldahls-flösku. Þynnt er með vatni að 100 ml og 5 g af ferrósúlfati (4.13), 20 ml af óblandaðri brennisteinssýru er bætt við (4.9) ásamt nokkrum glerkúlum til að hafa stjórn á suðunni. Hitað er við vægan hita í fyrstu en síðan við hærri hita þar til hvítar gufur koma í ljós. Efnahvörfunum er haldið áfram í 15 mínútur í viðbót. Þá er hitun hætt og 0,4 g af koparoxíði eða 1,25 g af koparsúlfati (4.24) bætt við sem hvata. Aftur er hitað og hvítar gufur látnar myndast í 10–15 mínútur í viðbót. Eftir kælingu er allt innihald Kjeldahls-flöskunnar fært yfir í eimingarflösku búnaðarins (5.1). Þynnt er með vatni að um 500 ml og nokkrum vikurkornum bætt við (4.25). Flaskan er tengd við eimingarbúnaðinn og ákvörðuninni haldið áfram skv. 7.1.1.2, aðferð 2.6.1.

7.3.2. Núllprófun

Sjá 7.2.3.

7.3.3. Framsetning niðurstaðna

$$\% \text{ þvagefnisbundið köfnunarefni} + \text{bíúret} = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

þar sem

a = fjöldi millilítra af titraðri 0,2 mól/l natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn (4.8) sem er notaður við núllprófunina sem framkvæmd er með því að flytja 50 ml af titraðri 0,2 mól/l brennisteinssýrulausn (4.6) með rennipípu yfir í viðtökuflát búnaðarins,

A = fjöldi millilítra af titraðri 0,2 mól/l natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn sem er notaður við greininguna,

M = massi prófunarsýnis í deiliskammtinum, sem notaður er til ákvörðunar, gefinn upp í grömmum.

7.4. *Nítarbundið köfnunarefni*

er fundið út frá mismuni á:

$$7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.3)$$

eða

$$7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.5)$$

eða

$$7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.6)$$

7.5. *Ammoníakbundið köfnunarefni*

7.5.1. Greining

Hluti af síuvökvanum (7.1), sem inniheldur í mesta lagi 20 mg af ammoníakbundnu köfnunarefni, er fluttur með rennipípu yfir í þurra flösku búnaðarins (5.2). Eimingarbúnaðurinn er settur saman. Nákvæmlega 50 ml af títraðri 0,1 mól/l brennisteinssýrulausn (4.14) er sett í 300 ml keiluflösku með rennipípu ásamt svo miklu eimuðu vatni að vökvaborðið sé um 5 cm fyrir ofan opið á inntaksrörinu. Eimuðu vatni er hellt niður um hliðarhálssinn á flöskunni þar til innihald hennar er um 50 ml. Lausnin er hrist. Til að koma í veg fyrir froðumyndum við loftstreymið er nokkrum dropum af oktylalkóhólí (4.15) bætt við. Þá er 50 ml af mettaðri kalíumkarbónatlausn (4.16) bætt við og tafarlaust tekið til við að fjarlægja ammoníakið sem losnar þannig úr kaldri sviflausninni. Til þess þarf sterkan loftstraum (u.þ.b. 3 l flæði á mínútu) sem er hreinsaður áður með því að senda hann í gegnum skolflooskur sem innihalda þynnta brennisteinssýru og þynnt natriumhýdroxíð. Í stað þrýstilofts er einnig hægt að nota undirþrýsting (vatnsogdælu) að því tilskildu að tengingin við búnaðinn sé loftþétt.

Ammoníakið er venjulega horfið eftir þrjár klukkustundir.

Þó er æskilegt að gengið sé úr skugga um það með því að skipta um keilufloosku. Þegar ferlinu er lokið er keiluflooskan losuð frá búnaðinum og endi inntaksrörsins og innra borð keiluflooskunnar skolað með dálitlu af eimuðu vatni og umframsýran títruð með staðlaðri 0,1 mól/l natriumhýdroxíðlausn (4.17).

7.5.2. Núllprófun

Sjá 7.2.3.

7.5.3. Framsetning niðurstaðna

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

þar sem

a = fjöldi millilítra af títraðri 0,1 mól/l natrium- eða kalíumhýdroxíðlausn (4.17) sem er notaður við núllprófunina sem framkvæmd er með því að flytja 50 ml af títraðri 0,1 mól/l brennisteinssýrulausn (4.14) með rennipípu yfir í 300 ml keilufloosku búnaðarins (5.2),

A = fjöldi millilítra af títraðri 0,1 mól/l natrium- eða kalíumhýdroxíðlausn sem er notaður við greininguna (4.17),

M = massi sýnis í deiliskammtinum, sem er notaður fyrir greininguna, gefinn upp í grömmum.

7.6. *Þvagefnisbundið köfnunarefni*

7.6.1. Úreasaaðferðin

Hluti af síuvökvanum (7.1), sem inniheldur ekki meira en 250 mg af þvagefnisbundnu köfnunarefni, er fluttur með rennipípu yfir í 500 ml mælifloosku. Til að fella fosfötin út er viðeigandi magni af mettaðri baríumhýdroxíðlausn (4.18) bætt við þar til frekari viðbót veldur ekki meiri útfellingu. Þá er umframmagn baríumjóna fjarlægt (og uppleystar kalsíumjónir ef þær eru til staðar) með 10% natriumkarbónatlausn (4.19). Lausnin er látin standa og gengið er úr skugga um að útfellingin sé algjör. Fyllt er að markinu, þessu blandað saman og síað gegnum samanbrotinn síupappír. Þá eru 50 ml af síuvökva fluttir með rennipípu yfir í 300 ml keilufloosku búnaðarins (5.3). Síuvökvinn er sýrður með 2 mól/l saltsýru (4.20) þar til sýrustigsmælir sýnir sýrustig 3. Þá er sýrustigið hækkað upp í 5,4 með 0,1 mól/l natriumhýdroxíði (4.17). Til að koma í veg fyrir ammoníakstap við vatnsrof úreasans er keiluflooskunni lokað með tappa sem búinn er trekt með krana og litlu öryggisíláti sem inniheldur nákvæmlega 2 ml af 0,1 mól/l saltsýrulausn (4.21). 20 ml af úreasalausn (4.22) er hellt niður um trektina. Látið standa í eina klukkustund við 20–25 °C. Þá eru 25 ml af staðlaðri 0,1 mól/l saltsýrulausn (4.21) settir með rennipípu niður um trektina yfir í lausnina og trektin síðan skoluð með dálitlu vatni. Innihald öryggisílátsins er einnig flutt yfir í lausnina í keiluflooskunni. Umframsýran er títruð með staðlaðri 0,1 mól/l natriumhýdroxíðlausn (4.17) þar til sýrustigsmælir sýnir sýrustigið 5,4.

Athugasemdir

- Eftir útfellingu með baríumhýdroxíð- og natriumkarbónatlausnum er fyllt að markinu, síað og lausnin gerð hlutlaus eins fljótt og framast er unnt.
- Títrunina má einnig meta með litvísi (4.26) þó að erfiðara sé að fylgjast með litarbreytingunni þannig.

7.6.2. Núllprófun

Sjá 7.2.3.

7.6.3. Framsetning niðurstaðna

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

þar sem

a = fjöldi millilítra af títraðri 0,1 mól/l natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn (4.17) sem er notaður við núllprófunina sem framkvæmd er við nákvæmlega sömu skilyrði og greiningin,

A = fjöldi millilítra af títraðri 0,1 mól/l natríum- eða kalíumhýdroxíðlausn (4.17) sem er notaður við greininguna,

M = massi sýnis í deiliskammtinum, sem er notaður fyrir greininguna, gefinn upp í grömmum.

7.6.4. Þyngdarmæling með xanthýdróli

Hluti af síuvökvanum (7.1), sem inniheldur ekki meira en 20 mg af þvagefni, er fluttur með rennipípu yfir í 100 ml bikarglas. 40 ml af ediksýru (4.11) er bætt við. Hrært er í með glerstaf í eina mínútu. Botnfallið er látið setjast til í fimm mínútur. Þá er síað og skolað með nokkrum millílítrum af ediksýru (4.11). Þá er 10 ml af xanthýdróli bætt við síuvökvan í dropatali (4.23) og um leið er hrært stöðugt með glerstaf. Lausnin er látin standa og um leið og útfelling hefst er hrært aftur í eina til tvær mínútur. Lausnin er látin standa í eina og hálf klukkustund. Síað er við svólíttinn undirþrýsting gegnum glersíudeiglu sem hefur áður verið þurrkuð og vegin; botnfallið er þvegið þrisvar sinnum með 5 ml af etanóli (4.28) án þess að reynt sé að fjarlægja alla ediksýruna. Síudeiglan er sett í hitaskáp í eina klukkustund við 130 °C (hitinn má ekki fara yfir 145 °C). Látið kólna í þurrkara og síðan vigtað.

7.6.5. Framsetning niðurstaðna

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

þar sem

m = massi botnfalls, gefinn upp í grömmum,

M = massi sýnis í deiliskammtinum, sem notaður er til ákvörðunar, gefinn upp í grömmum.

Leiðrétt er með niðurstöðum úr núllprófuninni. Venjulega er hægt að reikna bíúret með þvagefnisbundna köfnunarefninu án þess að það skekki niðurstöðuna að ráði þar eð raungildi innihalds þess í fjölgildum áburði er venjulega lítið.

7.6.6. Ákvörðun út frá mismun

Þvagefnisbundið köfnunarefni má einnig reikna samkvæmt eftirfarandi töflu:

Dæmi	Nítratbundið köfnunarefni	Ammoníakbundið köfnunarefni	Þvagefnisbundið köfnunarefni
1	0	+	(7.2.4) – (7.5.3)
2	+	+	(7.3.3) – (7.5.3)

8. Sannprófun niðurstaðna

Fyrir hverja greiningu skal ganga úr skugga um að búnaðurinn sé í góðu ástandi og að greiningaraðferðum sé beitt á réttan hátt með staðallausn sem inniheldur mismunandi form köfnunarefnis í svipuðum hlutföllum og í sýninu. Staðallausnin er tilreidd úr titruðum lausnum kalíumnítrats (4.3), ammoníumsúlfats (4.4) og þvagefnis (4.5).

Aðferð 3

Fosfór

Aðferð 3.1

Útdráttur

Aðferð 3.1.1

Útdráttur á fosfór sem leysist upp í ólífrænum sýrum1. **Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða fosfór sem leysist upp í ólífrænum sýrum.

2. **Notkunarsvið**

Á einungis við um fosfóraburð sem skráður er í I. viðauka

3. **Grundvöllur aðferðar**

Útdráttur á fosfór úr áburði með blöndu af saltpéturssýru og brennisteinssýru.

4. **Prófefni**

Eimað eða steinefnasneytt vatn.

4.1. Brennisteinssýra ($d_{20} = 1,84$ g/ml)4.2. Saltpéturssýra ($d_{20} = 1,40$ g/ml)5. **Búnaður**

Venjulegur rannsóknarstofubúnaður.

5.1. Kjeldahls-flaska sem tekur a.m.k. 500 ml eða 250 ml flaska með kúptum botni og glerpípu sem gegnir hlutverki baksvala.

5.2. Mæliflaska, 500 ml.

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. **Aðferð**7.1. *Sýni*

2,5 g af undirbúnu sýni eru vegin með 0,001 g nákvæmni og sett í þurra Kjeldahls-flösku.

7.2. *Útdráttur*

15 ml af vatni er bætt við og hrært í til að dreifa efninu. Þá er 20 ml af saltpéturssýru (4.2) bætt við og síðan er 30 ml af brennisteinssýru (4.1) bætt varlega við.

Þegar fyrstu kröftugu efnahvörfin eru hætt er innihald flöskunnar hitað hægt að suðumarki og látið sjóða í 30 mínútur. Látið kólna og þá er um 150 ml af vatni blandað varlega út í. Suðunni er viðhaldið í 15 mínútur.

Lausnin er kæld að fullu og allur vökvinn færður yfir í 500 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu, þessu blandað saman og síað í gegnum þurra, samanbrotna og fosfatfría síu og fyrsta hlutanum af síuvökvanum er hent.

7.3. *Ákvörðun*

Fosfór er ákvarðaður með aðferð 3.2 í deiliskammti af lausninni sem þannig er fengin.

Aðferð 3.1.2

Útdráttur á fosfór sem leysist upp í 2% maurasýru (20 g á lítra)**1. Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða fosfór sem leysist upp í 2% maurasýru (20 g á lítra).

2. Notkunarsvið

Aðferðin er eingöngu notuð fyrir lin, náttúruleg fosföt.

3. Grundvöllur aðferðar

Til að skilja á milli harðra, náttúrulegra fosfata og linra, náttúrulegra fosfata er fosfór, sem leysist upp í maurasýru, dreginn út við tiltekin skilyrði.

4. Prófefni**4.1. Maurasýra, 2% (20 g á lítra)**

Athugasemd

82 ml af maurasýru (styrkur 98–100%, $d_{20} = 1,22$ g/ml) eru þynntir að 5 lítrum með eimuðu vatni.

5. Búnaður

Venjulegur rannsóknarstofubúnaður

5.1. Mæliflaska, 500 ml (t.d. Stohmanns-flaska)**5.2. Snúningshristari (35–40 snúningar á mínútu)****6. Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. Aðferð**7.1. Sýni**

5 g af undirbúnu sýni eru vegin með 0,001 g nákvæmni og sett í þurra 500 ml Stohmanns-mæliflösku (5.1) með víðum hálsi.

7.2. Útdráttur

Meðan mæliflöskunni er snúið án afláts með handafli er 2% maurasýru bætt út í við $20 (\pm 1) ^\circ\text{C}$ (4.1) þar til vökvaborðið er um 1 cm fyrir neðan kvarðamerkið og þá er fyllt að því. Flöskunni er lokað með gúmmítappa og hún hrist í 30 mínútur í snúningshristara við $20 (\pm 2) ^\circ\text{C}$ (5.2).

Lausnin er síuð gegnum þurra, samanbrotna og fosfatfría síu í þurrt glerílát. Fyrsta hluta síuvökvens er hent.

7.3. Ákvörðun

Fosfór er ákvarðaður í deiliskammti af fullkomlega tærum síuvökvanum samkvæmt aðferð 3.2.

Aðferð 3.1.3

Útdráttur á fosfór sem leysist upp í 2% sítrónusýru (20 g á lítra)**1. Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða fosfór sem leysist upp í 2% sítrónusýru (20 g á lítra).

2. Notkunarvið

Aðferð þessi á eingöngu við basískt gjall (sjá I. viðauka A)

3. Grundvöllur aðferðar

Útdráttur á fosfór úr áburðinum með 2% sítrónusýrulausn (20 g á lítra) við tiltekin skilyrði.

4. Prófefni

Eimað eða steinefnasneytt vatn.

4.1. 2% sítrónusýrulausn (20 g á lítra), búin til úr kristallaðri sítrónusýru ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)

Athugasemd

Styrkur sítrónusýrulausnarinnar er sannprófaður með því að títra 10 ml af henni með 0,1 mól/l staðallausn af natríumhýdroxíði með fenólftalín sem litvísi.

Ef lausnin er rétt ættu að hafa verið notaðir 28,55 ml af staðallausn.

5. Búnaður**5.1. Snúningshristari (35–40 snúningar á mínútu)****6. Undirbúningur sýnis**

Greiningin er gerð á vörunni eins og tekið var við henni og eftir að upprunalega sýninu hefur verið blandað vel saman til að tryggja einsleitni þess. Sjá aðferð 1.

7. Aðferð**7.1. Sýni**

5 g af undirbúnu sýni eru vegin með 0,001 g nákvæmni og sett í þurra flösku með nægilega víðum hálsi sem tekur a.m.k. 600 ml svo unnt sé að hrista vökvann rækilega.

7.2. Útdráttur

Við sýnið er bætt 500 (± 1) ml af sítrónusýrulausn við 20 (± 1) °C. Þegar fyrstu millílítrunum af prófefninu er bætt út í er flaskan hrist kröftuglega í höndunum til að stöðva kekkjamyndun og koma í veg fyrir að efnið loði við innra borð flöskunnar. Flöskunni er lokað með gúmmítappa og hún hrist í nákvæmlega 30 mínútur í snúningshristara við 20 (± 2) °C (5.1).

Sýnið er tafarlaust síað gegnum þurra, samanbrotna og fosfatfría síu í þurrt glerílát og fyrstu 20 ml af síuvökvanum hent. Haldið er áfram að sía þar til fengist hefur nægilegt magn síuvökva til að ákvarða fosfór.

7.3. Ákvörðun

Fosfór, sem dreginn er út, er ákvarðaður með aðferð 3.2 í deiliskammti lausnar sem þannig er fengin.

Aðferð 3.1.4**Útdráttur á fosfór sem leysist upp í hlutlausu ammoníumsítrati****1. Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða fosfór sem leysist í hlutlausu ammoníumsítrati.

2. Notkunarvið

Aðferðin er notuð fyrir allan áburð, að því tilskildu að leysni þeirra í hlutlausu ammoníumsítrati sé tilgreind (sjá I. viðauka).

3. Grundvöllur aðferðar

Útdráttur á fosfór við 65 °C með hlutlausri ammoníumsítratlausn (pH-gildi = 7) við tiltekin skilyrði.

4. Prófefni

Eimað eða steinefnasneytt vatn.

4.1. Hlutlaus ammoníumsítratlausn (pH-gildi = 7,0)

Lausnin verður að innihalda 185 g kristallaðrar sítrónusýru á lítra og hafa eðlisþyngd 1,09 við 20 °C og pH-gildið 7,0.

Prófefnið er tilreitt á eftirfarandi hátt:

370 g af kristallaðri sítrónusýru ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) eru leyst upp í 1,5 l af vatni og lausnin gerð u.þ.b. hlutlaus með því að bæta í hana 345 ml af ammoníumhýdroxíðlausn (28–29% NH_3). Ef styrkur NH_3 er minni en 28% er samsvarandi meira magni af ammoníumhýdroxíðlausn bætt út í og sítrónusýran þynnt með samsvarandi minna magni af vatni.

Lausnin er kæld og gerð algjörlega hlutlaus með því að halda rafskautum sýrustigsmælis niðri í lausninni. Ammoníaki er bætt við, 28–29% NH_3 , í dropatali og hrært stöðugt (með vélrænum hræribúnaði) þar til pH-gildið er orðið nákvæmlega 7,0 við 20 °C. Þá er rúmmálið aukið að 2 lítrum og sýrustigið mælt aftur. Prófefnið er geymt í lokuðu íláti og sýrustigið kannað reglulega.

5. Búnaður

5.1. Tveggja lítra bikarglas

5.2. Sýrustigsmælir

5.3. Keilufaska, 200 eða 250 ml

5.4. Mæliflöskur, 500 ml og ein 2 000 ml mæliflaska

5.5. Vatnsbað sem stilla má við hitastigið 65 °C, búið hentugum hræribúnaði (sjá 8. mynd).

6. Undirbúningur sýnis

Sjá aðferð 1.

7. Aðferð**7.1. Sýni**

1 eða 3 g af áburðinum, sem greina á (sjá A- og B-hluta í I. viðauka við reglugerðina), eru sett í 200 eða 250 ml keiluflošku sem inniheldur 100 ml af ammoníumsítratlausn sem hefur verið hituð áður upp í 65 °C.

7.2. Greining lausnarinnar

Tappi er settur í keilufloškuna og hún hrist svo að áburðurinn dreifist um lausnina án þess að kekkir myndist. Tappinn er tekinn úr eitt andartak til að koma jafnvægi á þrýstinginn og keilufloškunni síðan lokað aftur. Keilufloaskan er sett í vatnsbað sem er stillt þannig að innihaldið sé stöðugt nákvæmlega við 65 °C og hún tengd við hræribúnaðinn (sjá 8. mynd). Meðan hrært er verður vökvaborðið í keilufloðskunni ávallt að vera undir borði vatnsins í vatnsbaðinu ⁽¹⁾. Vélræni hræribúnaðurinn er stilltur þannig að dreifingin verði fullkomin.

Þegar hrært hefur verið í nákvæmlega klukkustund er keilufloaskan tekin úr vatnsbaðinu.

Keilufloaskan er tafarlaust kæld undir rennandi vatni niður í stofuhita og allt innihald hennar fært þegar í stað úr keilufloðskunni yfir í 500 ml mæliflošku með vatnsbunu (úr sprautuflošku). Fyllt er að markinu með vatni. Blandist vel saman. Síð er á meðalhraða í gegnum þurra, samanbrotna og fosfatfria síu í þurrt ílát og fyrsta hluta síuvökvangs hent (um 50 ml).

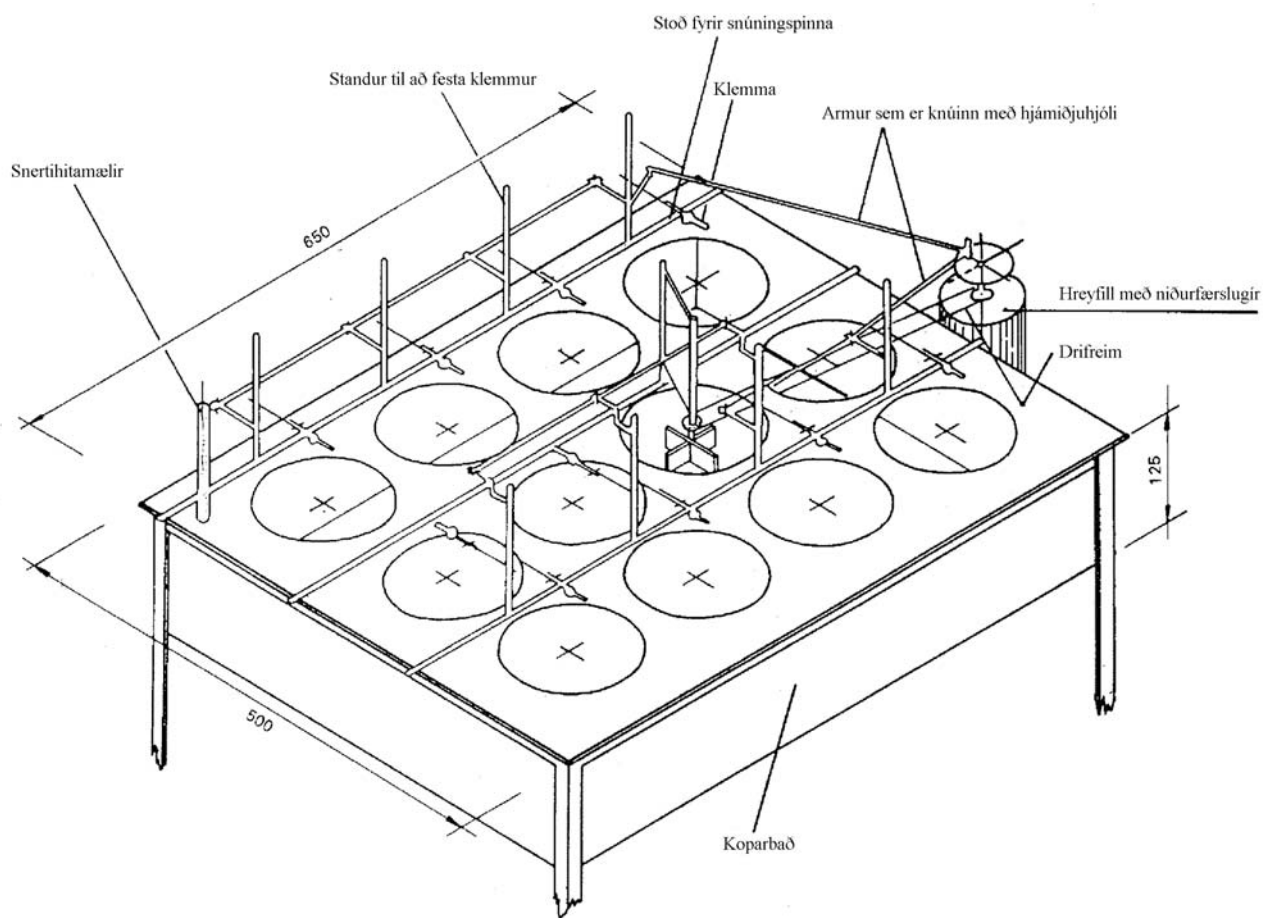
Þannig ætti að fást um 100 ml af tærum síuvökva.

7.3. Ákvörðun

Fosfór er ákvarðaður í útdrættinum, sem þannig er fenginn, samkvæmt aðferð 3.2.

⁽¹⁾ Ef enginn vélrænn hræribúnaður er tiltækur má hrista floðskuna í höndunum á fimm mínútna fresti.

8. mynd



Aðferð 3.1.5

Útdráttur með basísku ammoníumsítrati

Aðferð 3.1.5.1

Útdráttur á leysanlegum fosfór með aðferð Petermanns við 65 °C

1. Gildissvið

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða leysanlegan fosfór í basísku ammoníumsítrati.

2. Notkunarsvið

Aðferðin er eingöngu notuð fyrir tvívatnað tvíkalsíumfosfat ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

3. Grundvöllur aðferðar

Útdráttur á fosfór við 65 °C með basískri ammoníumsítratlausn (Petermann) við tiltekin skilyrði.

4. Prófefni

Eimað vatn eða steinefnasneytt vatn sem hefur sömu eiginleika og eimað vatn.

4.1. Lausn Petermanns

4.2. *Eiginleikar*

Sítrónusýra ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$): 173 g á lítra.

Ammoníak: 42 g á lítra af ammoníakbundnu köfnunarefni.

Sýrustig milli 9,4 og 9,7.

Tilreiðsla úr díammoníumsítrati

931 g af díammoníumsítrati (mólmassi 226,19) eru leyst í um 3 500 ml af vatni í 5 l mæliflösku. Ammoníaki er bætt við í smáskömmtum meðan lausnin er hrist og kæld undir rennandi vatni. Til dæmis þarf að nota 502 ml af ammoníakslausn með $d_{20} = 906$ g/ml sem samsvarar 20,81% ammoníakbundnu köfnunarefni miðað við massa. Hitastigi er haldið við 20 °C, fyllt að markinu með eimuðu vatni og þessu blandað saman.

Tilreiðsla úr sítrónusýru og ammoníaki

865 g af einvatnaðri sítrónusýru eru leyst í um 2 500 ml af eimuðu vatni í íláti sem er um 5 lítrar að rúmmáli. Ílátið er sett í ísbað, ammoníakslausn hellt í það í smáskömmtum niður um trekt sem er með stútinn niðri í sítrónusýrulausninni og hrist stöðugt um leið. Til dæmis þarf, fyrir $d_{20} = 906$ g/ml, sem samsvarar 20,81% innihaldi af ammoníakbundnu köfnunarefni miðað við massa, að bæta við 1 114 ml af ammoníakslausn. Hitastig er stillt við 20 °C, lausnin færð yfir í fimm lítra mæliflösku, eimuðu vatni bætt við að merkinu og þessu blandað saman.

Innihald ammoníakbundins köfnunarefnis er kannað á eftirfarandi hátt:

Yfir í 250 ml mæliflösku eru færðir 25 ml af lausninni og eimuðu vatni bætt við að markinu. Þessu er blandað saman. Innihald ammoníaks er ákvarðað í 25 ml af þessari lausn samkvæmt aðferð 2.1. Ef lausnin er rétt þarf að nota 15 ml af 0,5 N mól/l H_2SO_4 .

Ef innihald ammoníakbundna köfnunarefnisins er meira en 42 g á lítra má fjarlægja NH_3 með loftstraumi af eðalgasi eða vægri hitun til að ná aftur pH-gildinu 9,7. Ákvörðunin er endurtekin.

Ef innihald ammoníakbundna köfnunarefnisins er minna en 42 g á lítra er nauðsynlegt bæta við massanum M af ammoníakslausn:

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

$$\text{eða rúmmál } V = \frac{M}{0,906} \text{ við } 20^\circ\text{C}.$$

Ef V er minna en 25 ml er það sett beint í fimm lítra flöskuna með massann $V \times 0,173$ g af dyftri sítrónusýru.

Ef V er meira en 25 ml er heppilegra að tilreiða nýjan lítra af prófefni á eftirfarandi hátt:

173 g af sítrónusýru eru vegin. Þau eru leyst upp í 500 ml af vatni. Í samræmi við tilgreindar varúðarráðstafanir er bætt við ekki meira en $225 + V \times 1\,206$ ml af ammoníakslausninni sem notuð var til að tilreiða 5 lítra af prófefninu. Fyllt er að markinu með vatni. Þessu er blandað saman.

Þá er þessum lítra blandað saman við 4 975 ml sem áður voru tilreiddir.

5. **Búnaður**

5.1. Vatnsbað sem stilla má við hitastigið 65 (± 1) °C

5.2. Mæliflaska, 500 ml (t.d. Stohmanns-flaska)

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. Aðferð**7.1. Sýni**

1 g af undirbúnu sýni er vegið með 0,001 g nákvæmni og sett í 500 ml mæliflösku (5.2).

7.2. Útdráttur

200 ml af basískri ammoníumsítratlausn (4.1) er bætt við. Mæliflöskunni er lokað með tappa og hún hrist kröftuglega í höndunum til að koma í veg fyrir að kekkir myndist og efnið loði við innra borð flöskunnar.

Flaskan er sett í vatnsbaðið sem stillt er á 65 °C og hrist á fimm mínútna fresti fyrstu hálfu klukkustundina. Tappinn er losaður til að jafna þrýstinginn í hvert sinn eftir að hrist hefur verið. Borðið í vatnsbaðinu ætti að vera jafnhátt og borð lausnarinnar í flöskunni. Flaskan er látin standa í vatnsbaðinu við 65 °C í klukkustund til viðbótar og hrist á 10 mínútna fresti. Þá er hún tekin upp úr, kæld niður í um 20 °C og eimuðu vatni bætt út í upp að 500 ml. Vökvinn er blandaður saman og síaður gegnum þurra, fosfatfría fellingarsíu og fyrsta hluta síuvökvans er hent.

7.3. Ákvörðun

Útdreginn fosfór er ákvarðaður með aðferð 3.2 í deiliskammti af lausninni sem þannig er fengin.

Aðferð 3.1.5.2**Útdráttur á leysanlegum fosfór með aðferð Petermanns við stofuhita****1. Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða fosfór sem leysist upp í köldu, basísku ammoníumsítrati.

2. Notkunarsvið

Notuð einvörðungu fyrir sundruð fosföt.

3. Grundvöllur aðferðar

Útdráttur á fosfór við um 20 °C með basískri ammoníumsítratlausn (lausn Petermanns) við tiltekin skilyrði.

4. Prófefni

Sjá aðferð 3.1.5.1.

5. Búnaður

5.1. Venjulegur rannsóknarstofubúnaður og 250 ml mæliflaska (t.d. Stohmanns-flaska)

5.2. Snúningshristari (35–40 snúningar á mínútu)

6. Undirbúningur sýnis

Sjá aðferð 1.

7. Aðferð**7.1. Sýni**

Vegin eru 2,5 g af undirbúnu sýni með 0,001 g nákvæmni og sett í 250 ml mæliflösku (5.1).

7.2. Útdráttur

Smáskammti af lausn Petermanns við 20 °C er bætt við, hrist er mjög kröftuglega til að koma í veg fyrir að kekkir myndist og að efnið loði við innra borð flöskunnar. Fyllt er að markinu með lausn Petermanns og flöskunni lokað með gúmmítappa.

Lausnin er hrist í snúningshristara (5.2) í tvær klukkustundir. Lausnin er tafarlaust síuð í gegnum þurra, samanbrotna og fosfatfría síu í þurrt ílát og fyrsta hluta síuvökvans er hent.

7.3. *Ákvörðun*

Fosfór er ákvarðaður með aðferð 3.2 í deiliskammti af lausninni sem þannig er fengin.

Aðferð 3.1.5.3

Útdráttur á fosfór, sem leysist upp í basísku ammoníumsítrati, með aðferð Joulies

1. **Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða fosfór sem leysist upp í basísku ammoníumsítrati með aðferð Joulies.

2. **Notkunarsvið**

Aðferðin er notuð fyrir allan eingildan og fjölgildan fosfóraburð þar sem fosfórinn er í formi alkalsíumfosfats.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Útdráttur fer fram með því að hrista kröftuglega saman við basíska ammoníumsítratlausn sem gefin er forskrift fyrir (og með oxíni eftir því sem við á) við um 20 °C.

4. **Prófefni**

Eimað eða steinefnasneytt vatn.

4.1. *Basísk ammoníumsítratlausn, kennd við Joulie*

Lausnin inniheldur 400 g sítrónusýru og 153 g NH_3 á lítra. Innihald óbundins ammoníaks í henni er um 55 g á lítra. Lausnina er unnt að tilreiða samkvæmt annarri hvorri aðferðinni sem lýst er hér á eftir.

4.1.1. Í eins lítra mæliflösku eru 400 g sítrónusýru ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) leyst upp í um 600 ml af ammoníaki ($d_{20} = 0,925 \text{ g/ml}$, þ.e. 200 g af NH_3 á lítra). Sítrónusýrunni er bætt við í 50–80 g skömmum og hitastiginu haldið undir 50 °C. Fyllt að einum lítra með ammoníaki.

4.1.2. Í eins lítra mæliflösku eru 432 g af tvíbasísku ammoníumsítrati ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_7$) leyst upp í 300 ml af vatni. Bætt er við 440 ml af ammoníaki ($d_{20} = 0,925 \text{ g/ml}$). Fyllt að einum lítra með vatni.

Athugasemd

Sannprófun á heildarinnihaldi ammoníaks.

10 ml sýni er tekið úr sítratlausninni og sett í 250 ml flösku. Fyllt er að markinu með eimuðu vatni. Innihald ammoníakbundins köfnunarefnis er ákvarðað í 25 ml af þessari lausn samkvæmt aðferð 2.1.

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

Við þessi skilyrði telst prófefnið rétt ef fjöldi millílítranna við títrun er á bilinu 17,7–18 ml.

Ef svo er ekki er 4,25 ml af ammoníaki ($d_{20} = 0,925 \text{ g/l}$) bætt við fyrir hvern 0,1 ml undir framangreindum 18 ml.

4.2. Dyft 8-hýdroxýkínólín (oxín)

5. **Búnaður**

5.1. Venjulegur rannsóknarstofubúnaður og lítið gler- eða postulínsmortél með stauti

5.2. Mæliflokkur, 500 ml

5.3. Mæliflaska, 1 000 ml

5.4. Snúningshristari (35–40 snúningar á mínútu)

6. Undirbúningur sýnis

Sjá aðferð 1.

7. Aðferð**7.1. Sýni**

1 g af undirbúnu sýninu er vegið með 0,0005 g nákvæmni og sett í lítið mortél. Um 10 dropum af sítrati (4.1) er bætt við til að væta sýnið og síðan er það mulið mjög vandlega með stautnum.

7.2. Útdráttur

20 ml af ammoníumsítrati (4.1) er bætt við, hrært í deig og látið standa í um eina mínútu.

Vökvanum er hellt yfir í 500 ml mæliflösku en agnir, sem kunna að hafa sundrast illa við vætinguna, eru skildar eftir. Þá er 20 ml af sítratlausn (4.1) bætt við leifina, malað eins og áður og vökvanum hellt í mæliflöskuna. Þetta ferli er endurtekið fjórum sinnum þannig að allt sýnið hafi verið fært yfir í flöskuna í lok fimmtu mölunar. Heildarmagn sítrats, sem er notað í þessu ferli, skal vera um 100 ml.

Stauturinn og mortélið er skolað yfir mæliflöskunni með 40 ml af eimuðu vatni.

Mæliflöskunni er lokað með tappa og hrist í snúningshristara (5.4) í þrjár klukkustundir.

Mæflaskan er látin standa í 15–16 klukkustundir og hrist þá aftur í þrjár klukkustundir við sömu skilyrði. Hitastiginu er haldið allan tímann við 20 (± 2) °C.

Fyllt er að markinu með eimuðu vatni. Vökvinn er síaður í gegnum þurran síupappír, fyrsta hluta síuvökvens er hent og tæra síuvökvanum safnað í þurra mæliflösku.

7.3. Ákvörðun

Útdreginn fosfór er ákvarðaður með aðferð 3.2 í deiliskammti lausnar sem þannig er fengin.

8. Viðbætur

Sökum þess að oxín er notað er unnt að beita þessari aðferð fyrir áburð sem inniheldur magnesíum. Mælt er með notkun þess þegar hlutfallið milli magnesíums og fosfóranhýdríðs er stærra en 0,03 ($\text{Mg/P}_2\text{O}_5 > 0,03$). Ef svo er skal bæta 3 g af oxíni við vætt sýnið sem á að greina. Ekki er líklegt að notkun oxíns trufla ákvörðunina þótt magnesíum sé ekki fyrir hendi. Ef fullvíst er að ekkert magníum er í sýninu þarf ekki að nota oxínið.

Aðferð 3.1.6**Útdráttur á vatnsleysanlegum fosfór****1. Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða vatnsleysanlegan fosfór.

2. Notkunar svið

Aðferðin er notuð fyrir allan áburð, að fjölgildum áburði meðtöldum, þegar ákvarða á vatnsleysanlegan fosfór.

3. Grundvöllur aðferðar

Útdráttur í vatni með hristingi við tiltekin skilyrði.

4. Prófefni

Eimað eða steinefnasneytt vatn.

5. Búnaður**5.1. Mæflaska, 500 ml (t.d. Stohmanns-flaska)**

5.2. Snúningshristari (35–40 snúningar á mínútu)

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. **Aðferð**

7.1. *Sýni*

5 g af undirbúnu sýni eru vegin með 0,001 g nákvæmni og sett í 500 ml mæliflösku (5.1).

7.2. *Útdráttur*

Út í flöskuna er bætt við 450 ml af vatni sem skal vera á bilinu 20–25 °C.

Sýnið er hrist í snúningshristarannum (5.2) í þrjátíu mínútur.

Síðan er fyllt að markinu með vatni, hrist vel saman og síað gegnum þurra, samanbrotna og fosfatfría síu í þurt ílát.

7.3. *Ákvörðun*

Fosfór er ákvarðaður með aðferð 3.2 í deiliskammti af lausninni sem þannig er fengin.

Aðferð 3.2

Ákvörðun á útdregnum fosfór

(Þyngdarmæling með kínólínfosfórmólybdati)

1. **Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða fosfór í útdrætti úr áburði.

2. **Notkunarsvið**

Aðferðin er notuð fyrir hvers kyns útdrátt úr áburði ⁽¹⁾ til að ákvarða mismunandi form fosfórs.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Eftir vatnsrof á öðrum formum fosfórs en ortófosfötum, ef um slíkt vatnsrof er að ræða, eru ortófosfórjónir felldar út í súrum miðli sem kínólínfosfórmólybdati.

Eftir síun og þvott er botnfallið þurrkað við 250 °C og vegið.

Við framangreind skilyrði hafa efнасamböndin, sem geta verið í lausninni (ólífrænar og lífrænar sýrur, ammoníumjónir, leysanleg sílköt o.s.frv.), ekki truflandi áhrif ef prófefni, að stofni til úr natríum- eða ammoníummólybdati, er notað við útfellinguna.

4. **Prófefni**

Eimað eða steinefnasneytt vatn.

4.1. Óblönduð saltpéturssýra ($d_{20} = 1,40$ g/ml)

4.2. *Tilreiðsla prófefnis*

4.2.1. Tilreiðsla prófefnis sem er að stofni til úr natríummólybdati

Lausn A: 70 g af natríummólybdatdihýdrati eru leyst upp í 100 ml af eimuðu vatni.

Lausn B: 60 g af einvatnaðri sítrónusýru eru leyst upp í 100 ml af eimuðu vatni og 85 ml af óblandaðri saltpéturssýru (4.1) bætt við.

Lausn C: lausn C er tilreidd með því að hræra lausn A út í lausn B.

⁽¹⁾ Fosfór, sem er leysanlegur í ólífrænum sýrum, vatnsleysanlegur fosfór, fosfór sem er leysanlegur í ammoníumsítratlausnum, fosfór sem er leysanlegur í 2% sítrónusýru og fosfór sem er leysanlegur í 2% maurasýru.

Lausn D: 35 ml af óblandaðri saltpéturssýru (4.1) er bætt út í 50 ml af eimuðu vatni og síðan er 5 ml af nýeimuðu kínólíni bætt við. Þessari lausn er bætt við lausn C, þessu blandað vel saman og látið standa í myrkri yfir nótt. Þá er fyllt að 500 ml með eimuðu vatni, blandað aftur saman og síðan gegnum trekt úr hertu gleri (5.6).

4.2.2. Tilreiðsla prófefnis sem er að stofni til úr ammoníummólýbdati

Lausn A: 100 g af ammoníummólýbdati eru leyst upp í 300 ml af eimuðu vatni við vægan hita og hrært í við og við.

Lausn B: 120 g af einvatnaðri sítrónusýru eru leyst upp í 200 ml af eimuðu vatni og 170 ml af óblandaðri saltpéturssýru (4.1) bætt við.

Lausn C: 10 ml af nýeimuðu kínólíni er bætt við 70 ml af óblandaðri saltpéturssýru (4.1).

Lausn D: lausn A er hellt rólega yfir í lausn B og hrært vel í um leið. Þegar lausnunum hefur verið blandað vel saman er lausn C bætt saman við blönduna og fyllt upp að einum lítra. Lausnin er látin standa á dimmum stað í tvo daga og síuð gegnum trekt úr hertu gleri (5.6).

Nota má prófefnin í 4.2.1 og 4.2.2 á sama hátt; þau skulu bæði geymd í myrkri í flöskum úr pólýetýleni sem er lokað með tappa.

5. Búnaður

5.1. Venjulegur rannsóknarstofubúnaður og 500 ml keiluflaska með víðum hálsi

5.2. Kvarðaðar rennipípur, 10, 25 og 50 ml

5.3. Síudeigla, opstærð 5–20 µm

5.4. Sogflaska (Buchners-flaska)

5.5. Hitaskápur, stilltur á 250 (+ 10) °C

5.6. Trekt úr hertu gleri, opstærð 5–20 µm

6. Aðferð

6.1. Meðferð lausnar

Deiliskammtur er tekinn með rennipípu úr útdrætti úr áburði (sjá töflu 2) sem inniheldur um 0,01 g af P_2O_5 og fluttur yfir í 500 ml keiluflošku. 15 ml af óblandaðri saltpéturssýru ⁽¹⁾ (4.1) er bætt við og þynnt með vatni að um 100 ml.

Tafla 2

Ákvörðun á deiliskömmum fosfatlausna

% P_2O_5 í áburðinum	% P í áburðinum	Sýni til greiningar (g)	Þynning (að ml)	Sýni (ml)	Þynning (að ml)	Sýni til útfellingar (ml)	Breytistuðull kínólínfosfór-mólýbdats (F) í % P_2O_5	Breytistuðull kínólínfosfór-mólýbdats (F') í % P
5–10	2.2 – 4.4	1	500	—	—	50	32,074	13,984
		5	500	—	—	10	32,074	13,984
10–25	4.4 – 11.0	1	500	—	—	25	64,148	27,968
		5	500	50	500	50	64,148	27,968
+ 25	+ 11	1	500	—	—	10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

⁽¹⁾ 21 ml þegar lausnin, sem fella á út, inniheldur meira en 15 ml af sítratlausn (hlutlaust sítrat, basískt sítrat Petermanns eða Joulies).

6.2. *Vatnsrof*

Leiki grunur á að metafosföt, pírófosföt eða fjölfosföt séu í lausninni er vatnsrof framkvæmt á eftirfarandi hátt:

Innihald keiluflöskunnar er hitað að suðumarki við vægan hita og þessu hitastigi haldið þar til vatnsrofinu er lokið (venjulega tekur þetta eina klukkustund). Gæta verður þess að koma í veg fyrir tap sem stafar af skvettum eða of kröftugri uppgufun, sem gæti minnkað upprunalegt rúmmál um meira en helming, með því að setja upp baksvala. Að loknu vatnsrofi er eimuðu vatni bætt við þar til upprunalegu rúmmáli er náð.

6.3. *Deiglan vegin*

Síudeiglan (5.3) er þurrkuð í a.m.k. 15 mínútur í hitaskápnum við 250 (± 10) °C. Eftir kælingu í þurrkara er hún vegin.

6.4. *Útfelling*

Súra lausnin í keiluflöskunni er hituð þar til hún sýður og þá er byrjað að fella kínólínfosfómólýbdatið út með því að bæta við 40 ml af felliefni (prófefni 4.2.1 eða 4.2.2) ⁽¹⁾ í dropatali og hræra stöðugt í um leið. Keilufloaskan er sett í sjóðandi vatnsbað í 15 mínútur og hrist við og við. Lausnina má sía strax eða eftir að hún hefur kólnað.

6.5. *Síun og þvottur*

Lausninni er hellt ofan af og hún síuð við undirþrýsting. Botnfallið er þvegið í keilufloskunni með 30 ml af vatni. Lausninni er hellt ofan af og hún síuð. Þetta ferli er endurtekið fimm sinnum. Afgangurinn af botnfallinu er allur færður yfir í deigluna og skolað með vatni. Botnfallið er þvegið fjórum sinnum með 20 ml af vatni og allt skolvatnið fjarlægt úr deigluinni hverju sinni áður en nýjum skammti er bætt við. Botnfallið er þurrkað vandlega.

6.6. *Deiglan þurrkuð og vegin*

Ytra borð deigluunnar er þurrkað með síupappír. Deiglan er síðan sett í hitaskáp við 250 °C (5.5) og geymd þar uns massi hennar er orðinn stöðugur (venjulega í 15 mínútur) en þá er hún látin kólna niður í stofuhita í þurrkara og vegin strax á eftir.

6.7. *Núllprófun*

Við hverja ákvörðun er gerð núllprófun þar sem aðeins eru notuð sömu prófefni og leysiefni og í sömu hlutföllum og í útdrættinum (sítatlausninni o.s.frv.) og mið tekið af því þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

6.8. *Sannprófun*

Ákvörðunin er gerð með deiliskammti af kalíumtvívetnisfosfatlausn sem inniheldur 0,01 g af P₂O₅.

7. **Framsetning niðurstaðna**

Ef notuð eru sömu sýni til greiningar og þau þynnt á sama hátt og í töflu 2 skal nota eftirfarandi formúlu:

$$\% P \text{ í áburðinum} = (A - a) F'$$

eða

$$\% P_2O_5 \text{ í áburðinum} = (A - a) F$$

þar sem

A = massi kínólínfosfómólýbdats í grömmum,

a = massi kínólínfosfómólýbdats sem fæst í núllprófuninni, í grömmum,

F og F' = stuðlar, tilgreindir í síðustu tveimur dálkum í töflu 2.

⁽¹⁾ Til þess að fella út fosfatlausnir sem innihalda meira en 15 ml af sítatlausn (hlutlaus, Petermanns eða Joulies) og sem hafa verið sýrðar með 21 ml af óblandaðri saltpéturssýru (sjá neðanmálsgrein við 6.1) skal nota 80 ml af prófefni til útfellingar.

Ef notuð eru önnur sýni til greiningar og þau þynnt á annan hátt en í töflu 2 skal beita eftirfarandi formúlu:

$$\% P \text{ í áburðinum} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M_2}$$

eða

$$\% P_2O_5 \text{ í áburðinum} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

þar sem

f og f' = breytistuðlar fyrir kínólínfosfórmólýbdat í $P_2O_5 = 0,032074$, (f) eða í $P = 0,013984$ (f'),

D = þynningarstuðull,

M = massi sýnisins, sem er greint, í grömmum.

Aðferð 4

Kalíum

Aðferð 4.1

Ákvörðun á innihaldi vatnsleysanlegs kalíums

1. **Gildissvið**

Í þessu skjali er skilgreind aðferð til ákvörðunar á vatnsleysanlegu kalíumi.

2. **Notkunarsvið**

Aðferðin er notuð fyrir allan kalíáburð sem tilgreindur er í I. viðauka.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Kalíum í sýninu, sem greina á, er leyst upp í vatni. Eftir að efni, sem gætu truflað magnákvörðun, hafa verið fjarlægð eða bundin er kalíum felld út í vægt basískum miðli sem kalíumtetrafenýlbórat.

4. **Prófefni**

Eimað eða steinefnasneytt vatn.

4.1. *Formaldehýð*

Tær 25–35% formaldehýðlausn.

4.2. Kalíumklóríð af greiningarhreinleika.

4.3. *Natríumhýdroxíðlausn: 10 mól/l*

Hafa skal í huga að einungis má nota kalíumfrítt natríumhýdroxíð.

4.4. *Litvísislausn*

0,5 g af fenólftlíni eru leyst upp í 90% etanóli og fyllt að 100 ml markinu.

4.5. *EDTA-lausn*

4 g af tvívötnuðu tvínatríumsalti af etýlendíamíntetraedíksýru eru leyst upp í vatni í 100 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu og þessu blandað saman.

Prófefnið skal geymt í plastíláti.

4.6. STPB-lausrn

32,5 g af natríumtetrafenýlbóratu eru leyst upp í 480 ml af vatni og 2 ml af natríumhýdroxíðlausrn (4.3) og 20 ml af magnesíumklóríðlausrn (100 g af $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ í lítra) bætt við.

Hrært er í 15 mínútur og síað gegnum fíngerða, öskufríu síu.

Prófefnið skal geymt í plastíláti.

4.7. Skolvökvi

20 ml af STPB-lausrnni (4.6) eru þynntir með vatni að 1 000 ml.

4.8. Brómvatn

Mettuð brómlausrn í vatni.

5. Búnaður

5.1. Mæliflaska, 1 000 ml

5.2. Bikarglas, 250 ml.

5.3. Síudeiglur, opstærð 5–20 μm 5.4. Hitaskápur, stilltur á 120 ($\pm$ 10) °C

5.5. Þurrkari

6. Undirbúningur sýnis

Sjá aðferð 1.

Þegar um kalíumsölt er að ræða verður sýnið að vera svo fínmalað að dæmigert sýni fáið til greiningar. Nota skal a-lið 6. liðar í aðferð 1 fyrir þessar vörur.

7. Aðferð

7.1. Sýni

10 g af undirbúnu sýni eru vegin með 0,001 g nákvæmni (5 g þegar um er að ræða kalíumsölt sem innihalda meira en 50% kalíumoxíð). Þetta sýni er sett í 600 ml bikarglas með um 400 ml af vatni.

Hitað er að suðumarki og látið sjóða í 30 mínútur. Vökvinn er kældur og fluttur allur yfir í 1 000 ml mæliflösku, fyllt að markinu, þessu blandað saman og síað í þurt ílát. Fyrstu 50 ml af síuvökvanum er hent (sjá 7.6, athugasemd varðandi aðferð).

7.2. Tilreiðsla deiliskammts til útfellingar

Deiliskammtur síuvökva, sem inniheldur 25–50 mg af kalíum (sjá töflu 3), er fluttur með rennipípu yfir í 250 ml bikarglas. Fyllt er að 50 ml með vatni ef þörf krefur.

Til að koma í veg fyrir truflanir er 10 ml af EDTA-lausrn (4.5) og nokkrum dropum af fenólfalínlausrn (4.4) bætt út í og natríumhýdroxíðlausrn (4.3) hrært saman við í dropatali þar til lausrnin verður rauð og að lokum er bætt við nokkrum dropum af natríumhýdroxíði til viðbótar til að tryggja umframmagn (venjulega nægir 1 ml af natríumhýdroxíði til að gera sýnið hlutlaust og tryggja umframmagn).

Lausrnin er soðin við vægan hita í 15 mínútur til að fjarlægja megnið af ammoníakinu (sjá b-lið 7.6, athugasemd varðandi aðferð).

Ef nauðsyn krefur er vatni bætt við að 60 ml.

Lausrnin er hituð að suðumarki, þá er hætt að hita bikarglasið og 10 ml af formaldehýði (4.1) bætt út í. Nokkrir dropar af fenólfalíni eru settir út í og, ef þörf krefur, nokkrir dropar í viðbót af natríumhýdroxíði þar til liturinn verður greinilega rauður. Úrgler er sett ofan á bikarglasið og það látið standa í sjóðandi vatnsbaði í 15 mínútur.

7.3. Deiglan vegin

Síudeiglan (sjá 5 „Búnaður“) er þurrkuð í hitaskápnnum við 120 °C (5.4) þar til hún hefur náð stöðugum massa (u.þ.b. 15 mínútur).

Deiglan er látin kólna í þurrkara og síðan vegin.

7.4. Útfelling

Bikarglasið er tekið úr sjóðandi vatnsbaðinu og 10 ml af STPB-lausrn (4.6) bætt við í dropatali og hrært á meðan. Þetta tekur um tvær mínútur. Beðið er með að sía í a.m.k. 10 mínútur.

7.5. Síun og þvottur

Síað er við undirþrýsting í deigluna sem hefur verið vegin, bikarglasið skolað með skolvökva (4.7), botnfallið þvegið þrisvar sinnum með skolvökvanum (alls 60 ml af skolvökva) og tvisvar með 5–10 ml af vatni.

Botnfallið er þurrkað vandlega.

7.6. Þurrkun og vigtun

Ytra borð deigluunnar er þurrkað með síupappír. Deiglan og innihald hennar er síðan sett í hitaskáp í eina og hálf klukkustund við 120 °C. Þá er deiglan látin kólna niður í stofuhita í þurrkara og vegin strax á eftir.

Athugasemd varðandi aðferð

- Ef síuvökvinn er dökkur á lit er deiliskammtur, sem inniheldur í mesta lagi 100 mg af K_2O , fluttur með rennipípu yfir í 100 ml mæliflösku, brómvatni bætt út í og látið sjóða til að fjarlægja allt umframmagn af brómi. Eftir að lausrnin hefur verið kæld er fyllt að markinu, síað og kalíummagnið ákvarðað í deiliskammti af síuvökvanum.
- Ef lítið eða ekkert ammoníaksköfnunarefni er til staðar er óþarfi að sjóða í 15 mínútur.

7.7. Deiliskammtar sem teknir eru sem sýni og breytistuðlar

Tafla 3

Fyrir aðferð 4

% K_2O í áburðinum	% K í áburðinum	Sýni til greiningar (g)	Sýni af útdráttar-lausrn til þynningar (ml)	Þynning (að ml)	Deili-skammtur, tekinn sem sýni til útfellingar (ml)	Breytistuðull	Breytistuðull
						(F) $\frac{\% K_2O}{g\ TPBK}$	F' $\frac{\% K}{g\ TPBK}$
5–10	4,2–8,3	10	—	—	50	26,280	21,812
10–20	8,3–16,6	10	—	—	25	52,560	43,624
20–50	16,6–41,5	10	annaðhvort —	250	10	131,400	109,060
			eða 50		50	131,400	109,060
yfir 50	yfir 41,5	5	annaðhvort —	250	10	262,800	218,120
			eða 50		50	262,800	218,120

7.8. Núllprófun

Við hverja ákvörðun er gerð núllprófun þar sem einungis eru notuð sömu prófefni og í sömu hlutföllum og í greiningunni og mið tekið af því þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

7.9. Samanburðarprófun

Til að fá samanburð fyrir greiningaraðferðina er ákvörðun gerð á deiliskammti vatnslausnar kalíumklóríðs sem inniheldur að hámarki 40 mg af K_2O .

8. Framsetning niðurstaðna

Ef notuð eru sömu sýni til greiningar og þau þynnt á sama hátt og í töflu 3 skal nota eftirfarandi formúlu:

$$\% K_2O \text{ í áburðinum} = (A - a) F$$

eða

$$\% K \text{ í áburðinum} = (A - a) F'$$

þar sem

A = massi botnfalls úr sýninu, í grömmum,

a = massi botnfalls úr núllprófuninni, í grömmum,

F og F' = stuðlar (sjá töflu 3).

Ef notuð eru önnur sýni til greiningar og þau þynnt á annan hátt en í töflu 3 skal nota eftirfarandi formúlu:

$$K_2O \text{ í áburðinum} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

eða

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

þar sem

f = breytistuðull fyrir KTPB í K_2O = 0,1314,

f' = breytistuðull fyrir KTPB í K = 0,109,

D = þynningarstuðull,

M = massi sýnis til greiningar, í grömmum.

Aðferð 5

Á ekki við

Aðferð 6

Klór

Aðferð 6.1

Ákvörðun á klóríðum án lífrænna efna

1. Gildissvið

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða klóríð án lífrænna efna.

2. Notkunarsvið

Aðferðin er notuð fyrir allan áburð sem inniheldur engin lífræn efni.

3. Grundvöllur aðferðar

Klóríðin, leyst upp í vatni, eru felld út í súrum miðli með umframmagni af staðallaun silfurnítrats. Umframmagnið er títrað með ammoníumbíósýanatlausn sem í er járnammóníumsúlfat (aðferð Volhards).

4. Prófefni

Eimað eða steinefnasneytt vatn, án klóríða.

4.1. Nítróbensen eða díetýleter

4.2. Saltpéturssýra: 10 mól/l

4.3. *Litvísislausn*

40 g af jámmoníumsúlfati, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$, eru leyst í vatni og fyllt að einum lítra.

4.4. *Staðallausn silfurnítrats: 0,1 mól/l*

Tilreiðsla

Þar sem salt þetta er ídrægt og hætt við að það brotni niður þegar það er þurrkað er ráðlegt að vega um 9 g af því, leysa upp í vatni og fylla að einum lítra. Styrkleiki lausnarinnar er stilltur á 0,1 mól/l með því að títra með 0,1 mól/l AgNO_3 .

5. **Búnaður**

5.1. Snúningshristari (35–40 snúningar á mínútu)

5.2. Rennipípur

5.3. Mæliflaska, 500 ml.

5.4. Keiluflaska, 250 ml

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. **Aðferð**7.1. *Sýni og tilreiðsla lausnar*

5 g af sýni eru vegin með 0,001 g nákvæmni, sett í 500 ml mæliflösku og 450 ml af vatni bætt út í. Hrist er í hálfa klukkustund í snúningshristara (5.1), fyllt að 500 ml með eimuðu vatni, þessu blandað saman og síað í bikarglas.

7.2. *Ákvörðun*

Tekinn er deiliskammtur af síuvökvanum sem inniheldur innan við 0,150 g af klóríði, t.d. 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) eða 100 ml (1 g). Sé sýnið, sem tekið er, minna en 50 ml er nauðsynlegt að bæta við eimuðu vatni að 50 ml.

Bætt er við 5 ml af 10 mól/l saltpéturssýru (4.2), 20 ml af litvísislausn (4.3) og tveimur dropum af staðallausn ammoníumbíósýanats (sýni af síðastnefnda prófefninu er tekið með mælípípu sem stillt er á núll í þessu skyni).

Síðan er staðallausn silfurnítrats (4.4) bætt við með mælípípu þar til komið er 2–5 ml umframmagn. Þá er 5 ml af nítróbensen eða 5 ml af díetýleter (4.1) bætt út í og hrist vel til að botnfallið loði saman. Umframmagn silfurnítrats er títrað með 0,1 mól/l ammoníumbíósýanati (4.5) þar til rauðbrúnn litur birtist og hverfur ekki þótt glasið sé hrist svolítið.

Athugasemd

Nítróbensen eða díetýleter (en þó einkum nítróbensen) kemur í veg fyrir að silfurklóríð hvarfist við bíósýanatjónir. Þannig fæst skýr litarbreyting.

7.3. *Núllprófun*

Núllprófun (þar sem sýninu er sleppt) er gerð við sömu skilyrði og tekið mið af henni þegar lokaniðurstöður eru reiknaðar út.

7.4. *Samanburðarprófun*

Athuga skal nákvæmni aðferðarinnar, áður en ákvörðun er framkvæmd, með deiliskammti af nýtilreiddri kalíumklóríðlausn, þannig að skammturinn innihaldi þekkt magn af stærðargráðunni kringum 100 mg af klóríði.

8. **Framsetning niðurstaðna**

Gefa skal niðurstöðu greiningarinnar upp sem hundraðshluta klóríðs í sýninu eins og það var þegar það var tekið til greiningar.

Hundraðshluti klóríðs (Cl) er reiknaður samkvæmt eftirfarandi formúlu:

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

þar sem

V_z = fjöldi millílítra 0,1 mól/l silfurnítrats,

V_{cz} = fjöldi millílítra 0,1 mól/l silfurnítrats sem er notað við núllprófunina,

V_a = fjöldi millílítra 0,1 mól/l ammoníumbíósýnats,

V_{ca} = fjöldi millílítra 0,1 mól/l ammoníumbíósýnats sem er notað við núllprófunina,

M = massi sýnis, sem tekið er, í grömmum (7.2).

Aðferð 7

Mölunarfínleiki

Aðferð 7.1

Ákvörðun á mölunarfínleika

(þurr aðferð)

1. **Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða mölunarfínleika með þurrsigtun.

2. **Notkunarsvið**

Aðferðin er notuð fyrir allar EB-áburðartegundir sem heyra undir kröfur um tiltekinn mölunarfínleika sem er miðaður við sigti með möskvastærð 0,630 mm og 0,160 mm.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Með vélknúnu sigti er ákvarðað hve stór hluti vörunnar er með kornastærð yfir 0,630 mm og kornastærð á bilinu 0,160–0,630 mm og mölunarfínleikinn reiknaður í hundraðshlutum.

4. **Búnaður**4.1. **Vélknúið sigti**4.2. **Stöðluð sigti með 0,160 og 0,630 mm möskvastærð (20 cm í þvermál og 5 cm há)**5. **Aðferð**

50 g efnis eru vegin með 0,05 g nákvæmni. Sigtin tvö og safnlátið eru sett á hristarann (4.1) þannig að sigtið með stærri möskvunum sé ofar. Sýnið, sem greina á, er sett í efra sigtið. Sigtað er í 10 mínútur og það sem safnast á botninn tekið burt. Búnaðurinn er settur í gang aftur og eftir eina mínútu er gengið úr skugga um að magn þess sem safnast hefur á botninum sé ekki yfir 250 mg. Ferlið er endurtekið (í eina mínútu hverju sinni) þar til magnið sem safnast fyrir er minna en 250 mg. Efnið, sem eftir verður í hvoru sigti, er vegið sérstaklega.

6. **Framsetning niðurstaðna**

$$\text{fínleiki sýnis í \% úr sigtinu með 0,630 mm möskvum} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\text{fínleiki sýnis í \% úr sigtinu með 0,160 mm möskvum} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

þar sem

M_1 = massi leifar, í grömmum, á sigtinu með 0,630 mm möskvunum,

M_2 = massi leifar, í grömmum, á sigtinu með 0,160 mm möskvunum.

Úrkastið af sigtinu með 0,630 mm möskvunum er ekki reiknað með.

Niðurstöður þessara útreikninga eru hækkaðar upp í næstu heilu tölu.

Aðferð 7.2

Ákvörðun á mólunarfínleika linra, náttúrulegra fosfata

1. **Gildissvið**

Aðferð til ákvörðunar á mólunarfínleika linra, náttúrulegra fosfata.

2. **Notkunarsvið**

Aðferðin er notuð fyrir lin, náttúruleg fosföt.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Þegar kornastærð sýna er mjög lítil getur þurrsigtun reynst erfið þar eð kekkir geta myndast. Því er venjan að nota blautsigtun.

4. **Prófefni**

Natríumhexametafosfatlausn: 1%.

5. **Búnaður**

5.1. Stöðluð sigti með 0,063 og 0,125 mm möskvastærð (20 cm í þvermál og 5 cm há) og safnlát

5.2. Glertrekt, 20 cm í þvermál, á standi

5.3. Bikarglös, 250 ml

5.4. Hitaskápur

6. **Greiningaraðferð**

6.1. *Sýnataka*

50 g efnis eru vegin með 0,05 g nákvæmni. Sigið er þvegið að innan og utan með vatni og sigtinu með 0,125 mm möskvunum er komið fyrir yfir sigtinu með 0,063 mm möskvunum.

6.2. *Aðferð*

Sýnið, sem greina á, er sett í efra sigtið. Sýnið er sigtað undir mjórri bunu af köldu vatni (nota má kranavatn) þar til vatnið, sem kemur undan sigtinu, er orðið næstum tært. Gæta verður þess að vatnsrennslið sé þannig að neðra sigtið fyllist aldrei af vatni.

Þegar leifin í efra sigtinu virðist orðin nokkuð stöðug er það sigti tekið burt og sett á safnlátið.

Blautsigtun er haldið áfram gegnum neðra sigtið í nokkrar mínútur þar til vatnið, sem kemur undan því, er orðið næstum tært.

Sigið með 0,125 mm möskvunum er sett yfir sigtið með 0,063 mm möskvunum. Verði efni eftir í safnlátinu er það sett í efra sigtið og sigtunin endurtekin undir mjórri vatnsbunu þar til vatnið verður aftur næstum tært.

Leifinni í hvoru sigti er allri hellt í gegnum trekt í sitthvort bikarglasið. Hvor leif um sig er komið í sviflausn með því að fylla bikarglösin af vatni. Þetta er látið standa í um 1 mínútu og síðan er eins miklu vatni og unnt er hellt af.

Bikarglösin eru sett í hitaskápinn í tvær klukkustundir við 150 °C.

Þau eru látin kólna og leifarnar síðan fjarlægðar með pensli og vegnar.

7. **Framsetning niðurstaðna**

Niðurstöður útreikninganna eru hækkaðar upp í næstu heilu tölu.

$$\text{fínleiki leifar úr sigti með 0,125 mm möskvum, í \%} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\text{fínleiki leifar úr sigti með 0,063 mm möskvum, í \%} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

þar sem

M_1 = massi leifar úr sigti með 0,125 mm möskvum, í grömmum,

M_2 = massi efnis úr sigti með 0,063 mm möskvum, í grömmum.

8. **Athugasemdir**

Ef kekkja verður vart eftir sigtun skal endurtaka greininguna á eftirfarandi hátt:

50 g af sýninu er hellt hægt yfir í eins lítra flösku, sem inniheldur 500 ml af natríumhexametáfosfatlausninni, og hrært stöðugt í um leið. Tappi er settur í flöskuna og hún hrist kröftuglega í höndunum til að leysa kekkina upp. Allri sviflausninni er hellt í efra sigtið og flaskan skoluð vandlega. Greiningu er haldið áfram á þann hátt sem lýst er í 6.2.

Aðferð 8

Aukanæringarefni

Aðferð 8.1

Útdráttur á öllu kalsíumi, magnesíumi, natríumi og brennisteini í formi súlfata

1. **Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að draga út allt kalsíum, magnesíum og natríum og allan brennistein, sem er í formi súlfata, þannig að unnt sé að ákvarða öll þessi næringarefni í sama útdrætti.

2. **Notkunarsvið**

Þessi aðferð er notuð fyrir EB-áburð ef kveðið er á um það í þessari reglugerð að gefa skuli yfirlýsingu um heildarkalsíum, heildarmagnesíum, heildarnatríum og heildarbrennistein í formi súlfata í áburðinum.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Upplýsing fer fram með suðu í þynntri saltsýru.

4. **Prófefni**

4.1. *Þynnt saltsýra*

Einn hluti saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) og einn hluti af vatni.

5. **Búnaður**

Rafmagnshitaplate með hitastilli.

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. Aðferð**7.1. Prófunarsýni**

Kalsíum, magnesíum, natríum og brennisteinn í formi sulfata eru dregin út úr fimm gramma sýni sem vegið er með 1 mg nákvæmni.

Innihaldi áburðurinn meira en 15% brennisteins (S), sem svarar til 37,5% SO₃ og meira en 18,8% kalsíums (Ca), sem svarar til 26,3% CaO, er útdráttur á kalsíumi og brennisteini gerður á eins gramm sýni sem vegið er með 1 mg nákvæmni. Sýnið er sett í 600 ml bikarglas.

7.2. Tilreiðsla lausnar

Um 400 ml af vatni er bætt við og 50 ml af þynntri saltsýru (4.1) í smáskömmtum og mjög varlega ef sýnið inniheldur verulegt magn karbónata. Hitað er að suðumarki og soðið í hálfa klukkustund. Látið kólna og hrært í við og við á meðan. Því næst er öllum vökvanum helld af yfir í 500 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu og þessu blandað saman. Síð er gegnum þurra síu í þurrt ílát og fyrsta hlutanum hent. Útdrátturinn skal vera alveg tær. Ílátinu er lokað með tappa nema nota eigi síuvökvann strax.

Aðferð 8.2**Útdráttur á öllum brennisteini í mismunandi formum****1. Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að draga út allan brennistein sem er í áburði sem frumefni og/eða í mismunandi efnasamböndum.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð fyrir EB-áburð ef kveðið er á um það í þessari reglugerð að gefa skuli yfirlýsingu um heildarbrennistein í mismunandi formum (sem frumefni, þíósúlfat, súlfít og súlfat) í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Brennisteini í formi frumefnis er umbreytt í basískum miðli í fjölsúlfið og þíósúlfat sem síðan eru oxuð, ásamt súlfítum, ef um þau er að ræða, með vetnisperoxíði. Hin ýmsu form brennisteins eru þannig ummynduð í súlfat sem er ákvarðað með því að fella það út sem baríumsúlfat (aðferð 8.9).

4. Prófefni**4.1. Þynnt saltsýra:**

Einn hluti saltsýru (d = 1,18) og einn hluti af vatni.

4.2. Natríumhýdroxíðlausn, minnst 30% NaOH (d = 1,33)**4.3. Vetnisperoxíðlausn, 30% massahlutfall****4.4. Baríumklóríð í vatnslausn BaCl₂ · 2H₂O, 122 grömm á lítra****5. Búnaður**

Rafmagnshitaplata með hitastilli.

6. Undirbúningur sýnis

Sjá aðferð 1.

7. Aðferð**7.1. Prófunarsýni**

Áburðarskammtur sem inniheldur 80–350 mg af brennisteini (S) eða 200–875 mg af SO₃ er veginn með 1 mg nákvæmni.

Almennt skal (ef S < 15%) vigta 2,5 g. Sýnið er sett í 400 ml bikarglas.

7.2. *Oxun*

20 ml af natríumhýdroxíðlausn (4.2) er bætt við og 20 ml af vatni. Bikarglasinu er lokað með úrgleri. Lausnin er soðin í 5 mínútur á hitaplötunni (5.1). Bikarglasið er tekið af hitaplötunni. Brennisteinninn, sem loðir við innra borð bikarglassins, er skolaður niður með heitri vatnsbunu og lausnin soðin áfram í 20 mínútur og síðan látin kólna.

Vetnisperoxíði (4.3) er bætt við í 2 ml skömmtum í einu þar til ekki greinast nein efnahvörf lengur. Að jafnaði þarf að nota 6–8 ml af vetnisperoxíði. Oxunin er látin halda áfram í eina klukkustund og því næst er lausnin soðin í hálfa klukkustund og látin kólna.

7.3. *Tilreiðsla lausnar til greiningar*

Um 50 ml af vatni og 50 ml af saltsýrulausninni (4.1) er bætt við.

— Ef brennisteinsinnihaldið (S) er minna en 5%:

lausnin er síuð í 600 ml bikarglas. Leifin á síunni er skoluð nokkrum sinnum með köldu vatni. Þegar skolon er lokið er sannreynt með baríumklóríðlausn (4.4) að ekkert súlfat sé í síðustu dropum síuvökvans. Síuvökvinn skal vera alveg tær. Súlfat er ákvarðað í síuvökvanum öllum með aðferð 8.9.

— Ef brennisteinsinnihaldið (S) er meira en 5%:

öll lausnin er færð yfir í 250 ml mæliflösku, fyllt að markinu með vatni og þessu blandað saman. Þá er síað í gegnum þurra síu í þurrt ílát og síuvökvinn skal vera alveg tær. Ílátinu skal lokað með tappa nema nota eigi lausnina strax. Súlfat er ákvarðað í deiliskammti af þessari lausn með því að fella það út sem baríumsúlfat (aðferð 8.9).

Aðferð 8.3

**Útdráttur á vatnsleysanlegu kalsíumi, magnesíumi, natríumi og brennisteini
(í formi súlfata)**

1. **Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að draga út allt vatnsleysanlegt kalsíum, magnesíum, natríum og brennistein (í formi súlfata), þannig að unnt sé að ákvarða hvert þessara næringarefna í sama útdrætti.

2. **Notkunarsvið**

Þessi aðferð er eingöngu notuð fyrir áburð ef kveðið er á um það í 1. viðauka að gefa skuli yfirlýsingu um innihald vatnsleysanlegs kalsíums, magnesíums, natríums og brennisteins (í formi súlfata) í áburðinum.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Næringarefnin eru leyst upp í sjóðandi vatni.

4. **Prófefni**

Eimað vatn eða steinefnasneytt vatn af sambærilegum gæðum.

5. **Búnaður**

Rafmagnshitaplate með hitastilli.

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. **Aðferð**7.1. *Prófunarsýni*

a) Ef áburðurinn inniheldur engan brennistein, eða ef hann inniheldur í mesta lagi 3% af brennisteini (S), (þ.e. 7,5% SO₃) og í mesta lagi 4% af kalsíumi (Ca) (þ.e. 5,6% CaO) samtímis, eru 5 g af áburði vegin með 1 mg nákvæmni.

- b) Ef áburðurinn inniheldur meira en 3% af brennisteini (S) og meira en 4% af kalsíum (Ca), er 1 g af áburði vegið með 1 mg nákvæmni.

Sýnið er sett í 600 ml bikarglas.

7.2. *Tilreiðsla lausnar*

Um 400 ml af vatni er bætt við og lausnin soðin í hálfa klukkustund. Lausnin er látin kólna, hrært í við og við á meðan og henni allri hellt yfir í 500 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað saman.

Lausnin er síuð gegnum þurra síu í þurrt ílát. Fyrstu hlutum síuvökvans er hent. Síuvökvinn skal vera alveg tær.

Ílátinu er lokað með tappa nema nota eigi lausnina strax.

Aðferð 8.4

Útdráttur á vatnsleysanlegum brennisteini ef brennisteinninn er í mismunandi formum

1. **Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að draga út vatnsleysanlegan brennistein sem er í áburði í mismunandi formi.

2. **Notkunarsvið**

Þessi aðferð er notuð fyrir áburð ef kveðið er á um það í I. viðauka að gefa skuli yfirlýsingu um innihald vatnsleysanlegs brennisteinsþríoíðs í áburðinum.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Brennisteinninn er leystur upp í köldu vatni og síðan umbreytt í sulfat með því að oxa hann í basískum miðli með vetnisperoxíði.

4. **Prófefni**

4.1. *Þynnt saltsýra*

Einn hluti saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) og einn hluti af vatni.

4.2. Natríumhýdroxíðlausn sem inniheldur a.m.k. 30% NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml)

4.3. Vetnisperoxíðlausn, 30% massahlutfall

5. **Búnaður**

5.1. Stohmanns-mæliflaska, 500 ml

5.2. Snúningshristari, 30–40 snúningar á mínútu

5.3. Rafmagnshitaplate með hitastilli

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. **Aðferð**

7.1. *Prófunarsýni*

- a) Ef áburðurinn inniheldur í mesta lagi 3% af brennisteini (S) (þ.e. 7,5% SO_3) og í mesta lagi 4% af kalsíum (Ca) (þ.e. 5,6% CaO) samtímis, eru 5 g af áburði vegin með 1 mg nákvæmni.

- b) Ef áburðurinn inniheldur meira en 3% af brennisteini (S) og meira en 4% af kalsíum (Ca), er 1 g af áburði vegið með 1 mg nákvæmni.

Sýnið er sett í 500 ml flösku (5.1).

7.2. Tilreiðsla lausnar

Um 400 ml af vatni er bætt við. Flöskunni er lokað með tappa. Þá er sýnið hrist (5.2) í 30 mínútur. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað saman. Síð er gegnum þurra síu í þurrt ílát. Ílátinu er lokað með tappa nema nota eigi lausnina strax.

7.3. Oxun deiliskammts sem greina á

Tekinn er deiliskammtur af útdráttarlausninni sem er ekki stærri en 50 ml og inniheldur helst 20–100 mg af brennisteini (S).

Fyllt er að 50 ml með vatni ef þörf krefur. Bætt er við 3 ml af natríumhýdroxíðlausn (4.2) og 2 ml af vetnisperoxíðlausn (4.3). Lokað er með úrgleri og soðið við vægan hita í eina klukkustund á hitaplötu (5.3). Haldið er áfram að bæta við vetnisperoxíðlausn í 1 ml skömmtum svo lengi sem efnahvörfin halda áfram (að hámarki 5 ml).

Síðan er lausnin látin kólna. Úrglerið er tekið burt og skolað af því neðanverðu ofan í bikarglasið. Bætt er við u.þ.b. 20 ml af þynntri saltsýru (4.1). Fyllt er að um 300 ml með vatni.

Innihald sulfata er ákvarðað í allri oxuðu lausninni í samræmi við aðferð 8.9.

Aðferð 8.5**Útdráttur og ákvörðun á brennisteini í formi frumefnis****Viðvörðun**

Greiningaraðferðin felur í sér notkun koldísúlfiðs (CS₂). Því verður að grípa til sérstakra varúðarráðstafana, einkum að því er varðar:

- geymslu á CS₂,
- hlífðarbúnað fyrir starfsfólk,
- hollustuhætti á vinnustað,
- bruna- og sprengivarnir,
- förgun prófefnisins.

Aðferðin krefst mjög færs starfsfólks og rannsóknarstofu með viðeigandi búnaði.

1. Gildissvið

Hér er fastsett aðferð til að draga út og ákvarða brennistein í formi frumefnis í áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð fyrir EB-áburð ef kveðið er á um það í I. viðauka að gefa skuli yfirlýsingu um heildarbrennistein í formi frumefnis í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Þegar leysanleg efnasambönd hafa verið fjarlægð er brennisteinn á frumefnaformi dreginn út með koldísúlfið og brennisteinninn, sem dreginn var út, síðan ákvarðaður með þyngdarmælingu.

4. Prófefni

Koldísúlfið.

5. Búnaður

- 5.1. Útdráttarflaska, 100 ml, með slípuðum glertappa
- 5.2. Soxhlet-búnaður með viðeigandi síuhlutum
- 5.3. Hverfieimur við undirþrýsting
- 5.4. Rafmagnshitaskápur, með viftu, stilltur á 90 (± 2) °C

5.5. Ræktunarskálur úr postulíni, 5–7 cm í þvermál og ekki dýpri en 5 cm

5.6. Rafmagnshitaplatu með hitastilli

6. Undirbúningur sýnis

Sjá aðferð 1.

7. Aðferð

7.1. Prófunarsýni

5–10 g af sýninu eru vegin með 1 mg nákvæmni og sett í útdráttarsokk Soxhlet-búnaðarins (5.2).

7.2. Útdráttur á brennisteini

Innihald útdráttarsokksins er þvegið vandlega með heitu vatni til að fjarlægja öll leysanleg efnasambönd. Þurrkað í hitaskáp við 90 °C (5.4) í a.m.k. eina klukkustund. Þá er sokkurinn settur í Soxhlet-búnaðinn (5.2).

Nokkrar glerkúlur eru settar í flösku búnaðarins (5.1), hún vegin (P_0) og 50 ml af koldísúlfiði (4.1) bætt við.

Búnaðurinn er tengdur og brennisteinninn í formi frumefnis dreginn út í 6 klukkustundir. Þá er slökkt á hitanum og þegar flaskan er kólnuð er hún tekin úr búnaðinum. Flaskan er tengd við hverfieiminn (5.3) og uppgufun er stöðvuð þegar innihald flöskunnar er orðið að svampkenndum massa.

Flaskan er þurrkuð í hitaskáp við 90 °C (5.4) (venjulega er ein klukkustund lágmark) þar til stöðugum massa hefur verið náð (P_1).

7.3. Hreinleiki útdregins brennisteins á frumefnaformi ákvarðaður

Tiltekin efni kunna að hafa verið dregin út með koldísúlfiðinu um leið og brennisteinninn í formi frumefnis. Hreinleiki brennisteins á frumefnaformi er ákvarðaður á eftirfarandi hátt:

Þegar innihaldi flöskunnar hefur verið blandað eins vel saman og unnt er eru tekin 2–3 g af efninu og þau vegin eru með 1 mg (n) nákvæmni. Efnið er sett í ræktunarskálina (5.5). Skálin er vegin ásamt innihaldi hennar (P_2). Skálin er sett á hitaplötuna (5.6) sem er stillt þannig að hitinn fari ekki yfir 220 °C til að brennisteinninn brenni ekki. Þurrugufun er haldið áfram í 3–4 klukkustundir þar til massinn er orðinn stöðugur (P_3).

Athugasemd

Fyrir sumar tegundir áburðar er ekki nauðsynlegt að ákvarða hreinleika brennisteins. Í slíkum tilvikum er lið 7.2 sleppt.

8. Framsetning niðurstaðna

Hundraðshluti brennisteins (S) í frumefnaformi í áburðinum er:

$$\text{Óhrein S (\%)} \text{ í áburðinum} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times$$

$$\text{Hreinleiki útdregins brennisteins (\%)} = \frac{P_2 - P_1}{n} \times 100$$

$$\text{Hrein S (\%)} \text{ í áburðinum} = \frac{(P_1 - P_0)(P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100$$

Þar sem:

m = massi áburðarsýnisins, í grömmum,

P_0 = massi Soxhlet-flöskunnar, í grömmum,

P_1 = massi Soxhlet-flöskunnar og óhreina brennisteinsins eftir þurrkun,

n = massi óhreina brennisteinsins, sem á að hreinsa, í grömmum,

P_2 = massi ræktunarskálarinnar,

P_3 = massi ræktunarskálarinnar, í grömmum, eftir þurrugufun brennisteinsins.

Aðferð 8.6

Ákvörðun með kalíumpermanganati á útdregnu kalsíumi sem hefur verið felld út sem oxalat**1. Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða kalsíum í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Aðferðin er notuð fyrir EB-áburð þegar kveðið er á um það í I. viðauka að gefa skuli upp heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald kalsíums í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Útfelling kalsíums í formi oxalats í deiliskammti af útdráttarlausninni, ákvarðað með titrun með kalíumpermanganati.

4. Prófefni**4.1. Þynnt saltsýra**

Einn hluti saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) og einn hluti af vatni.

4.2. Brennisteinssýra, þynnt í hlutfallinu 1:10

Einn hluti brennisteinssýru ($d_{20} = 1,84$ g/ml) í tíu hlutum af vatni

4.3. Ammoníakslausn, þynnt í hlutfallinu 1:1

Einn hluti ammoníaks ($d_{20} = 0,88$ g/ml) og einn hluti af vatni.

4.4. Mettuð ammoníumoxalatslausn $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ við stofuhita (um 40 grómm á lítra)**4.5. Sítrónusýrulausn, 30% (massi miðað við rúmmál)****4.6. Ammoníumklóríðlausn, 5% (massi miðað við rúmmál)****4.7. 95% lausn af brómþýmólbláma í etanóli, 0,1% (massi miðað við rúmmál)****4.8. 95% lausn af brómkresólgrænu í etanóli, 0,04% (massi miðað við rúmmál)****4.9. Staðallausn kalíumpermanganats, 0,02 mól/l****5. Búnaður****5.1. Síudeigla úr hertu gleri, opstærð 5–20 μ** **5.2. Heitt vatnsbað****6. Tilreiðsla deiliskammts til greiningar**

Deiliskammtur af útdráttarlausninni, sem tilreiddur er með aðferð 8.1 eða 8.3 og inniheldur 15–50 mg af Ca (= 21–70 mg CaO), er tekinn með rennipípu. Rúmmál skammtsins er táknað með v_2 . Skammtinum er hellt í 400 ml bikarglas. Skammturinn er hlutleystur (litvísir (4.7), skiptir úr grænu yfir í blátt) ef þörf krefur með nokkrum dropum af ammoníakslausn (4.3).

1 ml af sítrónusýru (4.5) er bætt við og 5 ml af ammoníumklóríðlausn (4.6).

7. Útfelling kalsíumoxalats

Um 100 ml af vatni er bætt við. Hitað er að suðu og bætt út í 8–10 dropum af litvísislausn (4.8) og síðan varlega 50 ml af heitri ammoníumoxalatlausn (4.4). Ef botnfall myndast er það leyst upp með því að bæta við nokkrum dropum af saltsýru (4.1). Lausnin er hlutleyst ofurhægt með ammoníakslausninni (4.3), um leið og hrært er stöðugt í, þar til sýrustiginu 4,4–4,6 er náð (litvísir (4.8) skiptir úr grænu yfir í blátt). Bikarglasið er sett í sjóðandi vatnsbað (5.2) í um hálfa klukkustund.

Bikarglasið er tekið úr vatnsbaðinu, látið kólna í eina klukkustund og innihaldið síað í deigluna (5.1).

8. **Títurinn útfelldur oxalats**

Bikarglasið og deiglan eru þvegin þar til umframmagn ammoníumoxalats hefur verið algjörlega fjarlægt (unnt er að sannprófa það með því að sýna að ekki er lengur klóríð í þvottavatninu). Deiglan er sett í 400 ml bikarglas og botnfallið leyst upp með 50 ml af heitri brennisteinssýru (4.2). Vatni er bætt við í bikarglasið þar til rúmmálið er um 100 ml. Hitað upp í 70–80 °C og títrað í dropatali með permanganatlausn (4.9) þar til bleiki liturinn helst í eina mínútu. Þetta rúmmál er táknað með n .

9. **Framsetning niðurstaðna**

Innihald kalsíums (Ca) í áburðinum er:

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

þar sem

n = fjöldi millílítra sem eru notaðir af permanganati,

m = massi prófunarsýnisins í grömmum,

v_2 = rúmmál deiliskammtsins í millílítrum,

v_1 = rúmmál útdráttarlausnarinnar í millílítrum,

t = styrkur permanganatlausnarinnar í mólum á lítra.

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

Aðferð 8.7

Ákvörðun á magnesíumi með frumeindagleypnimælingu

1. **Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða magnesíum í útdrætti úr áburði.

2. **Notkunarsvið**

Þessi aðferð er notuð fyrir útdrátt, sem fenginn er með aðferðum 8.1 og 8.3, úr EB-áburði ef þess er krafist að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald magnesíums í áburðinum, að undanskildum eftirfarandi tegundum áburðar sem skráðar eru í I. viðauka D varðandi aukanæringarefni:

— tegund 4 (kíserít),

— tegund 5 (magnesíumsúlfat) og tegund 5.1 (magnesíumsúlfatlausn),

— og að undanskildum eftirfarandi tegundum áburðar sem skráðar eru í lið A.3 í I. viðauka varðandi kalíáburð:

— tegund 7 (kíserít ásamt kalíumsúlfati)

— sem aðferð 8.8 er notuð fyrir.

Aðferð sú sem lýst er hér á eftir er notuð fyrir allan útdrátt úr áburði sem inniheldur frumefni í þeim mæli að truflað geti flökagreininguna sem beitt er við ákvörðun á magnesíumi.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Ákvörðun á magnesíumi með frumeindagleypnimælingu eftir að útdrátturinn hefur verið þynntur hæfilega.

4. **Prófefni**

4.1. Saltsýra, 1 mól/l lausn

4.2. Saltsýra, 0,5 mól/l lausn

4.3. *Staðallausn magnesíums, 1,00 mg/ml*4.3.1. 1,013 g af magnesíumsúlfati ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) eru leyst upp í 0,5 mól/l saltsýrulausn,4.3.2. vegin eru 1,658 grömm af magnesíumoxíði (MgO) sem hafa áður verið glædd til að fjarlægja merki um kolsýrumettun. Efnið er sett í bikarglas ásamt 100 ml af vatni og 120 ml af 1 mól/l saltsýru (4.1). Þegar það er leyst upp er öllu hellt yfir í 1 000 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað saman.

eða

4.3.3. staðallausn sem er á markaðnum.

Rannsóknarstofan ber ábyrgð á prófun slíkra lausna.

4.4. *Strontíumklóríðlausn*75 grömm af strontíumklóríði ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) eru leyst upp í saltsýrulausn (4.2) og fyllt að 500 ml með sömu sýrulausninni.5. **Búnaður**

Litrófsmælir fyrir frumeindagleypnimælingar með magnesíumlampa, stilltur á 285,2 nm.

Búnaður til mælinga við gasloga (asetýlen og loft).

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferðir 8.1 og 8.3.

7. **Aðferð**7.1. Sé uppgengið innihald magnesíums (Mg) í áburði meira en 6% (= 10% MgO) eru teknir 25 ml (V_1) af útdráttarlausninni (6). Þeir eru færðir yfir í 100 ml mæliflösku, fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað saman. Þynningarstuðullinn er $D_1 = 100/V_1$.

7.2. Með rennipípu eru mældir 10 ml af útdráttarlausninni (6) eða lausninni (7.1). Þeir eru settir í 200 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað saman. Þynningarstuðullinn er 200/10.

7.3. Þessi lausn (7.2.) er þynnt með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) til að fá styrkleika á kjörsviði litrófsmælisins (5.1). V_2 er rúmmál sýnisins í 100 ml. Þynningarstuðullinn er $D_2 = 100/V_2$.

Lokalausnin skal innihalda 10% (rúmmálshlutfall) af strontíumklóríðlausninni (4.4).

7.4. *Tilreiðsla núlllausnar*

Núlllausnin fæst með því að endurtaka allt ferlið frá útdrætti (aðferð 8.1 eða 8.3) þannig að áburðarsýninu einu sé sleppt.

7.5. *Tilreiðsla kvörðunarlausna*

Með því að þynna staðallausnina (4.3) með 0,5 mól/l saltsýrulausninni eru tilreiddar a.m.k. fimm kvörðunarlausnir með síaðum styrkleika innan ákjósanlegs mælisviðs búnaðarins (5.1).

Þessar lausnir skulu innihalda 10% (rúmmálshlutfall) af strontíumklóríðlausninni (4.4).

7.6. *Mæling*

Litrófsmælirinn (5.1) er stilltur á bylgjulengd 285,2 nm.

Úðað er með kvörðunarlausnunum (7.5), sýnislausninni (7.3) og núlllausninni (7.4), hverri á eftir annarri, og tækið skolað eftir hverja úðun með lausninni sem á að mæla næst. Þetta er endurtekið þrisvar sinnum. Teiknaður er kvörðunarferill þar sem lóðhnitin eru meðalgleypti hverrar kvörðunarlausnar (7.5) og lóðhnitin samsvarandi styrkleiki magnesíums í $\mu\text{g/ml}$. Styrkur magnesíums er ákvarðaður í sýninu (7.3), X_s og í núlllausninni (7.4), X_b , út frá kvörðunarferlinum.

8. Framsetning niðurstaðna

Magn magnesíums (Mg) eða magnesíumoxíðs (MgO) í sýninu er reiknað út frá kvörðunarlausnunum og með hliðsjón af núllprófuninni.

Hundraðshluti magnesíuminnihalds (Mg) í áburðinum jafngildir:

$$\text{Mg (\%)} = \frac{(X_s - X_b) D_1(200/10) D_2 500,100}{1000.1000 M}$$

þar sem

X_s = styrkur greiningarlausnarinnar, lesinn af kvörðunarferlinum, í µg/ml,

X_b = styrkur núlllausnarinnar, lesinn af kvörðunarferlinum, í µg/ml,

D_1 = þynningarstuðullinn þegar lausnin er þynnt (7.1).

— Hann er 4 ef teknir eru 25 ml.

— Hann er 1 ef lausnin er óþynnt.

— D_2 = þynningarstuðullinn er 7.3.

— M = massi sýnisins við útdrátt.

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

Aðferð 8.8**Ákvörðun á magnesíumi með flókagreiningu (complexometry)****1. Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða magnesíum í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Aðferðin er notuð fyrir útdrátt úr eftirfarandi EB-áburði þegar kveðið er á um að ákvarða skuli heildarmagnesíum og/eða innihald vatnsleysanlegs magnesíums í áburðinum:

— áburð sem skráður er í I. viðauka: eingildur köfnunarefnisáburður af tegund nr. 1b + 1c (kalsíummagnesíumnítrat), tegund nr. 7 (magnesíumsúlfónítrat), tegund nr. 8 (köfnunarefnisáburður með magnesíum) og eingildur kalíáburður af tegund nr. 2 (auðgað kaínít), tegund nr. 4 (kalíumklóríð með magnesíum), tegund nr. 6 (kalíumsúlfat með magnesíumsalti),

— áburð sem skráður er í I. viðauka D varðandi aukanæringarefni.

3. Grundvöllur aðferðar

Magnesíumíð er leyst upp með aðferð 8.1 og/eða 8.3. Fyrst er Ca og Mg títrað með EDTA og eríókrómsvörtu-T. Því næst er Ca títrað með EDTA ásamt kalsíni eða kalkonkolsýru. Magnesíum er ákvarðað út frá mismuninum.

4. Prófefni**4.1. Stöðluð 0,05 mól/l magnesíumlausn:**

4.1.1. 1,232 g af magnesíumsúlfati ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) eru leyst upp í 0,5 mól/l saltsýru (4.11) og fyllt að 100 ml með sömu sýru

eða

4.1.2. 2,016 grömm af magnesíumoxíði, sem hafa áður verið glædd til að fjarlægja öll merki um kolsýrumettun, eru vegin. Efnið er sett í bikarglas með 100 ml af vatni.

Um 120 ml af 1 mól/l saltsýru (4.12) er hrært saman við.

Þegar efnið hefur verið leyst upp er öll lausnin færð yfir í 1 000 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu og þessu blandað saman.

1 ml af þessari lausn á að innihalda 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO).

Rannsóknarstofunni er skylt að prófa styrk þessarar staðallausnar.

4.2. *0,05 mól/l EDTA-lausn*

18,61 g af tvínatríumetýlendíamíntetraedíksýrurudhýdrati ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) eru vegin og sett í 1 000 ml bikarglas og leyst upp í 600–800 ml af vatni. Öll lausnin er færð yfir í 1 000 ml flösku. Fyllt er að markinu og þessu blandað saman. Lausn þessi er prófuð með staðallausninni (4.1) með því að tekið er 20 ml sýni af síðarnefndu lausninni og títrað í samræmi við greiningarferilinn sem lýst er í (7.2).

1 ml af EDTA-lausninni á að svara til 1,216 mg af Mg (= 2,016 mg MgO) og til 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) (sjá athugasemdir 10.1 og 10.6)

4.3. *0,05 mól/l kalsíumstaðallausn*

5,004 g af þurru kalsíumkarbónati eru vegin. Efnið er sett í bikarglas með 100 ml af vatni. 120 ml af u.þ.b. 1 mól/l saltsýru (4.12) er bætt við í smáskömmtum um leið og hrært er í.

Lausnin er soðin til að fjarlægja koltvísýring, kæld, flutt öll yfir í eins lítra flösku, fyllt að markinu með vatni og þessu blandað saman. Prófað er hvort lausnin samsvari EDTA-lausninni (4.2) með greiningaraðferð 7.3. Einn ml af þessari lausn skal innihalda 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) og svara til 1 ml af 0,05 mól/l EDTA-lausn (4.2).

4.4. *Kalsínílitvísir*

1 g af kalsíni er blandað varlega saman við 100 g af natríumklóríði í mortéli. 10 mg af þessari blöndu eru notuð. Litvísirinn breytir um lit frá grænu yfir í appelsínugult. Halda verður títrun áfram þar til fram kemur appelsínugulur litur án grænna blæbrigða.

4.5. *Kalkonkolsýrulitvísir*

400 ml af kalkonkolsýru eru leystir upp í 100 ml af metanóli. Þessi lausn geymist aðeins í um fjórar vikur. Notaðir eru þrír dropar af lausninni. Litvísirinn breytir um lit frá rauðu yfir í blátt. Halda verður títrun áfram þar til fram kemur blár litur án rauðra blæbrigða.

4.6. *Eríókrómsvartur-T-litvísir*

300 mg af eríókrómsvörtu-T eru leyst upp í blöndu af 25 ml af própánóli-1 og 15 ml af þríetanólamíni. Þessi lausn geymist aðeins í um fjórar vikur. Notaðir eru 3 dropar af lausninni. Þessi litvísir breytir um lit frá rauðu yfir í blátt og halda verður títrun áfram þar til fram kemur blár litur án rauðra litbrigða. Hann breytir aðeins um lit ef magnesíum er í lausninni. Ef þörf krefur er bætt við 1 ml af staðallausninni (4.1).

Ef bæði kalsíum og magnesíum eru í lausninni myndar EDTA fyrst flóka með kalsíumi og því næst með magnesíumi. Í því tilviki eru frumefnin tvö ákvörðuð saman.

4.7. *Kalíumsýaníðlausn*

2% KCN í vatnslausn. (Ekki má sjúga upp í mælípípu með munninum; sjá athugasemd 10.7).

4.8. *Kalíumhýdroxíð- og kalíumsýaníðlausn*

280 g af KOH og 66 g af KCN eru leyst upp í vatni, fyllt að einum lítra og þessu blandað saman.

4.9. *Jafnalausn með pH-gildi = 10,5*

33 g af ammoníumklóríði eru leyst upp í 200 ml af vatni í 500 ml mæliflösku, 250 ml af ammoníaki ($d_{20} = 0,91$ g/ml) er bætt við, fyllt að markinu með vatni og þessu blandað saman. Sýrustig lausnarinnar skal athugað reglulega.

4.10. Þynnt saltsýra: einn hluti saltsýra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) og einn hluti vatns.

4.11. Saltsýrulausn, um 0,5 mól/l.

4.12. Saltsýrulausn, um 1 mól/l.

4.13. Natríumhýdroxíðlausn, 5 mól/l.

5. **Búnaður**

5.1. Segulhræribúnaður eða vélrænn hræribúnaður.

5.2. Sýrustigsmælir.

6. **Samanburðarprófun**

Ákvörðun er gerð á deiliskömmtum lausna (4.1 og 4.3) þannig að hlutfall Ca/Mg sé u.þ.b. það sama og í greiningarlausninni. Í þessu skyni eru teknir (a) ml af Mg-staðallausninni (4.3) og (b-a) ml af staðallausninni (4.1) Bókstafirnir (a) og (b) tákna fjölda ml af EDTA-lausn sem notaður er í títranirnar tvær við greiningu sýnisins. Þessi aðferð á því aðeins við að staðallausnir EDTA, kalsíums og magnesíums séu nákvæmlega jafngildar. Að öðrum kosti skal leiðrétta á viðeigandi hátt.

7. **Tilreiðsla lausnar til greiningar**

Sjá aðferð 8.1 og 8.3.

8. **Ákvörðun**8.1. *Deiliskammtar sem taka skal*

Deiliskammturinn skal innihalda 9–18 mg af magnesíum (= 15–30 mg MgO) ef þess er nokkur kostur.

8.2. *Títrun með eríókrómsvörtu-T.*

Deiliskammtur (8.1) af greiningarlausninni er færður með rennipípu yfir í 400 ml bikarglas. Umframmagn sýru er hlutleyst með 5 mól/l natriúmhýdroxíðlausn (4.12) og mælt með sýrustigsmæli. Þynnt er með vatni að u.þ.b. 100 ml. Því næst er 5 ml af jafnalausninni (4.9) bætt við. Gildið á sýrustigsmælinum skal vera $10,5 \pm 0,1$. 2 ml af kalíumsýaníðlausn (4.7) og 3 dropum af eríókrómsvörtu-T litvísi (4.6) er bætt við. Títarð er með EDTA-lausninni (4.2). Hrært er rólega í á meðan með hræribúnaðinum (5.1) (sjá athugasemdir 10.2, 10.3 og 10.4). „b“ er látið tákna fjölda ml af 0,05 mól/l EDTA-lausn.

8.3. Títarð er með kalsíni eða kalkonkolsýru.

Deiliskammtur af greiningarlausninni, sem svarar til þess sem tekinn var fyrir framangreinda títrun, er fluttur með rennipípu yfir í 400 ml bikarglas. Umframmagn sýru er hlutleyst með 5 mól/l natriúmhýdroxíðlausn (4.13) og mælt með sýrustigsmæli. Þynnt er með vatni að u.þ.b. 100 ml. 10 ml af KOH/KCN-lausninni (4.8) er bætt við ásamt litvísinum (4.4 eða 4.5). Títarð er með EDTA-lausn (4.2) og hrært rólega í á meðan með hræribúnaðinum (5.1) (sjá athugasemdir 10.2, 10.3 og 10.4). „a“ er látið tákna fjölda ml af 0,05 mól/l EDTA-lausn.

9. **Framsetning niðurstaðna**

Þær tegundir EB-áburðar, sem aðferðin er notuð fyrir (5 g áburðar í hverjum 500 ml af útdrætti), innihalda í hundraðshlutum:

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

$$\frac{(b-a) \times T'}{M} \text{ Mg (\%)} \text{ í áburðinum} = \frac{(b-a) \times T'}{M} \text{ þar sem:}$$

a = fjöldi ml af 0,05 mól/l EDTA-lausninni sem notaður er við títrun með kalsíni eða kalkonkolsýru,

b = fjöldi ml af 0,05 mól/l EDTA-lausninni sem notaður er við títrun með eríókrómsvörtu-T,

M = massi sýnisins, í g, í deiliskammtinum sem tekinn var sem sýni,

T = $0,2016 \times \text{mól/l af EDTA lausn}/0,05$ (sjá 4.2),T' = $0,1216 \times \text{mól/l af EDTA lausn}/0,05$ (sjá 4.2).

10. **Athugasemdir**
- 10.1. Efnahlutfallið milli EDTA og málms í flókagreiningum er alltaf 1:1, óháð gildi málmsins og þrátt fyrir að EDTA sé fjörgilt. EDTA-títrunarlausnin og staðallausnir mælast því í mólstyrk en ekki í normalstyrk.
- 10.2. Litvísar, sem eru notaðir í flókagreiningum, eru oft viðkvæmir fyrir áhrifum lofta. Litur lausnarinnar kann að dofna við títrun. Í slíkum tilvikum verður að bæta við 1–2 dropum af litvísi. Þetta á einkum við um eríókrómsvart og kalkkonkolsýru.
- 10.3. Málmlitvísaf্লókarnir eru oft tiltölulega stöðugir og litarbreytingin getur því tekið nokkra stund. Því verður að bæta síðustu EDTA-dropunum við mjög hægt og bæta við dropa af 0,05 mól/l magnesíumlausn (4.1) eða kalsíumlausn (4.3) til að tryggja að litarbreyting hafi ekki þegar átt sér stað. Þetta á einkum við um eríókróm-magnesíum-flókann.
- 10.4. Ekki skal fylgjast með breytingu litvísis lóðrétt heldur lárétt í lausninni og bikarglasið verður að vera á hvítum grunni og í góðri birtu. Auðvelt er að fylgjast með breytingu litvísis með því að setja bikarglasið á matt gler sem er lýst neðan frá með mildu ljósi (25 vatta pera).
- 10.5. Þessi greining krefst nokkurrar reynslu. Verkefnið felst m.a. í því að fylgjast með litarbreytingum í staðallausnum 4.1 og 4.3. Mælt er með því að sami efnafræðingurinn á rannsóknarstofunni sé látinn framkvæma allar ákvarðanirnar.
- 10.6. Ef notuð er EDTA-lausn með öruggum styrkleika (t.d. Titrisol, Normex) auðveldar það sannprófun á jafngildi staðallausna 4.1, 4.2 og 4.3.
- 10.7. Ekki má hella lausnum, sem innihalda kalíumsýaníð, í vaskinn fyrir en sýaníðinu hefur verið breytt í skaðlaust efnasamband, t.d. með því að oxa það með natriúmhýpóklórítí eftir að það hefur verið gert basískt.

Aðferð 8.9

Ákvörðun á sulfötum

1. **Gildissvið**
- Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða brennistein í formi sulfata í útdrætti úr áburði.
2. **Notkunarsvið**
- Þessi aðferð er notuð við ákvörðun á sulfötum sem fengust með útdrætti með aðferðum 8.1, 8.2, 8.3 og 8.4.
3. **Grundvöllur aðferðar**
- Ákvörðun með þyngdarmælingu á sulfati sem felld er út sem baríumsúlfat.
4. **Prófefni**
- 4.1. *Þynnt saltsýra*
- Einn hluti saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) og einn hluti af vatni.
- 4.2. Baríumklóríðlausn, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 122 g/l.
- 4.3. Silfurnítratlausn: 5 g/l
5. **Búnaður**
- 5.1. Postulínsdeiglur
- 5.2. Heitt vatnsbað
- 5.3. Hitaskápur, stilltur á $105 (\pm 1) ^\circ\text{C}$
- 5.4. Rafmagnsofn, stilltur á $800 (\pm 50) ^\circ\text{C}$

6. **Aðferð**6.1. *Taka sýna úr lausninni*

Deiliskammtur, sem inniheldur 20–100 mg af S eða 50–250 mg af SO₃, er tekinn með rennipípu úr einni af útdráttarlausnunum sem vísað er til í 2. lið.

Deiliskammturinn er settur í bikarglas af hentugri stærð. 20 ml af þynntri saltsýru (4.1) er bætt við. Fyllt er að u.þ.b. 300 ml með vatni.

6.2. *Botnfelling*

Suðan er látin koma upp í lausninni. 20 ml af baríumklóríðlausninni (4.2) er bætt við í dropatali um leið og hrært er kröftuglega í bikarglasinu. Lausnin er látin sjóða í nokkrar mínútur.

Glasinu er lokað með úrgleri og það sett í sjóðandi vatnsbað (5.2) í klukkustund. Því næst er heitur vökvinn (u.þ.b. 60 °C) látinn standa þar vökvinn yfir botnfallinu er orðinn tær. Tærri lausninni er hellt af og síuð rólega í gegnum öskufria síu. Botnfallið er skolað nokkrum sinnum með heitu vatni. Haldið er áfram að skola botnfallið í síunni þar til engin klóríð greinast í síuvökvunum. Þetta er unnt að prófa með silfumítratlausninni (4.3).

6.3. *Botnfallið brennt og vegið*

Sían með botnfallinu er sett í postulínsdeiglu (5.1) sem hefur áður verið vegin með 0,1 mg nákvæmni. Þetta er þurrkað í hitaskápnum (5.3) og askað í hálf tíma við u.þ.b. 800 °C (5.4). Því næst er kælt í þurrkara og vegið með 0,1 mg nákvæmni.

7. **Framsetning niðurstaðna**

Eitt mg af baríumsúlfati samsvarar 0,137 mg af S eða 0,343 mg af SO₃.

Brennisteinsinnihald áburðarins í hundradshlutum er:

$$S (\%) = w \times 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3(\%) = S (\%) \times 2,5$$

þar sem:

w = massi baríumsúlfatbotnfallsins í mg,

v₁ = rúmmál útdráttarlausnarinnar í ml,

v₂ = rúmmál deiliskammtsins í ml,

m = massi prófunarsýnisins í grömmum.

Aðferð 8.10

Ákvörðun á útdregnu natríumi1. **Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða natríum í útdrætti úr áburði.

2. **Notkunarsvið**

Þessi aðferð er notuð fyrir EB-áburð ef kveðið er á um það í I. viðauka að skylt sé að gefa yfirlýsingu um natríuminnihald í áburðinum.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Þegar útdrátturinn, sem fékkst með því að beita aðferðum 8.1 og/eða 8.3, hefur verið þynntur á viðeigandi hátt er natríuminnihald lausnarinnar ákvarðað með logalitrósmælingu

4. **Prófefni**4.1. *Þynnt saltsýra*

Einn hluti saltsýru til greiningar ($d_{20} = 1,18$ g/ml) og einn hluti af vatni.

4.2. Álnítrat $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 4.3. Sesíumklóríð, CsCl 4.4. Vatnsfrítt natríumklóríð, NaCl 4.5. *Sesíumklóríð og álnítratlausn*

50 g af sesíumklóríði (4.3) og 250 g af álnítrati (4.2) eru leyst upp í vatni í 1 000 ml mæflösku. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað saman.

4.6. *Staðallausn natríums sem inniheldur 1 mg/ml Na*

2,542 g af natríumklóríði (4.4) eru leyst upp í vatni í 1 000 ml mæflösku. Bætt er við 10 ml af saltsýru (4.1). Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað saman.

5. **Búnaður**

Litrósmælir fyrir logamælingar er stilltur á 589,3 nm.

6. **Kvörðunarlausnir**

6.1. 10 ml af staðallausn (4.6) eru settir í 250 ml mæflösku. Fyllt er að markinu og þessu blandað saman. Styrkur lausnar: 40 µg/ml af Na

6.2. 0, 5, 10, 15, 20 og 25 ml af millilausn (6.1) eru settir í 100 ml mæflöskur. Bætt er við 10 ml af lausninni (4.5). Fyllt er að markinu og lausnunum blandað saman. Styrkur lausna: 0, 2, 4, 6, 8 og 10 µg/ml af Na

7. **Tilreiðsla lausna sem á að mæla**

Þynnt er í samræmi við eftirfarandi töflu og með hliðsjón af ráðgerðu natríuminnihaldi í útdráttarlausninni eins og í aðferð 8.1 eða 8.3 (5 g áburðar í 500 ml):

Na ₂ O (%)	Na (%)	Milliþynning		Lokaþynning		þynningar-margfeldi
		Sýni (ml) (v_2)	Fjöldi ml eftir þynningu (v_3)	Sýni (ml) (v_4)	Fjöldi ml eftir þynningu	
3–5	2,2–3,7	10	50	10	100	50
5–10	3,7–7,4	10	100	10	100	100
10–20	7,4–15	10	100	5	100	200
20–38	15–28	5	100	5	100	400

Milliþynningin er gerð með vatni. Lokaþynning fæst með því að 10 ml af lausninni (4.5) er bætt í 100 ml mæflöskuna.

Þegar prófunarsýnið er 1 g er rúmmál lokaþynningarinnar (v_4) margfaldað með fimm.

8. **Ákvörðun**

Litrósmælirinn (5.1) er hafður til reiðu fyrir mælingar við 589,3 nm. Tækið er kvarðað með því að mæla svörun kvörðunarlausnanna (6.2). Þá er næmi tækisins stillt þannig að allt mælisviðið sé notað þegar sterkasta kvörðunarlausnin er mæld. Þá er mæld svörun sýnislusnarinnar sem greina á (7). Þetta er endurtekið þrisvar sinnum.

9. Útreikningur á niðurstöðum

Kvörðunarferillinn er teiknaður með því að nota meðalsvörun hverrar kvörðunarlausnar sem lóðhnit og samsvarandi styrkleika í µg/ml sem láhnit. Af honum er lesinn styrkleiki natríums í prófunarlausninni. Innihald natríums er reiknað út frá staðallausnunum með hliðsjón af þynningunum. Niðurstöðurnar eru settar fram sem hundraðshlutar í sýninu.

Natríuminnihald (Na) áburðarins í hundraðshlutum er:

$$\text{Na (\%)} = x \cdot \frac{v_3}{v_4} \cdot \frac{v_1}{v_2} \cdot \frac{10^{-2}}{m}$$

$$\text{Na}_2\text{O (\%)} = \text{Na (\%)} \times 1,348$$

þar sem:

x = styrkur lausnarinnar, sem sett er í litrófsmælinn, í µg/ml,

v₁ = rúmmál útdráttarlausnarinnar í ml,

v₂ = rúmmál deiliskammtsins í millipynningunni í ml,

v₃ = rúmmál millipynningarinnar í ml,

v₄ = rúmmál deiliskammts af lokaþynningunni í ml (í 100 ml),

m = massi prófunarsýnisins í grömmum.

Aðferðir 9

Snefilefni í styrk sem er 10% eða minni

Aðferð 9.1

Útdráttur á öllum snefilefnum**1. Gildissvið**

Í þessari aðferð er því lýst hvernig heildarinnihald snefilefnanna bórs, kóbalts, kopars, járns, mangans, mólýbdens og sinks er dregið út. Markmiðið er að draga þurfi sem sjaldnast út og að nota einn útdrátt, þar sem því verður við komið, til að ákvarða heildarinnihald hvers og eins af þeim snefilefnum sem eru talin upp hér að framan.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð fyrir EB-áburð sem fellur undir E-þátt I. viðauka og inniheldur eitt eða fleiri af snefilefnunum bór, kóbalti, kopar, járn, mangani, mólýbdeni og sinki. Hana má nota fyrir snefilefni ef uppgefið innihald þess er 10% eða minna.

3. Grundvöllur aðferðar

Upplýsing í sjóðandi, þynntri saltsýru.

Athugasemd

Útdrátturinn er reynslubundinn og e.t.v. ekki megindlegur, en það ræðst af vörunni eða öðrum efnisþáttum áburðarins. Þetta á einkum við þegar um er að ræða tiltekin manganoxíð en þá getur útdregið magn verið verulega minna en heildarinnihald mangans í vörunni. Það er á ábyrgð áburðarframleiðenda að tryggja að uppgefið innihald svari í raun til þess magns sem dregið er út við þau skilyrði sem gert er ráð fyrir í aðferðinni.

4. **Prófefni**4.1. *Þynnt saltsýrulausn (HCl), u.þ.b. 6 mól/l*

Einum hluta af saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) er blandað saman við einn hluta af vatni.

4.2. Óblönduð ammoníakslausn (NH_4OH , $d_{20} = 0,9$ g/ml)5. **Búnaður**

Rafmagnshitaplata með hitastilli.

Athugasemd

Eigi að ákvarða bórinnihald í útdrætti skal ekki nota glerílát úr bórsilíkati Þar sem aðferðin krefst suðu er æskilegt að nota teflon eða kvars. Búnað úr gleri skal skola vandlega hafi hann verið þvegin með hreinsiefni sem inniheldur bóröt.

6. **Undirbúningur sýnis**

Sjá aðferð 1.

7. **Aðferð**7.1. *Prófunarsýni*

Tekinn er skammtur af áburði sem vegur 2–10 g, allt eftir uppgefnu innihaldi frumefnisins í vörunni. Styðjast skal við eftirfarandi töflu til þess að fá út lokalausnina sem, eftir hæfilega þynningu, verður innan marka mælisviðs hvernar aðferðar. Sýnin skulu vegin með 1 mg nákvæmni.

Uppgefið innihald snefilefna í áburðinum (%)	< 0,01	0,01–< 5	≥ 5–10
Massi prófunarsýnis (g)	10	5	2
Massi frumefnis í sýninu (mg)	1	0,5–250	100–200
Rúmmál útdráttar V (ml)	250	500	500
Styrkur frumefnis í útdrætti (mg/l)	4	1–500	200–400

Sýnið er látið í 250 ml bikarglas

7.2. *Tilreiðsla lausnarinnar*

Sýnið er vætt ef nauðsyn krefur með örlitlu vatni, síðan er varlega og í smáskömmtum bætt við 10 ml af þynntri saltsýru (4.1) fyrir hvert gramm af áburði, þá er bætt við u.þ.b. 50 ml af vatni. Bikarglasinu er lokað með úrgleri og þessu blandað saman. Hitað er að suðumarki á hitaplötunni og látið sjóða í 30 mínútur. Látið kólna og hrært í við og við á meðan. Öll lausnin er færð yfir í 250 eða 500 ml mæliflösku (sjá töflu). Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman. Lausnin er síuð í gegnum þurra síu í þurrt ílát. Fyrsta skammti er hent. Útdrátturinn skal vera alveg tær.

Mælt er með því að ákvörðun á deiliskömmtum tæra síuvökvans fari fram án tafar; ef ekki skal ílátunum lokað með tappa.

Athugasemd

Útdrættir þar sem ákvarða þarf bórinnihald: pH-gildi er stillt milli 4 og 6 með óblönduðu ammoníaki (4.2).

8. **Ákvörðun**

Hvert snefilefni skal ákvarðað með þeim deiliskömmtum sem tilgreindir eru í aðferðinni fyrir viðkomandi snefilefni.

Ef nauðsyn krefur eru lífrænir klóbindlar eða bindlar fjarlægðir úr deiliskammti af útdrættinum með því að beita aðferð 9.3. Þegar um er að ræða ákvörðun með frumeindagleypmælingu kann að reynast óþarft að fjarlægja slík efni.

Aðferð 9.2

Útdráttur á vatnsleysanlegum snefilefnum

1. Gildissvið

Í þessari aðferð er því lýst hvernig vatnsleysanleg form snefilefnanna bórs, kóbalts, kopars, járn, mangans, mólýbdens og sinks eru dregin út. Markmiðið er að draga þurfi sem sjaldnast út og að nota einn útdrátt, þar sem því verður við komið, til að ákvarða innihald hvers og eins af þeim snefilefnum sem eru talin upp hér að framan.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð fyrir EB-áburð sem fellur undir I. viðauka og inniheldur eitt eða fleiri af snefilefnum bór, kóbalti, kopar, járn, mangani, mólýbdeni og sinki. Hana má nota fyrir snefilefni ef uppgæfið innihald þess er 10% eða minna.

3. Grundvöllur aðferðar

Snefilefnin eru dregin út með því að hrista áburðinn í vatni við 20 (± 2) °C.

Athugasemd

Útdrátturinn er reynslubundinn og e.t.v. ekki megindegur.

4. Prófefni

4.1. Þynnt saltsýrulausn (HCl), u.þ.b. 6 mól/l

Einum hluta af saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) er blandað saman við einn hluta af vatni.

5. Búnaður

5.1. Snúningshristari, stilltur á u.þ.b. 35 til 40 snúninga á mínútu.

5.2. Sýrustigsmælir

Athugasemd

Eigi að ákvarða bórinnihald í útdrætti skal ekki nota glerbúnað úr bórsilíkati. Æskilegt er að nota teflon eða kvars fyrir þennan útdrátt. Glerbúnaðurinn skal skolaður vandlega hafi hann verið þvegin með hreinsiefni sem inniheldur bóröt.

6. Undirbúningur sýnis

Sjá aðferð 1.

7. Aðferð

7.1. Prófunarsýni

Tekinn er skammtur af áburði sem vegur 2–10 g, allt eftir uppgæfni innihaldi frumefnisins í vörunni. Styðjast skal við eftirfarandi töflu til þess að fá út lokalausnina sem, eftir hæfilega þynningu, verður innan marka mælisviðs hversar aðferðar. Sýnin skulu vegin með 1 mg nákvæmni.

Uppgæfið innihald snefilefna í áburðinum (%)	< 0,01	0,01–< 5	≥ 5–10
Massi prófunarsýnis (g)	10	5	2
Massi frumefnis í sýninu (mg)	1	0,5–250	100–200
Rúmmál útdrattar V (ml)	250	500	500
Styrkur frumefnis í útdrætti (mg/l)	4	1–500	200–400

Sýnið er látið í 250 eða 500 ml flösku (samkvæmt töflunni).

7.2. Tilreiðsla lausnarinnar

Um 200 ml af vatni er hellt í 250 ml flöskuna eða 400 ml af vatni í 500 ml flöskuna.

Flöskunni er lokað þétt með tappa. Hún er hrist rækilega í höndunum til að dreifa sýninu og síðan sett í hristarann í 30 mínútur.

Fyllt er að markinu og þessu blandað vel saman.

7.3. Tilreiðsla prófunarlausnarinnar

Lausnin er síuð án tafar í hreina, þurra flösku. Flöskunni er lokað með tappa. Ákvörðunin er framkvæmd strax að síun lokinni.

Athugasemd

Verði síuvökvinn smátt og smátt gruggugur er dregið út aftur skv. 7.1 og 7.2, í mæliflösku með rúmmálið V_e . Lausnin er síuð í kvarðaða flösku með rúmmálið W , sem áður hefur verið þurrkuð og 5,00 ml af þynntri saltsýru (4.1) hellt í. Hætt er að sía um leið og lausnin nær réttu kvarðamerki. Blandist vel saman.

Við þessi skilyrði er gildi V í framsetningu niðurstaðna:

$$V = V_e \times W / (W - 5)$$

Þynningarnar í framsetningu niðurstaðna ráðast af gildinu V .

8. Ákvörðun

Hvert snefilefni skal ákvarðað með þeim deiliskömmtum sem tilgreindir eru í aðferðinni fyrir hvert viðkomandi snefilefni.

Ef nauðsyn krefur eru lífrænir klóbindlar eða bindlar fjarlægðir úr deiliskammti með því að beita aðferð 9.3. Þegar um er að ræða ákvörðun með frumeindagleypnimælingu kann að reynast óþarft að fjarlægja slík efni.

Aðferð 9.3**Hreinsun lífrænna efnasambanda úr útdrætti úr áburði****1. Gildissvið**

Í þessari aðferð er því lýst hvernig lífræn efnasambönd eru fjarlægð úr útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu á áburðarsýnum, sem dregin eru út með aðferðum 9.1 og 9.2, ef þess er krafist í E-þætti I. Viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald efna í áburðinum.

Athugasemd

Lífræn efni í litlum mæli hafa venjulega ekki áhrif á ákvarðanir sem gerðar eru með frumeindagleypnimælingu.

3. Grundvöllur aðferðar

Lífrænu efnasamböndin í deiliskammti af útdrættinum eru oxuð með vetnisperoxíði.

4. Prófefni**4.1. Þynnt saltsýrulausn (HCl), u.þ.b. 0,5 mól/l**

Einum hluta af saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) er blandað saman við einn hluta af vatni.

4.2. Vetnisperoxíðlausn (30% H_2O_2 , $d_{20} = 1,11$ g/ml), án snefilefna.

5. **Búnaður**

Rafmagnshitaplatá með hitastilli.

6. **Aðferð**

25 ml af útdráttarlausninni, sem fæst með aðferð 9.1 eða aðferð 9.2, eru teknir og settir í 100 ml bikarglas. Sé aðferð 9.2 beitt er 5 ml af þynntu saltsýrulausninni (4.1) bætt við. Þá er 5 ml af vetnisperoxíðlausninni (4.2) bætt við. Lokað er með úrgleri. Oxun er látin eiga sér stað í eina klukkustund við stofuhita, þá hitað smátt og smátt að suðu og soðið í hálfa klukkustund. Ef nauðsyn krefur er öðrum 5 ml af vetnisperoxíði bætt við lausnina eftir að hún hefur kólnað. Þá er soðið til að fjarlægja umframmagn af vetnisperoxíði. Lausnin er látin kólna og hún öll færð yfir í 50 ml mæliflösku og fyllt að markinu. Síað ef nauðsyn krefur.

Reikna skal með þessari þynningu þegar deiliskammtar eru teknir og hundraðshluti snefilefna í vörunni er reiknaður.

Aðferð 9.4

Ákvörðun á snefilefnum með frumeindagleypnimælingu í útdrætti úr áburði**(almenn aðferð)**1. **Gildissvið**

Í þessu skjali er fastsett almenn aðferð til að ákvarða innihald tiltekinna snefilefna í útdrætti úr áburði með frumeindagleypnimælingu.

2. **Notkunarsvið**

Þessi aðferð er notuð við greiningu á áburðarsýnum, sem dregin eru út með aðferðum 9.1 og 9.2, ef þess er krafist í E-þætti I. Viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald efna í áburðinum.

Laga má þessa aðferð að mismunandi snefilefnum og er því lýst í þeim aðferðum sem eru sérstaklega skilgreindar fyrir hvert frumefni.

Athugasemd

Lífræn efni í litlum mæli hafa venjulega ekki áhrif á ákvarðanir sem gerðar eru með frumeindagleypnimælingu.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Eftir að útdrátturinn hefur verið meðhöndlaður, þar sem nauðsyn krefur, til að minnka eða fjarlægja truflandi efni er hann þynntur þannig að styrkur hans verði á kjörsviði litrófsmælisins á bylgjulengd sem hæfir því snefilefni sem ákvarða á.

4. **Prófefni**4.1. *Þynnt saltsýrulausn (HCl), u.þ.b. 6 mól/l*

Einum hluta af saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) er blandað saman við einn hluta af vatni.

4.2. *Þynnt saltsýrulausn (HCl), u.þ.b. 0,5 mól/l*

Einum hluta af saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) er blandað saman við 20 hluta af vatni.

4.3. *Lantansaltlausnir (10 g af La í lítra)*

Þetta prófefni er notað til að ákvarða kóbalt, járn, mangan og sink. Það má tilreiða með tvenns konar hætti:

- með lantanoxíði sem leyst er upp í saltsýru (4.1). 11,73 g af lantanoxíði (La_2O_3) er helld saman við 150 ml af vatni í eins lítra mæliflösku og 120 ml af 6 mól/l saltsýru (4.1) bætt við. Efnið er látið leysast upp og fyllt að einum lítra með vatni og þessu blandað vel saman. Saltsýrustyrkur þessarar lausnar er u.þ.b. 0,5 mól/l,

- b) eða lausnir með lantanklórfíði, lantansúlfati eða lantannítrati. 26,7 g af lantanklórfíðheptahýdrati ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) eða 31,2 g af lantannítrathexahýdrati [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] eða 26,2 g af lantansúlfatnónahýdrati [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] eru leyst í 150 ml af vatni, síðan er 85 ml af 6 mól/l saltsýru (4.1) bætt við. Efnið er látið leysast upp og fyllt að einum lítra með vatni. Blandist vel saman. Saltsýrustyrkur þessarar lausnar er u.þ.b. 0,5 mól/l.

4.4. *Kvörðunarlausnir*

Upplýsingar um tilreiðslu þessara lausna er að finna í þeim aðferðum sem eru tilgreindar fyrir ákvörðun hvers snefilefnis.

5. **Búnaður**

Litrófsmælir fyrir frumeindagleypmælingar, búinn geislagjöfum sem senda frá sér geisla sem eru einkennandi fyrir snefilefnin sem á að ákvarða.

Sá sem annast greininguna skal fylgja leiðbeiningum framleiðandans og kunna skil á búnaðinum. Tækið skal þannig gert að koma megi við bakgrunnsleiðréttingu svo að það megi nota í öllum tilvikum (Co og Zn). Nota skal loft og asetýlen.

6. **Tilreiðsla lausnar til greiningar**

6.1. *Tilreiðsla útdráttarlausna með snefilefnum sem á að ákvarða.*

Sjá aðferð 9.1 og/eða 9.2 og, ef við á, 9.3.

6.2. *Meðhöndlun prófunarlausnar*

Deiliskammtur af útdráttinum, sem fæst með aðferð 9.1, 9.2 eða 9.3, er þynntur með vatni og/eða saltsýru (4.1) eða (4.2) til að fá fram, í endanlegri mælingarlausn, styrkleika frumefnisins, sem á að ákvarða, er á við það kvörðunarsvið sem er notað (7.2) og saltsýrustyrkleika á bilinu 0,5 mól/l til 2,5 mól/l. Ef til vill er nauðsynlegt að þynna á ný, einu sinni eða oftar.

Deiliskammtur (rúmmál hans er táknad með (a)) af lokalausn, sem fæst með því að þynna útdráttinn, er tekinn og hellt í 100 ml mæliflösku. Þegar ákvarða skal kóbalt, járn, mangan eða sink er 10 ml af lantansaltlausn (4.3) bætt við. Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausninni (4.2) og þessu blandað vel saman. Þetta er lokalausnin sem mæla á. Þynningarstuðullinn er D.

7. **Aðferð**

7.1. *Tilreiðsla núlllausnar*

Núlllausnin fæst með því að endurtaka allt ferlið frá útdráttarstigi þannig að einungis prófunarsýni áburðar sé sleppt.

7.2. *Tilreiðsla kvörðunarlausna*

A.m.k. fimm kvörðunarlausnir eru tilreiddar í röð í 100 ml mæliflöskum, út frá þeirri kvörðunarlausn sem unnið er með og tilreidd er samkvæmt aðferðinni sem tilgreind er fyrir sérhvert snefilefni, í vaxandi styrkleika innan kjörmælisviðs litrófsmælisins. Ef nauðsyn krefur er styrkleiki saltsýrunnar lagaður eins nákvæmlega og frekast er unnt að styrkleika þynntu prófunarlausnarinnar (6.2). Þegar ákvarða á kóbalt, járn, mangan eða sink er 10 ml af sömu lantansaltlausn (4.3) og tilgreind er í 6.2 bætt við. Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman.

7.3. *Ákvörðun*

Litrófsmælirinn (5) er hafður til reiðu fyrir ákvörðunina og stilltur á þá bylgjulengd sem tiltekin er samkvæmt þeirri aðferð sem hæfir viðkomandi snefilefni.

Kvörðunarlausninni (7.2), prófunarlausninni (6.2) og núlllausninni (7.1) er údað þrisvar í röð og niðurstaðan skráð hverju sinni og tækið skolað með eimuðu vatni í hvert sinn eftir að údað hefur verið.

Kvörðunarferillinn fæst með því að setja meðaltal aflestra litrófsmælisins fyrir hverja kvörðunarlausn (7.2) á lóðhnit og samsvarandi styrkleika viðkomandi frumefnis, gefinn upp í $\mu\text{g/ml}$, á láhnit.

Styrkleiki viðkomandi snefilefnis í prófunarlausninni x_s (6.2) og núlllausninni x_b (7.1) er ákvarðaður eftir þessum ferli, gefinn upp í μg á ml.

8. Framsetning niðurstaðna

Hundraðshluti snefilefnis (E) í áburðinum jafngildir:

$$E (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hafi aðferð 9.3 verið beitt:

$$E (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

þar sem

E = magn þess snefilefnis sem er ákvarðað, gefið upp sem hundraðshluti í áburðinum,

x_s = styrkleiki prófunarlausnarinnar (6.2), í µg/ml,

x_b = styrkleiki núlllausnarinnar (7.1), í µg/ml,

V = rúmmál útdráttarins, sem fæst með aðferð 9.1 eða 9.2, í ml,

D = stuðull sem samsvarar þynningunni sem gerð er samkvæmt lið 6.2,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum, sem tekið er í samræmi við aðferð 9.1 eða 9.2.

Útreikningur á þynningarstuðlinum D:

Ef (a1), (a2), (a3),..., (ai) og (a) er röð deiliskammta og (v1), (v2), (v3),..., (vi) og (100) er rúmmál samsvarandi þynninga þeirra, í sömu röð, í ml verður þynningarstuðullinn D jafn:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Aðferð 9.5

Ákvörðun á bór í útdrætti úr áburði með litrófsgreiningu með asómetíni-H

1. Gildissvið

Í þessari aðferð er lýst ákvörðun á bór í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferð 9.1 og 9.2, ef þess er krafist í I. viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald bórs í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Bórátjónir mynda gulan efnaflóka í asómetín-H-laun, en styrkleiki hans er ákvarðaður með sameindagleypnimælingu við 410 nm. Truflandi jónir eru huldar með EDTA.

4. Prófefni

4.1. EDTA-jafnalaun

Í 500 ml mæliflösku sem inniheldur 300 ml af vatni eru sett:

- 75 g af ammoníumasetati ($\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$),
- 10 g af dínatríumsalti af etýlendíamíntetraedíksýru (Na_2EDTA),
- 40 ml af edíksýru (CH_3COOH , $d_{20} = 1,05 \text{ g/ml}$).

Fyllt er að markinu og þessu blandað vel saman. pH-gildi lausnarinnar, sem kannað er með glerrafskauti, skal vera $4,8 \pm 0,1$.

4.2. *Asómetín-H-lausrn*

Í 200 ml mæflösku eru sett

— 10 ml af jafnalausninni (4.1),

— 400 mg af asómetín-H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$),

— 2 g af askorbínsýru ($C_6H_8O_6$).

— Fyllt er að markinu og þessu blandað vel saman. Ekki er ráðlegt að tilreiða þetta prófefni í stórum skömmtum þar eð það geymist aðeins í fáeina daga.

4.3. *Bórkvörðunarlausnir*

4.3.1. Bórstofnlausn (100 µg/ml)

0,5719 g af bórsýru (H_3BO_3) eru leyst í vatni í 1 000 ml mæflösku. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman. Lausninni er hellt í plastflösku sem geymd er í kæli.

4.3.2. Bórvinnulausrn (10 µg/ml)

50 ml af stofnlausn (4.3.1) er hellt í 500 ml mæflösku. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman.

5. **Búnaður**

Litrófsmælir fyrir sameindagleypnimælingar, stilltur á 410 nm bylgjulengd og með nemum sem hafa 10 mm ljósfræðilengd.

6. **Tilreiðsla lausnar til greiningar**6.1. *Tilreiðsla bórlausnarinnar*

Sjá aðferð 9.1 og/eða 9.2 og, ef við á, 9.3.

6.2. *Tilreiðsla prófunarlausnarinnar*

Deiliskammtur af útdrætti (6.1) er þynntur til að fá bór í þeim styrkleika sem tilgreindur er í 7.2. Nauðsynlegt kann að reynast að þynna tvisvar í röð. Þynningarstuðullinn er D.

6.3. *Tilreiðsla leiðréttingarlausnarinnar*

Sé litur á prófunarlausninni (6.2) er samsvarandi leiðréttingarlausn tilreidd á þann hátt að 5 ml af prófunarlausn (6.2), 5 ml af EDTA-jafnalausn (4.1) og 5 ml af vatni er hellt í plastflösku og þessu blandað vel saman.

7. **Aðferð**7.1. *Tilreiðsla núlllausnarinnar*

Núlllausnin fæst með því að endurtaka allt ferlið frá útdráttarstigi þannig að einungis prófunarsýni áburðar sé sleppt.

7.2. *Tilreiðsla kvörðunarlausnanna*

0, 5, 10, 15, 20 og 25 ml af kvörðunarvinnulausninni (4.3.3) er hellt í röð af 100 ml mæflöskum. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman. Þessar lausnir innihalda 0–2,5 µg/ml af bóri.

7.3. *Litaframköllun*

5 ml af kvörðunarlausninni (7.2), prófunarlausninni (6.2) og núlllausninni (7.1) er hellt í röð plastflaskna. Þá er bætt við 5 ml af EDTA-jafnalausninni (4.1). Því næst er bætt við 5 ml af asómetín-H-lausrninni (4.2).

Öllu er blandað vel saman og liturinn látinn koma fram í myrkri í tvær og hálfa til þrjár klukkustundir.

7.4. *Ákvörðun*

Gleypni lausnarinnar, sem fæst samkvæmt lið 7.3, er mæld, einnig gleypni leiðréttingarlausnarinnar ef nauðsyn krefur (6.3), í samanburði við vatn við bylgjulengdina 410 nm. Nemarnir eru skolaðir með vatni fyrir hvern nýjan aflestur.

8. Framsetning niðurstaðna

Teiknaður er kvörðunarferill þar sem styrkleiki kvörðunarlausnanna (7.2) er á láhniti og gleypni samkvæmt litrófsmælinum (7.4) á lóðhniti.

Af kvörðunarferlinum er lesinn styrkur bórs í núlllausninni (7.1), styrkur bórs í prófunarlausninni (6.2) og leiðréttur styrkur prófunarlausnarinnar, sé próflausnin lituð. Til að reikna út hið síðastnefnda er gleypni leiðréttingarlausnarinnar (6.3) dregin frá gleypni prófunarlausnarinnar (6.2) og leiðréttur styrkur prófunarlausnarinnar ákvarðaður. Styrkur prófunarlausnarinnar (6.2) er skráður með eða án leiðréttingar, $X(x_s)$, og núllprófunarinnar (x_b).

Hundraðshluti bórs í áburðinum er fundinn út frá:

$$B\% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hafi aðferð 9.3 verið beitt:

$$B\% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

þar sem

B = magn bórs, gefið upp sem hundraðshluti í áburðinum,

x_s = styrkleikinn ($\mu\text{g/ml}$) í prófunarlausninni (6.2), með eða án leiðréttingar,

x_b = styrkleikinn ($\mu\text{g/ml}$) í núlllausninni (7.1),

V = rúmmál útdráttarins, sem fæst með aðferð 9.1 eða 9.2, í ml,

D = stuðull sem samsvarar þynningunni sem gerð er samkvæmt lið 6.2,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum, sem tekið er samkvæmt aðferð 9.1 eða 9.2.

Útreikningur á þynningarstuðlinum D: ef (a1) og (a2) eru röð deiliskammta og (v1) og (v2) (í sömu röð) er rúmmál samsvarandi þynninga þeirra, í sömu röð, í ml er þynningarstuðullinn D jafn:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Aðferð 9.6

Ákvörðun á kóbalti í útdrætti úr áburði með frumeindagleypnimælingu

1. Gildissvið

Í þessari aðferð er lýst ákvörðun á kóbalti í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 9.1 og 9.2, ef þess er krafist í E-þætti I. viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald kóbalts í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Eftir að útdrættirnir hafa hlotið viðeigandi meðhöndlun og þynningu er kóbaltinnihaldið ákvarðað með frumeindagleypnimælingu.

4. Prófefni

4.1. Saltsýrulausn, u.þ.b. 6 mól/l.

Sjá aðferð 9.4 (4.1).

4.2. Saltsýrulausn, u.þ.b. 0,5 mól/l.

Sjá aðferð 9.4 (4.2).

4.3. *Lantansaltlausnir (10 g af La í hvern lítra)*

Sjá aðferð 9.4 (4.3).

4.4. *Kóbaltkvörðunarlausnir*4.4.1. *Kóbaltstofnlausn (1 000 µg/ml)*

1 g af kóbalti er vegið með 0,1 mg nákvæmni og sett í 250 ml bikarglas, bætt er við 25 ml af 6 mól/l saltsýru (4.1) og hitað á hitaplötu uns kóbaltið er algjörlega uppleyst. Þegar lausnin er orðin köld er hún öll færð yfir í 1 000 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman.

4.4.2. *Kóbaltvinnulausn (100 µg/ml)*

Hellt er 10 ml af stofnlausn (4.4.1) í 100 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman.

5. **Búnaður**

Litrófsmælir fyrir frumeindagleypnimælingar: sjá aðferð 9.4 (5). Tækið skal búið geislagjafa sem sendir frá sér geisla sem eru einkennandi fyrir kóbalt (240,7 nm). Litrófsmælirinn skal þannig gerður að koma megir við bakgrunnsleiðréttingu.

6. **Tilreiðsla lausnar til greiningar**6.1. *Kóbaltútdráttarlausn*

Sjá aðferð 9.1 og/eða 9.2 og, ef við á, 9.3.

6.2. *Tilreiðsla prófunarlausnarinnar*

Sjá aðferð 9.4 (6.2). Prófunarlausnin skal innihalda 10% (rúmmálshlutfall) af lantansaltlausn (4.3).

7. **Aðferð**7.1. *Tilreiðsla núlllausnar*

Sjá aðferð 9.4 (7.1). Núlllausnin skal innihalda 10% (rúmmálshlutfall) af lantansaltlausninni sem er tilgreind í lið 6.2.

7.2. *Tilreiðsla kvörðunarlausna*

Sjá aðferð 9.4 (7.2).

Til að fá kjörmælisvið fyrir ákvörðun á kóbalti, sem er 0–5 µg/ml, er (í sömu röð) 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml af tilsvarende vinnulausn (4.4.2) hellt í röð af 100 ml mæliflöskum. Ef nauðsyn krefur er styrkleiki saltsýrunnar lagaður eins nákvæmlega og unnt er að styrkleika prófunarlausnarinnar. 10 ml af lantansaltlausninni, sem er tilgreind í lið 6.2, er bætt í hverja flösku. Fyllt er að 100 ml með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman. Þessar lausnir innihalda (í sömu röð) 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 µg/ml af kóbalti.

7.3. *Ákvörðun*

Sjá aðferð 9.4 (7.3). Litrófsmælirinn (5) er hafður til reiðu fyrir mælingar við bylgjulengd 240,7 nm.

8. **Framsetning niðurstaðna**

Sjá aðferð 9.4 (8).

Hundraðshluti kóbalts í áburðinum er fundinn út frá:

$$Co \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hafi aðferð 9.3 verið notuð:

$$Co \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

þar sem

Co = magn kóbalts, gefið upp sem hundraðshluti í áburðinum,

x_s = styrkleiki prófunarlausnarinnar (6.2), í µg/ml,

x_b = styrkleiki núlllausnarinnar (7.1), í µg/ml,

V = rúmmál útdráttarins, sem fæst samkvæmt aðferð 9.1 eða 9.2, í ml,

D = stuðull sem samsvarar þynningunni sem gerð er samkvæmt lið 6.2,

M er massi prófunarsýnisins í grömmum, sem tekið er samkvæmt aðferð 9.1 eða 9.2.

Útreikningur á þynningarstuðlinum D : ef (a_1) , (a_2) , (a_3) , ..., (a_i) og (a) eru röð deiliskammta og (v_1) , (v_2) , (v_3) , ..., (v_i) og (100) er rúmmál samsvarandi þynninga þeirra, í sömu röð, í ml er þynningarstuðullinn D jafn:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

Aðferð 9.7

Ákvörðun á kopar í útdrætti úr áburði með frumeindagleypnimælingu

1. Gildissvið

Í þessari aðferð er lýst ákvörðun á kopar í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 9.1 og 9.2, ef þess er krafist í E-þætti I. Viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald kopars í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Eftir að útdrættimur hafa hlotið viðeigandi meðhöndlun og þynningu er koparinnihaldið ákvarðað með frumeindagleypnimælingu.

4. Prófefni

4.1. Saltsýrulausn, u.p.b. 6 mól/l

Sjá aðferð 9.4 (4.1).

4.2. Saltsýrulausn, u.p.b. 0,5 mól/l

Sjá aðferð 9.4 (4.2).

4.3. Vetríperoxíðlausn (30% H_2O_2 , $d_{20} = 1,11$ g/ml), án snefilefna

4.4. Koparkvörðunarlausn

4.4.1. Koparstofnlausn (1 000 μ g/ml)

1 g af kopar er vegið með 0,1 mg nákvæmni og sett í 250 ml bikarglas, bætt er við 25 ml af 6 mól/l saltsýru (4.1) og 5 ml af vetríperoxíðlausn (4.3) og hitað á hitaplötu uns koparinn er algjörlega uppleystur. Öll lausnin er færð yfir í 1 000 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman.

4.4.2. Koparvinnulausn (100 μ g/ml)

20 ml af stofnlausninni (4.4.1) er hellt í 200 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman.

5. Búnaður

Litrófsmælir fyrir frumeindagleypnimælingar: sjá aðferð 9.4 (5). Tækið skal búið geislagjafa sem sendir frá sér geisla sem eru einkennandi fyrir kopar (324,8 nm).

6. Tilreiðsla lausnar til greiningar

6.1. Koparútdráttarlausn

Sjá aðferð 9.1 og/eða 9.2 og, ef við á, 9.3.

6.2. *Tilreiðsla prófunarlausnarinnar*

Sjá aðferð 9.4 (6.2).

7. **Aðferð**7.1. *Tilreiðsla núlllausnar*

Sjá aðferð 9.4 (7.1).

7.2. *Tilreiðsla kvörðunarlausna*

Sjá aðferð 9.4 (7.2).

Til að fá kjörmælisvið fyrir ákvörðun á kopar, sem er 0 til 5 µg/ml, er (í sömu röð) 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml af tilsvarende lausn sem unnið er með (4.4.2) hellt yfir í röð af 100 ml mæliflöskum. Ef nauðsyn krefur er styrkleiki saltsýrunnar lagaður eins nákvæmlega og unnt er að styrkleika prófunarlausnarinnar (6.2). Fyllt er að 100 ml með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman. Þessar lausnir innihalda (í sömu röð) 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 µg/ml af kopar.

7.3. *Ákvörðun*

Sjá aðferð 9.4 (7.3). Litrófsmælirinn (5) er hafður til reiðu fyrir mælingar við bylgjulengd 324,8 nm.

8. **Framsetning niðurstaðna**

Sjá aðferð 9.4 (8).

Hundraðshluti kopars í áburðinum er fundinn út frá:

$$\text{Cu \%} = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hafi aðferð 9.3 verið beitt:

$$\text{Cu \%} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

þar sem

Cu = magn kopars, gefið upp sem hundraðshluti í áburðinum,

x_s = styrkleiki prófunarlausnarinnar (6.2), í µg/ml,

x_b = styrkleiki núlllausnarinnar (7.1), í µg/ml,

V = rúmmál útdráttarins, sem fæst samkvæmt aðferð 9.1 eða 9.2, í ml,

D = stuðull sem samsvarar þynningunni sem gerð er samkvæmt lið 6.2,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum, sem tekið er samkvæmt aðferð 9.1 eða 9.2.

Útreikningur á þynningarstuðlinum D: ef (a1), (a2), (a3),..., (ai) og (a) er röð deiliskammta og (v1), (v2), (v3),..., (vi) og (100) er rúmmálið samsvarandi þynninga þeirra, í sömu röð, í ml er þynningarstuðullinn D jafn:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Aðferð 9.8

Ákvörðun á járn í útdrætti úr áburði með frumeindagleypnimælingu1. **Gildissvið**

Í þessari aðferð er lýst ákvörðun á járn í útdrætti úr áburði.

2. **Notkunarsvið**

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 9.1 og 9.2, ef þess er krafist í E-þætti I. Viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald járn í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Eftir að útdrættirnir hafa hlotið viðeigandi meðhöndlun og þynningu er járninnihaldið ákvarðað með frumeindagleypnimælingu.

4. Prófefni**4.1. Saltsýrulausn, u.þ.b. 6 mól/l**

Sjá aðferð 9.4 (4.1).

4.2. Saltsýrulausn, u.þ.b. 0,5 mól/l

Sjá aðferð 9.4 (4.2).

4.3. Vetríperoxíðlausn (30% H₂O₂, d₂₀ = 1,11 g/ml), án snefilefna**4.4. Lantansaltlausnir (10 g af La í hvern lítra)**

Sjá aðferð 9.4 (4.3).

4.5. Járnkvörðunarlausnir**4.5.1. Járnstofnlausn (1 000 µg/ml)**

1 g af járnvír er vegið með 0,1 mg nákvæmni og hann settur í 500 ml bikarglas, bætt er við 200 ml af 6 mól/l saltsýru (4.1) og 15 ml af vetríperoxíðlausn (4.3). Hitað á hitaplötu uns járníð er algjörlega uppleyst. Þegar lausnin er orðin köld er hún öll færð yfir í 1 000 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman.

4.5.2. Járninnulausn (100 µg/ml)

20 ml af stofnlausn (4.5.1) er hellt í 200 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman.

5. Búnaður

Litrófsmælir fyrir frumeindagleypnimælingar: sjá aðferð 9.4 (5). Tækið skal búið geislagjafa sem sendir frá sér geisla sem eru einkennandi fyrir járn (248,3 nm).

6. Tilreiðsla lausnar til greiningar**6.1. Járnútdráttarlausn**

Sjá aðferð 9.1 og/eða 9.2 og, ef við á, 9.3.

6.2. Tilreiðsla prófunarlausnarinnar

Sjá aðferð 9.4 (6.2). Prófunarlausnin skal innihalda 10% (rúmmálshlutfall) af lantansaltlausn.

7. Aðferð**7.1. Tilreiðsla núlllausnar**

Sjá aðferð 9.4 (7.1). Prófunarlausnin skal innihalda 10% (rúmmálshlutfall) af lantansaltlausninni sem er tilgreind í lið 6.2.

7.2. Tilreiðsla kvörðunarlausna

Sjá aðferð 9.4 (7.2).

Til að fá kjörmælisvið fyrir ákvörðun á járn, 0 til 10 µg/ml, sem er (í sömu röð) 0, 2, 4, 6, 8, og 10 ml af tilsvarende lausn sem unnið er með (4.5.2) hellt yfir í röð af 100 ml mæliflöskum. Ef nauðsyn krefur er styrkleiki saltsýrunnar lagaður eins nákvæmlega og unnt er að styrkleika prófunarlausnarinnar. 10 ml af lantansaltlausninni, sem er tilgreind í lið 6.2, er bætt við. Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman. Þessar lausnir innihalda (í sömu röð) 0, 2, 4, 6, 8, og 10 µg/ml af járn.

7.3. Ákvörðun

Sjá aðferð 9.4 (7.3). Litrófsmælirinn (5) er hafður til reiðu fyrir mælingar við bylgjulengd 248,3 nm.

8. Framsetning niðurstaðna

Sjá aðferð 9.4 (8).

Hundraðshluti járns í áburðinum er fundinn út frá:

$$\text{Fe \%} = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hafi aðferð 9.3 verið beitt:

$$\text{Fe\%} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

þar sem

Fe = magn járns, gefið upp sem hundraðshluti áburðarins,

x_s = styrkleiki prófunarlausnarinnar (6.2) í µg/ml,

x_b = styrkleiki núlllausnarinnar (7.1) í µg/ml,

V = rúmmál útdráttarins, sem fæst samkvæmt aðferð 9.1 eða 9.2, í ml,

D = stuðull sem samsvarar þynningunni sem gerð er samkvæmt lið 6.2,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum, sem tekið er samkvæmt aðferð 9.1 eða 9.2.

Útreikningur á þynningarstuðlinum D: ef (a1), (a2), (a3),..., (ai) og (a) er röð deiliskammta og (v1), (v2), (v3),..., (vi) og (100) er rúmmál samsvarandi þynninga þeirra, í sömu röð, í ml er þynningarstuðullinn D jafn:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Aðferð 9.9

Ákvörðun á mangani í útdrætti úr áburði með frumeindagleypnimælingu

1. Gildissvið

Í þessari aðferð er lýst ákvörðun á mangani í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 9.1 og 9.2, ef þess er krafist í E-þætti I. viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald mangans í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Eftir að útdrættirnir hafa hlotið viðeigandi meðhöndlun og þynningu er manganinnihaldið ákvarðað með frumeindagleypnimælingu.

4. Prófefni

4.1. Saltsýrulausn, u.þ.b. 6 mól/l

Sjá aðferð 9.4 (4.1).

4.2. Saltsýrulausn, u.þ.b. 0,5 mól/l

Sjá aðferð 9.4 (4.2).

4.3. Lantansaltlausnir (10 g af La í hvern lítra)

Sjá aðferð 9.4 (4.3).

4.4. *Mangankvörðunarlausnir*

4.4.1. Manganstofnlausn (1 000 µg/ml)

1 g af mangani er vegið með 0,1 mg nákvæmni og sett í 250 ml bikarglas, bætt er við 25 ml af 6 mól/l saltsýrulausn (4.1). Hitað á hitaplötu uns manganið er algjörlega uppleyst. Þegar lausnin er orðin köld er hún öll færð yfir í 1 000 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman.

4.4.2. Manganvinnulausn (100 µg/ml)

20 ml af stofnlausninni (4.4.1) eru þynntir með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og settir í 200 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman.

5. **Búnaður**

Litrófsmælir fyrir frumeindagleypnimælingar: sjá aðferð 9.4 (5). Tækið skal búið geislagjafa sem sendir frá sér geisla sem eru einkennandi fyrir mangan (279,6 nm).

6. **Tilreiðsla lausnar til greiningar**6.1. *Manganútdráttarlausn*

Sjá aðferð 9.1 og/eða 9.2 og, ef við á, 9.3.

6.2. *Tilreiðsla prófunarlausnarinnar*

Sjá aðferð 9.4 (6.2). Prófunarlausnin skal innihalda 10% (rúmmálshlutfall) af lantansaltlausn (4.3).

7. **Aðferð**7.1. *Tilreiðsla núlllausnar*

Sjá aðferð 9.4 (7.1). Prófunarlausnin skal innihalda 10% (rúmmálshlutfall) af lantansaltlausninni sem er tilgreind í lið 6.2.

7.2. *Tilreiðsla kvörðunarlausna*

Sjá aðferð 9.4 (7.2).

Til að fá kjörmælisvið fyrir ákvörðun á mangani, sem er 0 til 5 µg/ml, er (í sömu röð) 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml af tilsvarende lausn, sem unnið er með (4.4.2), hellt yfir í röð af 100 ml mæliflöskum. Ef nauðsyn krefur er styrkleiki saltsýrunnar lagaður eins nákvæmlega og unnt er að styrkleika prófunarlausnarinnar. 10 ml af lantansaltlausn, sem er tilgreind í 6.2, er bætt í hverja flösku. Fyllt er að 100 ml með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman. Þessar lausnir innihalda (í sömu röð) 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 µg/ml af mangani.

7.3. *Ákvörðun*

Sjá aðferð 9.4 (7.3). Litrófsmælirinn (5) er hafður til reiðu fyrir mælingar við bylgjulengd 279,6 nm.

8. **Framsetning niðurstaðna**

Sjá aðferð 9.4 (8).

Manganinnihald áburðarins í hundraðshlutum er:

$$\text{Mn \%} = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hafi aðferð 9.3 verið beitt:

$$\text{Mn \%} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

þar sem

Mn = magn mangans, gefið upp sem hundraðshluti í áburðinum,

x_s = styrkleiki prófunarlausnarinnar (6.2), í µg/ml,

x_b = styrkleiki núlllausnarinnar (7.1), í µg/ml,

V = rúmmál útdráttarins, sem fæst samkvæmt aðferð 9.1 eða 9.2, í ml,

D = stuðull sem samsvarar þynningunni sem gerð er samkvæmt lið 6.2,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum, sem tekið er samkvæmt aðferð 9.1 eða 9.2.

Útreikningur á þynningarstuðli D: ef (a1), (a2), (a3),..., (ai) og (a) er röð deiliskammta og (v1), (v2), (v3),..., (vi) og (100) eru rúmmál samsvarandi þynninga þeirra, í sömu röð, í ml jafngildir þynningarstuðullinn D:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Aðferð 9.10

Ákvörðun á mólýbdeni í útdrætti úr áburði með litrófsmælingu á efnaflóka sem inniheldur ammoníumþíósýanat

1. Gildissvið

Í þessari aðferð er lýst ákvörðun á mólýbdeni í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 9.1 og 9.2, ef þess er krafist í E-þætti I. viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald mólýbdenis í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Í súrum miðli myndar mólýbden (V) flóka $[\text{MoO}(\text{SCN})_5]$ með SCN-jónum.

Flókin er dregin út með n-bútýlsýru. Truflandi jónir, t.d. járnjónir, eru áfram í vatnsfasanum. Gulrauði liturinn er ákvarðaður með sameindagleypnimælingu við 470 nm.

4. Prófefni

4.1. Þynnt saltsýrulausn (HCl), u.þ.b. 6 mól/l

Sjá aðferð 9.4 (4.1).

4.2. Koparlausn (70 mg/l) í 1,5 mól/l saltsýru

275 mg af koparsúlfati ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), vegin með 0,1 mg nákvæmni, eru leyst í 250 ml af 6 mól/l saltsýrulausn (4.1) í 1 000 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman.

4.3. Askorbínsýrulausn (50 g/l)

50 g af askorbínsýru ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) eru leyst upp í vatni í 1 000 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með vatni, þessu blandað vel saman og geymt í kæli.

4.4. n-bútýlasetat

4.5. Ammoníumþíósýanatlausn, 0,2 mól/l

15,224 g af NH_4SCN eru leyst upp í vatni í 1 000 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með vatni, þessu blandað vel saman og geymt í dökkritaðri flösku.

4.6. Tinklóridlausn (50 g/l) í 2 mól/l saltsýru

Lausnin verður að vera alveg tær og hana verður að nota strax eftir að hún hefur verið tilreidd. Nota skal mjög hreint tinklórid, að öðrum kosti verður lausnin ekki tær.

100 ml lausn fæst með því að leysa 5 g af ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) í 35 ml af 6 mól/l saltsýrulausn (4.1). Bætt er við 10 ml af koparlausninni (4.2). Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman.

4.7. Mólýbdenkvörðunarlausnir

4.7.1. Mólýbdenstofnlausn (500 µg/ml)

0,920 g af ammoníummólýbdati ($[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$), vegin með 0,1 mg nákvæmni, eru leyst í 6 mól/l saltsýrulausn (4.1) í 1 000 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með þeirri lausn og þessu blandað vel saman.

- 4.7.2. Mólýbdenmillilausn (25 µg/ml)
- 25 ml af stofnlausninni (4.7.1) er hellt í 500 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með 6 mól/l saltsýrulausn (4.1) og þessu blandað vel saman.
- 4.7.3. Mólýbdenvinnulausn (2,5 µg/ml)
- 10 ml af millilausninni (4.7.2) er hellt í 100 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með 6 mól/l saltsýrulausn (4.1) og þessu blandað vel saman.
5. **Búnaður**
- 5.1. Litrófsmælir fyrir sameindagleypnimælingar, með kúvettum með 20 mm ljósfræðilengd og stilltur á 470 nm bylgjulengd.
- 5.2. 200 eða 250 ml skiltrektir
6. **Tilreiðsla lausnar til greiningar**
- 6.1. *Mólýbdenútdráttarlausn*
- Sjá aðferð 9.1 og/eða 9.2 og, ef við á, 9.3.
- 6.2. *Tilreiðsla prófunarlausnarinnar*
- Deiliskammtur af útdrættinum (6.1) er þynntur með 6 mól/l saltsýrulausn (4.1) þannig að réttur styrkleiki mólýbdens komi fram. Þynningarstuðullinn er D.
- Deiliskammtur (a) er tekinn úr útdráttarlausninni, sem inniheldur 1–12 µg af mólýbdeni, og settur í skiltrektina (5.2). Fyllt er 50 ml að markinu með 6 mól/l saltsýrulausn (4.1).
7. **Aðferð**
- 7.1. *Tilreiðsla núlllausnarinnar*
- Núlllausnin fæst með því að endurtaka allt ferlið frá útdráttarstigi þannig að einungis prófunarsýni áburðar sé sleppt.
- 7.2. *Tilreiðsla á röð kvörðunarlausna*
- Röð af a.m.k. sex kvörðunarlausnum er tilreidd í vaxandi styrkleika sem svarar til kjörmælisviðs litrófsmælisins.
- Fyrir bilið 0–12,5 µg af mólýbdeni er (í sömu röð) 1, 2, 3, 4 og 5 ml af tilsvarendi vinnulausn (4.7.3) hellt í skiltrektirnar (5.2). Fyllt er að 50 ml með 6 mól/l saltsýrulausn (4.1). Trektirnar innihalda (í sömu röð) 0, 2,5, 5, 7,5, 10 og 12,5 µg af mólýbdeni.
- 7.3. *Framköllun og sundurgreining flókans*
- Í hverja skiltrekt (6.2, 7.1 og 7.2) er bætt við og í eftirfarandi röð:
- 10 ml af koparlausninni (4.2)
 - 20 ml af askorbínsýrulausninni (4.3)
- Þessu skal blandað vel saman og beðið í tvær til þrjár mínútur. Þá er bætt við:
- 10 ml af n-bútýlasetati (4.4) með nákvæmnisrennipyu
 - 20 ml af þíósíanatlausninni (4.5).
- Lausnin er hrist í eina mínútu til að draga flókann út í lífræna fasanum; þetta er látið botnfalla; eftir að fasarnir tveir hafa verið sundurgreindir er allur vatnsfasinn dreginn frá og honum fleygt; síðan er lífræni fasinn þvegin með:
- 10 ml af tinklóíðlausninni (4.6).
- Þetta er hrist í eina mínútu. Látið botnfalla og allur vatnsfasinn dreginn frá. Lífræna fasanum er safnað í tilraunaglas svo unnt sé að safna vatnsdropunum sem eru í sviflausninni.

7.4. Ákvörðun

Gleypni lausnanna, sem fengnar eru samkvæmt lið 7.3, er mæld við bylgjulengdina 470 nm og 0 µg/ml mólýbdenkvörðunarlausnin (7.2) er notuð sem viðmiðun.

8. Framsetning niðurstaðna

Kvörðunarferillinn fæst með því að setja samsvarandi massa af mólýbdeni í kvörðunarlausnunum (7.2), sem gefnir eru upp í µg, á láhnitið og samsvarandi gleypnigildi (7.4) samkvæmt litrófsmælinum á lóðhnitið.

Massi mólýbdens í prófunarlausninni (6.2) og núlllausninni (7.1) er ákvarðaður út frá þessum ferli. Þessir massar eru táknaðir (í sömu röð) með (x_s) og (x_b).

Hundraðshluti mólýbdens í áburðinum er jafn:

$$Mo \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times D] / (M \times 10^4)$$

Hafi aðferð 9.3 verið beitt:

$$Mo \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D] / (M \times 10^4)$$

þar sem

Mo = magn mólýbdens, gefið upp sem hundraðshluti í áburðinum,

a = rúmmál deiliskammtsins í ml sem tekinn er úr síðustu þynningarlausninni (6.2),

x_s = massi Mo í µg í prófunarlausninni (6.2),

x_b = massi Mo í µg í núlllausninni (7.1), en rúmmál hans samsvarar rúmmáli (a) deiliskammts prófunarlausnarinnar (6.2),

V = rúmmál útdráttarlausnarinnar í ml, sem fæst samkvæmt aðferð 9.1 eða 9.2,

D = stuðull sem samsvarar þynningunni sem gerð er samkvæmt lið 6.2,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum, sem tekið er samkvæmt aðferð 9.1 eða 9.2.

Útreikningur á þynningarstuðlinum D: ef (a_1) og (a_2) er röð deiliskammta og (v_1) og (v_2) er rúmmál samsvarandi þynninga þeirra, í sömu röð, í ml er þynningarstuðullinn D jafn:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2)$$

Aðferð 9.11

Ákvörðun á sinki í útdrætti úr áburði með frumeindagleypnimælingu

1. Gildissvið

Í þessari aðferð er lýst ákvörðun á sinki í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 9.1 og 9.2, ef þess er krafist í E-þætti I. Viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald sinks í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Eftir að útdrættirnir hafa hlotið viðeigandi meðhöndlun og þynningu er sinkinnihaldið ákvarðað með frumeindagleypnimælingu.

4. Prófefni

4.1. Saltsýrulausn, u.þ.b. 6 mól/l

Sjá aðferð 9.4 (4.1).

4.2. *Saltsýrulausn, u.p.b. 0,5 mól/l*

Sjá aðferð 9.4 (4.2).

4.3. *Lantansaltlausnir (10 g af La í hvern lítra)*

Sjá aðferð 9.4 (4.3).

4.4. *Sinkkvörðunarlausnir*

4.4.1. Sinkstofnlausn (1 000 µg/ml)

1 g af sinkdufti eða sinkflögum, vegið með 0,1 mg nákvæmni, er leyst í 25 ml af 6 mól/l saltsýrulausn (4.1) og sett í 1 000 ml mæliflösku. Þegar sinkið er algjörlega uppleyst er fyllt að markinu með vatni og þessu blandað vel saman.

4.4.2. Sinkvinnulausn (100 µg/ml)

20 ml af stofnlausninni (4.4.1) eru þynntir með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og settir í 200 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman.

5. **Búnaður**

Litrófsmælir fyrir frumeindagleypnimælingar: sjá aðferð 9.4 (5). Tækið skal búið geislagjafa sem sendir frá sér geisla sem eru einkennandi fyrir sink (213,8 nm); litrófsmælirinn skal þannig gerður að koma megí við bakgrunnsleiðréttingu.

6. **Tilreiðsla lausnar til greiningar**6.1. *Sinkútdráttarlausn*

Sjá aðferð 9.1 og/eða 9.2 og, ef við á, 9.3.

6.2. *Tilreiðsla prófunarlausnarinnar*

Sjá aðferð 9.4 (6.2). Prófunarlausnin skal innihalda 10% (rúmmálshlutfall) af lantansaltlausn (4.3) miðað við rúmmál.

7. **Aðferð**7.1. *Tilreiðsla núlllausnar*

Sjá aðferð 9.4 (7.1). Prófunarlausnin skal innihalda 10% (rúmmálshlutfall) af lantansaltlausninni sem er tilgreind í 6.2.

7.2. *Tilreiðsla kvörðunarlausna*

Sjá aðferð 9.4 (7.2).

Til að fá kjörmælíbils fyrir sink, sem er 0 til 5 µg/ml, er (í sömu röð) 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml af tilsvarendi lausn sem unnið er með (4.4.2) hellt yfir í röð af 100 ml mæliflöskum. Ef nauðsyn krefur er styrkleiki saltsýrunnar lagaður eins nákvæmlega og unnt er að styrkleika prófunarlausnarinnar. 10 ml af lantansaltlausn, sem er tilgreind í 6.2, er bætt í hverja flösku. Fyllt er að 100 ml með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman. Þessar lausnir innihalda (í sömu röð) 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 µg/ml af kóbalti.

7.3. *Ákvörðun*

Sjá aðferð 9.4 (7.3). Litrófsmælirinn (5) er hafður til reiðu fyrir mælingar við bylgjulengd 213,8 nm.

8. **Framsetning niðurstaðna**

Sjá aðferð 9.4 (8).

Sinkinnihald áburðarins í hundraðshlutum er:

$$\text{Zn \%} = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hafi aðferð 9.3 verið beitt:

$$\text{Zn \%} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

þar sem

Z_n = magn sinks, gefið upp sem hundraðshluti í áburðinum,

x_s = styrkleiki prófunarlausnarinnar (6.2), í $\mu\text{g/ml}$,

x_b = styrkleiki núllaúsarinnar (7.1), í $\mu\text{g/ml}$,

V = rúmmál útdráttarins, sem fæst samkvæmt aðferð 9.1 eða 9.2, í ml,

D = stuðull sem samsvarar þynningunni sem gerð er samkvæmt lið 6.2,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum, sem tekið er samkvæmt aðferð 9.1 eða 9.2.

Útreikningur á þynningarstuðli D : ef (a_1) , (a_2) , (a_3) , ..., (a_i) og (a) er röð deiliskammta og (v_1) , (v_2) , (v_3) , ..., (v_i) og (100) er rúmmál samsvarandi þynninga þeirra, í sömu röð, í ml er þynningarstuðullinn D jafn:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

Aðferðir 10

Snefilefni í styrk sem er yfir 10%

Aðferð 10.1

Útdráttur á öllum snefilefnum

1. **Gildissvið**

Í þessari aðferð er því lýst hvernig heildarinnihald snefilefnanna bórs, kóbalts, kopars, járns, mangans, mólýbdens og sinks er dregið út. Markmiðið er að draga þurfi sem sjaldnast út og nota einn útdrátt, þar sem því verður við komið, til að ákvarða heildarinnihald hvers og eins af þeim snefilefnum sem eru talin upp hér að framan.

2. **Notkunarsvið**

Þessi aðferð er notuð fyrir EB-áburð sem fellur undir E-þátt I. viðauka við þessa reglugerð og inniheldur eitt eða fleiri af snefilefnunum bór, kóbalti, kopar, járn, mangani, mólýbdeni og sinki. Hana má nota fyrir snefilefni ef uppgefið innihald þess er meira en 10%.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Uppleysing í sjóðandi, þynntri saltsýru.

Athugasemd

Útdrátturinn er reynslubundinn og e.t.v. ekki megindlegur, en það ræðst af vörunni eða öðrum efnisþáttum áburðarins. Þetta á einkum við þegar um er að ræða tiltekin manganoxíð en þá getur útdregið magn verið verulega minna en heildarinnihald mangans í vörunni. Það er á ábyrgð áburðarframleiðenda að tryggja að uppgefið innihald svari í raun til þess magns sem dregið er út við þau skilyrði sem hæfa aðferðinni.

4. **Prófefni**

4.1. *Þynnt saltsýrulausn (HCl), u.þ.b. 6 mól/l*

Einum hluta af saltsýru ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) er blandað saman við einn hluta af vatni.

4.2. *Óblönduð ammoníakslausn (NH_4OH , $d_{20} = 0,9 \text{ g/ml}$)*

5. **Búnaður**

5.1. *Rafmagnshella með hitastilli.*

5.2. Sýrustigsmælir.

Athugasemd

Eigi að ákvarða bórinnihald í útdrætti skal ekki nota glerlát úr bórsilíkati. Þar sem aðferðin krefst suðu er æskilegt að nota teflon eða kvars Glerbúnaðurinn skal skolaður vandlega hafi hann verið þvegin með hreinsiefnum sem innihalda bór.

6. Undirbúningur sýnis

Sjá aðferð 1.

7. Aðferð

7.1. Prófunarsýni

Tekinn er skammtur af áburði sem vegur 1–2 g, allt eftir uppgefnu innihaldi frumefnisins í vörunni. Styðjast skal við eftirfarandi töflu til þess að fá út lokalausnina sem, eftir hæfilega þynningu, verður innan marka mælisviðs hvernar aðferðar. Sýnin skulu vegin með 1 mg nákvæmni.

Uppgefið innihald snefilefna í áburðinum (%)	> 10 < 25	≥ 25
Massi prófunarsýnis (g)	2	1
Massi frumefnis í sýninu (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Rúmmál útdráttar V (ml)	500	500
Styrkur frumefnis í útdrætti (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Sýnið er látið í 250 ml bikarglas.

7.2. Tilreiðsla lausnarinnar

Sýnið er vætt ef nauðsyn krefur með örlitlu vatni, síðan er varlega og í smáskömmtum bætt við 10 ml af þynntri saltsýru (4.1) fyrir hvert gramm af áburði, þá er bætt við u.þ.b. 50 ml af vatni. Bikarglasinu er lokað með úrgleri og þessu blandað saman. Hitað er að suðumarki á hitaplötunni og látið sjóða í 30 mínútur. Látið kólna og hrært í við og við á meðan. Öll lausnin er færð yfir í 500 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman. Lausnin er síuð gegnum þurra síu í þurrt ílát. Fyrsta skammti er hent. Útdrátturinn skal vera alveg tær.

Mælt er með því að ákvörðun á deiliskömmtum tæra síuvökvans fari fram án tafar, annars skal ílátunum lokað með tappa.

Athugasemd

Útdrættir þar sem ákvarða þarf bórinnihald: pH-gildi er stillt milli 4 og 6 með óblönduðu ammoníaki (4.2).

8. Ákvörðun

Hvert snefilefni skal ákvarða með þeim deiliskömmtum sem tilgreindir eru í aðferðinni fyrir viðkomandi snefilefni.

Ekki er hægt að nota aðferðir 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 eða 10.10 til að ákvarða klóbundin eða flókabundin frumefni. Í slíkum tilfellum þarf að nota aðferð 10.3 áður en ákvörðunin er gerð.

Venjulega er þetta ekki nauðsynlegt við ákvarðanir með frumeindagleypnimælingu (aðferðir 10.8 og 10.11).

Aðferð 10.2

Útdráttur á vatnsleysanlegum snefilefnum

1. Gildissvið

Í þessari aðferð er því lýst hvernig vatnsleysanleg form snefilefnanna bórs, kóbals, kopars, járn, mangans, mólýbdens og sinks eru dregin út. Markmiðið er að draga þurfi sem sjaldnast út og að nota einn útdrátt, þar sem því verður við komið, til að ákvarða innihald hvers og eins af þeim snefilefnum sem eru talin upp hér að framan.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð fyrir EB-áburð sem fellur undir E-þátt I. viðauka við þessa reglugerð og inniheldur eitt eða fleiri af snefilefnunum bór, kóbalti, kopar, járn, mangani, mólýbdeni og sinki. Hana má nota fyrir snefilefni ef uppgengið innihald þess er meira en 10%.

3. Grundvöllur aðferðar

Snefilefnin eru dregin út með því að hrista áburðinn í vatni við $20 (\pm 2) ^\circ\text{C}$.

Athugasemd

Útdrátturinn er reynslubundinn og e.t.v. ekki megindlegur.

4. Prófefni**4.1. Þynnt saltsýrulausn (HCl), u.þ.b. 6 mól/l**

Einum hluta af saltsýru ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) er blandað saman við einn hluta af vatni.

5. Búnaður**5.1. Snúningshristari stilltur á u.þ.b. 35 til 40 snúninga á mínútu.**

Athugasemd

Eigi að ákvarða bórinnihald í útdrætti skal ekki nota glerílát úr bórsilíkati. Æskilegt er að nota teflon eða kvars fyrir þennan útdrátt. Glerbúnaðurinn skal skolaður vandlega hafi hann verið þveginn með hreinsiefni sem inniheldur bóröt.

6. Undirbúningur sýnis

Sjá aðferð 1.

7. Aðferð**7.1. Prófunarsýni**

Tekinn er skammtur af áburði sem vegur 1 eða 2 g, allt eftir uppgefnu innihaldi vörunnar. Styðjast skal við eftirfarandi töflu til þess að fá út lokalausnina sem, eftir að hún hefur verið hæfilega þynnt, verður innan marka þess mælingarsviðs sem gildir fyrir hverja aðferð. Sýnin skulu vegin með innan við 1 mg nákvæmni.

Uppgefið innihald snefilefna í áburðinum (%)	> 10 < 25	≥ 25
Massi prófunarsýnis (g)	2	1
Massi frumefnis í sýninu (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Rúmmál útdráttar V (ml)	500	500
Styrkur frumefnis í útdrætti (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Sýnið er látið í 500 ml flösku.

7.2. Tilreiðsla lausnarinnar

U.þ.b. 400 ml af vatni er bætt við.

Flöskunni er lokað þétt með tappa. Hún er hrist rækilega í höndunum til að dreifa sýninu og síðan sett í hristarann í 30 mínútur.

Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman.

7.3. Tilreiðsla prófunarlausnarinnar

Lausnin er síuð án tafar í hreina, þurra flösku. Flöskunni er lokað með tappa. Ákvörðunin er framkvæmd strax að síun lokinni.

Athugasemd

Verði síuvökvinn smátt og smátt gruggugur er dregið út aftur skv. 7.1 og 7.2, í flösku með rúmmál Ve. Lausnin, sem áður hefur verið þunnkuð og 5 ml af þynntri saltsýru (4.1) hellt í, er síuð í kvarðaða mæliflösku með rúmmál W. Hætt er að sía um leið og lausnin nær réttu kvarðamerki. Blandist vel saman.

Við þessi skilyrði er gildi V í framsetningu niðurstaðna:

$$V = V_e \times W / (W - 5)$$

Þynningarnar í framsetningu niðurstaðna ráðast af gildi V.

8. Ákvörðun

Hvert snefilefni skal ákvarðað með þeim deiliskömmtum sem tilgreindir eru í aðferðinni fyrir viðkomandi snefilefni.

Ekki er hægt að nota aðferðir 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 eða 10.10 til að ákvarða klóbundin eða flókabundin frumefni. Í slíkum tilfellum þarf að nota aðferð 10.3 áður en ákvörðunin er gerð.

Venjulega er þetta ekki nauðsynlegt við ákvarðanir með frumeindagleypnimælingu (aðferðir 10.8 og 10.11).

Aðferð 10.3**Hreinsun lífrænna efnasambanda úr útdrætti úr áburði****1. Gildissvið**

Í þessari aðferð er því lýst hvemig lífræn efnasambönd eru fjarlægð úr útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 10.1 og 10.2, ef þess er krafist í E-þætti I. Viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald efna í áburðinum.

Athugasemd

Lífræn efni í litlum mæli hafa venjulega ekki áhrif á ákvarðanir sem gerðar eru með frumeindagleypnimælingu.

3. Grundvöllur aðferðar

Lífrænu efnasamböndin í deiliskammti af útdrættinum eru oxuð með vetnisperoxíði.

4. Prófefni**4.1. Þynnt saltsýrulausn (HCl), u.þ.b. 0,5 mól/l**

Einum hluta af saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) er blandað saman við 20 hluta af vatni.

4.2. Vetnisperoxíðlausn (30% H_2O_2 , $d_{20} = 1,11$ g/ml), án snefilefna**5. Búnaður**

Rafmagnshitaplatu með hitastilli.

6. Aðferð

Teknir eru 25 ml af útdráttarlausninni með aðferð 10.1 eða aðferð 10.2 og þeir settir í 100 ml bikarglas. Sé aðferð 10.2 beitt er 5 ml af þynntu saltsýrulausninni (4.1) bætt við. Þá er 5 ml af vetnisperoxíðlausninni (4.2) bætt við. Lokað er með úrgleri. Oxun er látin eiga sér stað í eina klukkustund við stofuhita, þá hitað smátt og smátt að suðu og soðið í hálfa klukkustund. Ef nauðsyn krefur er öðrum 5 ml af vetnisperoxíði bætt við lausnina eftir að hún hefur kólnað. Þá er soðið til að fjarlægja umframmagn vetnisperoxíðsins. Lausnin er látin kólna og hún öll færð yfir í 50 ml mæliflösku og fyllt að marki. Síað ef nauðsyn krefur.

Reikna skal með þessari þynningu þegar deiliskammtar eru teknir og hundraðshluti snefilefna er reiknaður út í vörðunni.

Aðferð 10.4

Ákvörðun á snefilefnum með frumeindagleypnimælingu í útdrætti úr áburði (almenn aðferð)

1. Gildissvið

Í þessu skjali er fastsett almenn aðferð til að ákvarða innihald tiltekinna snefilefna í útdrætti úr áburði með frumeindagleypnimælingu.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 10.1 og 10.2, ef þess er krafist í E-þætti I. viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald járns eða sinks í áburðinum.

Laga má þessa aðferð að mismunandi snefilefnum og er því lýst í þeim aðferðum sem eru sérstaklega skilgreindar fyrir hvert frumefni.

Athugasemd

Lífræn efni í litlum mæli hafa venjulega ekki áhrif á ákvarðanir sem gerðar eru með frumeindagleypnimælingu.

3. Grundvöllur aðferðar

Eftir að útdrátturinn hefur verið meðhöndlaður, þar sem nauðsyn krefur, til að minnka eða fjarlægja truflandi efni er hann þynntur þannig að styrkur hans verði á kjörsviði litrófsmælisins á bylgjulengd sem hæfir því snefilefni sem ákvarða á.

4. Prófefni

4.1. Þynnt saltsýrulausn (HCl), u.þ.b. 6 mól/l

Einum hluta af saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) er blandað saman við einn hluta af vatni.

4.2. Þynnt saltsýrulausn (HCl), u.þ.b. 0,5 mól/l

Einum hluta af saltsýru ($d_{20} = 1,18$ g/ml) er blandað saman við 20 hluta af vatni.

4.3. Lantansaltlausnir (10 g af La í hvern lítra)

Þetta prófefni er notað til að ákvarða járn og sink. Það má tilreiða með tvenns konar hætti:

- með lantanoxíði sem leyst er upp í saltsýru (4.1). 11,73 g af lantanoxíði (La_2O_3) er helld saman við 150 ml af vatni í eins lítra mæliflösku og 120 ml af 6 mól/l saltsýru (4.1) bætt við. Efnið er látið leysast upp og fyllt að einum lítra með vatni og þessu blandað vel saman. Saltsýrustyrkur þessarar lausnar er u.þ.b. 0,5 mól/l, eða
- með lantanklóíð-, sulfat- eða nítratlausnum. 26,7 g af lantanklóíðheptahýdrati ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) eða 31,2 g af lantannítrathexahýdrati [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] eða 26,2 g af lantansúlfatnónahýdrati [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] eru leyst upp í 150 ml af vatni, síðan er 85 ml af 6 mól/l saltsýru (4.1) bætt við. Efnið er látið leysast upp og fyllt að einum lítra með vatni. Blandist vel saman. Saltsýrustyrkur þessarar lausnar er u.þ.b. 0,5 mól/l.

4.4. Kvörðunarlausnir

Upplýsingar um tilreiðslu þessara lausna er að finna í þeim aðferðum sem eru tilgreindar fyrir ákvörðun hvers snefilefnis.

5. **Búnaður**

Litrófsmælir fyrir frumeindagleyppimælingar, búinn geislagjöfum sem senda frá sér geisla sem eru einkennandi fyrir snefilefnin sem á að ákvarða.

Sá sem annast greininguna skal fylgja leiðbeiningum framleiðandans og kunna skil á búnaðinum. Tækið skal þannig gert að koma megi við bakgrunnsleiðréttingu svo að það megi nota í öllum tilvikum (t.d. fyrir Zn). Nota skal loft og asetýlen.

6. **Tilreiðsla lausnar til greiningar**

6.1. *Tilreiðsla útdráttarlausna snefilefna sem á að ákvarða*

Sjá aðferð 10.1 og/eða 10.2 og, ef við á, 10.3.

6.2. *Meðhöndlun prófunarlausnarinnar*

Deiliskammtur af útdrættinum, sem fenginn er með aðferð 10.1, 10.2 eða 10.3, er þynntur með vatni og/eða saltsýru (4.1) eða (4.2) til að fá fram, í lokalausn til mælingar, styrkleika frumefnisins, sem á að ákvarða, er á við það kvörðunarsvið sem er notað (7.2) og saltsýrustyrkleika á bilinu 0,5 til 2,5 mól/l. Ef til vill er nauðsynlegt að þynna á ný, einu sinni eða oft.

Lokalausnin skal fengin með þeim hætti að setja deiliskammt af þynnta útdrættinum í 100 ml mæliflösku. Rúmmál þessa deiliskammts kallast (a) ml. Bætt er í 10 ml af lantansaltlausn (4.3). Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman. Þynningarstuðullinn er D.

7. **Aðferð**

7.1. *Tilreiðsla núlllausnar*

Núlllausnin fæst með því að endurtaka allt ferlið frá útdráttarstigi þannig að einungis prófunarsýni áburðar sé sleppt.

7.2. *Tilreiðsla kvörðunarlausna*

A.m.k. fimm kvörðunarlausnir eru tilreiddar í röð í 100 ml mæliflöskum, úr þeirri kvörðunarlausn sem unnið er með og tilreidd er samkvæmt aðferðinni sem tilgreind er fyrir sérhvert snefilefni, í vaxandi styrkleika innan kjörmælisviðs litrófsmælisins. Ef nauðsyn krefur er styrkleiki saltsýrunnar lagaður eins nákvæmlega og frekast er unnt að styrkleika þynntu prófunarlausnarinnar (6.2). Þegar ákvarða á járn eða sink er bætt við 10 ml af sömu lantansaltlausninni (4.3) og tilgreind er í 6.2. Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman.

7.3. *Ákvörðun*

Litrófsmælirinn (5) er hafður til reiðu fyrir ákvörðunina og stilltur á þá bylgjulengd sem tiltekin er samkvæmt þeirri aðferð sem hæfir viðkomandi snefilefni.

Kvörðunarlausninni (7.2), prófunarlausninni (6.2) og núlllausninni (7.1) er údað þrisvar í röð og niðurstaðan skráð hverju sinni og tækið skolað með eimuðu vatni í hvert sinn eftir að údað hefur verið.

Kvörðunarferillinn verður til með því að staðsetja meðaltal aflestra litrófsmælisins fyrir hverja kvörðunarlausn (7.2) á lóðhniti og samsvarandi styrkleika viðkomandi frumefnis, gefinn upp í µg/ml, á lóðhniti.

Styrkleiki viðkomandi snefilefnis í prófunarlausninni x_s (6.2) og núlllausninni x_b (7.1) er ákvarðaður eftir þessum ferli, þar sem hann er tilgreindur í µg/ml.

8. **Framsetning niðurstaðna**

Hundraðshluti snefilefnis (E) í áburðinum er fundinn út frá:

$$E (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hafi aðferð 10.3 verið beitt:

$$E (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

þar sem

E = magn þess snefilefnis sem er ákvarðað, gefið upp sem hundraðshluti áburðarins,

x_s = styrkleiki prófunarlausnarinnar (6.2) í $\mu\text{g/ml}$,

x_b = styrkleiki prófunarlausnarinnar (7.1) í $\mu\text{g/ml}$,

V = rúmmál útdráttarins, sem fæst með aðferð 10.1 eða 10.2, í ml,

D = stuðull sem samsvarar þynningunni sem gerð er samkvæmt lið 6.2,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum, sem tekið er í samræmi við aðferð 10.1 eða 10.2.

Útreikningur á þynningarstuðlinum D:

Ef (a_1) , (a_2) , (a_3) , ..., (a_i) og (a) er röð deiliskammta og (v_1) , (v_2) , (v_3) , ..., (v_i) og (100) er rúmmál samsvarandi þynninga þeirra, í sömu röð, í ml er þynningarstuðullinn D jafn:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

Aðferð 10.5

Ákvörðun á bór í útdrætti úr áburði með sýrutítrun

1. Gildissvið

Í þessari aðferð er lýst ákvörðun á bórinnhaldi í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 10.1 og 10.2, ef þess er krafist í E-þætti I. viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald bórs í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Flóki mannítóls og bórs myndast með eftirfarandi efnahvörfum:



Flókin er títraður með natríumhýdroxíðlausn uns pH-gildi er 6,3.

4. Prófefni

4.1. Metýlrauð litvísislausn

Í 100 ml mæliflösku er 0,1 g af metýlrauðu ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$) leyst upp í 50 ml af 95% etanóli. Fyllt er að 100 ml með vatni. Blandist vel saman.

4.2. Þynnt saltsýrulausn, u.þ.b. 0,5 mól/l

Einum hluta af saltsýru HCl ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) er blandað saman við 20 hluta af vatni.

4.3. Natríumhýdroxíðlausn, um 0,5 mól/l

Verður að vera laus við koltvísýring. 20 g af natríumhýdroxíði (NaOH) í töfluformi eru leyst upp í eins lítra mæliflösku, sem inniheldur um 800 ml af soðnu vatni. Þegar lausnin hefur kólnað er fyllt að 1 000 ml með soðnu vatni og þessu blandað vel saman.

4.4. Staðallausn af natríumhýdroxíði, u.þ.b. 0,025 mól/l

Verður að vera laus við koltvísýring. 0,5 mól/l natríumhýdroxíðlausnin (4.3) er þynnt 20 sinnum með soðnu vatni og þessu blandað vel saman. Ákvarða ber gildi lausnarinnar sem er gefið upp sem bór (B) (sjá 9. lið).

4.5. Bórkvörðunarlausn (100 $\mu\text{g/ml}$ B)

0,5719 g af bórsýru (H_3BO_3), vegin með 0,1 mg nákvæmni, eru leyst upp í vatni í 1 000 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman. Lausninni er í hellt yfir í plastflösku sem geymd er í kæli.

4.6. D-mannitól ($C_6H_{14}O_6$), duft

4.7. Natriumklóríð ($NaCl$)

5. **Búnaður**

5.1. Sýrustigsmælir með glerrafskauti

5.2. Segulhræribúnaður

5.3. 400 ml bikarglas með teflonpinna

6. **Tilreiðsla lausnar til greiningar**

6.1. *Tilreiðsla bórlausnarinnar*

Sjá aðferð 10.1, 10.2 og, ef við á, 10.3.

7. **Aðferð**

7.1. *Prófun*

Deiliskammtur (a) af útdrættinum (6.1), sem inniheldur 2 til 4 mg B, er settur í 400 ml bikarglas (5.3). 150 ml af vatni er bætt við.

Nokkrum dropum af metýlrauðri litvísislausn (4.1) er bætt við.

Þegar útdráttur fer fram samkvæmt aðferð 10.2 er lausnin sýrð með því að bæta í hana 0,5 mól/l saltsýru (4.2) uns litvísislausnin tekur breytingum, þá er öðrum 0,5 ml af 0,5 mól/l saltsýru (4.2) bætt við.

Eftir að 3 g af natriumklóríði (4.7) hefur verið bætt við er lausnin hituð að suðu til að fjarlægja koldíoxíðið. Látið kólna. Bikarglasið er sett á segulhræribúnaðinn (5.2) og rafskaut sýrustigsmælisins (5.1), sem áður hefur verið kvarðaður, eru sett ofan í glasið.

pH-gildið er stillt nákvæmlega á 6,3, fyrst með 0,5 mól/l natriumhýdroxíðlausninni (4.3), þá með 0,025 mól/l lausninni (4.4).

Bætt er við 20 g af D-mannitóli (4.6), það látið leysast algjörlega upp og þessu blandað vel saman. Lausnin er titruð með 0,025 M natriumhýdroxíðlausninni (4.4) uns pH-gildið er 6,3 (stöðugleiki í minnst 1 mínútu). Nauðsynlegt rúmmál er X_1 .

8. **Núlllausn**

Núlllausnin fæst með því að endurtaka allt ferlið, allt frá tilreiðslu lausnar þannig að einungis áburðinum er sleppt. Nauðsynlegt rúmmál er X_0 .

9. **Bórinnehald (B) natriumhýdroxíðlausnarinnar (4.4)**

Með rennipípu eru 20 ml (2,0 mg B) af kvörðunarlausninni (4.5) fluttir yfir í 400 ml bikarglas og nokkrum dropum af metýlrauðri litvísislausn (4.1) bætt við. Þá er 3 g af natriumklóríði (4.7) og saltsýrulausn (4.2) bætt við uns litvísislausnin (4.1) tekur breytingum.

Fyllt er að 150 ml með vatni, lausnin hituð varlega að suðu til að fjarlægja koldíoxíðið. Látið kólna. Bikarglasið er sett á segulhræribúnaðinn (5.2) og rafskaut sýrustigsmælisins (5.1), sem áður hefur verið kvarðaður, eru sett ofan í glasið. pH-gildið er stillt nákvæmlega á 6,3, fyrst með 0,5 mól/l natriumhýdroxíðlausninni (4.3), þá með 0,025 mól/l lausninni (4.4).

Bætt er við 20 g af D-mannitóli (4.6), það látið leysast algjörlega upp og þessu blandað vel saman. Lausnin er titruð með 0,025 mól/l natriumhýdroxíðlausninni (4.4) uns pH-gildið er 6,3 (stöðugleiki í minnst 1 mínútu). Nauðsynlegt rúmmál er V_1 .

Núlllausn er tilreidd á sama hátt, en 20 ml af vatni koma í stað kvörðunarlausnarinnar. Nauðsynlegt rúmmál er X_0 .

Bórinnehald (F) staðalnatriumhýdroxíðlausnarinnar (4.4) í mg/ml er sem hér segir:

$$F \text{ (í mg/ml)} = 2 / (V_1 - V_0)$$

1 ml af nákvæmlega 0,025 mól/l natriumhýdroxíðlausn samsvarar 0,27025 mg B.

10. Framsetning niðurstaðna

Hundraðshluti bórs í áburðinum er fundinn út frá:

$$B (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

þar sem

B (%) = hundraðshluti bórs í áburðinum,

X₁ = rúmmál 0,025 mól/l natríumhýdroxíðlausnarinnar (4.4) í ml, sem notist í prófunarlausnina,

X₀ = rúmmál 0,025 mól/l natríumhýdroxíðlausnarinnar (4.4) í ml, sem notist í núlllausnina,

F = bórinnihald (B), í mg/ml, í 0,025 mól/l natríumhýdroxíðlausninni (4.4),

V = rúmmál útdráttarlausnarinnar í ml, sem fæst samkvæmt aðferð 10.1 eða 10.2,

a = rúmmál deiliskammtsins (7.1) í ml, sem tekinn er úr útdráttarlausninni (6.1),

M = massi prófunarsýnisins í grömmum, sem tekið er samkvæmt aðferð 10.1 eða 10.2.

Aðferð 10.6

Ákvörðun á kóbalti í útdrætti úr áburði með þyngdarmælingu þar sem 1-nítrósó-2-naftól er notað

1. Gildissvið

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða kóbalt í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 10.1 og 10.2, ef þess er krafist í E-þætti I. Viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um innihald kóbalts í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Kóbalt III myndar ásamt 1-nítrósó-2-naftól rautt botnfall $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Eftir að kóbaltinu, sem er í útdrættinum, hefur verið komið yfir í kóbalt III er kóbaltið botnfellt í ediksýrðum miðli með 1-nítrósó-2-naftóllaun. Að síun lokinni er botnfallið þvegið og þurrkað uns þyngdin er stöðug og síðan vegið sem $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

4. Prófefni

4.1. Vetríperoxíðlausn (H_2O_2 , $d_{20} = 1,11 \text{ g/ml}$) 30%

4.2. Natríumhýdroxíðlausn, u.þ.b. 2 mól/l

8 g af natríumhýdroxíði í töfluformi eru leyst upp í 100 ml af vatni.

4.3. Þynnt saltsýrulausn, u.þ.b. 6 mól/l

Einum hluta af saltsýru ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) er blandað saman við 1 hluta af vatni.

4.4. Ediksýra (99,7% $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$) ($d_{20} = 1,05 \text{ g/ml}$)

4.5. Ediksýrulausn (1:2), u.þ.b. 6 mól/l

Einum hluta af ediksýru (4.4) er blandað saman við 2 hluta af vatni.

4.6. Lausn 1-nítrósó-2-naftóls í 100 ml af ediksýru (4.4). 100 ml af volgu vatni er bætt við. Blandist vel saman. Síðað án tafar. Lausnin skal notuð þegar í stað.

5. **Búnaður**

5.1. Síudeigla P 16/ISO 4 793, grop 4, rúmar 30 eða 50 ml

5.2. Hitaskápur, stilltur á 130 (± 2) °C

6. **Tilreiðsla lausnar til greiningar**6.1. *Tilreiðsla kóbaltlausnarinnar*

Sjá aðferðir 10.1 eða 10.2.

6.2. *Tilreiðsla lausnar til greiningar*

Deiliskammtur af útdrættinum, sem inniheldur 20 mg eða minna af Co, er settur í 400 ml bikarglas. Ef útdrátturinn er fenginn samkvæmt aðferð 10.2 er hann gerður súr með fimm dropum af saltsýrulausn (4.3). Þá er 10 ml af vetnisperoxíðlausninni (4.1) bætt við. Hið oxandi efni er látið verka kalt í 15 mínútur og síðan er fyllt með vatni að um 100 ml. Bikarglasinu er lokað með úrgleri. Lausnin er hituð að suðumarki og látin sjóða í um 10 mínútur. Látin kólna. Lausnin er gerð basísk með dropa fyrir dropa af natríumhýdroxíðlausninni (4.2) uns svart kóbalthýdroxíð byrjar að falla til botns.

7. **Aðferð**

10 ml af ediksýru (4.4) er bætt við og fyllt með vatni þar til lausnin er orðin um 200 ml. Hitað að suðumarki. 20 ml af 1-nítrósó-2-naftóllausninni (4.6) er bætt við í dropatali með mælípípu um leið og hrært er í án afláts. Að lokum er hrært duglega til að botnfallið hlaupi.

Vökvinn er síaður gegnum síudeiglu (5.1) sem áður hefur verið vegin og þess gætt að deiglan stíflist ekki. Það er gert með því að sjá til þess að vökvi sé ávallt yfir botnfallinu meðan síað er.

Bikarglasið er þvegið með þynntri ediksýru (4.5) til að fjarlægja allt botnfall, botnfallið í síunni er þvegið með þynntri ediksýru (4.5) og síðan þrisvar með heitu vatni.

Botnfallið er þurrkað í hitaskáp (5.2) við 130 (± 2) °C uns stöðugum massa er náð.

8. **Framsetning niðurstaðna**

1 mg af Co (C₁₀H₆ONO)₃ · 2H₂O botnfalli samsvarar 0,096381 mg Co.

Hundraðshluti kóbalts (Co) í áburðinum er fundinn út frá:

$$\text{Co (\%)} = (X \times 0,0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M})$$

þar sem

X = massi botnfallsins í mg,

V = rúmmál útdráttarlausnarinnar í ml, sem fæst samkvæmt aðferð 10.1 eða aðferð 10.2,

a = rúmmál deiliskammtsins í ml sem tekinn er úr síðustu þynningunni,

D = þynningarstuðull þessa deiliskammts,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum.

Aðferð 10.7

Ákvörðun á kopar í útdrætti úr áburði með títrunarmælingu

1. **Gildissvið**

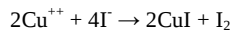
Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða kopar í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

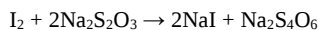
Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 10.1 og 10.2, ef þess er krafist í E-þætti I. viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um innihald kopars í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Kúpríjónunum er fækkað í súrum miðli með kalíumjodíði:



Jodíð sem losnar með þessum hætti er títrað með staðalnatriumbíósúlfatlausn þar sem sterkja kemur fyrir sem litvísir:

**4. Prófefni**

4.1. Saltpéturssýra (HNO_3 , $d_{20} = 1,40$ g/ml)

4.2. Þvagefni $[(\text{NH}_2)_2 \text{C} = \text{O}]$

4.3. Ammoníumvetnisdíflúoríð (NH_4HF_2), lausn 10% w/v

Lausnina skal geyma í plastíláti.

4.4. Ammoníumhýdroxíðlausn (1+1)

Einum hluta af ammoníaki (NH_4OH , $d_{20} = 0,9$ g/ml) er blandað saman við einn hluta af vatni.

4.5. Staðallausn natríumbíósúlfats

Í eins lítra mæliflösku er 7,812 g af natríumbíósúlfatpentahýdrati ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) blandað saman við vatn. Lausnin skal tilreidd þannig að 1 ml = 2 mg Cu. Nokkrum klóróformdropum er bætt við til að koma lausninni í jafnvægi. Geyma ber lausnina í gleríláti og hún varin gegn beinu ljósi.

4.6. Kalíumjodíð (KI)

4.7. Kalíumbíósýanat (KSCN), lausn (25% w/v)

Þessa lausn skal geyma í plastflösku.

4.8. Sterkjulausn, u.þ.b. 0,5%

Í 600 ml bikarglas eru sett 2,5 g af sterkju. U.þ.b. 500 ml af vatni er bætt við. Látið sjóða meðan hrært er í. Kælt niður í stofuhita. Lausnin hefur takmarkað geymsluþol. Unnt er að auka geymsluþolið með því að bæta við um 10 mg af kvikasilfursjodíði.

5. Tilreiðsla lausnar til greiningar

Tilreiðsla koparlausnarinnar.

Sjá aðferðir 10.1 og 10.2.

6. Aðferð

6.1. Tilreiðsla lausnarinnar fyrir títrun

Setja skal deiliskammt af lausninni, sem inniheldur minnst 20–40 mg Cu, í 500 ml keilufloösku.

Lausnin er soðin stutta stund til að fjarlægja umframsúrefni. Fyllt er með vatni í u.þ.b. 100 ml. Þá er 5 ml af saltpéturssýru (4.1) bætt við, hitað að suðumarki og látið sjóða í u.þ.b. hálfa mínútu.

Keilufloaskan er tekin af hitatækinu, um 3 g af þvagefni (4.2) er bætt við og lausnin látin sjóða á ný í u.þ.b. hálfa mínútu.

Flaskan er tekin af hitatækinu og 200 ml af köldu vatni bætt við. Ef nauðsyn krefur er innihald keilufloöskunnar kælt niður í stofuhita.

Ammoníumhýdroxíðlausn (4.4) er bætt við jafnt og þétt uns lausnin verður blá, þá er 1 ml til viðbótar bætt við.

50 ml af ammoníumvetnisdíflúoríðlausn (4.3) er bætt við og þessu blandað saman.

10 g af kalíumjodíði (4.6) er bætt við og leyst upp.

6.2. *Títrun lausnarinnar*

Keiluflasskan er sett á segulhræribúnaðinn. Pinninn er settur í keilufloškuna og stilltur á æskilegan hraða.

Staðallausn natríumbíósúlfats (4.5) er bætt við með mælípípu uns brúnn litur jöðsins, sem leyst hefur verið, dofna.

Bætt er við 10 ml af sterkjulausninni (4.8).

Lausnin er títruð áfram með natríumbíósúlfatlausninni (4.5) uns purpuraliturinn er næstum horfinn.

20 ml af kalíumbíósíanatlausninni (4.7) er bætt við og títrað áfram uns fjólblái liturinn er algjörlega horfinn.

Skrá skal rúmmál bíósúlfatlausnarinnar sem er notað.

7. **Niðurstöður mælinga**

1 ml af bíósúlfatstaðallausn (4.5) samsvarar 2 mg af Cu.

Hundraðshluti kopars í áburðinum er fundinn út frá:

$$\text{Cu (\%)} = X \frac{V}{a \times M \times 5}$$

þar sem

X = rúmmál natríumbíósúlfatlausnarinnar sem er notuð, í ml,

V = rúmmál útdráttarlausnarinnar í ml, í samræmi við aðferðir 10.1 og 10.2,

a = rúmmál deiliskammtsins í ml,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum, í samræmi við aðferðir 10.1 og 10.2.

Aðferð 10.8

Ákvörðun á járn í útdrætti úr áburði með frumeindagleypnimælingu

1. **Gildissvið**

Í þessari aðferð er lýst ákvörðun á járn í útdrætti úr áburði.

2. **Notkunarsvið**

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 10.1 og 10.2, ef þess er krafist í E-þætti I. viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um heildarinnihald og/eða vatnsleysanlegt innihald járns í áburðinum.

3. **Grundvöllur aðferðar**

Eftir að útdrátturinn hefur hlotið viðeigandi meðhöndlun og þynningu ákvarðast járninnihaldið með frumeindagleypnimælingu.

4. **Prófefni**

4.1. *Saltsýrulausn, u.þ.b. 6 mól/l*

Sjá aðferð 10.4 (4.1).

4.2. *Saltsýrulausn, u.þ.b. 0,5 mól/l*

Sjá aðferð 10.4 (4.2).

- 4.3. Vetnisperoxíðlausn (30% H₂O₂, d₂₀ = 1,11 g/ml), án snefilefna
- 4.4. *Lantansaltlausnir (10 g af La í hvern lítra)*
- Sjá aðferð 10.4 (4.3).
- 4.5. *Járnkvörðunarlausn*
- 4.5.1. Járnstofnlausn (1 000 µg/ml)
- 1 g af hreinum járnvír er vegið með 0,1 mg nákvæmni í 500 ml bikarglas, bætt er við 200 ml af 6 mól/l saltsýru (4.1) og 15 ml af vetnisperoxíðlausn (4.3). Hitað á hitaplötu uns járníð er algjörlega uppleyst. Þegar lausnin er köld er hún öll færð yfir í 1 000 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með vatni og þessu blandað vel saman.
- 4.5.2. Járnlausn sem unnið er með (100 µg/ml)
- 20 ml af stofnlausn (4.5.1) er helld í 200 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman.
5. **Búnaður**
- Litrófsmælir fyrir frumeindagleyfnimælingar: sjá aðferð 10.4 (5). Tækið skal búið geislagjafa sem sendir frá sér geisla sem eru einkennandi fyrir járn (248,3 nm).
6. **Tilreiðsla lausnar til greiningar**
- 6.1. *Járnútdráttarlausn*
- Sjá aðferð 10.1 og/eða 10.2 og, ef við á, 10.3.
- 6.2. *Tilreiðsla prófunarlausnarinnar*
- Sjá aðferð 10.4 (6.2). Prófunarlausnin skal innihalda 10% (rúmmálshlutfall) af lantansaltlausn.
7. **Aðferð**
- 7.1. *Tilreiðsla núlllausnar*
- Sjá aðferð 10.4 (7.1). Núlllausnin skal innihalda 10% (rúmmálshlutfall) af lantansaltlausninni sem er tilgreind í lið 6.2.
- 7.2. *Tilreiðsla kvörðunarlausna*
- Sjá aðferð 10.4 (7.2).
- Til að fá kjörmælisvið fyrir ákvörðun á jární, sem er 0 til 10 µg/ml, er (í sömu röð) 0, 2, 4, 6, 8, og 10 ml af tilsvarendi lausn sem unnið er með (4.5.2) helld yfir í röð af 100 ml mæliflöskum. Ef nauðsyn krefur er styrkleiki saltsýrunnar lagaður eins nákvæmlega og unnt er að styrkleika prófunarlausnarinnar. 10 ml af lantansaltlausninni, sem er tilgreind í lið 6.2, er bætt við. Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman. Þessar lausnir innihalda (í sömu röð) 0, 2, 4, 6, 8, og 10 µg/ml af jární.
- 7.3. *Ákvörðun*
- Sjá aðferð 10.4 (7.3). Litrófsmælirinn (5) er hafður til reiðu fyrir mælingar við bylgjulengd 248,3 nm.
8. **Niðurstöður mælinga**
- Sjá aðferð 10.4 (8).

Hundraðshluti járns í áburðinum er fundinn út frá:

$$\text{Fe (\%)} = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hafi aðferð 10.3 verið beitt:

$$\text{Fe (\%)} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

þar sem

Fe = magn járn, gefið upp sem hundraðshluti áburðarins,

x_s = styrkleiki prófunarlausnarinnar (6.2) í $\mu\text{g/ml}$,

x_b = styrkleiki núlllausnarinnar (7.1) í $\mu\text{g/ml}$,

V = rúmmál útdráttarins, sem fæst samkvæmt aðferð 10.1 eða 10.2, í ml,

D = stuðull þynningarinnar sem framkvæmd er í 6.2,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum, sem tekið er samkvæmt aðferð 10.1 eða 10.2.

Útreikningur á þynningarstuðli D: ef (a_1), (a_2), (a_3), ..., (a_i) og (a) er röð deiliskammta og (v_1), (v_2), (v_3), ..., (v_i) og (100) er rúmmál samsvarandi þynninga þeirra, í sömu röð, í ml er þynningarstuðullinn D jafn:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

Aðferð 10.9

Ákvörðun á mangani í útdrætti úr áburði með titrun

1. Gildissvið

Í þessari aðferð er lýst ákvörðun á mangani í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 10.1 og 10.2, ef þess er krafist í E-þætti I. viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um innihald mangans í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Ef klóríðjónir eru í útdrættinum eru þær fjarlægðar með því að sjóða hann með brennisteinssýru. Manganið er oxað með natríumbismúti í saltpéturssýrumiðli. Permanganatið sem myndast er afoxað með umframmagni af járnúlfati. Þetta umframmagn er títrað með kalíumpermanganatlausn.

4. Prófefni

4.1. Óblönduð brennisteinssýra (H_2SO_4 , $d_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$)

4.2. Brennisteinssýra, u.þ.b. 9 mól/l

Einum hluta af óblandaðri brennisteinssýru (4.1) er blandað varlega saman við einn hluta af vatni.

4.3. Saltpéturssýra, 6 mól/l

Þremur hlutum af saltpéturssýru (HNO_3 , $d_{20} = 1,40 \text{ g/ml}$) er blandað saman við fjóra hluta af vatni.

4.4. Saltpéturssýra, 0,3 mól/l

Einum hluta af 6 mól/l saltpéturssýru er blandað saman við 19 hluta af vatni.

4.5. Natríumbismútat (NaBiO_3) (85%)

4.6. Kísilgúr

4.7. Ortófosfórsýra, 15 mól/l (H_3PO_4 , $d_{20} = 1,71 \text{ g/ml}$)

4.8. Járnúlfatlausn, 0,15 mól/l

Í eins lítra mæliflösku eru 41,6 g af járnúlfatheptahýdrati ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) leyst upp.

Þá er 25 ml af óblandaðri brennisteinssýru (4.1) og 25 ml af fosfórsýru (4.7) bætt við. Fyllt er að 1 000 ml. Blandist saman.

4.9. *Kalíumpermanganatlausn, 0,020 mól/l*

3,160 g af kalíumpermanganati (KMnO_4) eru vegin með 0,1mg nákvæmni. Leyst upp og fyllt að 1 000 ml með vatni.

4.10. *Silfurnítratlausn, 0,1 mól/l*

1,7 g af silfurnítrati (AgNO_3) eru leyst upp í vatni og fyllt upp að 100 ml.

5. **Búnaður**

5.1. Síudeigla P16/ISO 4 793, grop 4, rúmmál 50 ml, uppfest á 500 ml síuflösku.

5.2. Segulhræribúnaður

6. **Tilreiðsla lausnar til greiningar**6.1. *Manganútdráttarlausn*

Sjá aðferðir 10.1 og 10.2. Ef ekki er vitað hvort klóríðjónir eru í lausninni er framkvæmt próf með einum dropa af silfurnítratlausninni (4.10).

6.2. Ef klóríðjónir eru ekki í lausninni er deiliskammtur af útdrættinum, sem inniheldur 10 til 20 mg af mangani, settur í hátt 400 ml bikarglas. Fyllt er að um 25 ml, annaðhvort með uppgufun eða með því að bæta við vatni. 2 ml af óblandaðri brennisteinssýru (4.1) er bætt við.

6.3. *Ef klóríðjónir eru í lausninni er nauðsynlegt að fjarlægja þær á eftirfarandi hátt*

Deiliskammtur af útdrættinum, sem inniheldur 10 til 20 mg af mangani, er settur í hátt 400 ml bikarglas. 5 ml af 9 mól/l brennisteinssýru (4.2) er bætt við. Vökvinn er hitaður að suðu á hitaplötu í dragskáp og látinn sjóða uns efnismikill hvítur reykur myndast. Suðu er haldið áfram uns rúmmál er komið niður í um 2 ml (þunnt lag af sírópskenndum vökva á botni bikarglassins). Látið kólna niður í stofuhita.

25 ml af vatni er varlega bætt við og einu sinni enn prófað hvort klóríð finnst í lausninni með einum dropa af silfurnítratlausn (4.10). Ef klóríð finnst ennþá er aðgerðin endurtekin eftir að 5 ml af 9 mól/l brennisteinssýru (4.2) hefur verið bætt við.

7. **Aðferð**

Nú er 25 ml af 6 mól/l saltpéturssýru (4.3) og 2,5 g af natriumbismútati (4.5) bætt út í 400 ml bikarglasið sem inniheldur próflausnina. Hrært er kröftuglega með segulhræribúnaðinum (5.2) í þrjár mínútur.

Þá er 50 ml af 0,3 mól/l saltpéturssýru (4.4) bætt við og hrært á ný. Lausnin er síuð í lofttæmi gegnum síudeiglu (5.1) þar sem botninn er þakinn kísilgúr (4.6). Deiglan er skoluð nokkrum sinnum með 0,3 mól/l saltpéturssýru (4.4) uns síuvökvinn verður litlaus.

Síuvökvinn og skolvökvinn eru færðir yfir í 500 ml bikarglas. Vökvunum er blandað saman og 25 ml af 0,15 mól/l járn-súlfatlausn (4.8) er bætt við. Ef síuvökvinn verður gulur eftir að járn-súlfati er bætt við er 3 ml af 15 mól/l ortófosfórsýru (4.7) bætt við.

Með því að nota mælípípu er umframmagn járn-súlfats títrað með 0,02 mól/l kalíumpermanganatlausn (4.9) uns blandan verður bleik og liturinn helst stöðugur í eina mínútu. Núllprófun er framkvæmd við sömu skilyrði nema prófunarsýninu er sleppt.

Athugasemd

Oxaða lausnin má ekki komast í snertingu við gúmmí.

8. **Framsetning niðurstaðna**

Einn ml af 0,02 mól/l kalíumpermanganatlausn svarar til 1,099 mg af mangani (Mn).

Hundraðshluti mangans í áburðinum er fundinn út frá:

$$\text{Mn (\%)} \text{ þar sem } = (x_b - x_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

þar sem

X_b = rúmmál permanganats, sem notað er við núllprófunina, í ml,

X_s = rúmmál permanganats í prófunarsýninu, í ml,

V = rúmmál útdráttarlausnarinnar í ml, í samræmi við aðferðir 10.1 og 10.2,

a = rúmmál deiliskammtsins í ml, sem tekinn er úr útdrættinum,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum.

Aðferð 10.10

Ákvörðun á mólýbdeni í útdrætti úr áburði með þyngdarmælingu þar sem 8-hýdroxýkínólín er notað

1. Gildissvið

Í þessu skjali er fastsett aðferð til að ákvarða mólýbden í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 10.1 og 10.2, ef þess er krafist í E-þætti I. viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um innihald mólýbdens í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Mólýbdeninnihald er ákvarðað með útfellingu mólýbdenýloxínats við sérstök skilyrði.

4. Prófefni

4.1. Brennisteinssýrulausn, um 1 mól/l

55 ml af brennisteinssýru (H_2SO_4 , $d_{20} = 1,84$ g/ml) er hellt varlega í eins lítra mæflösku sem inniheldur 800 ml af vatni. Blandist saman. Eftir kælingu er fyllt að einum lítra. Blandist saman.

4.2. Þynnt ammóníaklausn (1:3)

Einum hluta af óblandaðri ammóníaklausn (NH_4OH , $d_{20} = 0,9$ g/ml) er blandað saman við þrjá hluta af vatni.

4.3. Þynnt ediksýrulausn (1:3)

Einum hluta af óblandaðri ediksýrulausn (99,7% CH_3COOH , $d_{20} = 1,049$ g/ml) er blandað saman við þrjá hluta af vatni.

4.4. Dínatríumsaltlausn úr etýlendíamíntetraediksýru (EDTA)

5 g af Na_2EDTA eru leyst upp í vatni í 100 ml mæflösku. Fyllt er að markinu og þessu blandað saman.

4.5. Jafnalausn

Í 100 ml mæflösku eru 15 ml af óblandaðri ediksýru og 30 g af ammoníumasetati leyst upp í vatni. Fyllt er að 100 ml.

4.6. 7-hýdroxýkvínólínlausn (oxín)

Í 100 ml mæflösku eru 3 g af 8-hýdroxýkvínólíni leyst upp í 5 ml af óblandaðri ediksýru. 80 ml af vatni er bætt við. Ammóníaklausninni (4.2) er bætt við í dropatali uns lausnin verður gruggug og síðan ediksýrunni (4.3) uns lausnin verður nær á ný.

Fyllt er að 100 ml með vatni.

5. Búnaður

5.1. Síudeigla P16/ISO 4 793, grop 4, rúmmál 30 ml

5.2. Sýrustigsmælir með glerrafskauti

5.3. Hitaskápur, stilltur á 130 til 135 C

6. Tilreiðsla lausnar til greiningar

6.1. Tilreiðsla mólýbdenlausnarinnar. Sjá aðferð 10.1 og aðferð 10.2

7. Aðferð

7.1. Tilreiðsla prófunarlausnarinnar

Deiliskammtur sem inniheldur 25 til 100 mg af Mo er settur í 250 ml bikarglas. Fyllt er að 50 ml með vatni.

Lausnin er stillt á pH-gildi = 5 með því að bæta brennisteinssýrulausninni (4.1) við í dropatali. 15 ml af EDTA-lausninni (4.4) er bætt við og síðan 5 ml af jafnalausninni (4.5). Fyllt er að 80 ml með vatni.

7.2. Botnfallið framkallað og þvegið

Botnfallið framkallað

Lausnin er lítið eitt hituð. Oxínlausninni (4.6) er bætt við um leið og hrært er í sífellu. Útfellingu er haldið áfram meðan hennar verður vart. Prófefni er bætt við uns lausnin sem flýtur ofan á verður eilítið gul. Oftast nægja 20 ml. Botnfallið er hitað eilítið áfram í tvær til þrjár mínútur.

Síun og þvottur

Síað er gegnum síudeiglu (5.1). Skolað er nokkrum sinnum með 20 ml af heitu vatni. Skolvatnið á smám saman að verða litlaust, sem sýnir að oxínið er horfið.

7.3. Botnfallið vegið

Botnfallið er þurrkað við 130 til 135 C uns stöðugri þyngd er náð (í minnst eina klukkustund).

Látið kólna í þurrkara og síðan vigtað.

8. Framsetning niðurstaðna

1 mg af mólýbdenýloxínati, $\text{MoO}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$, svarar til 0,2305 mg af Mo.

Hundraðshluti mólýbdenens í áburðinum er fundinn út frá:

$$\text{Mo (\%)} = X \times 0,02305 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

þar sem

X = massi mólýbdenýloxínatbotnfallsins í mg,

V = rúmmál útdráttarlausnarinnar í ml, í samræmi við aðferðir 10.1 eða 10.2,

a = rúmmál deiliskammtsins í ml sem tekinn er úr síðustu þynningunni,

D = þynningarstuðull deiliskammtsins,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum.

Aðferð 10.11

Ákvörðun á sinki í útdrætti úr áburði með frumeindagleypnimælingu

1. Gildissvið

Í þessari aðferð er lýst ákvörðun á sinki í útdrætti úr áburði.

2. Notkunarsvið

Þessi aðferð er notuð við greiningu áburðarsýna, sem dregin eru út með aðferðum 10.1 og 10.2, ef þess er krafist í E-þætti I. Viðauka við þessa reglugerð að gefin sé yfirlýsing um innihald sinks í áburðinum.

3. Grundvöllur aðferðar

Eftir að útdrættirnir hafa hlotið viðeigandi meðhöndlun og þynningu er sinkinnihaldið ákvarðað með frumeindagleypnimælingu.

4. Prófefni**4.1. Saltsýrulausn, u.þ.b. 6 mól/l**

Sjá aðferð 10.4 (4.1).

4.2. Saltsýrulausn, u.þ.b. 0,5 mól/l

Sjá aðferð 10.4 (4.2).

4.3. Lantansaltlausnir (10 g af La í hvern lítra)

Sjá aðferð 10.4 (4.3).

4.4. Sinkkvörðunarlausnir**4.4.1. Sinkstofnlausn (1 000 µg/ml)**

1 g af sinkdufti eða sinkflögum, vegið með 0,1 mg nákvæmni, er leyst í 25 ml af 6 mól/l saltsýrulausn (4.1) í 1 000 ml mæliflösku. Þegar sinkið er algjörlega uppleyst er fyllt að markinu með vatni og þessu blandað vel saman.

4.4.2. Sinklausn sem unnið er með (100 µg/ml)

20 ml af stofnlausninni (4.4.1) eru þynntir með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) í 200 ml mæliflösku. Fyllt er að markinu með 0,5 mól/l saltsýrulausn og þessu blandað vel saman.

5. Búnaður

Litrófsmælir fyrir frumeindagleypnimælingar.

Sjá aðferð 10.4 (5). Tækið skal búið geislagjafa sem sendir frá sér geisla sem eru einkennandi fyrir sink (213,8 nm). Litrófsmælirinn skal þannig gerður að koma meg við bakgrunnsleiðréttingu.

6. Tilreiðsla lausnar til greiningar**6.1. Sinkútdráttarlausn**

Sjá aðferð 10.1 og/eða 10.2.

6.2. Tilreiðsla prófunarlausnarinnar

Sjá aðferð 10.4 (6.2). Prófunarlausnin skal innihalda 10% (rúmmálshlutfall) af lantansaltlausn (4.3).

7. Aðferð**7.1. Tilreiðsla núlllausnarinnar**

Sjá aðferð 10.4 (7.1). Núlllausnin skal innihalda 10% af lantansaltlausninni, sem tilgreind er upp er í 6.2, miðað við rúmmál.

7.2. Tilreiðsla kvörðunarlausnanna

Sjá aðferð 10.4 (7.2). Til að fá kjörmælibil fyrir sink, sem er 0 til 5 µg/ml, er (í sömu röð) 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml af tilsvandi lausn sem unnið er með (4.4.2) hellt yfir í röð af 100 ml mæliflöskum. Ef nauðsyn krefur er styrkleiki saltsýrunnar lagaður eins nákvæmlega og unnt er að styrkleika prófunarlausnarinnar. 10 ml af lantansaltlausninni, sem er tilgreind í lið 6.2, er bætt í hverja mæliflösku. Fyllt er að 100 ml með 0,5 mól/l saltsýrulausn (4.2) og þessu blandað vel saman.

Þessar lausnir innihalda (í sömu röð) 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 µg/ml af sinki.

7.3. Ákvörðun

Sjá aðferð 10.4 (7.3). Litrófsmælirinn (5) er hafður til reiðu fyrir mælingar við bylgjulengd 213,8 nm.

8. Niðurstöður mælinga

Sjá aðferð 10.4 (8).

Hundraðshluti sinks í áburðinum er fundinn út frá:

$$Zn (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hafi aðferð 10.3 verið beitt:

$$Zn (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

þar sem

Zn = magn sinks, gefið upp sem hundraðshluti áburðarins,

x_s = styrkleiki prófunarlausnarinnar í $\mu\text{g/ml}$,

x_b = styrkleiki núlllausnarinnar í $\mu\text{g/ml}$,

V = rúmmál útdráttarlausnarinnar í ml, sem fæst samkvæmt aðferð 10.1 eða 10.2,

D = sá stuðull sem samsvarar þynningunni sem gerð er samkvæmt lið 6.2,

M = massi prófunarsýnisins í grömmum, sem tekið er samkvæmt aðferð 10.1 eða 10.2.

Útreikningur á þynningarstuðlinum D:

Ef (a_1), (a_2), (a_3), ..., (a_i) og (a) er röð deiliskammta og (v_1), (v_2), (v_3), ..., (v_i) og (100) er rúmmál samsvarandi þynninga þeirra, í sömu röð, í ml er þynningarstuðullinn D jafn:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

V. VIÐAUKI

A. SKRÁ YFIR SKJÖL SEM FRAMLEIÐENDUR EÐA FULLTRÚAR ÞEIRRA SKULU HAFA HLIDSJÓN AF ÞEGAR ÞEIR TAKA SAMAN TÆKNISKJÖL FYRIR NÝJA TEGUND ÁBURÐAR SEM ÞEIR ÓSKA EFTIR AÐ VERÐI BÆTT VIÐ I. VIÐAUKA VIÐ ÞESSA REGLUGERÐ

1. Leiðbeiningar um samantekt tækniskjala fyrir umsókn um að fá að auðkenna áburð með heitinu „EB-áburður“.

Stjórnartíðindi Evrópubandalaganna L 138 frá 20.5.1994, bls. 4.

2. Tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 91/155/EBE frá 5. mars. 1991 þar sem mælt er fyrir um sérstök upplýsingakerfi er varða hættulegar efnablöndur við framkvæmd 10. gr. tilskipunar 88/379/EBE.

Stjórnartíðindi Evrópubandalaganna L 76 frá 22.3.1991, bls. 35.

3. Tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 93/112/EB frá 10. desember 1993 um breytingu á tilskipun framkvæmdastjórnarinnar 91/155/EBE þar sem mælt er fyrir um sérstök upplýsingakerfi er varða hættulegar efnablöndur við framkvæmd 10. gr. tilskipunar ráðsins 88/379/EBE.

Stjórnartíðindi Evrópubandalaganna L 314 frá 16.12.1993, bls. 38.

B. STAÐLAR FYRIR FAGGILDINGU RANNSÓKNARSTOFA SEM ERU TIL ÞESS BÆRAR OG HAFA HEIMILD TIL AÐ VEITA NAUÐSYNLEGA ÞJÓNUSTU VIÐ EFTIRLIT MEÐ SAMRÆMI EB-ÁBURÐAR VIÐ ÁKVÆÐI ÞESSARAR REGLUGERÐAR OG VIÐAUKA VIÐ HANA.

1. Eftirfarandi staðall gildir að því er varðar rannsóknarstofur:

EN ISO/IEC 17025, almennar hæfniskröfur um prófanir og kvörðunarrannsóknarstofur.

2. Eftirfarandi staðall gildir að því er varðar faggildingarstofnanir:

EN 45003, kvörðun og prófanir á faggildingarkerfum fyrir rannsóknarstofur, almennar kröfur um rekstur og viðurkenningu.
