**Tento dokument slúži čisto na potrebu dokumentácie a inštitúcie nenesú nijakú zodpovednosť za jeho obsah**

►**B** **NARIADENIE EURÓPSKEHO PARLAMENTU A RADY (ES) č. 2003/2003**

**z 13. októbra 2003**

**o hnojivách**

**(Text s významom pre EHP)**

(Ú. v. EÚ L 304, 21.11.2003, s. 1)

Zmenené a doplnené:

| | | Úradný vestník | | |
|---|---|---|---|---|
| | | Č. | Strana | Dátum |
| ►**M1** | Nariadenie rady (ES) č. 885/2004 z 26. apríla 2004 | L 168 | 1 | 1.5.2004 |
| ►**M2** | Nariadenie Komisie (ES) č. 2076/2004 z 3. decembra 2004 | L 359 | 25 | 4.12.2004 |

▼B

# NARIADENIE EURÓPSKEHO PARLAMENTU A RADY (ES) č. 2003/2003

## z 13. októbra 2003

## o hnojivách

**(Text s významom pre EHP)**

EURÓPSKY PARLAMENT A RADA EURÓPSKEJ ÚNIE,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho spoločenstva, a najmä na jej článok 95,

so zreteľom na návrh Komisie ([1]),

so zreteľom na stanovisko Európskeho hospodárskeho a sociálneho výboru ([2]),

konaním v zhode s postupom ustanoveným v článku 251 tejto zmluvy ([3]),

keďže:

(1) Smernica Rady 76/116/EHS z 18. decembra 1975 o aproximácii právnych predpisov členských štátov o hnojivách ([4]), smernica Rady 80/876/EHS z 15. júla 1980 o aproximácii právnych predpisoch členských štátov o jednozložkových hnojivách typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka ([5]), smernica Komisie 87/94/EHS z 8. decembra 1986 o aproximácii právnych predpisov členských štátov o postupoch kontroly vlastností, limitov a odolnosti voči výbuchu pri jednozložkových hnojivách typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka ([6]) a smernica Komisie 77/535/EHS z 22. júna 1977 o aproximácii právnych predpisov členských štátov, týkajúcich sa metód vzorkovania a analýzy hnojív ([7]), boli niekoľkokrát zásadne zmenené a doplnené. V súlade s oznámením Komisie Európskemu parlamentu a Rade „Jednoduchšie právne predpisy pre vnútorný trh“ (SLIM) a akčným plánom pre jednotný trh, by sa tieto smernice v záujme jasnosti mali zrušiť a nahradiť jediným právnym nástrojom.

(2) Právne predpisy spoločenstva o hnojivách sú svojím obsahom veľmi odborné. Nariadenie je preto najvhodnejším právnym nástrojom, lebo priamo kladie na výrobcov presné požiadavky, ktoré sa majú uplatňovať v rovnakom čase a rovnakým spôsobom v celom spoločenstve.

(3) V každom členskom štáte musia hnojivá vykazovať určité technické parametre stanovené záväznými predpismi. Tieto ustanovenia, ktoré sa týkajú najmä zloženia a definície druhov hnojív, označenia týchto typov, ich identifikácie a balenia sa v jednotlivých členských štátoch líšia. Svojím nesúladom brzdia obchod vo vnútri spoločenstva, a preto by sa mali harmonizovať.

(4) Cieľ navrhovaného opatrenia, konkrétne na zabezpečenie vnútorného trhu s hnojivami, členské štáty nemôžu uspokojivo dosia-

([1]) Ú. v. ES C 51 E, 26.2.2002, s. 1 a Ú. v. ES C 227 E, 24.9.2002, s. 503.
([2]) Ú. v. ES C 80, 3.4.2002, s. 6.
([3]) Stanovisko Európskeho parlamentu z 10. apríla 2002 (Ú. v. ES C 127 E, 29.5.2002, s. 160), spoločná pozícia Rady zo 14. apríla 2003 (Ú. v. EÚ C 153 E, 1.7.2003, s. 56) a rozhodnutie Európskeho parlamentu z 2. septembra 2003 (ešte neuverejnené v úradnom vestníku).
([4]) Ú. v. ES L 24, 30.1.1976, s. 21. Smernica zmenená a doplnená smernicou Európskeho parlamentu a Rady 98/97/ES (Ú. v. ES L 18, 23.1.1999, s. 60).
([5]) Ú. v. ES L 250, 23.9.1980, s. 7. Smernica zmenená a doplnená smernicou 97/63/ES Európskeho parlamentu a Rady (Ú. v. ES L 335, 6.12.1997, s. 15).
([6]) Ú. v. ES L 38, 7.2.1987, s. 1. Smernica zmenená a doplnená smernicou 88/126/EHS (Ú. v. ES L 63, 9.3.1988, s. 12).
([7]) Ú. v. ES L 213, 22.8.1977, s. 1. Smernica zmenená a doplnená smernicou 95/8/ES (Ú. v. ES L 86, 20.4.1995, s. 41).

▼B

hnuť, ak neexistujú spoločné technické kritériá, a preto sa môžu, z dôvodu účinnejšieho opatrenia, lepšie dosiahnuť na úrovni spoločenstva, spoločenstvo môže prijať opatrenia v súlade so zásadou subsidiarity podľa ustanovenia článku 5 zmluvy. V súlade so zásadou proporcionality podľa ustanovenia v uvedenom článku, toto nariadenie nepresahuje hranice potrebné na dosiahnutie tohto cieľa.

(5) Na úrovni spoločenstva je potrebné určiť označovanie, definíciu a zloženie určitých hnojív (hnojivá ES).

(6) Mali by sa ustanoviť aj pravidlá spoločenstva pre identifikáciu, vystopovateľnosť a označenie hnojív ES na uzáveroch obalov.

(7) Na úrovni spoločenstva je potrebné určiť postup, ktorý sa bude dodržiavať v prípadoch, ak členský štát bude považovať za nutné obmedziť umiestnenie hnojív ES na trh.

(8) Výroba hnojív podlieha v rôznej miere odchýlkam od výrobných postupov alebo základných surovín. Odber vzoriek a analytické postupy môžu tiež obsahovať odchýlky. Preto je potrebné schváliť tolerancie deklarovaného obsahu živín. V záujme poľnohospodárskeho používateľa sa odporúča udržať tieto tolerancie v úzkych hraniciach.

(9) Úradné kontroly súladu hnojív ES s požiadavkami tohto nariadenia týkajúcimi sa kvality a zloženia by mali vykonávať laboratóriá schválené členskými štátmi a oznámené Komisii.

(10) Dusičnan amónny je podstatnou zložkou rôznych produktov, z ktorých niektoré sú určené na použitie ako hnojivá a iné ako výbušniny. Vzhľadom na osobitný charakter hnojív s dusičnanom amónnym s vysokým obsahom dusíka a na následné požiadavky týkajúce sa verejnej bezpečnosti, zdravia a ochrany pracujúcich je potrebné určiť dodatočné pravidlá spoločenstva pre hnojivá ES tohto typu.

(11) Niektoré z týchto produktov by mohli byť nebezpečné a v určitých situáciách použité na iné účely ako na tie, na ktoré boli určené. To by mohlo ohroziť bezpečnosť osôb a majetku. Výrobcovia by preto mali byť povinní prijať primerané kroky, aby zabránili takémuto použitiu, a najmä aby zabezpečili vystopovateľnosť takýchto hnojív.

(12) V záujme verejnej bezpečnosti je osobitne dôležité určiť na úrovni spoločenstva charakteristiky a vlastnosti odlišujúce hnojivá ES s dusičnanom amónnym s vysokým obsahom dusíka od typov dusičnanu amónneho používaného pri výrobe produktov využívaných ako výbušniny.

(13) Hnojivá ES s dusičnanom amónnym s vysokým obsahom dusíka by mali vyhovovať určitým charakteristikám tak, aby sa zabezpečila ich neškodnosť. Výrobcovia by mali zabezpečiť, aby všetky hnojivá ES s dusičnanom amónnym s vysokým obsahom dusíka prešli skúškou odolnosti proti výbuchu skôr, ako budú tieto hnojivá umiestnené na trhu.

(14) Musia sa ustanoviť pravidlá metód uzavretých tepelných cyklov dokonca aj vtedy, keď tieto metódy nemusia nevyhnutne modelovať všetky podmienky vznikajúce počas prepravy a skladovania.

(15) Hnojivá môžu byť znečistené látkami, ktoré môžu potenciálne predstavovať riziko pre zdravie ľudí a zvierat a pre životné prostredie. V nadväznosti na stanovisko Vedeckého výboru pre toxicitu, ekotoxicitu a životné prostredie (SCTEE) má Komisia v úmysle riešiť otázku neúmyselného znečistenia minerálnych hnojív kadmiom a tam, kde to bude primerané, navrhne nariadenie, ktoré má v úmysle predložiť Európskemu parlamentu

▼B

a Rade. Ak je to primerané, vykoná sa podobná revízia v prípade iných znečisťujúcich látok.

(16) Je vhodné určiť postup, ktorý bude musieť dodržiavať každý výrobca alebo jeho zástupca, ktorí si budú želať, aby nový druh hnojiva bol zaradený do prílohy I na účely jeho označenia ako „hnojivo ES“.

(17) Opatrenia potrebné na zavedenie tohto nariadenia by sa mali schváliť v súlade s rozhodnutím Rady 1999/468/ES z 28. júna 1999, ktorým sa ustanovujú postupy na výkon realizačných právomocí poskytnutých Komisii ([1]).

(18) Členské štáty by mali určiť pokuty za porušenie ustanovení tohto nariadenia. Môžu stanoviť, že výrobca, ktorý poruší článok 27, bude pokutovaný sumou zodpovedajúcou desaťnásobku trhovej hodnoty dodávky, ktorá nebude vyhovovať.

(19) Smernice 76/116/EHS, 77/535/EHS, 80/876/EHS a 87/94/EHS by sa mali zrušiť,

PRIJALI TOTO NARIADENIE:

HLAVA I

## VŠEOBECNÉ USTANOVENIA

*KAPITOLA I*

***Rozsah platnosti a definície***

*Článok 1*

**Rozsah platnosti**

Toto nariadenie platí pre produkty, ktoré sú umiestňované na trhu ako hnojivá označené ako „hnojivá ES“.

*Článok 2*

**Definície**

Na účely tohto nariadenia platia tieto definície:

a) „Hnojivo“ je materiál, ktorého hlavná funkcia je poskytovať rastlinám živiny.

b) „Primárna živina“ znamená iba prvky dusík, fosfor a draslík.

c) „Sekundárna živina“ znamená prvky vápnik, horčík, sodík a síra.

d) „Mikroživiny“ znamená prvky bór, kobalt, meď, železo, mangán, molybdén a zinok, podstatné pre rast rastlín v množstvách, ktoré sú malé v porovnaní s množstvami primárnych a sekundárnych živín.

e) „Anorganické hnojivo“ znamená hnojivo, v ktorom sú deklarované živiny vo forme minerálov získaných extrakciou alebo fyzikálnymi a/alebo chemickými technológiami. Kyánamid vápenatý, močovina a jej kondenzačné produkty a deriváty a hnojivá obsahujúce mikroživiny vo forme chelátu alebo komplexu môžu byť konvenčne označené za anorganické hnojivá.

f) „Mikroživina vo forme chelátu“ znamená mikroživinu, ktorá je súčasťou jednej z organických molekúl uvedených v oddieli E.3.1 prílohy I.

([1]) Ú. v. ES L 184, 17.7.1999, s. 23.

▼B

g) „Mikroživina vo forme komplexu“ znamená mikroživinu, ktorá je súčasťou jednej z molekúl uvedených v oddieli E.3.2 prílohy I.

h) „Typ hnojív“ znamená hnojivá so spoločným typovým označením uvedeným v prílohe I.

i) „Jednozložkové hnojivo“ znamená hnojivo obsahujúce dusík, fosfor alebo draslík s deklarovateľným obsahom iba jednej z primárnych živín.

j) „Viaczložkové hnojivo“ znamená hnojivo s deklarovateľným obsahom aspoň dvoch z primárnych živín a získané chemicky alebo zmiešavaním alebo kombináciou oboch týchto postupov.

k) „Komplexné hnojivo“ znamená viaczložkové hnojivo získané chemickou reakciou, z roztoku alebo vo svojom tuhom skupenstve granuláciou, s deklarovateľným obsahom aspoň dvoch z primárnych živín. V tuhom stave každá granula obsahuje všetky živiny v ich deklarovanom zložení.

l) „Zmiešané hnojivo“ znamená hnojivo získané suchým miešaním rôznych hnojív bez chemickej reakcie.

m) „Listové hnojivo“ znamená hnojivo vhodné na použitie na listy plodiny a na príjem živín cez tieto listy.

n) „Tekuté hnojivo“ znamená hnojivo v suspenzii alebo v roztoku.

o) „Hnojivo v roztoku“ znamená tekuté hnojivo neobsahujúce tuhé častice.

p) „Hnojivo v suspenzii“ znamená dvojfázové hnojivo, v ktorom sú tuhé častice vo forme suspenzie v kvapalnej fáze.

q) „Deklarácia“ znamená uvedenie množstva živín, vrátane ich foriem a rozpustnosti zaručenej v zadanej tolerancii.

r) „Deklarovaný obsah“ znamená obsah prvku alebo jeho oxidu, ktorý je v zhode s právnymi predpismi spoločenstva uvedený na štítku hnojiva ES alebo na príslušnom sprievodnom dokumente.

s) „Tolerancia“ znamená povolenú odchýlku nameranej hodnoty obsahu živiny od jej deklarovanej hodnoty.

t) „Európska norma“ znamená normy CEN (Európsky výbor pre normalizáciu), ktoré boli spoločenstvom oficiálne uznané a citácie ktorých boli uverejnené v *Úradnom vestníku Európskych spoločenstiev*.

u) „Obal“ znamená uzatvoriteľný priestor využívaný na skladovanie, ochranu, manipuláciu a distribúciu hnojív a nezadržujúci viac ako 1 000 kg.

v) „Voľne ložené“ znamená hnojivo nezabalené podľa predpisu v tomto nariadení.

w) „Umiestnenie na trh“ znamená dodávku hnojiva, či už za úhradu alebo bezplatne, alebo skladovanie na účely jeho dodávania. Dovoz hnojiva na colné územie spoločenstva sa pokladá za umiestnenie na trh.

x) „Výrobca“ znamená fyzickú alebo právnickú osobu zodpovednú za umiestnenie hnojiva na trh; najmä jeho producent, dovozca, baliareň pracujúca ako samostatná firma alebo akákoľvek osoba meniaca parametre hnojiva sa pokladajú za výrobcu. Distribútor, ktorý nemení charakteristické vlastnosti hnojiva, sa však nepokladá za výrobcu.

▼B

*KAPITOLA II*

***Umiestnenie na trh***

*Článok 3*

**Hnojivo ES**

Hnojivo, ktoré patrí k typom hnojív uvedených v prílohe I a ktoré spĺňa podmienky ustanovené v tomto nariadení sa môže označiť ako „hnojivo ES“.

Označenie „hnojivo ES“ sa nepoužíva na hnojivo, ktoré nevyhovuje tomuto nariadeniu.

*Článok 4*

**Usadenie v rámci spoločenstva**

Výrobca je usadený v spoločenstve a zodpovedá za zhodu „hnojiva ES“ s ustanoveniami tohto nariadenia.

*Článok 5*

**Voľný obeh**

1. Bez vplyvu na článok 15 a iné právne predpisy spoločenstva, členské štáty, vychádzajúc zo zloženia, identifikácie, označenia alebo balenia a iných ustanovení uvedených v tomto nariadení, nezakážu, neobmedzia alebo nebudú brániť umiestneniu hnojív, označených ako „hnojivo ES“ spĺňajúce ustanovenia tohto nariadenia, na trh.

2. Hnojivá, ktoré sú v súlade s týmto nariadením označené „hnojivo ES“, v rámci spoločenstva sú vo voľnom obehu.

*Článok 6*

**Povinné údaje**

1. Členské štáty môžu na splnenie požiadaviek článku 9 predpísať, že údaje o obsahu dusíka, fosforu a draslíka v hnojivách uvádzaných na ich trh musia byť vyjadrené týmto spôsobom:

a) dusík iba vo forme prvku (N) a

b) buď fosfor a draslík iba vo forme prvku (P, K), alebo

c) fosfor a draslík iba vo forme oxidu ($P_2O_5$, $K_2O$), alebo

d) fosfor a draslík súbežne vo forme prvku aj oxidu.

Ak je zvolená možnosť vyjadrenia obsahu fosforu a draslíka vo forme prvkov, všetky odkazy v prílohách na formu oxidu treba znejú ako forma prvku a číselné hodnoty sa prepočítajú s použitím týchto koeficientov:

a) fosfor (P) = oxid fosforečný ($P_2O_5$) × 0,436;

b) draslík (K) = oxid draselný ($K_2O$) × 0,830.

2. Členské štáty môžu určiť, že údaje o obsahu vápnika, horčíka, sodíka a síry ako sekundárnych živín v hnojivách a, ak sú splnené podmienky článku 17, aj primárnych živín v hnojivách uvádzaných na ich trh, musia byť vyjadrené takto:

a) vo forme oxidov (CaO, MgO, $Na_2O$, $SO_3$) alebo

b) vo forme prvku (Ca, Mg, Na, S) alebo

c) v oboch týchto formách.

▼B

Na prepočet obsahu oxidu vápenatého, oxidu horečnatého, oxidu sodného a oxidu sírového na obsah vápnika, horčíka, sodíka, prípadne síry, sa použijú tieto koeficienty:

a) vápnik (Ca) = oxid vápenatý (CaO) × 0,715;

b) horčík (Mg) = oxid horečnatý (MgO) × 0,603;

c) sodík (Na) = oxid sodný ($Na_2O$) × 0,742 a

d) síra (S) = oxid sírový ($SO_3$) × 0,400.

V prípade vypočítaného obsahu oxidu alebo prvku sa deklarované číslo zaokrúhli na najbližšie desatinné miesto.

3. Členské štáty nebránia umiestneniu „hnojív ES“ označených oboma spôsobmi uvedenými v odsekoch 1 a 2 na trh.

4. Obsah jedného alebo viacerých z mikroživín – bóru, kobaltu, medi, železa, mangánu, molybdénu alebo zinku – v hnojivách ES patriacich k typom hnojív uvedených v zozname v oddieloch A, B, C a D prílohy I sa deklaruje, ak sú splnené tieto podmienky:

a) mikroživiny sú pridané aspoň v minimálnych množstvách uvedených v oddieloch E.2.2 a E.2.3 prílohy I;

b) hnojivo ES naďalej spĺňa požiadavky oddielov A, B, C a D prílohy I.

5. Ak sú mikroživiny normálnou súčasťou surovín určených na dodávku primárnych (N, P, K) a sekundárnych (Ca, Mg, Na, S) živín, môžu sa deklarovať, ak sú prítomné aspoň v minimálnych množstvách uvedených v oddieloch E.2.2 a E.2.3 prílohy I.

6. Obsah mikroživín sa deklaruje týmto spôsobom:

a) v prípade hnojív patriacich k typom uvedeným v oddieli E.1 prílohy I v súlade s požiadavkami stanovenými v stĺpci 6 tohto oddielu;

b) v prípade zmesí hnojív uvedených v písmene a) obsahujúcich aspoň dve rôzne mikroživiny a spĺňajúcich požiadavky oddielu E.2.1 prílohy I a hnojív patriacich k typom hnojív uvedených v oddieloch A, B, C a D prílohy I, uvedením:

   i) celkového obsahu vyjadreného ako hmotnostné percentá z hnojiva a

   ii) vo vode rozpustného obsahu vyjadreného ako hmotnostné percentá z hnojiva, pričom rozpustný obsah je aspoň polovica z celkového obsahu.

Ak je mikroživina rozpustná vo vode úplne, vyjadrí sa iba vo vode rozpustný obsah.

Ak je mikroživina chemicky naviazaná na organickú molekulu, obsah mikroživiny prítomnej v hnojive sa vyjadrí ihneď po rozpustnom obsahu vo vode ako hmotnostné percento z produktu, za ktorým nasleduje jeden z pojmov „vo forme chelátu s“ alebo „vo forme komplexu s“, s názvom organickej molekuly tak, ako je ustanovené v oddieli E.3 prílohy I. Názov organickej molekuly sa môže nahradiť jej počiatočnými písmenami.

*Článok 7*

**Označenie**

1. Výrobca označí hnojivá ES identifikačnými značkami uvedenými v článku 9.

2. Ak sú hnojivá balené, tieto identifikačné značky musia byť na obaloch alebo k nim pripojených štítkoch. Ak sú hnojivá voľne ložené, tieto značky musia byť uvedené v sprievodných dokladoch.

▼B

*Článok 8*

**Vystopovateľnosť**

Bez toho, aby bol dotknutý článok 26 ods. 3, výrobca je povinný uchovávať záznamy o pôvode hnojív ES, aby sa zabezpečila vystopovateľnosť týchto hnojív. Tieto záznamy musia byť pre inšpekcie členských štátov dostupné tak dlho, ako dlho sa hnojivo dodáva na trh a ešte ďalšie 2 roky potom, ako ho výrobca prestal dodávať.

*Článok 9*

**Označenie**

1. Bez toho, aby boli dotknuté ostatné právne predpisy spoločenstva, obaly, štítky a sprievodná dokumentácia uvedené v článku 7 sa označujú takto:

a) Povinné označenie

— slová „HNOJIVO ES“ veľkými písmenami;

— tam, kde existuje, označenie typu hnojiva podľa ustanovení prílohy I;

— v prípade zmiešaných hnojív označenie „zmes“ po označení typu;

— dodatočné označenie uvedené v článku 19, 21 alebo 23;

— živiny musia byť uvedené slovami aj príslušnými chemickými značkami, napríklad dusík (N), fosfor (P), oxid fosforečný ($P_2O_5$), draslík (K), oxid draselný ($K_2O$), vápnik (Ca), oxid vápenatý (CaO), horčík (Mg), oxid horečnatý (MgO), sodík (Na), oxid sodný ($Na_2O$), síra (S), oxid sírový ($SO_3$), bór (B), meď (Cu), kobalt (Co), železo (Fe), mangán (Mn), molybdén (Mo), zinok (Zn);

— ak hnojivo obsahuje mikroživiny, z ktorých všetky alebo časť sú chemicky viazané na organickú molekulu, za názvom mikroživiny nasleduje jedno z týchto upresnení:

i) „vo forme chelátu s…“ (názov látky alebo jej skratka podľa ustanovení v časti E.3.1 prílohy I);

ii) „vo forme komplexu s …“ (názov látky podľa ustanovení v oddieli E.3.2 prílohy I);

— mikroživiny obsiahnuté v hnojive uvedené v abecednom poradí ich chemických značiek: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn;

— v prípade produktov uvedených v oddieloch E.1 a E.2 prílohy I konkrétne pokyny na použitie;

— množstvá tekutých hnojív vyjadrené hmotnosťou.Vyjadrenie množstiev tekutých hnojív pomocou objemu alebo hmotnosťou vo vzťahu k objemu (kilogramy na hektoliter alebo gramy na liter) je voliteľné;

— netto alebo brutto hmotnosť; okrem toho je voliteľný objem v prípade kvapalných hnojív. Ak je daná brutto hmotnosť, musí byť popri nej uvedená hmotnosť balenia a

— meno alebo obchodné meno a adresa výrobcu.

b) Voliteľné označenie

— podľa prílohy I;

— pokyny na skladovanie a manipuláciu a v prípade hnojív neuvedených v prílohe I, oddiel E.1 a E.2, konkrétne pokyny na používanie hnojiva;

▼B

— údaje o dávkovaní a podmienkach používania vhodných pre stav pôdy a plodín, za ktorých sa hnojivo používa a

— značka výrobcu a obchodný popis produktu.

Pokyny uvedené pod písmenom b) nesmú byť v rozpore s pokynmi uvedenými pod písmenom a) a musia byť od nich jasne oddelené.

2. Všetky označenia súvisiace s odsekom 1 musia byť jasne oddelené od akýchkoľvek iných údajov na obaloch, štítkoch a v sprievodnej dokumentácii.

3. Kvapalné hnojivá môžu byť umiestnené na trh iba ak výrobca poskytne vhodné dodatočné pokyny týkajúce sa najmä skladovacej teploty a prevencie nehôd počas skladovania.

4. Podrobné pravidlá uplatňovania tohto článku sa prijmú podľa postupu uvedeného v článku 32 ods. 2.

*Článok 10*

**Štítky**

1. Štítky alebo značky vytlačené na obale s údajmi uvedenými podľa článku 9 musia byť umiestnené na viditeľnom mieste. Štítky musia byť pripevnené k obalu alebo akémukoľvek systému, ktorý ho uzatvára. Ak je súčasťou tohto systému pečať, musí byť na nej meno alebo značka toho, kto produkt balil.

2. Značky uvedené v odseku 1 musia byť a musia zostať nezmazateľné a jasne čitateľné.

3. V prípade voľne ložených hnojív uvedených v druhej vete článku 7 ods. 2 musí kópia dokladov obsahujúcich identifikačné značky sprevádzať tovar a musí byť dostupná na účely kontroly.

*Článok 11*

**Jazyky**

Štítok, značky na obale a sprievodná dokumentácia musia byť aspoň v jazyku alebo jazykoch tých členských štátov, v ktorých sa hnojivo ES predáva.

*Článok 12*

**Balenie**

V prípade balených hnojív ES musí byť obal uzavretý takým spôsobom alebo zariadením, ktoré pri otvorení poškodí nenávratným spôsobom upevnenie, pečať upevnenia alebo samotný obal. Je možné používať vrecia s ventilmi.

*Článok 13*

**Tolerancie**

1. Obsah živín v hnojivách ES musí spĺňať tolerancie uvedené v prílohe II, umožňujúc odchýlky vo výrobe, pri odbere vzoriek a pri analýze.

2. Výrobca nesmie systematicky využívať výhody tolerancií uvedených v prílohe II.

3. Pokiaľ ide o minimálne a maximálne obsahy uvedené v prílohe I, nepovoľujú sa žiadne tolerancie.

▼B

*Článok 14*

**Požiadavky na hnojivo**

Daný typ hnojiva môže byť zaradený do prílohy I, ak:

a) poskytuje živiny účinným spôsobom;

b) sú poskytnuté príslušné vzorky, analýzy a v prípade požiadavky aj skúšobné postupy a

c) za normálnych podmienok použitia nemá nepriaznivý vplyv na zdravie ľudí, zvierat alebo rastlín alebo na životné prostredie.

*Článok 15*

**Ochranné opatrenie**

1. Ak má členský štát oprávnené dôvody na to, aby uveril, že konkrétne hnojivo ES, aj keď spĺňa požiadavky tohto nariadenia, predstavuje riziko pre bezpečnosť alebo zdravie ľudí, zvierat alebo rastlín alebo riziko pre životné prostredie, môže dočasne zakázať jeho umiestnenie na trhu na svojom území, alebo ho podrobiť osobitným podmienkam. Bezodkladne o tom informuje členské štáty a Komisiu a uvedie dôvody pre takéto rozhodnutie.

2. Komisia prijme rozhodnutie vo veci do 90 dní od prijatia informácie v súlade s postupom uvedeným v článku 32 ods. 2.

3. Ustanovenia tohto nariadenia nebránia tomu, aby Komisia alebo členský štát prijali také opatrenia, ktorými zakážu, obmedzia alebo sťažia umiestnenie hnojív ES na trh a ktoré sú zdôvodnené verejnou bezpečnosťou.

HLAVA II

**USTANOVENIA TÝKAJÚCE SA KONKRÉTNYCH DRUHOV HNOJÍV**

*KAPITOLA I*

***Anorganické hnojivá s primárnymi živinami***

*Článok 16*

**Rozsah**

Táto kapitola platí pre anorganické hnojivá s primárnymi živinami, tuhé aj tekuté, jednozložkové aj viaczložkové, vrátane tých, ktoré obsahujú sekundárne živiny a/alebo mikroživiny, s minimálnym obsahom živiny uvedeným v oddieloch A, B, C, E.2.2 alebo E.2.3 prílohy I.

*Článok 17*

**Deklarovanie sekundárnych živín v hnojivách s primárnymi živinami**

Obsah vápnika, horčíka, sodíka a síry môže byť deklarovaný ako obsah sekundárnej živiny v hnojive ES patriacemu k typom hnojív uvedených v oddieloch A, B a C prílohy I, ak tieto prvky sa v ňom nachádzajú aspoň v týchto minimálnych množstvách:

a) 2 % oxidu vápenatého (CaO), t. j. 1,4 % Ca;

b) 2 % oxidu horečnatého (MgO), t. j. 1,2 % Mg;

c) 3 % oxidu sodného ($Na_2O$), t. j. 2,2 % Na a

d) 3 % oxidu sírového ($SO_3$), t. j. 2 % S.

▼B

V takomto prípade sa pridá k typovému označeniu dodatočné označenie uvedené v článku 19 ods. 2 bod ii).

*Článok 18*

**Vápnik, horčík, sodík a síra**

1. Deklarácia obsahu horčíka, sodíka a síry v hnojivách uvedených v oddieloch A, B a C prílohy I sa vyjadrí jedným z týchto spôsobov:

a) celkový obsah vyjadrený ako hmotnostné percento z hnojiva;

b) celkový obsah a obsah rozpustný vo vode vyjadrený ako hmotnostné percento z hnojiva, pričom rozpustný obsah je aspoň štvrtina z celkového obsahu a

c) ak je prvok úplne rozpustný vo vode, deklaruje sa iba obsah rozpustný vo vode ako hmotnostné percento.

2. Ak nie je v prílohe I uvedené inak, obsah vápnika sa deklaruje iba ak je rozpustný vo vode a vyjadrí sa ako hmotnostné percento z hnojiva.

*Článok 19*

**Identifikácia**

1. Popri povinnom identifikačnom označení uvedenom v článku 9 ods. 1 písm. a) sa uvádzajú aj značky ustanovené v odsekoch 2, 3, 4, 5 a 6 tohto článku.

2. Po označení typu viaczložkových hnojív sa uvedú:

i) chemické značky deklarovaných sekundárnych živín medzi zátvorkami a po značkách primárnych živín a

ii) čísla uvádzajúce obsah primárnej živiny; deklarovaný obsah sekundárnej živiny musí byť uvedený v zátvorkách po obsahu primárnej živiny.

3. Za označením typu hnojiva budú nasledovať iba hodnoty uvádzajúce obsah primárnej a sekundárnej živiny.

4. Ak sú deklarované mikroživiny, uvedú sa slová „s mikroživinami“ alebo predložka „s“, za ktorými nasleduje názov alebo názvy a chemické značky prítomných mikroživín.

5. Deklarovaný obsah primárnych a sekundárnych živín sa uvádza ako hmotnostné percento, ako celé čísla alebo tam, kde je to potrebné a kde existuje príslušná analytická metóda, zaokrúhlené na jedno desatinné miesto.

V prípade hnojív obsahujúcich viac ako jednu deklarovanú živinu, je poradie pre primárne živiny takéto: N, $P_2O_5$ a/alebo P, $K_2O$ a/alebo K, a pre sekundárne živiny: CaO a/alebo Ca, MgO a/alebo Mg, $Na_2O$ a/alebo Na, $SO_3$ a/alebo S.

Deklarovaný obsah mikroživín musí udávať obsah a značku každej z nich, udávajúc hmotnostné percento podľa oddielov E.2.2 a E.2.1 prílohy I a podľa rozpustnosti.

6. Formy a rozpustnosť živín sú tiež vyjadrené ako hmotnostné percento hnojiva, s výnimkou kde príloha I výslovne neustanovuje, že tento obsah sa vyjadrí inak.

Počet desatinných miest je jedno, okrem mikroživín, kde je počet desatinných miest v zmysle oddielov E.2.2 a E.2.3 prílohy I.

▼B

*KAPITOLA II*

***Anorganické hnojivá so sekundárnymi živinami***

*Článok 20*

**Rozsah**

Táto kapitola platí pre anorganické hnojivá so sekundárnymi živinami, tuhé aj tekuté, vrátane tých, ktoré obsahujú mikroživiny, s minimálnym obsahom živiny uvedeným v oddieloch D, E.2.2 alebo E.2.3 prílohy I.

*Článok 21*

**Identifikácia**

1. Okrem povinných identifikačných označení uvedených v článku 9 ods. 1 písm. a) sa uvádzajú aj značky ustanovené v odsekoch 2, 3, 4, 5 a 6 tohto článku.

2. Ak sú deklarované mikroživiny, uvedú sa slová „s mikroživinami“ alebo predložka „s“, za ktorými nasleduje názov alebo názvy a chemické značky prítomných mikroživín.

3. Deklarovaný obsah sekundárnych živín sa uvádza ako hmotnostné percento, ako celé čísla alebo tam, kde je to potrebné a kde existuje príslušná analytická metóda, zaokrúhlené na jedno desatinné miesto.

Tam, kde sa nachádza viac ako jedna sekundárna živina, je toto poradie:

CaO a/alebo Ca, MgO a/alebo Mg, $Na_2O$ a/alebo Na, $SO_3$ a/alebo S.

Deklarovaný obsah mikroživín musí udávať obsah a značku každej z nich, udávajúc hmotnostné percento podľa oddielov E.2.2 a E.2.1 prílohy I a podľa rozpustnosti.

4. Formy a rozpustnosť živín s tiež vyjadrené ako hmotnostné percento hnojiva, ak príloha I výslovne neustanovuje, že tento obsah by mal byť vyjadrený inak.

Počet desatinných miest jedno, okrem mikroživín, kde je počet desatinných miest uvedený v zmysle oddielov E.2.2 a E.2.3 prílohy I.

5. Ak nie je uvedené inak v prílohe I, obsah vápnika sa deklaruje iba ak je vápnik rozpustný vo vode a vyjadrí sa ako hmotnostné percento z hnojiva.

*KAPITOLA III*

***Anorganické hnojivá s mikroživinami***

*Článok 22*

**Rozsah pôsobnosti**

Táto kapitola platí pre anorganické hnojivá s mikroživinami, tuhé aj tekuté, s minimálnym obsahom živiny uvedeným v oddieloch E.1 a E.2.1 prílohy I.

*Článok 23*

**Identifikácia**

1. Okrem povinného identifikačného označenia uvedeného v článku 9 ods. 1 písm. a) sa uvádzajú aj značky ustanovené v odsekoch 2, 3, 4 a 5 tohto článku.

2. Ak hnojivo obsahuje viac ako jednu mikroživinu, uvedie sa typové označenie „zmes mikroživín“ s týmito názvami prítomných mikroživín a ich chemickými značkami.

▼B

3. V prípade hnojív obsahujúcich iba jednu mikroživinu (oddiel E.1 prílohy I) je deklarovaný obsah mikroživiny daný ako hmotnostné percento v celých číslach a tam, kde je to potrebné, zaokrúhlených na jedno desatinné miesto.

4. Formy a rozpustnosť mikroživín sú vyjadrené ako hmotnostné percento z hnojiva, ak príloha I nestanovuje výslovne, že tento obsah by mal byť vyjadrený inak.

Počet desatinných miest pre mikroživiny musí byť podľa oddielu E.2.1 prílohy I.

5. Pod povinné alebo voliteľné údaje musí byť na štítku alebo v sprievodnej dokumentácii uvedený tento text, pokiaľ ide o produkty nachádzajúce sa v oddieloch E.1 a E.2.1 prílohy I:

„Používať iba ak je to uznané za nevyhnutné. Neprekročiť príslušné dávkovanie.“

*Článok 24*

**Balenie**

Hnojivá ES, na ktoré sa vzťahujú ustanovenia tejto kapitoly sú balené.

*KAPITOLA IV*

***Hnojivá na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka***

*Článok 25*

**Rozsah pôsobnosti**

Na účely tejto kapitoly sú hnojivami na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka, jednozložkové alebo viaczložkové, produkty na základe dusičnanu amónneho vyrobené na použitie ako hnojivá a s obsahom viac ako 28 hmotnostných percent dusíka vo vzťahu k dusičnanu amónnemu.

Tento typ hnojív môže obsahovať anorganické alebo inertné látky.

Látky používané pri výrobe tohto typu hnojiva nesmú zvýšiť jeho citlivosť na teplo alebo jeho tendenciu vybuchovať.

*Článok 26*

**Bezpečnostné opatrenia a kontroly**

1. Výrobca zabezpečí, aby jednozložkové hnojivá obsahujúce dusičnan amónny spĺňali ustanovenia odseku 1 prílohy III.

2. Kontrola, analýza a skúšanie pri úradných kontrolách jednozložkových hnojív na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka ustanovené touto kapitolou sa vykonajú podľa postupov opísaných v odseku 3 prílohy III.

3. Na zabezpečenie vystopovateľnosti hnojív ES na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka, ktoré sú umiestňované na trhu, výrobca uchováva záznamy mien a adresy miest a prevádzkovateľov miest, kde bolo hnojivo a jeho základné zložky vyrobené. Tieto záznamy sú inšpekcii členských štátov k dispozícii tak dlho, ako je hnojivo dodávané na trh a ešte na 2 roky potom, ako ho výrobca prestal dodávať.

▼B

*Článok 27*

**Skúška odolnosti proti výbuchu**

Bez toho, aby boli dotknuté opatrenia uvedené v článku 26, výrobca zabezpečí, aby každý typ hnojiva ES na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka umiestnený na trhu bol podrobený skúške odolnosti proti výbuchu podľa popisu v oddieloch 2, 3 (metóda 1, bod 3) a 4 prílohy III k tomuto nariadeniu. Túto skúšku vykoná jedno zo schválených laboratórií uvedených v článku 30 ods. 1 alebo článku 33 ods. 1 Výrobcovia predložia výsledky skúšky príslušnému orgánu členského štátu aspoň 5 dní pred umiestnením hnojiva na trh alebo, ak ide o dovoz, aspoň 5 dní pred dovozom hnojiva na hranice Európskeho spoločenstva. Potom výrobca naďalej ručí za to, že všetky dodávky hnojiva umiestnené na trh sú schopné prejsť uvedenou skúškou.

*Článok 28*

**Balenie**

Hnojivá na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka sú dostupné konečnému používateľovi iba v balenej forme.

HLAVA III

## POSUDZOVANIE ZHODY HNOJÍV

*Článok 29*

**Kontrolné opatrenia**

1. Členské štáty môžu hnojivá označené ako „hnojivo ES“ podrobiť kontrolným opatreniam na účely overenia ich zhody s týmto nariadením.

Členské štáty môžu účtovať poplatky, ktoré nepresiahnu náklady na potrebné skúšky pri takýchto kontrolných opatreniach, ale to nezaväzuje výrobcov, aby skúšky opakovali alebo aby platili za opakované skúšky, ak prvú skúšku vykonalo laboratórium, ktoré splnilo podmienky článku 30 a ak táto skúška preukázala zhodu posudzovaného hnojiva.

2. Členské štáty musia zabezpečiť, aby odber vzoriek a analýzy pre oficiálne kontroly hnojív ES patriacich k typom hnojív uvedených v prílohe I boli vykonané v súlade s metódami opísanými v prílohách III a IV.

3. Splnenie podmienok tohto nariadenia so zreteľom na zhodu s druhmi hnojiva a dodržanie deklarovaného obsahu živín a/alebo deklarovaného obsahu vyjadreného formami a rozpustnosťami takýchto živín sa môže preveriť pri úradných inšpekciách iba pomocou odberu vzoriek a analytických metód ustanovených v súlade s prílohami III a IV a pri zohľadnení tolerancií uvedených v prílohe II.

4. Prispôsobovanie a modernizácia metód merania, odberu vzoriek a analýzy musia byť v súlade s postupom uvedeným v článku 32 ods. 2 a vždy, keď je to možné, použijú európske normy. Rovnaký postup platí pre prijatie realizačných pravidiel potrebných na uvedenie kontrolných opatrení uvedených v tomto článku a v článkoch 8, 26 a 27 tohto nariadenia. Takéto pravidlá riešia najmä otázku intervalu, v akom majú byť skúšky opakované ako aj opatrenia určené na zabezpečenie zhodnosti hnojiva uvedeného na trh so skúšaným hnojivom.

*Článok 30*

**Laboratóriá**

1. Členské štáty oznámia Komisii zoznam tých schválených laboratórií na svojom území, ktoré sú príslušné na zabezpečovanie služieb

▼B

potrebných na kontrolu zhody hnojív ES s požiadavkami tohto nariadenia. Takéto laboratóriá musia spĺňať normy uvedené v oddieli B prílohy V. Takéto oznámenie sa podá do 11. júna 2004 a potom pri príležitosti každej následnej zmeny.

2. Komisia uverejní zoznam schválených laboratórií v *Úradnom vestníku Európskej únie*.

3. Ak má členský štát dôvody domnievať sa, že schválené laboratórium nespĺňa normy uvedené v odseku 1, predloží túto vec výboru uvedenému v článku 32. Ak výbor súhlasí s tým, že toto laboratórium nespĺňa normy, Komisia vymaže jeho názov zo zoznamu, na ktorý odkazuje odsek 2.

4. Komisia prijme rozhodnutie vo veci do 90 dní od prijatia informácií v súlade s postupom uvedeným v článku 32 ods. 2.

5. Komisia uverejní upravený zoznam v *Úradnom vestníku Európskej únie*.

HLAVA IV

## ZÁVEREČNÉ USTANOVENIA

*KAPITOLA I*

***Prispôsobenie príloh***

*Článok 31*

**Nové hnojivá ES**

1. Zaradenie nového typu hnojiva do prílohy I tohto nariadenia sa schváli v súlade s postupom uvedeným v článku 32 ods. 2.

2. Výrobca alebo jeho zástupca, ktorý si želá navrhnúť nový typ hnojiva a zaradiť ho do prílohy I a od ktorého sa požaduje, aby spracoval na tento účel technickú správu, urobí tak pri zohľadnení technických dokumentov uvedených v oddieli A prílohy V.

3. Dodatky požadované na prispôsobenie príloh technickému pokroku sa prijmú v súlade s postupom uvedeným v článku 32 ods. 2.

*Článok 32*

**Postup výboru**

1. Komisii pomáha výbor.

2. Tam, kde je uvedený odkaz na tento odsek, platia články 5 a 7 rozhodnutia 1999/468/ES so zreteľom na ustanovenia jeho článku 8.

Lehota ustanovená v článku 5 ods. 6 rozhodnutia 1999/468/ES je stanovená na tri mesiace.

3. Výbor prijme svoj rokovací poriadok.

*KAPITOLA II*

***Prechodné ustanovenia***

*Článok 33*

**Príslušné laboratóriá**

1. Bez toho, aby boli dotknuté ustanovenia článku 30 ods. 1, členské štáty môžu na prechodné obdobie do 11. decembra 2007 naďalej uplatňovať svoje vnútroštátne predpisy pre schvaľovanie príslušných labora-

▼B

tórií na poskytovanie potrebných služieb pri kontrole zhody hnojív ES s požiadavkami tohoto nariadenia.

2. Členské štáty oznámia zoznam týchto laboratórií Komisii a uvedú podrobnosti o spôsobe ich schválenia. Takéto oznámenie sa musí vypracovať do 11. júna 2004 a pri každej následnej zmene.

*Článok 34*

**Balenie a označovanie štítkami**

Bez ohľadu na článok 35 ods. 1, označenie, obaly, štítky a sprievodná dokumentácia hnojív ES ustanovené skoršími smernicami sa môžu naďalej používať do 11. júna 2005.

*KAPITOLA III*

***Záverečné ustanovenia***

*Článok 35*

**Zrušené smernice**

1. Týmto sa zrušujú smernice 76/116/EHS, 77/535/EHS, 80/876/EHS a 87/94/EHS.

2. Odkazy na zrušené smernice sa interpretujú ako odkazy na toto nariadenie. Najmä výnimky z článku 7 smernice 76/116/EHS, ktoré udelila Komisia podľa článku 95 ods. 6 Zmluvy sa interpretujú ako výnimky z článku 5 tohto nariadenia a sú naďalej platné bez ohľadu na nadobudnutie účinnosti tohto nariadenia. Členské štáty môžu až do schválenia pokút podľa článku 36 aj naďalej uplatňovať pokuty za porušenie vnútroštátnych predpisov, ktorými sa vykonávajú smernice uvedené v odseku 1.

*Článok 36*

**Pokuty**

Členské štáty ustanovia pravidlá o pokutách platné v prípade porušenia ustanovení tohto nariadenia a prijmú všetky opatrenia potrebné na zabezpečenie ich vykonávania. Ustanovené pokuty musia byť účinné, primerané a odstrašujúce.

*Článok 37*

**Vnútroštátne opatrenia**

Členské štáty oznámia Komisii do 11. júna 2005 všetky vnútroštátne opatrenia prijaté v zmysle článku 6 ods. 1, článku 6 ods. 2, článku 29 ods. 1 a článku 36 tohto nariadenia a bezodkladne oznámia každú následnú zmenu, ktorá ich ovplyvňuje.

*Článok 38*

**Nadobudnutie účinnosti**

Toto nariadenie nadobúda účinnosť dvadsiatym dňom po jeho uverejnení v *Úradnom vestníku Európskej únie*, s výnimkou článku 8 a článku 26 ods. 3, ktoré nadobudnú účinnosť 11. júna 2005.

Toto nariadenie je záväzné vo svojej celistvosti a priamo uplatniteľné vo všetkých členských štátoch.

▼B

**OBSAH**

PRÍLOHA I —**Zoznam typov hnojív es**

A. Anorganické jednozložkové hnojivá na báze primárnych živín

A.1 Dusíkaté hnojivá

A.2 Fosforečné hnojivá

A.3 Draselné hnojivá

B. Anorganické viaczložkové hnojivá na báze primárnych živín

B.1 Hnojivá NPK

B.2 Hnojivá NP

B.3 Hnojivá NK

B.4 Hnojivá PK

C. Anorganické tekuté hnojivá

C.1 Jednozložkové tekuté hnojivá

C.2 Viaczložkové tekuté hnojivá

D. Anorganické hnojivá na báze sekundárnych živín

E. Anorganické hnojivá na báze mikroživín

E.1 Hnojivá obsahujúce iba jednu mikroživinu

E.1.1 Bór

E.1.2 Kobalt

E.1.3 Meď

E.1.4 Železo

E.1.5 Mangán

E.1.6 Molybdén

E.1.7 Zinok

E.2 Minimálny obsah mikroživín v hmotnostných % z hnojiva

E.3 Zoznam organických chelátov a komplexov povolených pre mikroživiny

PRÍLOHA II — **Tolerancie**

1. Anorganické jednozložkové hnojivá na báze primárnych živín – absolútna hodnota v hmotnostných percentách vyjadrená ako N, $P_2$, $O_5$, $K_2O$, MgO, CL
2. Anorganické viaczložkové hnojivá na báze primárnych živín
3. Sekundárne živiny v hnojivách
4. Mikroživiny v hnojivách

PRÍLOHA III — **Technické Predpisy Pre Hnojivá Na Báze DusiČnanu Amónneho S Vysokým Obsahom Dusíka**

1. Vlastnosti a limity jednozložkových hnojív na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka
2. Opis skúšky odolnosti proti výbuchu týkajúci sa hnojív na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka
3. Metódy kontroly zhody s limitmi uvedenými v prílohách III-1 a III-2
4. Určenie odolnosti proti výbuchu

PRÍLOHA IV — **Metódy odberu vzoriek a analýzy**

▼B

A. Metóda odberu vzoriek pre kontrolu hnojív

1. Účel a rozsah

2. Pracovníci odoberajúci vzorky

3. Definície

4. Zariadenie

5. Kvantitatívne požiadavky

6. Pokyny pre vlastný odber, prípravu a balenie vzoriek

7. Balenie konečných vzoriek

8. Záznam odberu vzoriek

9. Určenie vzoriek

B. Metódy analýzy hnojív

Všeobecné poznámky

Všeobecné ustanovenia súvisiace s metódami analýzy hnojív

| | |
|---|---|
| Metóda 1 | — Príprava vzorky na analýzu |
| Metódy 2 | — Dusík |
| Metóda 2.1 | — Stanovenie amoniakálneho dusíka |
| Metódy 2.2 | — Stanovenie dusičnanového a amoniakálneho dusíka |
| Metódy 2.2.1 | — Stanovenie dusičnanového a amoniakálneho dusíka podľa Ulscha |
| Metóda 2.2.2 | — Stanovenie dusičnanového a amoniakálneho dusíka podľa Arnda |
| Metóda 2.2.3 | — Stanovenie dusičnanového a amoniakálneho dusíka podľa Devarda |
| Metóda 2.3 | — Stanovenie celkového dusíka |
| Metóda 2.3.1 | — Stanovenie dusíka spolu v kyánamide vápenatom neobsahujúcom dusičnany |
| Metóda 2.3.2 | — Stanovenie dusíka spolu v kyánamide vápenatom obsahujúcom dusičnany |
| Metóda 2.3.3 | — Stanovenie celkového dusíka v močovine |
| Metóda 2.4 | — Stanovenie kyánamidového dusíka |
| Metóda 2.5 | — Spektrofotometrické stanovenie biuretu v močovine |
| Metódy 2.6 | — Stanovenie rôznych foriem dusíka v tej istej vzorke |
| Metóda 2.6.1 | — Stanovenie rôznych foriem dusíka v rovnakej vzorke v hnojivách obsahujúcej dusík ako dusičnatý, amoniakálny, močovinový a kyánamidový dusík |
| Metóda 2.6.2 | — Stanovenie rôznych foriem dusíka v hnojivách obsahujúcich dusík iba ako dusičnatý, amoniakálny a močovinový dusík |
| Metódy 3 | — Fosfor |
| Metódy 3.1 | — Extrakcie |
| Metóda 3.1.1 | — Extrakcia fosforu rozpustného v minerálnych kyselinách |
| Metóda 3.1.2 | — Extrakcia fosforu rozpustného v 2 % kyseline mravčej (20 g/liter) |
| Metóda 3.1.3 | — Extrakcia fosforu rozpustného v 2 % kyseline citrónovej (20 g/liter) |
| Metóda 3.1.4 | — Extrakcia fosforu rozpustného v neutrálnom citrane amónnom |

▼B

| | |
|---|---|
| Metódy 3.1.5 | — Extrakcia zásaditým citranom amónnym |
| Metóda 3.1.5.1 | — Extrakcia rozpustného fosforu podľa Petermanna pri 65 °C |
| Metóda 3.1.5.2 | — Extrakcia rozpustného fosforu podľa Petermanna pri teplote prostredia |
| Metóda 3.1.5.3 | — Extrakcia rozpustného fosforu Joulieho zásaditom citrane amónnom |
| Metóda 3.1.6 | — Extrakcia vo vode rozpustného fosforu |
| Metóda 3.2 | — Stanovenie extrahovaného fosforu (gravimetrická metóda pomocou chinolínfosfomolybdénanu) |
| Metóda 4 | — Draslík |
| Metóda 4.1 | — Stanovenie obsahu draslíka rozpustného vo vode |
| Metóda 5 | — |
| Metóda 6 | — Chlór |
| Metóda 6.1 | — Stanovenie chloridov v neprítomnosti organických látok |
| Metódy 7 | — Jemnosť mletia |
| Metóda 7.1 | — Stanovenie jemnosti mletia (suchý postup) |
| Metóda 7.2 | — Stanovenie jemnosti mletia mäkkých prírodných fosfátov |
| Metódy 8 | — Sekundárne živiny |
| Metóda 8.1 | — Extrakcia vápnika celkom, horčíka celkom, sodíka celkom a síry vo forme síranov celkom |
| Metóda 8.2 | — Extrakcia síry v rôznych formách celkom |
| Metóda 8.3 | — Extrakcia vo vode rozpustného vápnika, horčíka, sodíka a síry (vo forme síranov) |
| Metóda 8.4 | — Extrakcia vo vode rozpustnej síry prítomnej v rôznych formách |
| Metóda 8.5 | — Extrakcia a stanovenie elementárnej síry |
| Metóda 8.6 | — Manganometrické stanovenie extrahovaného vápnika po vyzrážaní vo forme šťaveľanu |
| Metóda 8.7 | — Stanovenie horčíka atómovou absorpčnou spektrometriou |
| Metóda 8.8 | — Komplexometrické stanovenie horčíka |
| Metóda 8.9 | — Stanovenie síranov |
| Metóda 8.10 | — Stanovenie extrahovaného sodíka |
| Metódy 9 | — Mikroživiny v koncentráciách nižších alebo rovných 10 % |
| Metóda 9.1 | — Extrakcia mikroživín celkom |
| Metóda 9.2 | — Extrakcia mikroživín rozpustných vo vode |
| Metóda 9.3 | — Odstránenie organických zlúčenín z extraktov hnojív |
| Metóda 9.4 | — Stanovenie mikroživín v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou (všeobecný postup) |
| Metóda 9.5 | — Stanovenie bóru v extraktoch hnojív spektrometriou s azometínom H |
| Metóda 9.6 | — Stanovenie kobaltu v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou |
| Metóda 9.7 | — Stanovenie medi v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou |
| Metóda 9.8 | — Stanovenie železa v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou |

▼B

| | |
|---|---|
| Metóda 9.9 | — Stanovenie mangánu v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou |
| Metóda 9.10 | — Stanovenie molybdénu v extraktoch hnojív spektrometriou komplexu s tiokyanátom amónnym |
| Metóda 9.11 | — Stanovenie zinku v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou |
| Metódy 10 | — Mikroživiny v koncentráciách vyšších ako 10 % |
| Metóda 10.1 | — Extrakcia mikroživín spolu |
| Metóda 10.2 | — Extrakcia vo vode rozpustných mikroživín |
| Metóda 10.3 | — Odstránenie organických látok z extraktov hnojív |
| Metóda 10.4 | — Stanovenie mikroživín v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou (všeobecný postup) |
| Metóda 10.5 | — Stanovenie bóru v extraktoch hnojív acidometrickou titráciou |
| Metóda 10.6 | — Stanovenie kobaltu v extraktoch hnojív gravimetrickou metódou s 1-nitrózo-2-naftolom |
| Metóda 10.7 | — Stanovenie medi v extraktoch hnojív titračnou metódou |
| Metóda 10.8 | — Stanovenie železa v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou |
| Metóda 10.9 | — Stanovenie mangánu v extraktoch hnojív titráciou |
| Metóda 10.10 | — Stanovenie molybdénu v extraktoch hnojív gravimetricky s 8-hydroxychinolínom |
| Metóda 10.11 | — Stanovenie zinku v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou |

PRÍLOHA V

A. Zoznam dokumentov, ktoré musia výrobcovia alebo ich zástupcovia preštudovať, aby vypracovali technickú špecifikáciu pre nový typ hnojív, ktorý sa má byť pridať do prílohy I tohto nariadenia

B. Normy pre akreditáciu týkajúce sa laboratórií, ktoré sú spôsobilé poskytovať služby potrebné na overenie súladu hnojív es s požiadavkami tohoto nariadenia a jeho príloh

*PRÍLOHA I*

## ZOZNAM TYPOV HNOJÍV ES

### A. Anorganické jednozložkové hnojivá na báze primárnych živín

#### A.1. *Dusíkaté hnojivá*

| č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>iné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1a) | Dusičnan vápenatý | chemicky získavaný produkt obsahujúci dusičnan vápenatý ako hlavnú zložku a prípadne dusičnan amónny | 15 % N<br>dusík vyjadrený ako celkový dusík alebo ako dusičnanový a amoniakálny dusík; maximálny obsah amoniakálneho dusíka: 1,5 % N | | dusík spolu<br>dodatočné voliteľné špecifiká:<br>dusičnanový dusík<br>amoniakálny dusík |
| 1b) | Dusičnan vápenato-horečnatý | chemicky získavaný produkt obsahujúci dusičnan vápenatý a dusičnan horečnatý ako hlavné zložky | 15 % N<br>dusík vyjadrený ako dusičnanový dusík; minimálny obsah horčíka vo forme vo vode rozpustných solí ako oxid horečnatý: 5 % MgO | | dusičnanový dusík<br>vo vode rozpustný oxid horečnatý |
| 1c) | Dusičnan horečnatý | chemicky získavaný produkt obsahujúci hexahydrát dusičnanu horečnatého ako svoju hlavnú zložku | 10 % N<br>dusík vyjadrený ako dusičnanový dusík<br>14 % MgO<br>horčík vyjadrený ako vo vode rozpustný oxid horečnatý | keď sa predáva vo forme kryštálov, dopísať „v kryštalickej forme“ | dusičnanový dusík<br>vo vode rozpustný oxid horečnatý |
| 2a) | Dusičnan sodný | chemicky získavaný produkt obsahujúci dusičnan sodný ako svoju hlavnú zložku | 15 % N<br>dusík vyjadrený ako dusičnanový dusík | | dusičnanový dusík |
| 2b) | Čílsky liadok | produkt získavaný z prírodného čílskeho liadku obsahujúci dusičnan sodný ako svoju hlavnú zložku | 15 % N<br>dusík vyjadrený ako dusičnanový dusík | | dusičnanový dusík |

▼B

| č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>iné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 3a) | Kyánamid vápenatý | chemicky získavaný produkt obsahujúci Kyánamid vápenatý ako svoju hlavnú zložku, oxid vápenatý a prípadne malé množstvá amónnych solí a močoviny | 18 % N<br>dusík vyjadrený ako dusík celkom, aspoň 75 % dusíka deklarovaného ako viazaného vo forme kyánamidu | | dusík celkom |
| 3b) | Dusíkatý Kyánamid vápenatý | chemicky získavaný produkt obsahujúci Kyánamid vápenatý ako svoju hlavnú zložku, oxid vápenatý a prípadne malé množstvá amónnych solí a močoviny plus prídavok dusičnanu | 18 % N<br>dusík vyjadrený ako dusík celkom, aspoň 75 % nedusičnanového dusíka deklarovaného ako viazaného vo forme kyánamidu; obsah dusičnanového dusíka:<br>— minimum: 1 % N<br>— maximum: 3 % N | | dusík celkom<br>dusičnanový dusík |
| 4 | Síran amónia | chemicky získavaný produkt obsahujúci síran amónny ako svoju hlavnú zložku | 20 % N<br>dusík vyjadrený ako amoniakálny dusík | | amoniakálny dusík |
| 5 | Dusičnan amónny alebo dusičnan vápenato-amónny | chemicky získavaný produkt obsahujúci dusičnan amónny ako svoju hlavnú zložku, ktorý môže obsahovať prímesi ako mletý vápenec, síran vápenatý, mletý dolomit, síran horečnatý a kieserit | 20 % N<br>dusík vyjadrený ako dusičnanový a amoniakálny dusík, pričom každá z týchto foriem obsahuje približne<br>polovicu prítomného dusíka; pozri prílohy III.1 a III.2 nariadenia, ak je to požadované | označenie „dusičnan vápenato-amónny“ je výhradne určené pre hnojivo obsahujúce iba uhličitan vápenatý (napr. vápenec) a/alebo uhličitan horečnatý a uhličitan vápenatý (napr. dolomit) popri dusičnane amónnom. Minimálny obsah týchto uhličitanov musí byť 20 % a ich čistota aspoň 90 % | dusík celkom<br>dusičnanový dusík<br>amoniakálny dusík |
| 6 | Síran a dusičnan amónny | chemicky získavaný produkt obsahujúci dusičnan amónny a síran amónny ako svoje hlavné zložky | 25 % N<br>dusík vyjadrený ako amoniakálny a dusičnanový dusík; minimálny obsah dusičnanového dusíka: 5 % N | | dusík celkom<br>amoniakálny dusík<br>dusičnanový dusík |
| 7 | Síran a dusičnan horečnatý | chemicky získavaný produkt obsahujúci dusičnan amónny, síran amónny a síran horečnatý ako svoje hlavné zložky | 19 % N<br>dusík vyjadrený ako amoniakálny a dusičnanový dusík; minimálny obsah dusičnanového dusíka: 6 % N | | dusík celkom<br>amoniakálny dusík |

| č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>iné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| | | | 5 % MgO<br>horčík vo forme vo vode rozpustných solí vyjadrený ako oxid horečnatý | | dusičnanový dusík<br>vo vode rozpustný oxid horečnatý |
| 8 | Dusičnan horečnatý a amónny | chemicky získavaný produkt obsahujúci dusičnany amónne a horečnaté podvojné soli (dolomitový uhličitan horečnatý a/alebo síran horečnatý) ako svoje hlavné zložky | 19 % N<br>dusík vyjadrený ako amoniakálny a dusičnanový dusík; minimálny obsah dusičnanového dusíka: 6 % N<br>5 % MgO<br>horčík vyjadrený ako oxid horečnatý celkom | | dusík celkom<br>amoniakálny dusík<br>dusičnanový dusík<br>oxid horečnatý celkom a prípadne vo vode - rozpustný oxid horečnatý |
| 9 | Močovina | chemicky získavaný produkt obsahujúci karbonyldiamid (karbamid) ako svoju hlavnú zložku | 44 % N<br>močovinový dusík celkom (vrátane biuretu); maximálny obsah biuretu: 1,2 % | | dusík celkom, vyjadrený ako močovinový dusík |
| 10 | Dvojmočovina krotonylidénu | produkt získavaný reakciou močoviny s krotónaldehydom<br>monomér | 28 % N<br>dusík vyjadrený ako dusík celkom; aspoň 25 % dusíka z dvojmočoviny<br>krotonylidénu; maximálny obsah močovinového dusíka: 3 % N | | dusík celkom<br>močovinový dusík tam, kde tvorí aspoň 1 hm. %<br>dusík z dvojmočoviny krotonylidénu |
| 11 | Dvojmočovina izobutylidénu | produkt získavaný reakciou močoviny s monomérom izobutyraldehydu<br>monomér | 28 % N<br>dusík vyjadrený ako dusík celkom; aspoň 25 % dusíka z dvojmočoviny<br>izobutylidénu; maximálny obsah močovinového dusíka: 3 % N | | dusík celkom<br>močovinový dusík tam, kde tvorí aspoň 1 hm. %<br>dusík z dvojmočoviny izobutylidénu |
| 12 | Formaldehyd močoviny | produkt získavaný reakciou močoviny s formaldehydom a obsahujúci ako svoje hlavné zložky molekuly formaldehydu | 36 % N dusík celkom<br>dusík vyjadrený ako dusík celkom;<br>aspoň 3/5 z deklarovaného obsahu | | dusík celkom<br>močovinový dusík tam, kde tvorí aspoň 1 hm. %<br>dusík z formaldehydu močoviny, |

▼B

| č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %) Údaje o vyjadrení živín iné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný Formy a rozpustnosť živín Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| | | močoviny<br>polymér | dusíka celkom musia byť rozpustné v horúcej vode; aspoň 31 % N<br>z formaldehydu močoviny; maximálny obsah močovinového dusíka: 5 % N | | ktorý je rozpustný v studenej vode<br>dusík z formaldehydu močoviny, ktorý je rozpustný iba v horúcej vode |
| 13 | Dusíkaté hnojivo obsahujúce dvojmočovinu krotonylidénu | produkt získavaný chemicky obsahujúci dvojmočovinu krotonylidénu a jednozložkové dusíkaté hnojivo (zoznam A-1 okrem produktov 3(a), 3(b) a 5) | 18 % N vyjadrený ako dusík celkom;<br>aspoň 3 % dusíka v amoniakálnej a/alebo dusičnanovej a/alebo močovinovej forme;<br>aspoň 1/3 z deklarovaného obsahu dusíka celkom musí pochádzať z dvojmočoviny krotonylidénu;<br>maximálny obsah biuretu:<br>(močovinový N + N z dvojmočoviny krotonylidénu) × 0,026 | | dusík celkom<br>pre každú formu dosahujúcu aspoň 1 %:<br>— dusičnanový dusík<br>— amoniakálny dusík<br>— močovinový dusík<br>dusík z dvojmočoviny krotonylidénu |
| 14 | Dusíkaté hnojivo obsahujúce dvojmočovinu izobutylidénu | produkt získavaný chemicky obsahujúci dvojmočovinu izobutylidénu a jednozložkové dusíkaté hnojivo (zoznam A-1 okrem produktov 3(a), 3(b) a 5) | 18 % N vyjadrený ako dusík celkom;<br>aspoň 3 % dusíka v amoniakálnej a/alebo dusičnanovej a/alebo močovinovej forme;<br>aspoň 1/3 z deklarovaného obsahu dusíka celkom musí pochádzať z dvojmočoviny izobutylidénu;<br>maximálny obsah biuretu:<br>(močovinový N + N z dvojmočoviny izobutylidénu) × 0,026 | | dusík celkom<br>pre každú formu dosahujúcu aspoň 1 %:<br>— dusičnanový dusík<br>— amoniakálny dusík<br>— močovinový dusík<br>dusík z dvojmočoviny izobutylidénu |
| 15 | Dusíkaté hnojivo obsahujúce formaldehyd močoviny | produkt získavaný chemicky obsahujúci formaldehyd močoviny a jednozložkové dusíkaté hnojivo (zoznam A-1 okrem produktov 3 (a), 3(b) a 5) | 18 % N vyjadrený ako dusík celkom;<br>aspoň 3 % dusíka v amoniakálnej a/alebo dusičnanovej a/alebo močovinovej forme; | | dusík celkom<br>pre každú formu dosahujúcu aspoň 1 %:<br>— dusičnanový dusík<br>— amoniakálny dusík |

▼B

| č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>iné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| | | | aspoň 1/3 z deklarovaného obsahu dusíka celkom musí pochádzať z formaldehydu močoviny;<br>maximálny obsah biuretu:<br>(močovinový N + N z formaldehydu močoviny) × 0,026 | | — močovinový dusík<br>dusík z formaldehydu močoviny<br>dusík z formaldehydu močoviny, ktorý je rozpustný v studenej vode<br>dusík z formaldehydu močoviny, ktorý je rozpustný iba v horúcej vode |
| 16 | Síran amónny s nitrifikačným inhibítorom (dikyánamidom) | chemicky získavaný produkt obsahujúci síran amónny a dikyánamid | 20 % N<br>dusík vyjadrený ako dusík celkom;<br>minimálny obsah amoniakálneho dusíka: 18 %; minimálny obsah dusíka z dikyánamidu: 1,5 % | | dusík spolu<br>amoniakálny dusík<br>dusík z dikyánamidu<br>technické údaje (i) |
| 17 | Sulfonitrát amónny s nitrifikačným inhibítorom (dikyánamidom) | chemicky získavaný produkt obsahujúci sulfonitrát amónny a dikyánamid | 24 % N<br>dusík vyjadrený ako dusík celkom;<br>minimálny obsah dusičnanového dusíka: 3 %; minimálny obsah dusíka<br>z dikyánamidu: 1,5 % | | dusík spolu<br>dusičnanový dusík<br>dusík z dikyánamidu<br>technické údaje (i) |
| 18 | Močovina – síran amónny | chemicky získavaný produkt z močoviny a síranu amónneho | 30 % N<br>dusík vyjadrený ako amoniakálny a močovinový dusík; minimálny obsah<br>amoniakálneho dusíka: 4 %;<br>minimálny obsah síry vyjadrený ako oxid sírový: 12 %<br>maximálny obsah biuretu: 0,9 % | | dusík spolu<br>amoniakálny dusík<br>močovinový dusík<br>vo vode rozpustný oxid sírový |

(i) Technické údaje, podľa možnosti čo najúplnejšie, musia byť poskytnuté s každým obalom alebo dodávkou ako nebalené voľne ložené osobou zodpovednou za predaj. Tieto údaje musia používateľovi predovšetkým umožniť určenie dávok a intervalov používania vo vzťahu k pestovanej plodine.

▼B

A.2 *Fosforečné hnojivá*

Tam kde je stanovené kritérium pre veľkosť častíc základnej súčasti pre hnojivá predávané v granulovanej podobe (hnojivá 1, 3, 4, 5, 6 a 7), bude toto stanovené vhodnou analytickou metódou.

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1 | Zásaditá troska:<br>— Thomasove fosfáty<br>— Thomasova troska | produkt získavaný pri tavení železa úpravou tavenín fosforu a obsahujúci silikofosfáty vápnika ako svoje hlavné zložky | 12 % $P_2O_5$<br>fosfor vyjadrený ako oxid fosforečný rozpustný v minerálnych kyselinách, pričom aspoň 75 % deklarovaného obsahu oxidu fosforečného je rozpustných v 2 % kyseline citrónovej<br>alebo $P_2O_5$<br>fosfor vyjadrený ako oxid fosforečný rozpustný 2 % kyseline citrónovej<br>Veľkosť častíc:<br>— aspoň 75 % schopných prejsť sitom s 0,160 mm očkami<br>— aspoň 96 % schopných prejsť sitom s 0,630 mm očkami | | oxid fosforečný celkom (rozpustný v minerálnych kyselinách) 75 % z ktorého (bude uvedené ako hm. %) je rozpustných v 2 % kyseline citrónovej (pre predaj vo Francúzsku, Taliansku, Španielsku, Portugalsku, Grécku ►**M1** , v Českej republike, v Estónsku, na Cypre, v Lotyšsku, v Litve, v Maďarsku, na Malte, v Poľsku, v Slovinsku a na Slovensku ◄)<br>oxid fosforečný celkom (rozpustný v minerálnych kyselinách) a oxid fosforečný rozpustný v 2 % kyseline citrónovej (pre predaj v Spojenom kráľovstve)<br>oxid fosforečný rozpustný v 2 % kyseline citrónovej (pre predaj v Nemecku, Belgicku, Dánsku, Írsku, Luxembursku, Holandsku a Rakúsku) |
| 2a) | Jednoduchý superfosfát | produkt získavaný reakciou mletého minerálneho fosfátu s kyselinou sírovou a obsahujúci fosforečnan jednovápenatý ako hlavnú zložku, ako aj síran vápenatý | 16 % $P_2O_5$<br>fosfor vyjadrený ako $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom, pričom aspoň 93 % deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných vo vode<br>Skúšobná vzorka: 1 g | | oxid fosforečný rozpustný v neutrálnom citrane amónnom<br>vo vode rozpustný oxid fosforečný |
| 2b) | Koncentrovaný superfosfát | produkt získavaný reakciou mletého minerálneho fosfátu s kyselinou sírovou a kyselinou fosforečnou a obsahujúci fosfo- | 25 % $P_2O_5$<br>fosfor vyjadrený ako $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom, pričom aspoň 93 % deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je | | oxid fosforečný rozpustný v neutrálnom citrane amónnom<br>vo vode rozpustný oxid fosforečný |

▼B

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| | | rečnan jednovápenatý ako hlavnú zložku, ako aj síran vápenatý | rozpustných vo vode<br>Skúšobná vzorka: 1 g | | |
| ▼M2 2c) | Trojitý superfosfát | Výrobok sa získava reakciou pomletého minerálneho fosfátu s kyselinou fosforečnou a ako svoju základnú zložku obsahuje fosforečnan vápenatý | 38 % $P_2O_5$<br>Fosfor vyjadrený ako $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom, aspoň 85 % deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných vo vode<br>Skúšobná vzorka: 3 g | | Oxid fosforečný rozpustný v neutrálnom citrane amónnom<br>vo vode rozpustný oxid fosforečný |
| ▼B 3 | Čiastočne rozpustený skalný fosfát | produkt získavaný čiastočným rozpustením mletého skalného fosfátu s kyselinou sírovou alebo kyselinou fosforečnou a obsahujúci ako hlavné zložky | 20 % $P_2O_5$<br>fosfor vyjadrený ako $P_2O_5$ rozpustný v minerálnych kyselinách, pričom aspoň 40 % | | oxid fosforečný spolu (rozpustný minerálnych kyselinách)<br>vo vode rozpustný oxid fosforečný |
| | | fosforečnan jednovápenatý, fosforečnan trojvápenatý a síran vápenatý | deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných vo vode<br>Veľkosť častíc:<br>— aspoň 90 % schopných prejsť sitom s 0,160 mm očkami<br>— aspoň 98 % schopných prejsť sitom s 0,630 mm očkami | | |
| 4 | Fosforečnan dvojvápenatý | produkt získaný zrážaním rozpustenej kyseliny fosforečnej z minerálnych fosfátov alebo kostí a obsahujúci dihydrát fosforečnanu dvojvápenatého ako svoju hlavnú zložku | 38 % $P_2O_5$<br>fosfor vyjadrený ako $P_2O_5$ rozpustný v zásaditom citrane amónnom (Petermann)<br>Veľkosť častíc:<br>— aspoň 90 % schopných prejsť sitom s 0,160 mm očkami<br>— aspoň 98 % schopných prejsť sitom s 0,630 mm očkami | | oxid fosforečný rozpustný v zásaditom citrane amónnom |

▼B

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 5 | Kalcinovaný fosfát | produkt získaný tepelným spracovaním mletého skalného fosfátu s alkalickými zlúčeninami a kyselinou kremičitou a obsahujúci alkalický fosforečnan vápenatý a kremičitan vápenatý ako hlavné zložky | 25 % $P_2O_5$<br>fosfor vyjadrený ako $P_2O_5$ rozpustný v zásaditom citrane amónnom (Petermann)<br>Veľkosť častíc:<br>— aspoň 75 % schopných prejsť sitom s 0,160 mm očkami<br>— aspoň 96 % schopných prejsť sitom s 0,630 mm očkami | | oxid fosforečný rozpustný v zásaditom citrane amónnom |
| 6 | Fosforečnan hlinitovápenatý | produkt získaný v amorfnej podobe tepelným spracovaním a mletím, obsahujúci fosforečnan hlinitý a vápenatý ako hlavné zložky | 30 % $P_2O_5$<br>fosfor vyjadrený ako $P_2O_5$ rozpustný v minerálnych kyselinách, pričom aspoň 75 % deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných v zásaditom citrane amónnom (Joulie)<br>Veľkosť častíc:<br>— aspoň 90 % schopných prejsť sitom s 0,160 mm očkami<br>— aspoň 98 % schopných prejsť sitom s 0,630 mm očkami | | oxid fosforečný spolu (rozpustný minerálnych kyselinách)<br>oxid fosforečný rozpustný v zásaditom citrane amónnom |
| 7 | Mäkký mletý skalný fosfát | produkt získaný mletím mäkkých minerálnych fosfátov a obsahujúci fosforečnan trojvápenatý a uhličitan vápenatý ako hlavné zložky | 25 % $P_2O_5$<br>fosfor vyjadrený ako $P_2O_5$ rozpustný v minerálnych kyselinách, pričom aspoň 55 % deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných v 2-%-nej kyseline mravčej<br>Veľkosť častíc:<br>— aspoň 90 % schopných prejsť sitom s 0,063 mm očkami<br>— aspoň 99 % schopných prejsť sitom s 0,125 mm očkami | | oxid fosforečný spolu (rozpustný minerálnych kyselinách)<br>oxid fosforečný rozpustný v 2-%-nej kyseline mravčej<br>hmotnostné percento materiálu schopného prejsť sitom s očkami 0,063 mm |

▼B

A.3 *Draselné hnojivá*

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1 | Kainit | produkt získavaný zo surových draselných solí | 10 % $K_2O$<br>draslík vyjadrený ako vo vode rozpustné $K_2O$<br>5 % MgO<br>horčík vo forme vo vode rozpustných solí vyjadrený ako oxid horečnatý | môže sa doplniť bežný obchodný názov | vo vode rozpustný oxid draselný<br>vo vode rozpustný oxid horečnatý |
| 2 | Obohatená kainitová soľ | produkt získavaný zo surových draselných solí obohatený zmiešavaním s chloridom draselným | 18 % $K_2O$<br>draslík vyjadrený ako vo vode rozpustný $K_2O$ | môže sa doplniť bežný obchodný názov | vo vode rozpustný oxid draselný<br>voliteľná zmienka o obsahu vo vode rozpustného oxidu horečnatého tam, kde je vyšší ako 5 % MgO |
| 3 | Muriatická potaš | produkt získavaný zo surových draselných solí a obsahujúci chlorid draselný ako svoju hlavnú zložku | 37 % $K_2O$<br>draslík vyjadrený ako vo vode rozpustný $K_2O$ | môže sa doplniť bežný obchodný názov | vo vode rozpustný oxid draselný |
| 4 | Chlorid draselný obsahujúci horečnaté soli | produkt získavaný zo surových draselných solí pridávaním horečnatých solí a obsahujúci chlorid draselný a horečnaté soli ako svoje hlavné zložky | 37 % $K_2O$<br>draslík vyjadrený ako vo vode rozpustné $K_2O$<br>5 % MgO<br>horčík vo forme vo vode rozpustných solí vyjadrený ako oxid horečnatý | | vo vode rozpustný oxid draselný<br>vo vode rozpustný oxid horečnatý |
| 5 | Síran potaše | produkt získavaný chemicky z draselných solí a obsahujúci síran draselný ako svoju hlavnú zložku | 47 % $K_2O$<br>draslík vyjadrený ako vo vode rozpustný $K_2O$<br>Obsah chloridu horečnatého: 3 % Cl | | vo vode rozpustný oxid draselný<br>voliteľná zmienka o obsahu chloridu |
| 6 | Síran potaše obsahujúci horečnaté soli | produkt získavaný chemicky z draselných solí s možným prídavkom horečnatých solí a obsahujúci síran draselný a síran horečnatý ako hlavné zložky | 22 % $K_2O$<br>draslík vyjadrený ako vo vode rozpustné $K_2O$ | môže sa doplniť bežný obchodný názov | vo vode rozpustný oxid draselný<br>vo vode rozpustný oxid horečnatý<br>voliteľná zmienka o obsahu chloridu |

▼B

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| | | | 8 % MgO<br>horčík vo forme vo vode rozpustných solí vyjadrený ako oxid horečnatý<br>obsah chloridu horečnatého: 3 % Cl | | |
| 7 | Kieserit so síranom potaše | produkt získaný z kieseritu s prídavkom síranu draselného | 8 % MgO<br>horčík vyjadrený ako vo vode rozpustný MgO<br>6 % $K_2O$<br>draslík vyjadrený ako vo vode rozpustné $K_2O$<br>spolu MgO + $K_2O$: 20 %<br>obsah chloridu horečnatého: 3 % Cl | môže sa doplniť bežný obchodný názov | vo vode rozpustný oxid horečnatý<br>vo vode rozpustný oxid draselný<br>voliteľná zmienka o obsahu chloridu |

B. **Anorganické viaczložkové hnojivá na báze primárnych živín**

B.1 *Hnojivá NPK*

| | | |
|---|---|---|
| B.1.1 | Typové označenie | Hnojivá NPK |
| | Údaje o spôsobe výroby | Produkt získaný chemicky alebo miešaním, bez pridania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento): | — spolu: 20 % (N + $P_2O_5$ + $K_2O$);<br>— pre každú zo živín: 3 % N, 5 % $P_2O_5$, 5 % $K_2O$ |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje na identifikáciu hnojív<br>Ostatné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1. Dusík spolu<br>2. Dusičnanový dusík<br>3. Amoniakálny dusík<br>4. Močovinový dusík<br>5. Kyánamidový dusík | 1. Vo vode rozpustný $P_2O_5$<br>2. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom<br>3. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom a vo vode<br>4. $P_2O_5$ rozpustný iba v minerálnych kyselinách<br>5. $P_2O_5$ rozpustný v zásaditom citrane amónnom (Petermann)<br>6a) $P_2O_5$ rozpustný v minerálnych kyselinách, z ktorého aspoň 75 % z deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných v 2-%-nej kyseline citrónovej (Joulie)<br>6b) $P_2O_5$ rozpustný v 2-%-nej kyseline citrónovej<br>7. $P_2O_5$ rozpustný v minerálnych kyselinách, z ktorého aspoň 75 % z deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných v zásaditom citrane amónnom (Joulie)<br>8. $P_2O_5$ rozpustný v minerálnych kyselinách, z ktorého aspoň 55 % z deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných v 2-%-nej kyseline mravčej | Vo vode rozpustný $K_2O$ | 1. Dusík spolu<br>2. Ak akákoľvek z foriem dusíka 2. až 5. dosiahne aspoň 1 hmotnostné %, musí byť deklarovaná<br>3. Ak je nad 28 %, tak pozri prílohu III.2 | 1) Hnojivo NPK neobsahujúce Thomasovu trosku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan hlinito-vápenatý, čiastočne rozpustený skalný fosfát a mäkký mletý skalný fosfát, tak musí byť deklarované podľa rozpustností 1., 2. alebo 3.:<br>— keď vo vode rozpustný $P_2O_5$ nepresahuje 2 %, deklaruje sa iba rozpustnosť 2.<br>— keď vo vode rozpustný $P_2O_5$ dosiahne aspoň 2 %, musí sa deklarovať rozpustnosť 3. a musí byť uvedený obsah vo vode rozpustného $P_2O_5$ (rozpustnosť 1))<br><br>Obsah $P_2O_5$ rozpustného iba v minerálnych kyselinách nesmie prekročiť 2 %.<br>Pre tento typ 1 budú skúšobné vzorky na stanovenie rozpustností 2. a 3. mať 1 g.<br>2a) Hnojivo NPK obsahujúce mäkký mletý skalný fosfát alebo čiastočne rozpustený skalný fosfát nesmie obsahovať Thomasovu trosku, kalcinovaný fosfát ani fosforečnan hlinito-vápenatý. Musí byť deklarované podľa rozpustností 1), 3) alebo 4).<br>Tento typ hnojiva musí obsahovať:<br>— aspoň 2 % $P_2O_5$ rozpustného iba v minerálnych kyselinách (iba rozpustnosť 4));<br>— aspoň 5 % $P_2O_5$ rozpustného vo vode a neutrálnom citrane amónnom (rozpustnosť 3)); | 1. Vo vode rozpustný oxid draselný<br>2. Údaj „nízky obsah chloridov“ súvisí s maximálnym obsahom 2 % Cl<br>3. Obsah chloridov musí byť deklarovaný |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | | — aspoň 2,5 % vo vode rozpustného $P_2O_5$ (rozpustnosť 1)). | |
| Veľkosť častíc základných fosfátových zložiek<br>Thomasova troska: aspoň 75 % schopných prejsť sitom s očkami 0,160 mm<br>Fosforečnan: hlinito-vápenatý: aspoň 90 % schopných prejsť sitom s očkami 0,160 mm<br>Kalcinovaný fosfát: aspoň 75 % schopných prejsť sitom s očkami 0,160 mm<br>Mäkký mletý: skalný fosfát: aspoň 90 % schopných prejsť sitom s očkami 0,063 mm<br>Čiastočne rozpustený: skalný fosfát: aspoň 90 % schopných prejsť sitom s očkami 0,160 mm | | | | 2b) Hnojivo NPK obsahujúce fosforečnan hlinito-vápenatý nesmie obsahovať Thomasovu trosku, kalcinovaný fosfát, mäkký mletý skalný fosfát ani čiastočne rozpustený skalný fosfát.<br>Musí byť deklarované podľa rozpustností 1. a 7., pričom posledná z nich platí po odčítaní obsahu rozpustného vo vode.<br>Tento typ hnojiva musí obsahovať:<br>— aspoň 2 % $P_2O_5$ rozpustného vo vode (rozpustnosť 1));<br>— aspoň 5 % $P_2O_5$ podľa rozpustnosti 7.<br>Tento druh hnojiva sa musí predávať pod označením „hnojivo NPK obsahujúce fosforečnan hlinito-vápenatý“.<br>3. V prípade hnojív NPK obsahujúcich iba jeden z týchto druhov fosfátového hnojiva: Thomasova troska, kalcinovaný fosfát, fosforečnan hlinito-vápenatý alebo mäkký mletý skalný fosfát, za typovým označením musí nasledovať údaj o fosfátovej zložke.<br>Deklarovanie rozpustnosti $P_2O_5$ musí byť udané v zhode s týmito rozpustnosťami:<br>— v prípade hnojív na báze Thomasovej trosky: rozpustnosť 6a) (Francúzsko, Taliansko, Španielsko, Portugalsko, Grécko ►M1, v Českej republike, v Estónsku, na Cypre, v Lotyšsku, v Litve, v Maďarsku, na Malte, v Poľsku, v Slovinsku a na Slovensku ◄)a 6b) (Nemecko, Belgicko, Dánsko, Írsko, Luxembursko, Holandsko, Spojené kráľovstvo a Rakúsko); | |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | | — v prípade hnojív na báze kalcinovaného fosfátu: rozpustnosť 5.;<br>— v prípade hnojív na báze fosforečnanu hlinito-vápenatého: rozpustnosť 7.;<br>— v prípade hnojív na báze mäkkého mletého skalného fosfátu: rozpustnosť 8.<br>Tento druh hnojiva sa musí predávať pod označením „hnojivo NPK obsahujúce fosforečnan hlinito-vápenatý“. | |

| | | |
|---|---|---|
| B.1.2 | Typové označenie | Hnojivá NPK obsahujúce dvojmočovinu krotonylidénu alebo dvojmočovinu izobutylidénu alebo formaldehyd močoviny. |
| | Údaje o spôsobe výroby | Produkt získaný chemicky bez pridávania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu a obsahujúci dvojmočovinu krotonylidénu alebo dvojmočovinu izobutylidénu alebo formaldehyd močoviny. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento): | — spolu: 20 % (N + $P_2O_5$ + $K_2O$);<br>— pre každú zo živín:<br>— 5 % N. Aspoň ¼ deklarovaného obsahu dusíka spolu musí pochádzať z formy dusíka 5. alebo 6. alebo 7. Aspoň 3/5 deklarovaného obsahu dusíka 7. musia byť rozpustné v horúcej vode;<br>— 5 % $P_2O_5$ a<br>— 5 % $K_2O$. |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje na identifikáciu hnojív<br>Ostatné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1. Dusík spolu<br>2. Dusičnanový dusík<br>3. Amoniakálny dusík | 1. Vo vode rozpustný $P_2O_5$<br>2. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom | Vo vode rozpustný $K_2O$ | 1. Dusík spolu<br>2. Ak akákoľvek z foriem dusíka 2. až 4. dosiahne | Hnojivo NPK neobsahujúce Thomasovu trosku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan hlinito-vápenatý, čiastočne rozpustený skalný fosfát a mäkký mletý skalný fosfát, tak musí byť deklarované podľa | 1. Vo vode rozpustný oxid draselný<br>2. Údaj „nízky obsah chloridov“ súvisí |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| 4. Močovinový dusík<br>5. Dusík z dvojmočoviny krotonylidénu<br>6. Dusík z dvojmočoviny izobutylidénu<br>7. Dusík z formaldehydu močoviny<br>8. Dusík z formaldehydu močoviny rozpustný iba v horúcej vode<br>9. Dusík z formaldehydu močoviny rozpustný v studenej vode | 3. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom a vo vode | | aspoň 1 hmotnostné %, musí byť deklarovaná<br>3. Jedna z foriem dusíka 5. až 7. (ako je primerané). Forma dusíka 7. musí byť deklarovaná vo forme dusíka 8. a 9. | rozpustností 1., 2. alebo 3.:<br>— keď vo vode rozpustný $P_2O_5$ nepresahuje 2 %, deklaruje sa iba rozpustnosť 2.<br>— keď vo vode rozpustný $P_2O_5$ dosiahne aspoň 2 %, musí sa deklarovať rozpustnosť 3. a musí byť uvedený obsah vo vode rozpustného $P_2O_5$ (rozpustnosť 1.)<br>Obsah $P_2O_5$ rozpustného iba v minerálnych kyselinách nesmie prekročiť 2 %.<br>Pre tento typ 1 budú skúšobné vzorky na stanovenie rozpustností 2. a 3. mať 1 g. | s maximálnym obsahom 2 % Cl<br>3. Obsah chloridov musí byť deklarovaný |

B.2 *Hnojivá NP*

| | | |
|---|---|---|
| B.2.1 | Typové označenie | Hnojivá NP. |
| | Údaje o spôsobe výroby | Produkt získaný chemicky alebo zmiešavaním bez pridávania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento): | — spolu: 18 % (N + $P_2O_5$);<br>— pre každú zo živín: 3 % N, 5 % $P_2O_5$. |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje na identifikáciu hnojív<br>Ostatné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1. Dusík spolu | 1. Vo vode rozpustný $P_2O_5$ | | 1. Dusík spolu | | |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| 2. Dusičnanový dusík<br>3. Amoniakálny dusík<br>4. Močovinový dusík<br>5. Kyánamidový dusík | 2. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom<br>3. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom a vo vode<br>4. $P_2O_5$ rozpustný iba v minerálnych kyselinách<br>5. $P_2O_5$ rozpustný v zásaditom citrane amónnom (Petermann)<br>6a) $P_2O_5$ rozpustný v minerálnych kyselinách, z ktorého aspoň 75 % z deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných v 2-%-nej kyseline citrónovej<br>6b) $P_2O_5$ rozpustný v 2-%-nej kyseline citrónovej<br>7. $P_2O_5$ rozpustný v minerálnych kyselinách, z ktorého aspoň 75 % z deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných v zásaditom citrane amónnom (Joulie)<br>8. $P_2O_5$ rozpustný v minerálnych kyselinách, z ktorého aspoň 55 % z deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných v 2-%-nej kyseline mravčej | | 2. Ak akákoľvek z foriem dusíka 2. až 5. dosiahne aspoň 1 hmotnostné %, musí byť deklarovaná | 1. Hnojivo NP neobsahujúce Thomasovu trosku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan hlinito-vápenatý, čiastočne rozpustený skalný fosfát a mäkký mletý skalný fosfát, tak musí byť deklarované podľa rozpustností 1., 2. alebo 3.:<br>— keď vo vode rozpustný $P_2O_5$ nepresahuje 2 %, deklaruje sa iba rozpustnosť 2.<br>— keď vo vode rozpustný $P_2O_5$ dosiahne aspoň 2 %, musí sa deklarovať rozpustnosť 3 a musí byť uvedený obsah vo vode rozpustného $P_2O_5$ (rozpustnosť 1.)<br><br>Obsah $P_2O_5$ rozpustného iba v minerálnych kyselinách nesmie prekročiť 2 %.<br>Pre tento typ 1 budú skúšobné vzorky na stanovenie rozpustností 2. a 3. mať 1 g.<br>2a) Hnojivo NP obsahujúce mäkký mletý skalný fosfát alebo čiastočne rozpustený skalný fosfát nesmie obsahovať Thomasovu trosku, kalcinovaný fosfát ani fosforečnan hlinito-vápenatý.<br>Musí byť deklarované podľa rozpustností 1., 3. alebo 4.<br>Tento typ hnojiva musí obsahovať:<br>— aspoň 2 % $P_2O_5$ rozpustného iba v minerálnych kyselinách (iba rozpustnosť 4));<br>— aspoň 5 % $P_2O_5$ rozpustného vo vode a neutrálnom citrane amónnom (rozpustnosť 3.)<br>— aspoň 5 % $P_2O_5$ rozpustného vo vode. | |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| Veľkosť častíc základných fosfátových zložiek<br><br>Thomasova troska<br>Fosforečnan hlinito-vápenatý<br>Kalcinovaný fosfát<br>Mäkký mletý skalný fosfát<br>Čiastočne rozpustený | aspoň 75 % schopných prejsť sitom s očkami 0,160 mm<br>aspoň 90 % schopných prejsť sitom s očkami 0,160 mm<br>aspoň 75 % schopných prejsť sitom s očkami 0,160 mm<br>aspoň 90 % schopných prejsť sitom s očkami 0,063 mm<br>skalný fosfát: aspoň 90 % schopných prejsť sitom s očkami 0,160 mm | | | 2b) Hnojivo NP obsahujúce fosforečnan hlinito-vápenatý nesmie obsahovať Thomasovu trosku, kalcinovaný fosfát, mäkký mletý skalný fosfát ani čiastočne rozpustený skalný fosfát.<br>Musí byť deklarované podľa rozpustností 1. a 7., pričom posledná z nich platí po odčítaní obsahu rozpustného vo vode.<br>Tento typ hnojiva musí obsahovať:<br>— aspoň 2 % $P_2O_5$ rozpustného vo vode (rozpustnosť 1.);<br>— aspoň 5 % $P_2O_5$ podľa rozpustnosti 7.<br>Tento druh hnojiva sa musí predávať pod označením „hnojivo NP obsahujúce fosforečnan hlinito-vápenatý“.<br>3. V prípade hnojív NPK obsahujúcich iba jeden z týchto druhov fosfátového hnojiva: Thomasova troska, kalcinovaný fosfát, fosforečnan hlinito-vápenatý alebo mäkký mletý skalný fosfát, za typovým označením musí nasledovať údaj o fosfátovej zložke.<br>Deklarovanie rozpustnosti $P_2O_5$ musí byť udané v zhode s týmito rozpustnosťami:<br>— v prípade hnojív na báze Thomasovej trosky: rozpustnosť 6a) (Francúzsko, Taliansko, Španielsko, Portugalsko, Grécko ►M1, v Českej republike, v Estónsku, na Cypre, v Lotyšsku, v Litve, v Maďarsku, na Malte, v Poľsku, v Slovinsku a na Slovensku ◄) a 6b) (Nemecko, Belgicko, Dánsko,<br>Írsko, Luxembursko, Holandsko, Spojené kráľovstvo a Rakúsko);<br>— v prípade hnojív na báze kalcinovaného fosfátu: rozpustnosť 5; | |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | | — v prípade hnojív na báze fosforečnanu hlinito-vápenatého: rozpustnosť 7;<br>— v prípade hnojív na báze mäkkého mletého skalného fosfátu: rozpustnosť 8. | |

| | | |
|---|---|---|
| B.2.2 | Typové označenie | Hnojivá NP obsahujúce dvojmočovinu krotonylidénu alebo dvojmočovinu izobutylidénu alebo formaldehyd močoviny. |
| | Údaje o spôsobe výroby | Produkt získaný chemicky bez pridávania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu a obsahujúci dvojmočovinu krotonylidénu alebo dvojmočovinu izobutylidénu alebo formaldehyd močoviny. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento): | — spolu: 18 % ($N + P_2O_5$);<br>— pre každú zo živín:<br>— 5 % N.<br>Aspoň ¼ deklarovaného obsahu dusíka spolu musí pochádzať z formy dusíka 5. alebo 6. alebo 7. Aspoň 3/5 deklarovaného obsahu dusíka 7. musia byť rozpustné v horúcej vode a<br>— 5 % $P_2O_5$. |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje pre identifikáciu hnojív<br>Iné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1. Dusík spolu<br>2. Dusičnanový dusík<br>3. Amoniakálny dusík<br>4. Močovinový dusík<br>5. Dusík z dvojmočoviny krotonylidénu<br>6. Dusík | 1. Vo vode rozpustný $P_2O_5$<br>2. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom<br>3. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom a vo vode | | 1. Dusík spolu<br>2. Ak akákoľvek z foriem dusíka 2. až 4. dosiahne aspoň 1 hmotnostné %, musí byť deklarovaná<br>3. Jedna z foriem dusíka 5. až 7. (ako je primerané). | Hnojivo NP neobsahujúce Thomasovu trosku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan hlinito-vápenatý, čiastočne rozpustený skalný fosfát a mäkký mletý skalný fosfát, tak musí byť deklarované podľa rozpustností 1., 2. alebo 3.:<br>— keď vo vode rozpustný $P_2O_5$ nepresahuje 2 %, deklaruje sa iba rozpustnosť 2.<br>— keď vo vode rozpustný $P_2O_5$ | |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| z dvojmočoviny izobutylidénu<br>7. Dusík z formaldehydu močoviny<br>8. Dusík z formaldehydu močoviny rozpustný iba v horúcej vode<br>9. Dusík z formaldehydu močoviny rozpustný v studenej vode | | | Forma dusíka 7. musí byť deklarovaná vo forme dusíka 8. a 9. | dosiahne aspoň 2 %, musí sa deklarovať rozpustnosť 3. a musí byť uvedený obsah vo vode rozpustného $P_2O_5$ (rozpustnosť 1.)<br>Obsah $P_2O_5$ rozpustného iba v minerálnych kyselinách nesmie prekročiť 2 %.<br>Pre tento typ 1 budú skúšobné vzorky na stanovenie rozpustností 2. a 3. mať 1 g. | |

B.3 *Hnojivá NK*

| | | |
|---|---|---|
| B.3.1 | Typové označenie | Hnojivá NK |
| | Údaje o spôsobe výroby | Produkt získaný chemicky alebo miešaním, bez pridania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento): | — spolu: 18 % (N + $K_2O$);<br>— pre každú zo živín: 3 % N, 5 % $K_2O$ |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje pre identifikáciu hnojív<br>Iné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1. Dusík spolu<br>2. Dusičnanový dusík<br>3. Amoniakálny dusík<br>4. Močovinový dusík | | Vo vode rozpustný $K_2O$ | 1. Dusík spolu<br>2. Ak akákoľvek z foriem dusíka 2. až 5. dosiahne aspoň 1 hmot- | | 1. Vo vode rozpustný oxid draselný<br>2. Údaj „nízky obsah chloridov“ súvisí s maximálnym obsahom 2 % Cl |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| 5. Kyánamidový dusík | | | nostné %, musí byť deklarovaná | | 3. Obsah chloridov musí byť deklarovaný |

| | | |
|---|---|---|
| B.3.2 | Typové označenie | Hnojivá NK obsahujúce dvojmočovinu krotonylidénu alebo dvojmočovinu izobutylidénu alebo formaldehyd močoviny. |
| | Údaje o spôsobe výroby | Produkt získaný chemicky bez pridávania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu a obsahujúci dvojmočovinu krotonylidénu alebo dvojmočovinu izobutylidénu alebo formaldehyd močoviny. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento): | — spolu: 18 % (N + $K_2O$);<br>— pre každú zo živín:<br>— 5 % N. Aspoň ¼ deklarovaného obsahu dusíka spolu musí pochádzať z formy dusíka 5. alebo 6. alebo 7.<br>Aspoň 3/5 deklarovaného obsahu dusíka 7. musia byť rozpustné v horúcej vode a<br>— 5 % $K_2O$. |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje pre identifikáciu hnojív<br>Ostatné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1. Dusík spolu<br>2. Dusičnanový dusík<br>3. Amoniakálny dusík<br>4. Močovinový dusík<br>5. Dusík z dvojmočoviny krotonylidénu<br>6. Dusík z dvojmočoviny izobutylidénu<br>7. Dusík | | Vo vode rozpustný $K_2O$ | 1. Dusík spolu<br>2. Ak akákoľvek z foriem dusíka 2. až 4. dosiahne aspoň 1 hmotnostné %, musí byť deklarovaná<br>3. Jedna z foriem dusíka 5. až 7. (ako je primerané). Forma dusíka 7. musí byť deklaro- | | 1. Vo vode rozpustný oxid draselný<br>2. Údaj „nízky obsah chloridov“ súvisí s maximálnym obsahom 2 % Cl<br>3. Obsah chloridov musí byť deklarovaný |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| z formaldehydu močoviny<br>8. Dusík z formaldehydu močoviny rozpustný iba v horúcej vode<br>9. Dusík z formaldehydu močoviny rozpustný v studenej vode | | | vaná vo forme dusíka 8. a 9. | | |

B.4 *Hnojivá PK*

| | |
|---|---|
| Typové označenie | Hnojivá PK |
| Údaje o spôsobe výroby | Produkt získaný chemicky alebo miešaním, bez pridania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu. |
| Minimálny obsah živín (hmotnostné percento): | — spolu: 18 % ($P_2O_5$ + $K_2O$);<br>— pre každú zo živín: 5 % $P_2O_5$ a 5 % $K_2O$ |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje pre identifikáciu hnojív<br>Ostatné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| | 1. Vo vode rozpustný $P_2O_5$<br>2. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom<br>3. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom a vo vode<br>4. $P_2O_5$ rozpustný iba v minerálnych kyselinách<br>5. $P_2O_5$ rozpustný v zásaditom | Vo vode rozpustný $K_2O$ | | 1. Hnojivo PK neobsahujúce Thomasovu trosku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan hlinito-vápenatý, čiastočne rozpustený skalný fosfát a mäkký mletý skalný fosfát, tak musí byť deklarované podľa rozpustností 1., 2. alebo 3.:<br>— keď vo vode rozpustný $P_2O_5$ nepresahuje 2 %, deklaruje sa | 1. Vo vode rozpustný oxid draselný<br>2. Údaj „nízky obsah chloridov“ súvisí s maximálnym obsahom 2 % Cl<br>3. Obsah chloridov musí byť deklarovaný |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| | citrane amónnom (Petermann)<br>6a) $P_2O_5$ rozpustný v minerálnych kyselinách, z ktorého aspoň 75 % z deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných v 2-%-nej kyseline citrónovej<br>6b) $P_2O_5$ rozpustný v 2 %-nej kyseline citrónovej<br>7. $P_2O_5$ rozpustný v minerálnych kyselinách, z ktorého aspoň 75 % z deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných v zásaditom citrane amónnom (Joulie)<br>8. $P_2O_5$ rozpustný v minerálnych kyselinách, z ktorého aspoň 55 % z deklarovaného obsahu $P_2O_5$ je rozpustných v 2-%-nej kyseline mravčej | | | iba rozpustnosť 2.<br>— keď vo vode rozpustný $P_2O_5$ dosiahne aspoň 2 %, musí sa deklarovať rozpustnosť 3. a musí byť uvedený obsah vo vode rozpustného $P_2O_5$ (rozpustnosť 1.)<br><br>Obsah $P_2O_5$ rozpustného iba v minerálnych kyselinách nesmie prekročiť 2 %.<br>Pre tento typ 1 budú skúšobné vzorky na stanovenie rozpustností 2. a 3. mať 1 g.<br>2a) Hnojivo PK obsahujúce mäkký mletý skalný fosfát alebo čiastočne rozpustený skalný fosfát nesmie obsahovať Thomasovu trosku, kalcinovaný fosfát ani fosforečnan hlinito-vápenatý. Musí byť deklarované podľa rozpustností 1., 3. alebo 4.<br>Tento typ hnojiva musí obsahovať:<br>— aspoň 2-% $P_2O_5$ rozpustného iba v minerálnych kyselinách (rozpustnosť 4);<br>— aspoň 5 % $P_2O_5$ rozpustného vo vode a neutrálnom citrane amónnom (rozpustnosť 3);<br>— aspoň 2,5 % vo vode rozpustného $P_2O_5$ (rozpustnosť 1.).<br>Tento typ hnojiva musí byť predávaný pod označením „hnojivo PK obsahujúce mäkký mletý skalný fosfát“ alebo „hnojivo PK obsahujúce čiastočne rozpustený skalný fosfát“.<br>Pre tento typ 2a) budú skúšobné vzorky na stanovenie rozpustnosti 3. mať 1 g | |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| Veľkosť častíc základných fosfátových zložiek | | | | 2b) Hnojivo PK obsahujúce fosforečnan hlinito-vápenatý nesmie obsahovať Thomasovu trosku, kalcinovaný fosfát ani čiastočne rozpustený skalný fosfát. | |
| Thomasova troska | aspoň 75 % schopných prejsť sitom s očkami 0,160 mm | | | Musí byť deklarované podľa rozpustností 1. a 7., pričom posledná z nich platí po odčítaní obsahu rozpustného vo vode. | |
| Fosforečnan hlinito-vápenatý | aspoň 90 % schopných prejsť sitom s očkami 0,160 mm | | | Tento typ hnojiva musí obsahovať: | |
| Kalcinovaný fosfát | aspoň 75 % schopných prejsť sitom s očkami 0,160 mm | | | — aspoň 2 % $P_2O_5$ rozpustného vo vode (rozpustnosť 1.); | |
| Mäkký mletý skalný fosfát | aspoň 90 % schopných prejsť sitom s očkami 0,063 mm | | | — aspoň 5 % $P_2O_5$ podľa rozpustnosti 7. | |
| Čiastočne rozpustený skalný fosfát | aspoň 90 % schopných prejsť sitom s očkami 0,160 mm | | | Tento druh hnojiva sa musí predávať pod označením „hnojivo PK obsahujúce fosforečnan hlinito-vápenatý“. | |
| | | | | 3. V prípade hnojív PK obsahujúcich iba jeden z týchto druhov fosfátového hnojiva: Thomasova troska, kalcinovaný fosfát, fosforečnan hlinito-vápenatý alebo mäkký mletý skalný fosfát, za typovým označením musí nasledovať údaj o fosfátovej zložke. | |
| | | | | Deklarovanie rozpustnosti $P_2O_5$ musí byť udané v zhode s týmito rozpustnosťami: | |
| | | | | — v prípade hnojív na báze Thomasovej trosky: rozpustnosť 6a) (Francúzsko, Taliansko, Španielsko, Portugalsko, Grécko ►M1, Česká republika, Estónsko, Cyprus, Lotyšsko, Litva, Maďarsko, Malta, Poľsko, Slovinsko a Slovensko ◄) a 6b) (Nemecko, Belgicko, Dánsko, Írsko, Luxembursko, Holandsko, Spojené kráľovstvo a Rakúsko); | |
| | | | | — v prípade hnojív na báze kalcinovaného fosfátu: rozpustnosť 5; | |
| | | | | — v prípade hnojív na báze fosforečnanu hlinito-vápenatého: rozpustnosť 7; | |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | | — v prípade hnojív na báze mäkkého mletého skalného fosfátu: rozpustnosť 8. | |

C. **Anorganické tekuté hnojivá**

C.1 *Jednozložkové tekuté hnojivá*

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1 | Roztok dusíkatého hnojiva | chemicky a rozpúšťaním vo vode získavaný produkt, vo forme stabilnej pri atmosférickom tlaku, bez prídavku organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu | 15 % N<br>dusík vyjadrený ako celkový dusík alebo, aj je prítomný iba v jednej forme, ako dusičnanový dusík<br>alebo amoniakálny dusík alebo močovinový dusík;<br>maximálny obsah biuretu:<br>močovinový N × 0,026 | | dusík spolu a v prípade akejkoľvek formy dosahujúcej nie menej ako 1 %, dusičnanový dusík, amoniakálny dusík a/alebo močovinový dusík<br>ak je obsah biuretu nižší ako 0,2 %, je možné pridať slová „nízky obsah biuretu“ |
| 2 | Roztok močovinovo – amónno – dusičnanového hnojiva | chemicky a rozpúšťaním vo vode získavaný produkt, obsahujúci dusičnan amónny a močovinu | 26 % N<br>dusík vyjadrený ako celkový dusík, pričom močovinový dusík dosahuje približne polovicu prítomného dusíka;<br>maximálny obsah biuretu: močovinový 0,5 % | | dusík spolu<br>dusičnanový dusík, amoniakálny dusík a močovinový dusík<br>ak je obsah biuretu nižší ako 0,2 %, je možné pridať slová „nízky obsah biuretu“ |
| 3 | Roztok dusičnanu vápenatého | produkt získavaný rozpúšťaním dusičnanu vápenatého vo vode | 8 % N<br>dusík vyjadrený ako dusičnanový dusík | Za typovým označením môže nasledovať jeden z týchto údajov (podľa toho, čo platí): | dusík spolu<br>vo vode rozpustný oxid vápenatý pre použitia |

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| | | | s maximálnym obsahom amoniakálneho dusíka: 1 % N<br>vápnik vyjadrený ako vo vode rozpustný CaO | — na nanášanie na listy;<br>— na výrobu živných roztokov;<br>— na zálievkové hnojenie | uvedené v stĺpci 5<br>dodatočné voliteľné špecifiká:<br>— dusičnanový dusík<br>— amoniakálny dusík |
| 4 | Roztok dusičnanu horečnatého | produkt získavaný chemicky a rozpúšťaním dusičnanu horečnatého vo vode | 6 % N<br>dusík vyjadrený ako dusičnanový dusík<br>9 % MgO<br>horčík vyjadrený ako vo vode rozpustný oxid horečnatý<br>minimálne pH: 4 | | dusičnanový dusík<br>vo vode rozpustný oxid horečnatý |
| 5 | Suspenzia dusičnanu vápenatého | produkt získavaný zmiešavaním dusičnanu vápenatého vo vode | 8 % N<br>dusík vyjadrený ako dusík celkom alebo dusičnanový a amoniakálny dusík; maximálny obsah amoniakálneho dusíka: 1 %<br>14 % CaO vápnik vyjadrený ako vo vode rozpustný CaO | Za typovým označením môže nasledovať jeden z týchto údajov (podľa toho, čo platí):<br>— na nanášanie na listy;<br>— na výrobu živných roztokov a suspenzií;<br>— na zálievkové hnojenie | dusík spolu<br>dusičnanový dusík<br>vo vode rozpustný oxid vápenatý pre použitia uvedené v stĺpci 5 |
| 6 | Roztok dusíkatého hnojiva s formaldehydom močoviny | produkt získavaný chemicky alebo rozpustením formaldehydu močoviny a dusíkatého hnojiva zo zoznamu A-1 tohto nariadenia, okrem produktov 3a), 3b) a 5 vo vode | 18 % N vyjadrený ako dusík celkom;<br>aspoň 1/3 z deklarovaného obsahu dusíka celkom musí pochádzať z formaldehydu močoviny;<br>maximálny obsah | | dusík celkom<br>pre každú formu, kde tvorí aspoň 1 hm. %:<br>— dusičnanový dusík;<br>— amoniakálny dusík a<br>— močovinový dusík<br>dusík z formaldehydu močoviny |

▼B

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| | | | biuretu: (močovinový N + N z formaldehydu močoviny) × 0,026 | | |
| 7 | Suspenzia dusíkatého hnojiva s formaldehydom močoviny | produkt získavaný chemicky alebo suspenziou formaldehydu močoviny a dusíkatého hnojiva zo zoznamu A-1 tohto nariadenia, okrem produktov 3a), 3b) a 5 vo vode | 18 % N vyjadrený ako dusík celkom;<br>aspoň 1/3 z deklarovaného obsahu dusíka celkom musí pochádzať z formaldehydu močoviny, z ktorej aspoň 3/5 musia byť rozpustné v horúcej vode;<br>maximálny obsah biuretu: (močovinový N + N z formaldehydu močoviny) × 0,026 | | dusík celkom<br>pre každú formu, kde tvorí aspoň 1 hm. %:<br>— dusičnanový dusík;<br>— amoniakálny dusík a<br>— močovinový dusík<br>dusík z formaldehydu močoviny, ktorý je rozpustný v studenej vode<br>dusík z formaldehydu močoviny, ktorý je rozpustný iba v horúcej vode |

C.2 *Viaczložkové tekuté hnojivá*

| | | |
|---|---|---|
| C.2.1 | Typové označenie | Roztok hnojív NPK. |
| | Údaje o spôsobe výroby | Produkt získaný chemicky a rozpustením vo vode, vo forme stabilnej pri atmosférickom tlaku, bez pridania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento) a ďalšie požiadavky: | — spolu: 15 % ($N + P_2O_5 + K_2O$);<br>— pre každú zo živín: 2 % N, 3 % $P_2O_5$, 3 % $K_2O$<br>— maximálny obsah biuretu: močovinový N × 0,026 |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje pre identifikáciu hnojív<br>Ostatné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1. Dusík spolu<br>2. Dusičnanový dusík<br>3. Amoniakálny dusík<br>4. Močovinový dusík | Vo vode rozpustný $P_2O_5$ | Vo vode rozpustný $K_2O$ | 1. Dusík spolu<br>2. Ak akákoľvek z foriem dusíka 2. až 4. dosiahne aspoň 1 hmotnostné %, musí byť deklarovaná<br>3. Ak je obsah biuretu menší ako 0,2 %, je možné pridať slová „nízky obsah biuretu“ | Vo vode rozpustný $P_2O_5$ | 1. Vo vode rozpustný oxid draselný<br>2. Údaj „nízky obsah chloridov“ súvisí s maximálnym obsahom 2 % Cl<br>3. Obsah chloridov môže byť deklarovaný |

| | | |
|---|---|---|
| C.2.2 | Typové označenie | Suspenzia hnojív NPK. |
| | Údaje o spôsobe výroby | Kvapalný produkt, v ktorom živiny pochádzajú z látok dispergovaných aj rozpustených vo vode bez pridávania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento) a iné požiadavky: | — spolu: 20 % ($N + P_2O_5 + K_2O$);<br>— pre každú zo živín: 3 % N, 4 % $P_2O_5$ a 4 % $K_2O$<br>— maximálny obsah biuretu: močovinový N × 0,026 |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje pre identifikáciu hnojív<br>Ostatné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1. Dusík spolu<br>2. Dusičnanový dusík<br>3. Amoniakálny | 1. Vo vode rozpustný $P_2O_5$<br>2. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom | Vo vode rozpustný $K_2O$ | 1. Dusík spolu<br>2. Ak akákoľvek z foriem dusíka 2. | Hnojivá nesmú obsahovať Thomasovu trosku, fosforečnan hlinito-vápenatý, kalcinovaný fosfát, čiastočne rozpustené fosfáty ani skalné fosfáty. | 1. Vo vode rozpustný oxid draselný<br>2. Údaj „nízky obsah |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| dusík<br>4. Močovinový dusík | 3. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom a vo vode | | až 4. dosiahne aspoň 1 hmotnostné %, musí byť deklarovaná<br>3. Ak je obsah biuretu menší ako 0,2 %, je možné pridať slová „nízky obsah biuretu“ | 1. ak obsah vo vode rozpustného $P_2O_5$ nepresahuje 2 %, deklaruje sa iba rozpustnosť 2.<br>2. keď vo vode rozpustný $P_2O_5$ dosiahne aspoň 2 %, musí sa deklarovať rozpustnosť 3. a musí byť uvedený obsah vo vode rozpustného $P_2O_5$ | chloridov“ sa môže použiť iba tam, kde obsah Cl neprekročí 2 %<br>3. Obsah chloridov môže byť deklarovaný |

| | | |
|---|---|---|
| C.2.3 | Typové označenie | Roztok hnojív NP. |
| | Údaje o spôsobe výroby | Produkt získaný chemicky a rozpustením vo vode, vo forme stabilnej pri atmosférickom tlaku, bez pridania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento): | — spolu: 18 % (N + $P_2O_5$);<br>— pre každú zo živín: 3 % N a 5 % $P_2O_5$<br>— maximálny obsah biuretu: močovinový N × 0,026 |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje pre identifikáciu hnojív<br>Ostatné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1. Dusík spolu<br>2. Dusičnanový dusík<br>3. Amoniakálny dusík<br>4. Močovinový dusík | Vo vode rozpustný $P_2O_5$ | | 1. Dusík spolu<br>2. Ak akákoľvek z foriem dusíka 2. až 4. dosiahne aspoň 1 hmotnostné %, musí byť deklarovaná<br>3. Ak je obsah biuretu menší ako 0,2 %, je možné pridať slová „nízky obsah biuretu“ | Vo vode rozpustný $P_2O_5$ | |

| | | |
|---|---|---|
| C.2.4 | Typové označenie | Suspenzia hnojív NP. |
| | Údaje o spôsobe výroby | Kvapalný produkt, v ktorom živiny pochádzajú z látok dispergovaných aj rozpustených vo vode bez pridávania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento): | — spolu: 18 % ($N + P_2O_5$);<br>— pre každú zo živín: 3 % N a 5 % $P_2O_5$<br>— maximálny obsah biuretu: močovinový N × 0,026 |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje pre identifikáciu hnojív<br>Ostatné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1. Dusík spolu<br>2. Dusičnanový dusík<br>3. Amoniakálny dusík<br>4. Močovinový dusík | 1. Vo vode rozpustný $P_2O_5$<br>2. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom<br>3. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom a vo vode | | 1. Dusík spolu<br>2. Ak akákoľvek z foriem dusíka 2. až 4. dosiahne aspoň 1 %, musí byť deklarovaná<br>3. Ak je obsah biuretu menší ako 0,2 %, je možné pridať slová „nízky obsah biuretu“ | 1. ak obsah vo vode rozpustného $P_2O_5$ nepresahuje 2 %, deklaruje sa iba rozpustnosť 2.<br>2. keď vo vode rozpustný $P_2O_5$ dosiahne aspoň 2 %, musí sa deklarovať rozpustnosť 3. a musí byť uvedený obsah vo vode rozpustného $P_2O_5$ | |

| | | |
|---|---|---|
| C.2.5 | Typové označenie | Roztok hnojív NK. |
| | Údaje o spôsobe výroby | Produkt získaný chemicky a rozpustením vo vode, vo forme stabilnej pri atmosférickom tlaku, bez pridania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento): | — spolu: 15 % ($N + K_2O$);<br>— pre každú zo živín: 3 % N a 5 % $K_2O$<br>— maximálny obsah biuretu: močovinový N × 0,026 |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje pre identifikáciu hnojív<br>Ostatné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1. Dusík spolu<br>2. Dusičnanový dusík<br>3. Amoniakálny dusík<br>4. Močovinový dusík | | Vo vode rozpustný $K_2O$ | 1. Dusík spolu<br>2. Ak akákoľvek z foriem dusíka 2. až 4. dosiahne aspoň 1 %, musí byť deklarovaná<br>3. Ak je obsah biuretu menší ako 0,2 %, je možné pridať slová „nízky obsah biuretu“ | | 1. Vo vode rozpustný oxid draselný<br>2. Údaj „nízky obsah chloridov“ môže byť použitý iba ak obsah Cl neprekročí 2 %<br>3. Obsah chloridov môže byť deklarovaný |

| | | |
|---|---|---|
| C.2.6 | Typové označenie | Suspenzia hnojív NK. |
| | Údaje o spôsobe výroby | Kvapalný produkt, v ktorom živiny pochádzajú z látok dispergovaných aj rozpustených vo vode bez pridávania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento): | — spolu: 18 % ($N + K_2O$);<br>— pre každú zo živín: 3 % N a 5 % $K_2O$<br>— maximálny obsah biuretu: močovinový N × 0,026 |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje pre identifikáciu hnojív<br>Ostatné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1. Dusík spolu<br>2. Dusičnanový dusík<br>3. Amoniakálny dusík | | Vo vode rozpustný $K_2O$ | 1. Dusík spolu<br>2. Ak akákoľvek z foriem dusíka 2. až 4. dosiahne | | 1. Vo vode rozpustný oxid draselný<br>2. Údaj „nízky obsah chloridov“ sa môže |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| 4. Močovinový dusík | | | aspoň 1 hmotnostné %, musí byť deklarovaná<br>3. Ak je obsah biuretu menší ako 0,2 %, je možné pridať slová „nízky obsah biuretu“ | | použiť iba tam, kde obsah Cl neprekročí 2 %<br>3. Obsah chloridov môže byť deklarovaný |

| | | |
|---|---|---|
| C.2.7 | Typové označenie | Roztok hnojív PK. |
| | Údaje o spôsobe výroby | Produkt získaný chemicky a rozpustením vo vode, bez pridania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento): | — spolu: 18 % ($P_2O_5$ + $K_2O$);<br>— pre každú zo živín: 5 % $P_2O_5$, 5 % $K_2O$ |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje pre identifikáciu hnojív<br>Ostatné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| | Vo vode rozpustný $P_2O_5$ | Vo vode rozpustný $K_2O$ | | Vo vode rozpustný $P_2O_5$ | 1. Vo vode rozpustný oxid draselný<br>2. Údaj „nízky obsah chloridov“ môže byť použitý iba ak obsah Cl neprekročí 2 %<br>3. Obsah chloridov môže byť deklarovaný |

| | | |
|---|---|---|
| C.2.8 | Typové označenie | Suspenzia hnojív PK. |
| | Údaje o spôsobe výroby | Kvapalný produkt, v ktorom živiny pochádzajú z látok dispergovaných aj rozpustených vo vode bez pridávania organických živín živočíšneho alebo rastlinného pôvodu. |
| | Minimálny obsah živín (hmotnostné percento): | — spolu: 18 % ($P_2O_5$ + $K_2O$);<br>— pre každú zo živín: 5 % $P_2O_5$ a 5 % $K_2O$ |

| Forma, rozpustnosť a obsah živín, ktoré sa majú deklarovať podľa údajov v stĺpcoch 4, 5 a 6, veľkosť častíc | | | Údaje pre identifikáciu hnojív<br>Ostatné požiadavky | | |
|---|---|---|---|---|---|
| N | $P_2O_5$ | $K_2O$ | N | $P_2O_5$ | $K_2O$ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| | 1. Vo vode rozpustný $P_2O_5$<br>2. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom<br>3. $P_2O_5$ rozpustný v neutrálnom citrane amónnom a vo vode | Vo vode rozpustný $K_2O$ | | 1. Ak obsah vo vode rozpustného $P_2O_5$ nepresahuje 2 %, deklaruje sa iba rozpustnosť 2.<br>2. Ak vo vode rozpustný $P_2O_5$ dosiahne aspoň 2 %, musí sa deklarovať rozpustnosť 3. a musí byť uvedený obsah vo vode rozpustného $P_2O_5$<br>Tieto hnojivá nesmú obsahovať Thomasovu trosku, fosforečnan hlinito-vápenatý, kalcinovaný fosfát, čiastočne rozpustené fosfáty ani skalné fosfáty | 1. Vo vode rozpustný oxid draselný<br>2. Údaj „nízky obsah chloridov“ sa môže použiť iba tam, kde obsah Cl neprekročí 2 %<br>3. Obsah chloridov môže byť deklarovaný |

D. **Anorganické hnojivá na báze sekundárnych živín**

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje alebo o označenie typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1 | Síran vápenatý | produkt prirodzeného alebo priemyselného pôvodu obsahujúci síran vápenatý v rôznych stupňoch hydratácie | 25 % CaO<br>35 $SO_3$<br>vápnik a síra vyjadrené ako súčet CaO + $SO_3$<br>Jemnosť mletia: | je možné pridať bežný obchodný názov | oxid sírový spolu<br>voliteľné: CaO spolu |

▼B

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje alebo o označenie typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| | | | — aspoň 80 % musí prejsť cez sito so šírkou oka 2 mm<br>— aspoň 99 % musí prejsť cez sito so šírkou oka 10 mm | | |
| 2 | Roztok chloridu vápenatého | roztok chloridu vápenatého priemyselného pôvodu | 12 % CaO<br>vápnik vyjadrený ako vo vode rozpustný CaO | | oxid vápenatý<br>voliteľné: na postrek rastlín |
| 3 | Elementárna síra | porovnateľne rafinovaný prírodný alebo priemyselný produkt | 98 % S (245 % $SO_3$)<br>síra vyjadrená ako $SO_3$ spolu | | oxid sírový spolu |
| 4 | Kieserit | produkt anorganického pôvodu obsahujúci monohydrát síranu horečnatého ako hlavnú zložku | 24 % MgO<br>45 % $SO_3$<br>horčík a síra vyjadrené ako vo vode rozpustný oxid horečnatý a oxid sírový | je možné pridať bežný obchodný názov | vo vode rozpustný oxid horečnatý<br>voliteľné: vo vode rozpustný oxid sírový |
| 5 | Síran horečnatý | produkt obsahujúci heptahydrát síranu horečnatého ako hlavnú zložku | 15 % MgO<br>28 % $SO_3$<br>horčík a síra vyjadrené ako vo vode rozpustný oxid horečnatý a oxid sírový | je možné pridať bežný obchodný názov | vo vode rozpustný oxid horečnatý<br>voliteľné: vo vode rozpustný oxid sírový |
| 5.1 | Roztok síranu horečnatého | produkt získaný rozpustením vo vode síranu horečnatého priemyselného pôvodu | 5 % MgO<br>10 % $SO_3$<br>horčík a síra vyjadrené ako vo vode rozpustný oxid horečnatý a oxid sírový | je možné pridať bežný obchodný názov | vo vode rozpustný oxid horečnatý<br>voliteľné: vo vode rozpustný anhydrid sírový |
| 5.2 | Hydroxid horečnatý | produkt získaný chemicky a obsahujúci hydroxid horečnatý ako svoju hlavnú zložku | 60 % MgO<br>Veľkosť častíc:<br>aspoň 99 % musí prejsť cez sito so | | šírkou oka 0,063 mm oxid horečnatý celkom |
| 5.3 | Suspenzia hydroxidu horečnatého | produkt získavaný dispergovaním typu 5.2 | 24 % MgO | | oxid horečnatý celkom |

▼B

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje alebo o označenie typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 6 | Roztok chloridu horečnatého | produkt získaný rozpustením chloridu horečnatého priemyselného pôvodu | 13 % MgO<br>horčík vyjadrený ako oxid horečnatý<br>maximálny obsah vápnika: 3 % CaO | | oxid horečnatý |

E. **Anorganické hnojivá na báze mikroživín**

Vysvetľujúca poznámka: ďalšie poznámky platia pre celú časť E.

Poznámka 1: Chelatačné činidlo môže byť označené pomocou svojich iniciálok podľa E.3.

Poznámka 2: Ak produkt nezanecháva tuhý zvyšok po rozpustení vo vode, môže byť popísaný slovami „na rozpustenie“.

Poznámka 3: Tam, kde je prítomná mikroživina vo forme chelátu, musí sa určiť rozsah pH zaručujúci stabilitu chelátovej frakcie.

E.1 *Hnojivá obsahujúce iba jednu mikroživinu*

E.1.1 *Bór*

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1a | Kyselina boritá | produkt získavaný pôsobením kyselín na niektorý boritan | 14 % vo vode rozpustného B | je možné pridať bežný obchodný názov | vo vode rozpustný bór (B) |
| 1b | Boritan sodný | produkt získavaný chemicky obsahujúci boritan sodný ako svoju hlavnú zložku | 10 % vo vode rozpustného B | je možné pridať bežný obchodný názov | vo vode rozpustný bór (B) |
| 1c | Boritan vápenatý | produkt získavaný z colemanitu alebo pandermitu obsahujúci ako svoju hlavnú zložku boritany vápnika | 7 % bóru celkom<br>Veľkosť častíc:<br>aspoň 98 % musí prejsť cez sito so šírkou oka 0,063 mm | je možné pridať bežný obchodný názov | bór (B) spolu |

▼B

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %) Údaje o vyjadrení živín Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný Formy a rozpustnosť živín Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1d | Bóretanolamín | produkt získavaný z reakcie kyseliny boritej s etanolamínom | 8 % vo vode rozpustného B | | vo vode rozpustný bór (B) |
| 1e | Boritanové hnojivo v roztoku | produkt získavaný rozpustením typov 1a a/alebo 1b a/alebo 1d | 2 % vo vode rozpustného B | o označenie musí obsahovať názvy prítomných zložiek | vo vode rozpustný bór |
| 1f | Boritanové hnojivo v suspenzii | produkt získavaný dispergovaním typov 1a a/alebo 1b a/alebo 1d | 2 % vo vode rozpustného B | o označenie musí obsahovať názvy prítomných zložiek | vo vode rozpustný bór |

E.1.2 *Kobalt*

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %) Údaje o vyjadrení živín Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný Formy a rozpustnosť živín Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 2a | Soľ kobaltu | produkt získavaný chemicky a obsahujúci anorganickú soľ kobaltu ako svoju hlavnú zložku | 19 % vo vode rozpustného Co | o označenie musí obsahovať názov anorganického aniónu | vo vode rozpustný kobalt (Co) |
| 2b | Chelát kobaltu | vo vode rozpustný produkt získavaný chemickou kombináciou kobaltu s chelatačným činidlom | 2 % vo vode rozpustného Co, z ktorého deklarovanej hodnoty bolo chelátovaných aspoň 8/10 | názov chelatačného činidla | vo vode rozpustný kobalt (Co)<br>chelátovaný kobalt (Co) |
| 2c | Roztok hnojiva na báze kobaltu | produkt získavaný rozpustením typov 2a a/alebo jedného z typu 2b vo vode | 2 % vo vode rozpustného Co | o označenie musí obsahovať:<br>1. názov anorganického aniónu (aniónov)<br>2. názov každého prípadného chelatačného činidla | vo vode rozpustný kobalt (Co)<br>chelátovaný kobalt (Co), ak je prítomný |

E.1.3 *Meď*

▼B

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 3a | Soľ medi | produkt získavaný chemicky a obsahujúci anorganickú soľ medi ako svoju hlavnú zložku | 20 % vo vode rozpustnej Cu | o označenie musí obsahovať názov anorganického aniónu | vo vode rozpustná meď (Co) |
| 3b | Oxid medi | produkt získavaný chemicky a obsahujúci oxid medi ako svoju hlavnú zložku | 70 % Cu spolu<br>Veľkosť častíc:<br>aspoň 98 % musí prejsť cez sito so šírkou oka 0,063 mm | | meď spolu (Cu) |
| 3c | Hydroxid medi | produkt získavaný chemicky a obsahujúci hydroxid medi ako svoju hlavnú zložku | 45 % Cu spolu<br>Veľkosť častíc:<br>aspoň 98 % musí prejsť cez sito so šírkou oka 0,063 mm | | meď spolu (Cu) |
| 3d | Chelát medi | vo vode rozpustný produkt získavaný chemickou kombináciou medi s chelatačným činidlom | 9 % vo vode rozpustnej Cu, z ktorej deklarovanej hodnoty bolo chelátovaných aspoň 8/10 | názov chelatačného činidla | vo vode rozpustná meď (Cu)<br>chelátovaná meď (Cu) |
| 3e | Hnojivo na báze medi | produkt získavaný miešaním typov 3a a/alebo 3c a/alebo jedného z typu 3d a, ak je to požadované, so spojivom, ktoré nie je ani živinou ani toxické | 5 % Cu spolu | o označenie musí obsahovať:<br>1. názov zlúčením medi<br>2. názov každého prípadného chelatačného činidla | meď spolu (Cu)<br>vo vode rozpustná meď (Cu), ak táto tvorí aspoň ¼ medi spolu<br>chelátovaná meď (Cu), ak je prítomná |
| 3f | Roztok hnojiva na báze medi | produkt získavaný rozpustením typov 3a a/alebo jedného z typu 3d vo vode | 3 % vo vode rozpustnej Cu | o označenie musí obsahovať:<br>1. názov anorganického aniónu (aniónov)<br>2. názov každého prípadného chelatačného činidla | vo vode rozpustná meď (Cu)<br>chelátovaná meď (Cu), ak je prítomná |
| 3g | Oxychlorid medi | chemicky získavaný produkt obsahujúci oxychlorid medi [$Cu_2Cl(OH)_3$] ako hlavnú zložku | 50 % Cu spolu<br>Veľkosť častíc:<br>aspoň 98 % musí prejsť cez sito so šírkou oka 0,063 mm | | meď spolu (Cu) |
| 3h | Suspenzia oxychloridu medi | produkt získavaný dispergovaním typu 3g | 17 % Cu spolu | | meď spolu (Cu) |

E.1.4 *Železo*

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 4a | Soľ železa | produkt získavaný chemicky a obsahujúci anorganickú soľ železa ako svoju hlavnú zložku | 12 % vo vode rozpustného Fe | o označenie musí obsahovať názov anorganického aniónu | vo vode rozpustné železo (Fe) |
| 4b | Chelát železa | vo vode rozpustný produkt získavaný chemickou kombináciou železa s chelatačnými činidlami uvedenými v zozname časti E.3 prílohy I | 5 % vo vode rozpustného Fe, z ktorého je chelátovaná časť aspoň 80 % | názov chelatačných činidiel | — vo vode rozpustné železo (Fe)<br>— chelátovaná časť (EN 13366)<br>— železo (Fe) chelátované každým chelatačným činidlom pokiaľ každá z frakcií prekračuje 2 % (EN 13368, časti 1 a 2) |
| 4c | Roztok hnojiva na báze železa | produkt získavaný rozpustením typov 4a a/alebo jedného z typu 4b vo vode | 2 % vo vode rozpustného Fe | o označenie musí obsahovať:<br>1. názov anorganického aniónu (aniónov)<br>2. názov každého prípadného chelatačného činidla | vo vode rozpustné železo (Fe)<br>chelátované železo (Fe), ak je prítomné |

E.1.5 *Mangán*

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 5a | Soľ mangánu | produkt získavaný chemicky a obsahujúci anorganickú manganatú soľ ako svoju hlavnú zložku | 17 % vo vode rozpustného Mn | o označenie musí obsahovať názov komplexného aniónu | vo vode rozpustný mangán (Mn) |
| 5b | Chelát mangánu | vo vode rozpustný produkt získavaný chemickou kombináciou mangánu s chelatačnými činidlami | 5 % vo vode rozpustného Mn, z ktorého deklarovanej hodnoty bolo chelátovaných aspoň 8/10 | názov chelatačného činidla | vo vode rozpustný mangán (Mn)<br>chelátovaný mangán (Mn) |

▼B

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 5c | Oxid mangánu | produkt získavaný chemicky a obsahujúci oxidy mangánu ako hlavné zložky | 40 % Mn spolu<br>Veľkosť častíc:<br>aspoň 80 % musí prejsť cez sito so<br>šírkou oka 0,063 mm | | mangán spolu (Mn) |
| 5d | Hnojivo na báze mangánu | produkt získavaný miešaním typov 5a a 5c | 17 % Mn spolu | o označenie musí obsahovať názov zlúčením mangánu | mangán spolu (Mn)<br>vo vode rozpustný mangán (Mn), ak tento tvorí aspoň ¼ mangánu spolu |
| 5e | Roztok hnojiva na báze mangánu | produkt získavaný rozpustením typov 5a a/alebo typu 5b vo vode | 3 % vo vode rozpustného Mn | o označenie musí obsahovať:<br>1. názov anorganického aniónu (aniónov)<br>2. názov každého prípadného chelatačného činidla | vo vode rozpustný mangán (Mn)<br>chelátovaný mangán (Mn), ak je prítomný |

E.1.6 *Molybdén*

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 6a | Molybdénan sodný | produkt získavaný chemicky obsahujúci molybdénan sodný ako svoju hlavnú zložku | 35 % vo vode rozpustného Mo | | vo vode rozpustný molybdén (Mo) |
| 6b | Molybdénan amónny | produkt získavaný chemicky obsahujúci molybdénan amónny ako svoju hlavnú zložku | 35 % vo vode rozpustného Mo | | vo vode rozpustný molybdén (Mo) |
| 6c | Hnojivo na báze molybdénu | produkt získavaný miešaním typov 6a a 6b | 35 % vo vode rozpustného Mo | označenie musí obsahovať názvy zlúčenín molybdénu | vo vode rozpustný molybdén (Mo) |

▼B

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 6d | Hnojivo na báze molybdénu v roztoku | produkt získavaný rozpustením typov 6a a/alebo jedného z typov 6b vo vode | 35 % vo vode rozpustného Mo | označenie musí obsahovať názov zlúčeniny (zlúčenín) molybdénu | vo vode rozpustný molybdén (Mo) |

E.1.7 *Zinok*

| Č. | Označenie typu | Údaje o výrobnom postupe a základných zložkách | Minimálny obsah živín (hm. %)<br>Údaje o vyjadrení živín<br>Ostatné požiadavky | Ostatné údaje o označení typu | Obsah živín, ktorý má byť deklarovaný<br>Formy a rozpustnosť živín<br>Ostatné kritériá |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 7a | Soľ zinku | produkt získavaný chemicky a obsahujúci anorganickú soľ zinku ako svoju hlavnú zložku | 15 % vo vode rozpustného Zn | označenie musí obsahovať názov anorganického aniónu | vo vode rozpustný mangán (Zn) |
| 7b | Chelát zinku | vo vode rozpustný produkt získavaný chemickou kombináciou zinku s chelatačnými činidlami | 5 % vo vode rozpustného Zn, z ktorého deklarovanej hodnoty bolo chelátovaných aspoň 8/10 | názov chelatačného činidla | vo vode rozpustný zinok (Zn)<br>chelátovaný zinok (Zn) |
| 7c | Oxid zinku | produkt získavaný chemicky a obsahujúci oxid zinku ako svoju hlavnú zložku | 70 % Zn spolu<br>Veľkosť častíc:<br>aspoň 80 % musí prejsť cez sito so<br>šírkou oka 0,063 mm | | zinok spolu (Zn) |
| 7d | Hnojivo na báze zinku | produkt získavaný miešaním typov 7a a 7c | 30 % Zn spolu | o označenie musí obsahovať názov prítomných zlúčením zinku | zinok spolu (Zn)<br>vo vode rozpustný zinok (Zn), ak tento tvorí aspoň ¼ zinku spolu |
| 7e | Roztok hnojiva na báze zinku | produkt získavaný rozpustením typov 7a a/alebo typu 7b vo vode | 3 % vo vode rozpustného Zn | o označenie musí obsahovať:<br>1. názov anorganického aniónu (aniónov)<br>2. názov každého prípadného chelatačného činidla | vo vode rozpustný zinok (Zn)<br>chelátovaný zinok (Zn), ak je prítomný |

▼B

E.2 *Minimálny obsah mikroživín v hmotnostných % z hnojiva*

E.2.1 *Tuhé alebo tekuté zmesi mikroživín*

| | Ak sú mikroživiny prítomné vo forme | |
|---|---|---|
| | výlučne anorganickej | chelátovanej alebo komplexu |
| V prípade mikroživiny: | | |
| Bór (B) | 0,2 | 0,2 |
| Kobalt (Co) | 0,02 | 0,02 |
| Meď (Cu) | 0,5 | 0,1 |
| Železo (Fe) | 2,0 | 0,3 |
| Mangán (Mn) | 0,5 | 0,1 |
| Molybdén (Mo) | 0,02 | — |
| Zinok (Zn) | 0,5 | 0,1 |

Minimum mikroživín spolu v tuhej zmesi: 5 % z hmotnosti hnojiva

Minimum mikroživín spolu v tekutej zmesi: 2 % z hmotnosti hnojiva

E.2.2 *Hnojivá ES obsahujúce primárne a/alebo sekundárne živiny s mikroživinou, aplikované do pôdy*

| | Pre plodiny alebo lúky | Pre záhrady |
|---|---|---|
| Bór (B) | 0,01 | 0,01 |
| Kobalt (Co) | 0,002 | — |
| Meď (Cu) | 0,01 | 0,002 |
| Železo (Fe) | 0,5 | 0,02 |
| Mangán (Mn) | 0,1 | 0,01 |
| Molybdén (Mo) | 0,001 | 0,001 |
| Zinok (Zn) | 0,01 | 0,002 |

E.2.3. *Hnojivá ES obsahujúce primárne a/alebo sekundárne živiny s mikroživinou, aplikované na listy*

| | |
|---|---|
| Bór (B) | 0,010 |
| Kobalt (Co) | 0,002 |
| Meď (Cu) | 0,002 |
| Železo (Fe) | 0,020 |
| Mangán (Mn) | 0,010 |
| Molybdén (Mo) | 0,001 |
| Zinok (Zn) | 0,002 |

E.3. *Zoznam organických chelátov a komplexov povolených pre mikroživiny*

Nasledujúce produkty sú povolené, ak spĺňajú požiadavky smernice 67/548/EHS ([1]) v platnom znení.

([1]) Ú. v. ES L 196, 16.8.1967, s. 1.

▼B

E.3.1. *Chelatačné činidlá ([1])*

Sodné, draselné alebo kyslé amónne soli:

| | | |
|---|---|---|
| kyseliny etyléndiamíntetraoctovej | EDTA | $C_{10}H_{16}O_8N_2$ |
| kyseliny dietyléntriamínpentaoctovej | DTPA | $C_{14}H_{23}O_{10}N_3$ |
| kyseliny o,o-etyléndiamín-di(o-hydroxyfenyloctovej) | EDDHA | $C_{18}H_{20}O_6N_2$ |
| kyseliny o,p-etyléndiamín-N-(o-hydroxyfenyloctovej) kyseliny)-N'-(p-hydroxyfenyloctvoej) | EDDHA | $C_{18}H_{20}O_6N_2$ |
| kyseliny 2-hydroxyetyletyléndiamíntriocotvej | HEEDTA | $C_{10}H_{18}O_7N_2$ |
| kyseliny o,o-etyléndiamín-di(o-hydroxy-o-metylfenyloctovej) | EDDHMA | $C_{20}H_{24}O_6N_2$ |
| kyseliny o,p-etyléndiamín-di(o-hydroxy-p-metylfenyloctovej) | EDDHMA | $C_{20}H_{24}O_6N_2$ |
| kyseliny p,o-etyléndiamín-di(p-hydroxy-o-metylfenyloctovej) | EDDHMA | $C_{20}H_{24}O_6N_2$ |
| kyseliny 2,4-etyléndiamín-di(2-hydroxy-4-karboxyfenyloctovej) | EDDCHA | $C_{20}H_{20}O_{10}N_2$ |
| kyseliny 2,5-etyléndiamín-di(2-karboxy-5-hydroxyfenyloctovej) | EDDCHA | $C_{20}H_{20}O_{10}N_2$ |
| kyseliny 5,2-etyléndiamín-di(5-karboxy-2-hydroxyfenyloctovej) | EDDCHA | $C_{20}H_{20}O_{10}N_2$ |

▼M2

Sodná soľ:

| | | |
|---|---|---|
| etyléndiamín di-(2-hydroxy 5-sulfofenyloctová) kyselina a produkty jej kondenzácie | EDDHSA | $C_{18}H_{20}O_{12}N_2S_2$ + n* ($C_{12}H_{14}O_8N_2S$) |

▼B

E.3.2. *Komplexotvorné činidlá*

Zoznam bude vypracovaný.

([1]) Chelatačné činidlá musia byť vymedzené a kvantifikované Európskou normou EN 13368, časti 1 a 2, v rozsahu, v ktorom sa táto norma na uvedené činidlá vzťahuje.

▼B

*PRÍLOHA II*

**TOLERANCIE**

Tolerancie uvedené v tejto prílohe sú záporné hodnoty v hmotnostných percentách.

Tolerancia povolená vo vzťahu k deklarovanému obsahu živín v rôznych typoch hnojív ES je táto:

1. **Anorganické jednozložkové hnojivá na báze primárnych živín – absolútna hodnotav hmotnostných percentách vyjadrená ako N, $P_2O_5$, $K_2O$, MgO, Cl**

1.1. *Dusíkaté hnojivá*

| | |
|---|---|
| dusičnan vápenatý | 0,4 |
| dusičnan vápenato-horečnatý | 0,4 |
| dusičnan sodný | 0,4 |
| čílsky liadok | 0,4 |
| kyánamid vápenatý | 1,0 |
| dusíkatý kyánamid vápenatý | 1,0 |
| síran amónny | 0,3 |
| dusičnan amónny alebo dusičnan vápenato-amónny: | |
| — do a vrátane 32 % | 0,8 |
| — nad 32 % | 0,6 |
| síran/dusičnan amónny | 0,8 |
| sulfonitrát horečnatý | 0,8 |
| dusičnan horečnato-amónny | 0,8 |
| močovina | 0,4 |
| suspenzia dusičnanu vápenatého | 0,4 |
| roztok dusíkatého hnojiva s formaldehydom močoviny | 0,4 |
| suspenzia dusíkatého hnojiva s formaldehydom močoviny | 0,4 |
| podvojný síran amónny močoviny | 0,5 |
| roztok dusíkatého hnojiva | 0,6 |
| roztok dusičnanu amónneho a močoviny | 0,6 |

1.2. *Fosfátové hnojivá*

| | |
|---|---|
| Thomasova troska: | |
| — deklarovanie vyjadrené ako interval 2 % hmotnostných | 0,0 |
| — deklarovanie vyjadrené ako jedno číslo | 1,0 |

Iné fosfátové hnojivá

| Rozpustnosť $P_2O_5$ v | (číslo hnojiva v prílohe I) | |
|---|---|---|
| — minerálnych kyselinách | (3, 6, 7) | 0,8 |
| — kyseline mravčej | (7) | 0,8 |
| — neutrálnom citrane amónnom | (2a, 2b, 2c) | 0,8 |
| — zásaditom citrane amónnom | (4, 5, 6) | 0,8 |
| — vode | (2a, 2b, 3) | 0,9 |
| | (2c) | 1,3 |

▼B

1.3. *Draselné hnojivá*

| | |
|---|---|
| kainit | 1,5 |
| obohatená kainitová soľ | 1,0 |
| chlorid potaše: | |
| — do a vrátane 55 % | 1,0 |
| — nad 55 % | 0,5 |
| chlorid draselný obsahujúci horečnaté soli | 1,5 |
| síran potaše | 0,5 |
| síran potaše obsahujúci horečnaté soli | 1,5 |

1.4. *Iné zložky*

| | |
|---|---|
| chlorid | 0,2 |

2. **Anorganické viaczložkové hnojivá na báze primárnych živín**

2.1. *Živinové prvky*

| | |
|---|---|
| N | 1,1 |
| $P_2O_5$ | 1,1 |
| $K_2O$ | 1,1 |

2.2. *Súhrnné záporné odchýlky od deklarovanej hodnoty*

| | |
|---|---|
| dvojzložkové hnojivá | 1,5 |
| trojzložkové hnojivá | 1,9 |

3. **Sekundárne živiny v hnojivách**

Tolerancie prípustné s ohľadom na deklarované hodnoty obsahu vápnika, horčíka, sodíka a síry sú štvrtinou z deklarovaných obsahov týchto živín, maximálne však 0,9 % v absolútnom vyjadrení CaO, MgO, $Na_2O$ a $SO_3$, t. j. 0,64 pre Ca, 0,55 pre Mg, 0,67 pre Na a 0,36 pre S.

4. **Mikroživiny v hnojivách**

Prípustné tolerancie s ohľadom na deklarovaný obsah mikroživín sú:

— 0,4 % v absolútnom vyjadrení v prípade obsahu nad 2 % a

— jedna pätina deklarovanej hodnoty v prípade obsahov nepresahujúcich 2 %.

Tolerancia povolená vo vzťahu k deklarovanému obsahu rôznych foriem dusíka alebo deklarovaným rozpustnostiam oxidu fosforečného je jedna desatina celkového obsahu príslušnej živiny, s maximom 2 % hmotnostné, ak celkový obsah tejto živiny zostane v rozmedzí uvedenom v prílohe I a v uvedených toleranciách.

▼B

*PRÍLOHA III*

**TECHNICKÉ PREDPISY PRE HNOJIVÁ NA BÁZE DUSIČNANU AMÓNNEHO S VYSOKÝM OBSAHOM DUSÍKA**

1. **Vlastnosti a limity jednozložkových hnojív na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka**

1.1. *Pórovitosť (zachytávanie oleja)*

Zachytávanie oleja hnojivom, ktoré sa musí najskôr podrobiť dvom tepelným cyklom teploty v rozmedzí od 25 do 50 °C a v súlade s ustanoveniami časti 2 oddiel 3 tejto prílohy, nesmie presiahnuť 4 % hmotnostné.

1.2. *Horľavé zložky*

Hmotnostné percento horľavých látok určených ako uhlík nesmie presiahnuť 0,2 % v prípade hnojív s obsahom dusíka najmenej 31,5 % hmotnostných a nesmie presiahnuť 0,4 % v prípade hnojív s obsahom dusíka najmenej 28 %, ale menej ako 31,5 % hmotnostných.

1.3. *pH*

Roztok 10 g hnojiva v 100 ml vody musí mať pH aspoň 4,5.

1.4. *Analýza veľkosti častíc*

Najviac 5 % hmotnostných hnojiva musí prejsť cez sito s veľkosťou ôk 1 mm najviac 3 % hmotnostné musí prejsť cez sito s veľkosťou ôk 0,5 mm.

1.5. *Chlór*

Maximálny obsah chlóru je stanovený na 0,02 % hmotnostné.

1.6. *Ťažké kovy*

Úmyselne by sa nemali pridávať žiadne ťažké kovy a akékoľvek stopy, ktoré sú náhodne spôsobené výrobným procesom, by nemali presiahnuť limit stanovený výborom.

Obsah medi nesmie byť vyšší ako 10 mg/kg.

Pre ostatné ťažké kovy nie sú stanovené limity.

2. **Opis skúšky odolnosti proti výbuchu týkajúci sa hnojív na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka**

Táto skúška sa musí vykonať na reprezentatívnej vzorke hnojiva. Pred skúškou odolnosti proti výbuchu sa celá hmotnosť vzorky podrobí piatim tepelným cyklom spĺňajúcim ustanovenia časti 3 v oddieli 3 tejto prílohy.

Hnojivo sa musí podrobiť skúške odolnosti proti výbuchu vo vodorovnej oceľovej rúrke v týchto podmienkach:

— bezšvíková oceľová rúrka,

— dĺžka rúrky: aspoň 1 000 mm,

— menovitý vonkajší priemer: aspoň 114 mm,

— menovitá hrúbka steny: aspoň 5 mm,

— nálož: typ a hmotnosť zvolenej nálože bude taký, aby maximalizoval detonačný tlak pôsobiaci na vzorku, aby sa stanovila jej citlivosť na prenos detonácie,

— skúšobná teplota: 15 až 25 °C,

— pozorovacie olovené valce na detekciu výbuchu: priemer 50 mm a výška 100 mm a

— umiestnená v 150 mm rozstupoch a vodorovná podpora rúrky; skúška sa vykoná dva razy; skúška sa považuje za smerodajnú, ak pri oboch skúškach sa jeden alebo viac podporných olovených valcov rozdrvia v rozsahu menšom ako 5 %.

▼B

3. **Metódy kontroly zhody s limitmi uvedenými v prílohách III-1 a III-2**

Metóda 1

**Metóda realizácie tepelných cyklov**

1. **Rozsah a oblasť použitia**

Tento dokument definuje postupy realizácie tepelných cyklov pred vykonaním skúšky na zachytávanie oleja na jednozložkových hnojivách na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka a skúšky odolnosti proti výbuchu tak pre jednozložkové, ako aj pre viaczložkové hnojivá na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

Metódy uzavretých tepelných cyklov opísané v tomto oddieli sa pokladajú za také, ktoré dostatočne simulujú podmienky, ktoré sa musia zohľadniť v rozsahu uplatňovania hlavy II, kapitoly IV, avšak tieto metódy nemusia nevyhnutne simulovať všetky podmienky, ktoré sa môžu vyskytnúť počas prepravy a skladovania.

2. **Tepelné cykly uvádzané v prílohe III-1**

2.1. *Oblasť použitia*

Tento postup je určený pre tepelné cykly pred stanovením množstva hnojivom zadržaného oleja.

2.2. *Princíp a definícia*

V Erlenmayerovej banke vzorku zohriať z izbovej teploty na 50 °C a udržať pri tejto teplote počas dvoch hodín (fáza pri 50 °C). Ihneď potom ochladiť vzorku na teplotu 25 °C a udržať ju na nej počas dvoch hodín (fáza pri 25 °C). Kombinácia po sebe nasledujúcich fáz pri 50 °C a 25 °C tvorí jeden tepelný cyklus. Po podrobení dvom tepelným cyklom sa skúšobná vzorka podrží pri teplote 20 ± 3 °C, aby sa stanovilo zadržané množstvo oleja.

2.3. *Zariadenie*

Bežné laboratórne zariadenie, najmä:

— vodné kúpele s termostatom udržované na 25 (± 1), resp. 50 (± 1) °C a

— Erlenmayerove banky, každá o objeme 150 ml.

2.4. *Postup*

Vložiť každú skúšobnú vzorku o hmotnosti 70 (± 5) gramov do Erlenmayerovej banky, ktorá sa potom utesní zátkou.

Premiestniť každú banku každé dve hodiny z 50 °C kúpeľa do 25 °C kúpeľa a naspäť.

Udržať vodu v každom kúpeli na konštantnej teplote a udržať ju v pohybe rýchlym miešaním, aby sa zabezpečilo, že hladina vody je nad hladinou vzorky. Ochrániť zátku pred kondenzáciou krytom z penovej gumy.

3. **Tepelné cykly určené prílohou III-2**

3.1. *Oblasť použitia*

Tento postup je určený pre tepelné cykly pred vykonaním skúšky odolnosti proti výbuchu.

3.2. *Princíp a definícia*

Vo vodotesnej nádobe vzorku zohriať z teploty okolitého prostredia na 50 °C a udržať pri tejto teplote počas jednej hodiny (fáza pri 50 °C). Ihneď potom ochladiť vzorku na teplotu 25 °C a udržať ju na nej počas jednej hodiny (fáza pri 25 °C). Kombinácia po sebe idúcich fáz pri 50 °C a 25 °C tvorí jeden tepelný cyklus. Po podrobení požadovanému počtu tepelných cyklov sa skúšobná vzorka podrží pri

▼B

teplote 20 ± 3 °C pred vykonaním skúšky odolnosti proti výbuchu.

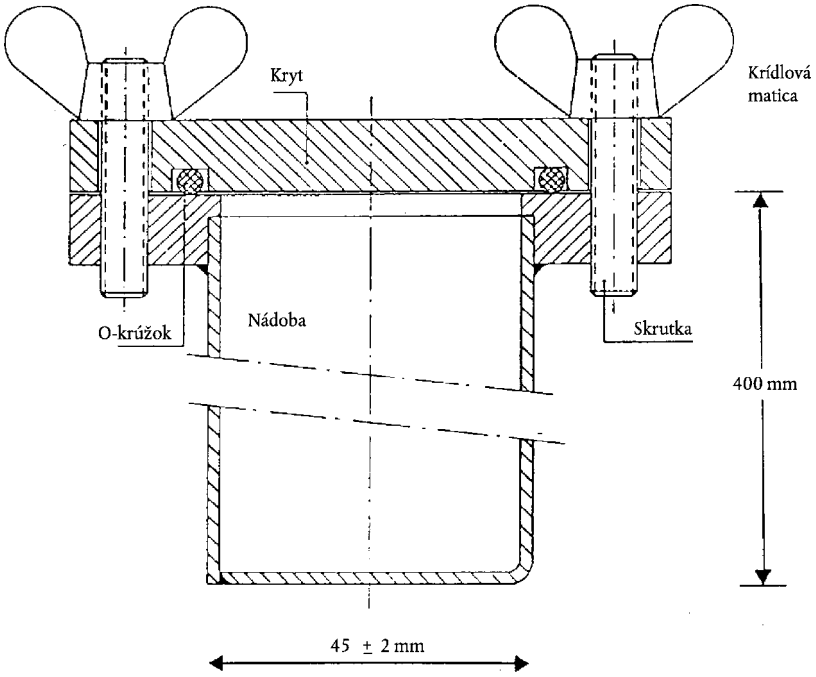
3.3. *Zariadenie*

— vodný kúpeľ s termostatom pre rozmedzie teplôt od 20 do 51 °C, s minimálnou rýchlosťou ohrevu a chladenia 10 °C/h, alebo dva vodné kúpele, jeden udržiavaný termostatom na 20 °C a druhý na 51 °C. Voda v kúpeli (kúpeľoch) sa nepretržite premiešava; objem kúpeľa by mal byť dostatočne veľký, aby zaručil rozsiahlu cirkuláciu vody

— nerezová nádoba vodotesná po celom obvode a vybavená termočlánkom v strede. Vonkajšia šírka nádoby je 45 (± 2) mm a hrúbka jej steny 1,5 mm (pozri obrázok 1). Výška a dĺžka nádoby môže byť zvolená tak, aby vyhovovala rozmerom vodného kúpeľa, teda dĺžke 600 mm a výške 400 mm.

3.4. *Postup*

Umiestniť množstvo hnojiva postačujúce na jeden výbuch do nádoby a uzavrieť ju krytom. Vložiť nádobu do vodného kúpeľa. Zohriať vodu na 51 °C a odmerať teplotu v strede hnojiva. Hodinu potom, ako teplota v strede dosiahla 50 °C, vodu ochladiť. Hodinu potom, ako teplota v strede dosiahla 25 °C, vodu ohriať, aby sa mohol začať druhý cyklus. Ak sú vodné kúpele dva, preniesť nádobu do druhého kúpeľa po každej dobe ohrevu/chladenia.




*Obrázok 1*

Metóda 2

**Stanovenie zadržaného oleja**

1. **Rozsah a oblasť použitia**

Tento dokument definuje postup stanovenia oleja zadržaného v jednozložkových hnojivách na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

Táto metóda platí pre paletizované aj pre granulované hnojivá, ktoré neobsahujú látky rozpustné v oleji.

▼B

2. **Definícia**

Zadržanie oleja v hnojive: množstvo oleja zadržaného hnojivom stanovené pri zadaných prevádzkových podmienkach a vyjadrené ako hmotnostné percento.

3. **Princíp**

Úplné ponorenie skúšanej časti do plynového oleja na určenú dobu s následným odstránením nadbytočného oleja pri zadaných podmienkach. Meranie nárastu hmotnosti skúšanej časti.

4. **Činidlo**

Plynový olej

Maximálna viskozita: 5 mPas pri 40 °C

Hustota: 0,8 až 0,85 g/ml pri 20 °C

Obsah síry: ≤ 1,0 % (m/m)

Popol: ≤ 0,1 % (m/m)

5. **Zariadenie**

Bežné laboratórne zariadenie a:

5.1. Váha schopná vážiť s presnosťou na 0,01 g.

5.2. Kadičky s objemom 500 ml.

5.3. Lievik z plastového materiálu, podľa možnosti s valcovou stenou na hornej strane a s priemerom približne 200 mm.

5.4. Skúšobné sito, otvor 0,5 mm, pasujúce do lievika (5.3).

*Poznámka:* Veľkosť lievika a sita je taká, aby zabezpečila, že iba niekoľko granúl leží jedna na druhej a že olej môže ľahko odtekať.

5.5. Filtračný papier pre rýchlu filtráciu, krepový, mäkký, o hustote 150 g/m$^2$.

5.6. Absorpčné tkaniny (laboratórna kvalita).

6. **Postup**

6.1. Dve samostatné zistenia sa robia rýchlo za sebou na oddelených častiach tej istej skúšobnej vzorky.

6.2. Odstrániť častice menšie ako 0,5 mm pomocou skúšobného sita (5.4). Odvážiť s presnosťou na 0,01 gramu približne 50 g vzorky do kadičky (5.2). Pridať dostatočné množstvo plynového oleja (odsek 4) na úplné zaliatie tabletiek a opatrne zotrieť tak, aby povrch všetkých tabletiek bol úplne zmáčaný. Zakryť kadičku hodinovým sklíčkom a nechať stáť aspoň jednu hodinu pri teplote 25 (± 2) °C.

6.3. Prefiltrovať celý obsah kadičky cez lievik (5.3) so skúšobným sitom (5.4). Umožniť časti zadržanej sitom, aby tam zostala jednu hodinu tak, aby väčšina nadbytočného oleja mohla odtiecť.

6.4. Uložiť dva listy filtračného papiera (5.5) o rozmeroch asi 500 × 500 mm jeden na druhý na hladkom povrchu; zohnúť všetky štyri strany oboch filtračných papierov smerom dohora v šírke asi 40 mm, aby sa tablety neodkotúľali preč. Umiestniť dve vrstvy absorpčnej tkaniny (5.6) do stredu filtračných papierov. Vyliať celý obsah sita (5.4) cez absorpčné tkaniny a rozložiť tablety primerane pomocou mäkkého plochého štetca. Po dvoch minútach nadvihnúť jednu stranu tkanín, aby sa tablety preniesli na filtračné papiere pod nimi a rozložiť ich primerane pomocou štetca. Položiť ďalší list filtračného papiera, tiež s okrajmi zohnutými smerom dohora, na vzorku a prekotúľať tablety medzi filtračnými papiermi krúžiacimi pohybmi pri súčasnom vyvinutí mierneho tlaku. Prestať po každých ôsmich kruhových pohyboch, aby sa zdvihli opačné strany filtračného papiera a vrátili do stredu tie tablety, ktoré sa odkotúľali na okraj. Dodržať tento postup:

▼B

urobiť štyri úplné kruhové pohyby, najskôr v smere hodinových ručičiek a potom opačne. Potom kotúľať tablety naspäť do stredu tak, ako je vyššie popísané. Tento postup sa vykoná tri razy (24 kruhových pohybov, hrany zdvihnuté dva razy). Opatrne vložiť nový list filtračného papiera medzi spodný a ten, ktorý je nad ním a umožniť, aby sa tablety nakotúľali na nový papier zdvihnutím hrán horného papiera. Prikryť tablety s novým listom filtračného papiera a opakovať ten istý postup tak, ako už bolo opísané. Ihneď po nakotúľaní vysypať tablety na prázdny a odvážený tanierik a opäť ich odvážiť s presnosťou na 0,01 gramu, aby sa tak stanovila hmotnosť zadržaného plynového oleja.

6.5. *Opakovanie postupu kotúľania a preváženie*

Ak zistené množstvo zadržaného plynového oleja je viac ako 2 gramy, umiestniť túto porciu na novú sadu filtračných papierov a opakovať postup kotúľania zdvíhajúc rohy podľa odseku 6.4 (dva razy osem kruhových pohybov, zdvihnúť raz). Potom porciu opäť odvážiť.

7. **Vyjadrenie výsledkov**

7.1. *Spôsob výpočtu a vzťah*

Zadržanie oleja z každého stanovenia (6.1) vyjadrené ako hmotnostné percento preosiatej skúšobnej porcie je dané rovnicou:

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

kde:

$m_1$ je hmotnosť v gramoch preosiatej skúšobnej porcie (6.2),

$m_2$ je hmotnosť v gramoch skúšobnej porcie podľa odseku 6.4, resp. 6.5 ako výsledok posledného váženia.

Za výsledok považujte aritmetický priemer dvoch samostatných stanovení.

Metóda 3

**Stanovenie obsahu horľavín**

1. **Rozsah a oblasť použitia**

Tento dokument definuje postup stanovenia obsahu horľavín v jednozložkových hnojivách na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. **Princíp**

Oxid uhličitý vytvorený anorganickými spojivami sa vopred odstráni pomocou kyseliny. Organické zlúčeniny sa zoxidujú zmesou kyseliny chrómovej a dusičnej. Vytvorený oxid uhličitý sa absorbuje v roztoku hydroxidu bárnatého. Zrazenina sa rozpustí v kyseline chlorovodíkovej a zmieša spätnou titráciou s roztokom hydroxidu sodného.

3. **Činidlá**

3.1. Analyticky čistý oxid chromitý.

3.2. Kyselina sírová, 60 % objemových: vyliať 360 ml vody do litrovej kadičky a opatrne pridať 640 ml kyseliny sírovej (hustota pri 20 °C = 1,83 g/ml).

3.3. Dusičnan strieborný: roztok 0,1 mol/l.

3.4. *Hydroxid bárnatý*

Odvážiť 15 gramov hydroxidu bárnatého $Ba(OH)_2.8H_2O$ a úplne ho rozpustiť v horúcej vode. Nechať ochladiť a preliať do litrovej banky. Doplniť po značku a zamiešať. Filtrovať cez skladaný filtračný papier.

3.5. Kyselina chlorovodíková: štandardný roztok 0,1 mol/l.

▼B

3.6. Hydroxid sodný: štandardný roztok 0,1 mol/l.

3.7. Brómfenolová modrá: roztok 0,4 g v litri vody.

3.8. Fenolftaleín: roztok 2 gramov na liter 60 % etanolu (objemové percentá).

3.9. Nátronové vápno: rozmery častíc asi od 1,0 do 1,5 mm.

3.10. Demineralizovaná voda, čerstvo prevarená, aby bol odstránený oxid uhličitý.

4. **Zariadenie**

4.1. *Štandardné laboratórne zariadenie, najmä:*

— filtračný taviaci téglik s doskou zo sintrovaného skla o objeme 15 ml; priemer dosky: 20 mm; celková výška: 50 mm; pórovitosť 4 (priemer pórov od 5 do 15 μm) a

— 600 ml kadička.

4.2. Prívod stlačeného dusíka.

4.3. Zariadenie postavené z nasledujúcich častí a podľa možnosti spojené guľovými brúsenými spojmi (*pozri obrázok 2*):

4.3.1. Absorpčná rúrka A, dlhá približne 200 mm a s priemerom 30 mm, naplnená nátronovým vápnom (3.9), upevnená na mieste zátkami zo skleného vlákna.

4.3.2. Reagenčná banka B s objemom 500 ml s bočnou vetvou a okrúhlym dnom.

4.3.3. Vigreuxova frakčná kolóna, dlhá približne 150 mm (C').

4.3.4. Kondenzátor s dvojitým povrchom C, dlhý 200 mm.

4.3.5. Drechselova fľaša D slúžiaca na zachytenie akéhokoľvek nadbytku kyseliny, ktorá môže predestilovať.

4.3.6. Ľadový kúpeľ E na chladenie Drechselovej fľaše.

4.3.7. Dve absorpčné nádoby $F_1$ a $F_2$, s priemerom 32 až 35 mm, rozvádzač plynu s 10 mm diskom z nízkoporózneho sintrovaného skla.

4.3.8. Sacie čerpadlo a zariadenie regulujúce satie G so skleným kusom v tvare T zapojeným do okruhu, ktorého voľná vetva je napojená na jemnú kapilárnu rúrku krátkou gumenou hadicou so skrutkovou svorkou.

*Pozor:* Použitie vriaceho roztoku kyseliny chrómovej v zariadení so zníženým tlakom je nebezpečná operácia a vyžaduje si vhodné bezpečnostné opatrenia.

5. **Postup**

5.1. *Vzorka na analýzu*

Odvážiť približne 10 gramov dusičnanu amónneho s presnosťou na 0,001 gramu.

5.2. *Odstránenie uhličitanov*

Umiestniť analyzovanú vzorku do reagenčnej banky B. Pridať 100 ml $H_2SO_4$ (3.2). Rozpúšťať tabletky pri teplote prostredia počas asi 10 minút. Poskladať zariadenie tak, ako je to znázornené na diagrame: pripojiť jeden koniec na absorpčnú rúrku (A) ku zdroju dusíka (4.2) pomocou nevratného prietokového zariadenia s tlakom zodpovedajúcim 5 až 6 mm Hg a druhý koniec na napájaciu rúrku, ktorá vstupuje do reagenčnej banky. Umiestniť Vigreuxovu frakčnú kolónu (C') a kondenzátor (C) s prívodom chladiacej vody. Nastaviť dusík tak, aby jeho prietok cez roztok bol mierny a priviesť roztok na bod varu a zohrievať dve minúty. Na konci tohto času by už nemal byť zaznamenaný var. Ak je var zaznamenaný, pokračovať v zohrievaní ešte 30 minút. Nechať roztok vychladiť aspoň počas 20 minút s prebublávaním dusíkom.

▼B

Dokončiť montáž zariadenia podľa diagramu zapojením rúrky kondenzátora do Drechselovej fľaše (D) a fľaše do absorpčných nádob $F_1$ a $F_2$. Dusík musí počas tejto montážnej operácie stále prechádzať roztokom. Do každej z absorpčných nádob ($F_1$ a $F_2$) rýchlo pridať 50 ml roztoku hydroxidu bárnatého (3.4).

Nechať prebublávať dusíkom asi 10 minút. Roztok musí zostať v absorbéri číry. Ak sa tak nestane, proces odstraňovania uhličitanov sa musí zopakovať.

5.3. *Oxidácia a absorpcia*

Po odpojení prívodu dusíka rýchlo pridať 20 gramov oxidu chromitého (3.1) a 6 ml roztoku dusičnanu strieborného (3.3) cez bočnú vetvu reagenčnej banky (B). Zapojiť zariadenie na sacie čerpadlo a upraviť prietok dusíka tak, aby cez absorbéry $F_1$ a $F_2$ zo sintrovaného skla prechádzal súvislý prúd bubliniek.

Ohrievať reagenčnú banku (B) až kým kvapalina nezovrie a nechať ju vrieť počas jednej a pol hodiny ([1]). Možno bude potrebné nastaviť regulačný ventil satia (G) na reguláciu prietoku dusíka, lebo je možné, že uhličitan bárnatý vyzrážaný počas skúšky zablokuje disky zo sintrovaného skla. Funkcia je uspokojivá vtedy, keď roztok hydroxidu bárnatého v absorbéri $F_2$ zostáva číry. V opačnom prípade sa skúška opakuje. Zastaviť ohrev a demontovať zariadenie. Umyť všetky rozvody (3.10) a umyť taviaci téglik s 50 ml tej istej vody. Umiestniť taviaci téglik do 600 ml kadičky a pridať asi 100 ml prevarenej vody (3.10). Pridať 50 ml prevarenej vody do každého z absorbérov a prefúkať rozvody dusíkom počas piatich minút. Kombinovať vodu s vodou s kadičky. Opakovať úkon ešte raz, aby sa zabezpečilo úplné prepláchnutie rozvodov.

5.4. *Stanovenie uhličitanov pochádzajúcich z organických látok*

Do obsahu kadičky pridať päť kvapiek fenolftaleínu (3.8). Roztok sčervená. Pridávať kyselinu chlorovodíkovú (3.5) po kvapkách až kým ružová farba nezmizne. Dobre roztok premiešať v taviacom tégliku, aby sa preverilo, či sa ružová farba znovu neobjaví. Pridať päť kvapiek brómfenolovej modrej (3.7) a titrovať s kyselinou chlorovodíkovou (3.5) až kým roztok nezožltne. Pridať ďalších 10 ml kyseliny chlorovodíkovej.

Zohriať roztok na bod varu a udržať vo vare najviac jednu minútu. Opatrne preveriť, či v kvapaline nezostala žiadna zrazenina.

Nechať vychladnúť a spätne titrovať roztokom hydroxidu sodného (3.6).

6. **Skúška naslepo**

Vykonajte skúšku naslepo pri dodržaní rovnakého postupu a s použitím rovnakých množstiev všetkých činidiel.

7. **Vyjadrenie výsledkov**

Obsah horľavín (C) vyjadrený ako uhlík ako hmotnostné percento vzorky je daný rovnicou:

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

kde:

E = hmotnosť skúšobnej porcie v gramoch

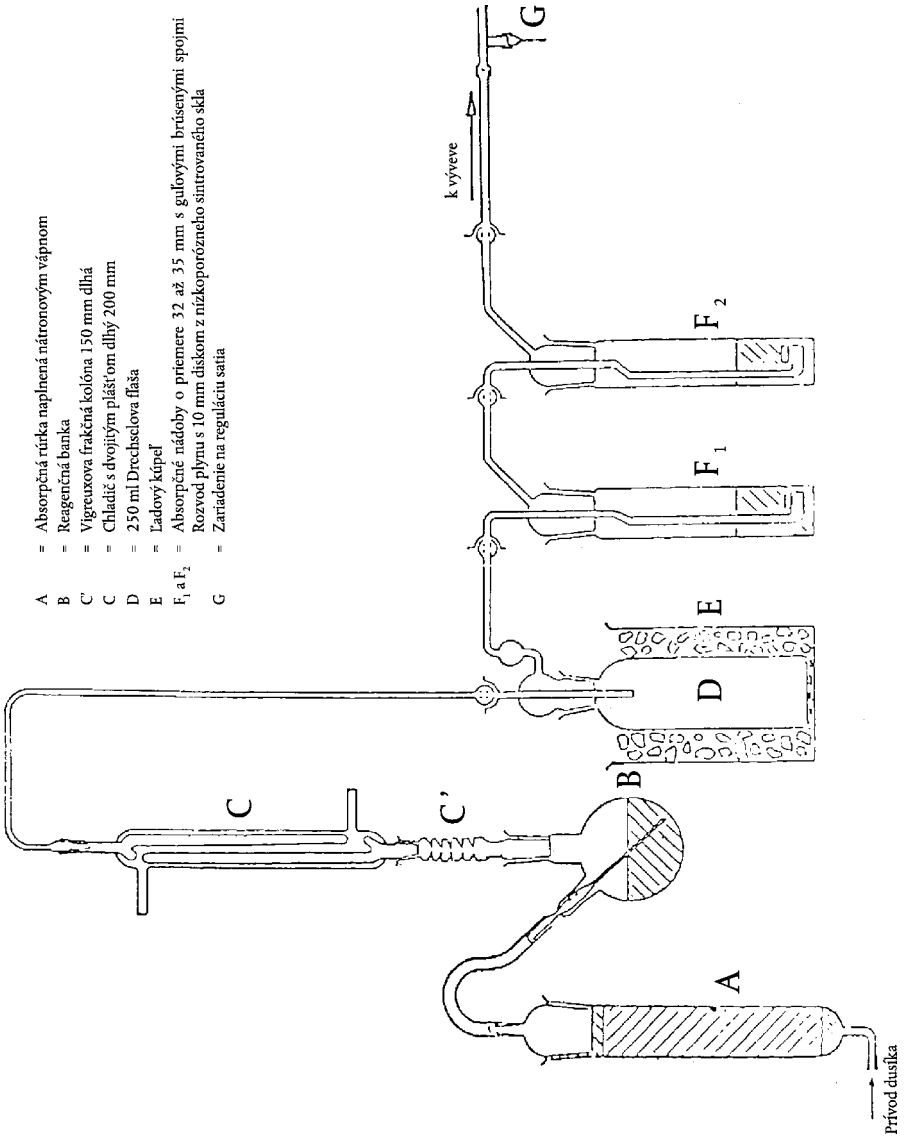
$V_1$ = celkový objem v ml 0,1 mol/l roztoku kyseliny chlorovodíkovej pridanej po zmene farby fenolfta-

([1]) Reakčný čas jeden a pol hodiny je dostatočný v prípade väčšiny organických látok v prítomnosti dusičnanu strieborného ako katalyzátora.

▼B

leínu a

$V_2$ = celkový objem v ml 0,1 mol/l roztoku hydroxidu sodného použitého na spätnú titráciu




*Obrázok 2*

Metóda 4

**Stanovenie hodnoty pH**

1. **Rozsah a oblasť platnosti**

Tento dokument definuje postup merania hodnoty pH roztoku jednozložkového hnojiva na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. **Princíp**

Meranie pH roztoku dusičnanu amónneho pomocou pH metra.

3. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého.

3.1. *Tlmiaci roztok, pH 6,88 pri 20 °C*

Rozpustiť 3,40 ± 0,01 gramov dihydrogénortofosforečnanu draselného ($KH_2PO_4$) v približne 400 ml vody. Potom rozpustiť 3,55 ± 0,01 gramov hydrogénortofosforečnanu dvojsodného

▼B

($Na_2HPO_4$) v približne 400 ml vody. Preliať oba roztoky bez straty do 1 000 ml banky svolumetrickou ryskou, doplniť po značku a zmiešať. Roztok ponechať vo vzduchotesnej nádobe.

3.2. *Tlmiaci roztok, pH 4,00 pri 20 °C*

Rozpustiť 10,21 ± 0,01 gramov hydrogénftalátu draselného ($KHC_8O_4H_4$) vo vode, preliať bez straty do 1 000 ml banky s volumetrickou ryskou, doplniť po značku a zmiešať.

Roztok ponechať vo vzduchotesnej nádobe.

3.3. Môžu sa použiť roztoky so štandardným pH dostupné v obchodoch.

4. **Zariadenie**

pH meter vybavený sklenou a kalomelovou elektródou alebo ich ekvivalentmi, citlivými na 0,05 jednotky pH.

5. **Postup**

5.1. *Kalibrácia pH metra*

Kalibrovať pH meter (4) pri teplote 20 (± 1) °C pomocou tlmiacich roztokov (3.1), (3.2) alebo (3.3). Nechať prechádzať pomalý prúd dusíka na povrch roztoku a udržiavať ho počas celej skúšky.

5.2. *Stanovenie*

Vyliať 100,0 ml vody do 10 (± 0,01) gramov vzorky do 250 ml kadičky. Odstrániť nerozpustné časti filtráciou, premývaním alebo odstreďovaním kvapaliny. Namerať hodnotu pH číreho roztoku pri teplote 20 (± 1) °C podľa rovnakého postupu ako pri kalibrácii meracieho prístroja.

6. **Vyjadrenie výsledkov**

Výsledky vyjadriť v jednotkách pH s presnosťou na 0,1 a uviesť použitú teplotu.

Metóda 5

**Stanovenie veľkosti častíc**

1. **Rozsah a oblasť platnosti**

Tento dokument definuje postup skúšobného preosievania jednozložkových hnojív na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. **Princíp**

Skúšobná vzorka sa preosieva cez sadu troch sít buď ručne alebo mechanicky. Hmotnosť zachytená na každom site sa zaznamená a vypočíta sa percento materiálu, ktorý cez požadované sitá prešiel.

3. **Zariadenie**

3.1. Skúšobné kovové drôtené sitá o priemere 200 mm s okami 2,0 mm, 1,0 mm a prípadne 0,5 mm. Jedno veko a jedna nádoba na preosiaty materiál pre všetky sitá spolu.

3.2. Vyváženie na váhach s presnosťou na 0,1 gramu.

3.3. Mechanická trepačka na sito (ak je k dispozícii) schopná prenášať vodorovný aj zvislý pohyb na skúšobnú vzorku.

4. **Postup**

4.1. Vzorku rozdeliť reprezentatívne na približne 100-gramové časti.

4.2. Jednu z týchto častí odvážiť s presnosťou na 0,1 gramu.

4.3. Nastaviť sadu sít v smere zdola nahor takto: nádoba na preosiaty materiál, 0,5 mm, 1 mm a 2 mm a uložiť odváženú časť skúšobnej vzorky na horné sito. Sadu sít uzavrieť vekom.

4.4. Preosiať rukou alebo strojom, tak zvislým ako vodorovným pohybom a ak sa preosieva ručne, príležitostne do sít udrieť. Pokračovať takto 10 minút alebo pokým množstvo, ktoré

▼B

neprejde každým sitom za jednu minútu nie je menšie ako 0,1 gramu.

4.5. Demontovať ihneď sitá a pozbierať zachytený materiál a v prípade potreby jemne otrieť štetcom z opačnej strany.

4.6. Odvážiť materiál zadržaný na každom site a v nádobke na preosiaty materiál s presnosťou na 0,1 gramu.

5. **Vyhodnotenie výsledkov**

5.1. Premeniť hmotnosti frakcií na percentá zo súčtu hmotností všetkých frakcií (nie hmotnosti pôvodne odváženej vzorky).

Vypočítať percento v nádobke na preosiaty materiál (t. j. < 0,5 mm): A%

Vypočítať percento zachytené na 0,5 mm site: B%

Vypočítať percento, ktoré prešlo 1 mm sitom, t. j. (A + B)%

Súčet hmotností frakcií musí byť v rámci 2 % tolerancie z pôvodnej hmotnosti.

5.2. Mali by sa vykonať aspoň dve samostatné analýzy a jednotlivé výsledky pre A by sa nemali odlišovať o viac ako absolútne 1,0 % a pre B o viac ako 1,5 % absolútne. Skúška sa opakuje, ak sa tak nestane.

6. **Vyjadrenie výsledkov**

Zaprotokolovať strednú hodnotu dvoch hodnôt pre A na jednej strane a pre A + B na strane druhej.

Metóda 6

**Stanovenie obsahu chlóru**

1. **Rozsah a oblasť platnosti**

Tento dokument definuje postup stanovenia obsahu chlóru (ako chloridového iónu) v jednozložkových hnojivách na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. **Princíp**

Chloridové ióny rozpustené vo vode sa stanovia potenciometrickou titráciou s dusičnanom draselným v kyslom prostredí.

3. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda bez chloridových iónov.

3.1. Acetón AR.

3.2. Koncentrovaná kyselina dusičná (hustota pri 20 °C = 1,40 g/ml).

3.3. Dusičnan strieborný: štandardný roztok 0,1 mol/l. Tento roztok uskladniť vo fľaši z hnedého skla.

3.4. Dusičnan strieborný: štandardný roztok 0,004 mol/l – tento roztok pripraviť v čase použitia.

3.5. Štandardný referenčný 0,1 mol/l roztok chloridu draselného. Odvážiť s presnosťou na 0,1 mg 3,7276 gramov chloridu draselného analytickej čistoty, predtým vysušeného počas jednej hodiny v peci pri 130 °C a ochladeného v exsikátore na teplotu okolia. Rozpustiť v malom objeme vody, preliať roztok bez straty do 500 ml štandardnej banky, rozriediť po značku a zamiešať.

3.6. Chlorid draselný, štandardný referenčný roztok 0,004 mol/l – tento pripraviť v čase použitia.

4. **Zariadenie**

4.1. Potenciometer s indikačnou striebornou elektródou a kalomelovou referenčnou elektródou, citlivosť 2 mV, pokrývajúci interval – 500 až + 500 mV.

▼B

4.2. Mostík obsahujúci nasýtený roztok dusičnanu draselného, pripojený na kalomelovú elektródu (4.1), uchytený na koncoch pórovitými zátkami.

4.3. Magnetické miešadlo s tyčou pokrytou teflónom.

4.4. Mikrobyreta s ostrou špičkou a stupnicou s 0,01 ml dielikmi.

5. **Postup**

5.1. *Štandardizácia roztoku dusičnanu strieborného*

Zobrať 500 ml a 10,000 ml štandardného referenčného roztoku chloridu draselného (3.6) a umiestniť do dvoch nízkych kadičiek vyhovujúceho objemu (napríklad 250 ml). Vykonať nasledujúcu titráciu obsahu každej kadičky.

Pridať 5 ml roztoku kyseliny dusičnej (3.2), 120 ml acetónu (3.1) a dostatočné množstvo vody na doplnenie objemu približne na 150 ml. Umiestniť tyč magnetického miešadla (4.3) do kadičky a uviesť miešadlo do pohybu. Ponoriť striebornú elektródu (4.1) a voľný koniec mostíka (4.2) do roztoku. Zapojiť elektródy na potenciometer (4.1) a po skontrolovaní nuly zariadenia zapísať hodnotu počiatočného potenciálu.

Titrovať pomocou mikrobyrety (4.4), pridávajúc najskôr 4, resp. 9 ml roztoku dusičnanu strieborného zodpovedajúceho použitému štandardnému referenčnému roztoku chloridu draselného. Pokračovať pridávaním 0,1 ml dávok 0,004 mol/l roztoku a 0,05 ml dávok 0,1 mol/l roztokov. Po každom pridaní počkať, kým sa potenciál nestabilizuje.

Zaznamenať pridané objemy a zodpovedajúce hodnoty potenciálu do prvých dvoch stĺpcov tabuľky.

V tretej kolónke tabuľky zaznamenať následné prírastky ($\Delta_1$E) potenciálu E. Do štvrtého stĺpca zaznamenať rozdiely ($\Delta_2$E), kladné alebo záporné, medzi prírastkami potenciálu ($\Delta_1$E). Koniec titrácie zodpovedá prídavku 0,1 alebo 0,05 dávky ($V_1$) roztoku dusičnanu strieborného, ktorý poskytuje maximálnu hodnotu $\Delta_1$E.

Na výpočet presného objemu ($V_{eq}$) roztoku dusičnanu strieborného zodpovedajúceho koncu reakcie použiť vzťah:

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

kde:

$V_0$ je celkový objem v ml roztoku dusičnanu strieborného bezprostredne menší ako objem, ktorý dáva maximálny nárast $\Delta_1$E,

$V_1$ je objem v ml poslednej dávky pridaného roztoku dusičnanu strieborného (0,1 alebo 0,05 ml),

b je posledná kladná hodnota $\Delta_2$E,

B je súčet absolútnych hodnôt $\Delta_2$E a prvá záporná hodnota $\Delta_2$E (pozri príklad v tabuľke 1).

5.2. *Skúška naslepo*

Vykonať skúšku naslepo a zohľadniť ju pri výpočte konečného výsledku.

Výsledok $V_4$ skúšky naslepo s činidlami je daný v ml týmto vzťahom:

$$V_4 = 2.V_3 - V_2$$

kde:

▼B

$V_2$ je hodnota v ml presného objemu ($V_{eq}$) roztoku dusičnanu strieborného zodpovedajúca titrácii 10 ml použitého referenčného štandardného roztoku chloridu draselného,

$V_3$ je hodnota v ml presného objemu ($V_{eq}$) roztoku dusičnanu strieborného zodpovedajúca titrácii 5 ml použitého referenčného štandardného roztoku chloridu draselného.

5.3 *Kontrolná skúška*

Skúška naslepo môže slúžiť zároveň ako kontrola toho, či zariadenie funguje uspokojivým spôsobom a že skúšobný postup bol správny.

5.4. *Stanovenie*

Vziať časť vzorky od 10 do 20 gramov a odvážiť s presnosťou 0,01 gramu. Kvantitatívne preniesť do 250 ml kadičky. Pridať 20 ml vody, 5 ml kyseliny dusičnej (3.2), 120 ml acetónu (3.1) a dostatočný objem vody na získanie objemu približne 150 ml.

Umiestniť tyč magnetického miešadla (4.3) do kadičky, umiestniť kadičku na miešadlo a uviesť miešadlo do pohybu. Ponoriť striebornú elektródu (4.1) a voľný koniec mostíka (4.2) do roztoku, zapojiť elektródy na potenciometer (4.1) a po overení nuly zariadenia zaznamenať hodnotu počiatočného potenciálu.

Titrovať roztokom dusičnanu strieborného pridaním z mikrobyrety (4.4) po dávkach 0,1 ml. Po každom prídavku počkať na stabilizáciu potenciálu.

Pokračovať v titrácii podľa bodu 5.1, počnúc štvrtým odsekom: „Zaznamenať pridané objemy a zodpovedajúce hodnoty potenciálu do prvých dvoch stĺpcov tabuľky…“.

6. **Vyjadrenie výsledkov**

Vyjadriť výsledky analýzy ako percentá chlóru obsiahnutého v analyzovanej vzorke. Vypočítať percento obsahu chlóru (Cl) zo vzťahu:

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

kde:

T je koncentrácia použitého roztoku dusičnanu strieborného v mol/l,

$V_4$ je výsledok skúšky naslepo (5.2) v ml,

$V_5$ je hodnota $V_{eq}$ zodpovedajúca stanoveniu (5.4) a

m je hmotnosť skúšobnej porcie v gramoch.

**Tabuľka 1: Príklad**

| Objem roztoku dusičnanu strieborného V (ml) | Potenciál E (mV) | $\Delta_1 E$ | $\Delta_2 E$ |
|---|---|---|---|
| 4,80 | 176 | | |
| 4,90 | 211 | 35 | + 37 |
| 5,00 | 283 | 72 | -49 |
| 5,10 | 306 | 23 | -10 |
| 5,20 | 319 | 13 | |

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

▼B

Metóda 7

**Stanovenie medi**

1. **Rozsah a oblasť platnosti**

Tento dokument definuje postup stanovenia obsahu medi v jednozložkových hnojivách na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. **Princíp**

Vzorka sa rozpúšťa v zriedenej kyseline chlorovodíkovej a meď je stanovená atómovou absorpčnou spektrofotometriou.

3. **Činidlá**

3.1. Kyselina chlorovodíková (hustota pri 20 °C = 1,18 g/ml).

3.2. Kyselina chlorovodíková, roztok 6 mol/l.

3.3. Kyselina chlorovodíková, roztok 0,5 mol/l.

3.4. Dusičnan amónny.

3.5. Peroxid vodíka, 30 % hm.

3.6. Roztok medi ([1]) (zásoba): odvážiť s presnosťou na 0,001 gramu, 1 gram čistej medi, rozpustiť v 25 ml 6 mol/l roztoku kyseliny chlorovodíkovej (3.2), pridať 5 ml peroxidu vodíka (3.5) po dávkach a rozriediť do 1 litra vodou. 1 ml tohto roztoku obsahuje 1 000 μg medi (Cu).

3.6.1. Roztok medi (rozriediť): rozriediť 10 ml zásobného roztoku (3.6) na 100 ml vodou a potom zriediť 10 ml výsledného roztoku do 100 ml vodou, 1 ml konečného zriedeného roztoku obsahuje 10 μg medi (Cu).

Tento roztok pripraviť v čase použitia.

4. **Zariadenie**

Atómový absorpčný spektrofotometer s medenou lampou (324,8 mm).

5. **Postup**

5.1. *Príprava roztoku na analýzu*

Odvážiť 25 gramov vzorky s presnosťou na 0,001 gramu, vložiť ju do 400 ml kadičky, opatrne pridať 20 ml kyseliny chlorovodíkovej (3.1) (môže dôjsť k živej reakcii vďaka tvorbe oxidu uhličitého). Ak je to potrebné, pridať viac kyseliny chlorovodíkovej. Keď sa var zastavil, odpariť do sucha na parnom kúpeli, premiešajúc príležitostne so sklenenou tyčinkou. Pridať 15 ml 6 mol/l roztoku kyseliny chlorovodíkovej a 120 ml vody. Premiešať sklenou tyčinkou, ktorá by mala zostať v kadičke a zakryť kadičku hodinovým sklíčkom. Roztok opatrne povariť až pokým zriedenie nie je úplné a potom ochladiť.

Preniesť roztok kvantitatívne do 250 ml banky s volumetrickou ryskou vypláchnutím kadičky s 5 ml 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (3.2) a dvakrát 5 ml vriacej vody, doplniť po značku s 0,5 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (3.3) a opatrne miešať.

Filtrovať na filtračnom papieri bez obsahu medi ([2]), vynechajúc prvých 50 ml.

5.2. *Slepý roztok*

Pripraviť slepý roztok, z ktorého sa jedna vzorka nezohľadní a ponechať ju pre výpočet konečných výsledkov.

5.3. *Stanovenie*

5.3.1. Príprava roztoku vzorky a slepého skúšobného roztoku

Rozriediť roztok vzorky (5.1) a skúšobný slepý roztok (5.2) 0,5 mol/l roztokom kyseliny soľnej (3.3) na koncentráciu medi

([1]) Je možné použiť obchodne dostupný štandardný roztok medi.
([2]) Whatman 541 alebo ekvivalent.

▼B

v rámci ideálneho intervalu meraní spektrofotometrom. Bežne sa nepožaduje zriedenie.

5.3.2. Príprava kalibračných roztokov

Rozriedením štandardného roztoku (3.6.1) s 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (3.3) pripraviť aspoň päť štandardných roztokov zodpovedajúcich ideálnemu intervalu merania spektrofotometrom (0 až 5,0 mg/l Cu). Pred doplnením na značku pridať do každého roztoku dusičnan amónny (3.4) aby sa získala koncentrácia 100 mg/ml.

5.4. *Meranie*

Nastaviť spektrofotometer na vlnovú dĺžku 324,8 nm. Použiť oxidačný plameň vzduch – acetylén. Striekať postupne, trojmo, kalibračný roztok (5.3.2), roztok vzorky a slepý roztok (5.3.1), opláchnuc prístroj s destilovanou vodou po každom striekaní. Naniesť kalibračnú krivku pomocou stredných hodnôt absorbancie každého použitého štandardu na osi y a príslušnej koncentrácie medi v μg/ml na osi x.

Určiť koncentráciu medi na roztokoch konečnej vzorky a slepom roztoku podľa kalibračnej krivky.

6. **Vyjadrenie výsledkov**

Vypočítať obsah medi vo vzorke pri zohľadnení hmotnosti skúšobnej vzorky, vykonaných zriedení počas analýzy a hodnôt slepého roztoku. Výsledok vyjadriť ako mg Cu na 1 kg.

4. **Určenie odolnosti proti výbuchu**

4.1. *Rozsah a oblasť platnosti*

Tento dokument definuje postup stanovenia alebo odolnosti proti výbuchu v hnojivách na báze dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

4.2. *Princíp*

Skúšobná vzorka sa uzavrie do oceľovej rúrky a podrobí sa detonačnému nárazu z náboja explozívnej nálože. Šírenie detonácie je stanovené zo stupňa nárazu olovených valcov na ktorých rúrka počas skúšky spočíva vodorovne.

4.3. *Materiály*

4.3.1. Plastická trhavina obsahujúca 83 až 86 % pentritu

Hustota: 1 500 až 1 600 kg/m$^3$

Rýchlosť detonácie: 7 300 až 7 700 m/s

Hmotnosť: 500 (± 1) gramov

4.3.2. Sedem dĺžok bleskovice s nekovovým obalom

Hmotnosť výplne: 11 až 13 g/m

Dĺžka každej šnúry: 400 (± 2) mm

4.3.3. Lisovaná tableta sekundárnej trhaviny, vloženej pre príjem rozbušky

Trhavina: hexogén/vosk 95/5 alebo tetryl alebo podobná sekundárna trhavina s prídavkom grafitu alebo bez neho.

Hustota: 1 500 až 1 600 kg/m$^3$

Priemer: 19 až 21 mm

Výška: 19 až 23 mm

Stredné osadenie pre rozbušku: priemer 7 až 7,3 mm, hĺbka 12 mm

4.3.4. Bezšvíková oceľová rúrka podľa ISO 65 – 1981 – Ťažké série, s nominálnymi rozmermi DN 100 (4)

Vonkajší priemer: 113,1 až 115 mm

Hrúbka steny: 5 až 6,5 mm

Dĺžka: 1 005 (± 2) mm

▼B

4.3.5. Spodné miesto

Materiál: oceľ s dobrou zvariteľnosťou

Rozmery: 160 × 160 mm

Hrúbka: 6 až 6 mm

4.3.6. Šesť olovených valcov

Priemer: 50 (± 1) mm

Výška: 100 až 101 mm

Materiály: mäkké olovo, aspoň o čistote 99,5 %

4.3.7. Oceľový blok

Dĺžka: aspoň 1 000 mm

Šírka: aspoň 150 mm

Výška: aspoň 150 mm

Hmotnosť: aspoň 300 kg, ak neexistuje pevný základ pre oceľový blok.

4.3.8. Plastový alebo lepenkový valec na nabíjanie nálože

Hrúbka steny: 1,5 až 2,5 mm

Priemer: 92 až 96 mm

Výška: 64 až 67 mm

4.3.9. Rozbuška (elektrická alebo neelektrická) s iniciačnou silou 8 až 10

4.3.10. Drevený disk

Priemer: 92 až 96 mm. Priemer musí zapadnúť do vnútorného priemeru plastového alebo lepenkového valca (4.3.8).

Hrúbka: 20 mm

4.3.11. Drevený adjustačný kolík rovnakých rozmerov ako rozbuška (4.3.9)

4.3.12. Navliekacie kolíky (maximálna dĺžka 20 mm)

4.4. *Postup*

4.4.1. Príprava náboja nálože na vloženie do oceľovej rúrky

Existujú dve metódy iniciovania trhaviny v náboji nálože podľa dostupnosti zariadenia.

4.4.1.1. Sedembodová simultánna iniciácia

Náboj nálože pripravený na použitie je znázornený na obrázku 1.

4.4.1.1.1. Navŕtať otvory do dreveného disku (4.3.10) rovnobežne s osou disku cez stred a cez šesť bodov symetricky rozdelených pozdĺž sústrednej kružnice o priemere 55 mm. Priemer otvorov musí byť 6 až 7 mm (pozri rez A-B na obrázku 1) v závislosti od priemeru použitej bleskovice (4.3.2).

4.4.1.1.2. Narezať sedem dĺžok bleskovice (4.3.2) po 400 mm, zároveň zabrániť akejkoľvek strate trhaviny na každom konci tým, že sa urobí čistý rez a ihneď zapečatia konce lepidlom. Pretlačiť každú zo siedmich dĺžok cez otvory v drevenom disku (4.3.10) až kým ich konce neprečnievajú niekoľko centimetrov na druhej strane disku. Potom vložiť malý navliekací kolík (4.3.12) priečne do textilného obalu každej dĺžky šnúry 5 až 6 mm od jej konca a naniesť lepidlo okolo vonkajšej strany šnúry v páse 2 cm širokom okolo kolíka. Napokon potiahnuť dlhú stranu každej šnúry tak, aby bol kolík v kontakte s dreveným diskom.

4.4.1.1.3. Vytvarovať plastickú trhavinu (4.3.1) tak, aby vytvorila valec o priemere 92 až 96 mm, v závislosti od priemeru valca (4.3.8). Položiť tento valec priamo na povrch a vložiť vytvarovanú trhavinu. Potom vložiť drevený disk ([1]) nesúci sedem dĺžok bleskovice na vrch valca a zatlačiť ho nadol do trhaviny. Prispôsobiť výšku valca (64 až 67 mm) tak, aby jeho horná hrana nepresahovala za úroveň dreva.

([1]) Priemer disku musí vždy zodpovedať vnútornému priemeru valca.

▼B

Nakoniec upevniť valec na drevený disk napríklad svorkami alebo malými klincami po celom jeho obvode.

4.4.1.1.4. Zoskupiť voľné konce siedmich dĺžok bleskovice okolo obvodu dreveného adjustačného kolíka (4.3.11) tak, aby ich konce boli v rovine kolmej na kolík. Zaistiť ich do zväzku okolo kolíka pomocou lepiacej pásky ([1]).

4.4.1.2. Centrálna iniciácia lisovanou tabletou

Náboj nálože pripravený na použitie je na obrázku 2.

4.4.1.2.1. Príprava lisovanej tablety

Pri prijatí potrebných bezpečnostných opatrení umiestniť 10 gramov sekundárnej trhaviny (4.3.3) do formy s vnútorným priemerom 19 až 21 mm a stlačiť do správneho tvaru a hustoty.

(Pomer priemer:výška by mal byť približne 1:1).

V strede dna formy je kolík 12 mm vysoký a o priemere 7,0 až 7,3 mm (v závislosti na priemere použitej rozbušky), ktorý tvorí valcovitú dutinku v stlačenej vložke pre následné vloženie rozbušky.

4.4.1.2.2. Príprava náboja nálože

Umiestniť trhavinu (4.3.1) do valca (4.3.8) stojaceho vztýčene rovnom povrchu, potom ju stlačiť s drevenou formou tak, aby dostala valcovitý tvar so stredovou dutinou. Vložiť lisovanú tabletu do dutiny. Zakryť trhavinu v tvare valca obsahujúcu lisovanú tabletu s dreveným diskom (4.3.10) so stredovým otvorom priemeru 7,0 až 7,3 mm na vloženie rozbušky. Upevniť k sebe drevený disk a valec prekrížením lepiacou páskou. Zabezpečiť, že otvor vyvŕtaný v disku a dutina v lisovanej tablete sú súosé tým, že sa vloží drevený adjustačný kolík (4.3.11).

4.4.2. Príprava oceľových rúrok na skúšky odolnosti proti výbuchu

Na jednom konci oceľovej rúrky (4.3.4) navŕtať dva protiľahlé otvory o priemere 4 mm kolmo cez bočnú stenu vo vzdialenosti 4 mm od hrany.

Zvárať na tupo spodnú dosku (4.3.5) na protiľahlý koniec rúrky, vyplniac úplne pravý uhol medzi spodným miestom a stenou rúrky so zvarovým kovom okolo celého obvodu rúrky.

4.4.3. Naplnenie a nabitie oceľovej rúrky

Pozri obrázky 1 a 2.

4.4.3.1. Skúšobná vzorka, oceľová rúrka a náboj nálože musia byť upravené pri teplotách 20 (± 5) °C. Na dve skúšky výbuchu sa spotrebuje 16 až 18 kg vzorky.

4.4.3.2. Umiestniť rúrku vzpriamene tak, aby jej štvorcové dno ležalo na pevnom, plochom povrchu, podľa možnosti betóne. Naplniť rúrku asi do jednej tretiny jej výšky so skúšobnou vzorkou a spustiť ju kolmo na dlážku z výšky asi 10 cm päťkrát, aby sa tablety alebo granule stlačili v rúrke čo najhustejšie. Na urýchlenie zhutňovania vibrujte s rúrkou nárazmi na jej bočnú stenu so 750 až 1 500-gramovým kladivom medzi pusteniami spolu 10 ráz.

Opakovať túto metódu nabíjania s ďalšou dávkou skúšobnej vzorky. Napokon by mal nasledovať ďalší prídavok tak, aby po zhutnení zdvihnutím a pustením rúrky 10-krát a celkom 20 úderoch kladivom náboj naplnil rúrku do vzdialenosti 70 mm od jej otvoru.

Výška náplne vzorkou musí byť upravená v oceľovej rúrke tak, aby náboj nálože (4.4.1.1 alebo 4.4.1.2), ktorý má byť vložený neskôr, bol v úzkom kontakte so vzorkou po jej celom povrchu.

4.4.3.3. Vložiť náboj nálože do rúrky tak, aby bol v kontakte so vzorkou; horná plocha dreveného disku musí byť 6 mm pod koncom rúrky. Zabezpečiť podstatný úzky kontakt medzi trhavinou a skúšanou vzorkou pridaním alebo odobratím jej malého množstva. Ako je znázornené na obrázkoch 1 a 2, mali by byť cez otvory vložené

([1]) *Poznámka:* Ak šesť obvodových dĺžok šnúry sú po montáži zatiahnuté na pevno, stredná musí zostať mierne voľná.

▼B

deliace kolíky blízko otvoreného konca rúrky a ich nohy otvorené na úrovni oproti rúrke.

4.4.4. Uloženie oceľovej rúrky a olovených valcov (pozri obrázok 3).

4.4.4.1. Očíslovať základne oceľových valcov (4.3.6) 1 až 6. Urobiť šesť značiek v rozstupoch 150 mm od stredovej osi oceľového bloku (4.3.7) ležiacej na vodorovnej základni, s prvou značkou aspoň 75 mm od hrany bloku. Umiestniť olovený valec vztýčene na každej z týchto značiek, so základňou každého valca so stredom na jeho značke.

4.4.4.2. Uložiť oceľovú rúrku pripravenú podľa 4.4.3 vodorovne na olovené valce tak, že jej os je rovnobežná so stredovou osou oceľového bloku a jej zváraný koniec presahuje o 50 mm za olovený valec č. 6. Aby sa zabránilo kotúľaniu rúrky, vložiť malé drevené kliny medzi vrchy olovených valcov a stenu rúrky (jeden z každej strany) alebo umiestniť drevený kríž medzi rúrku a oceľový blok.

*Poznámka:* Uistiť sa, že rúrka je v kontakte so všetkými šiestimi valcami: jemné zakrivenie jej povrchu môže byť kompenzované otáčaním rúrky okolo jej pozdĺžnej osi: ak je ktorýkoľvek z olovených valcov príliš vysoký, poklepať ho opatrne kladivom až kým nedosiahne požadovanú výšku.

4.4.5. Príprava na výbuch

4.4.5.1. Nastaviť zariadenie podľa bodu 4.4.4 v bunkri alebo vhodne pripravenom podzemnom priestore (napr. v bani alebo tuneli). Uistiť sa, že teplota oceľovej rúrky sa pred výbuchom udržiava na 20 (± 5) °C.

*Poznámka:* ak by takéto odpaľovacie priestory neboli k dispozícii, práca môže byť v prípade potreby vykonaná vo vybetónovanej jame zakrytej drevenými nosníkmi. Výbuch môže spôsobiť vyvrhnutie oceľových úlomkov s vysokou kinetickou energiou a preto sa odpálenie musí vykonať vo vhodnej vzdialenosti od obydlí alebo verejných komunikácií.

4.4.5.2. Ak sa použije náboj nálože so sedembodovou iniciáciou, uistiť sa, že bleskovice sú natiahnuté tak, ako je to opísané v poznámke k bodu 4.4.1.1.4 a usporiadané čo najvodorovnejšie.

4.4.5.3. Napokon odstrániť drevený adjustačný kolík a nahradiť ho rozbuškou. Neodpaľovať, ak nie je nebezpečné pásmo evakuované a skúšobný personál nie je ukrytý.

4.4.5.4. Odpáliť výbušninu.

4.4.6. Nechať dostatočne dlhý čas na rozptýlenie dymov (plynných a niekedy takých toxických produktov rozkladu ako sú oxidy dusíka), potom pozbierať olovené valce a odmerať ich výšky s Vernierovým kalibrom.

Pre každý z označených olovených valcov zaznamenať stupeň rozdrvenia vyjadrený ako percento pôvodnej výšky 100 mm. Ak sú valce stlačené kolmo, zaznamenať najvyššiu a najnižšiu hodnotu a vypočítať priemer.

4.4.7. Je možné použiť sondu na trvalé meranie rýchlosti výbuchu; táto sonda by mala byť vložená pozdĺž osi rúrky alebo jej bočnej steny.

4.4.8. Dve skúšky výbuchom sa vykonajú na každú vzorku.

4.5. *Protokol o skúške*

V protokole o skúške pre každú zo skúšok výbuchom sa udajú hodnoty týchto parametrov:

— skutočne namerané hodnoty vonkajšieho priemeru oceľovej rúrky a hrúbky steny,

— Brinellova tvrdosť oceľovej rúrky,

— teplota rúrky a vzorky krátko pred odpálením,

— hustota natlačenia ($kg/m^3$) vzorky v oceľovej rúrke,

— výška každého oloveného valca po odpálení, uvedúc zodpovedajúce číslo valca a

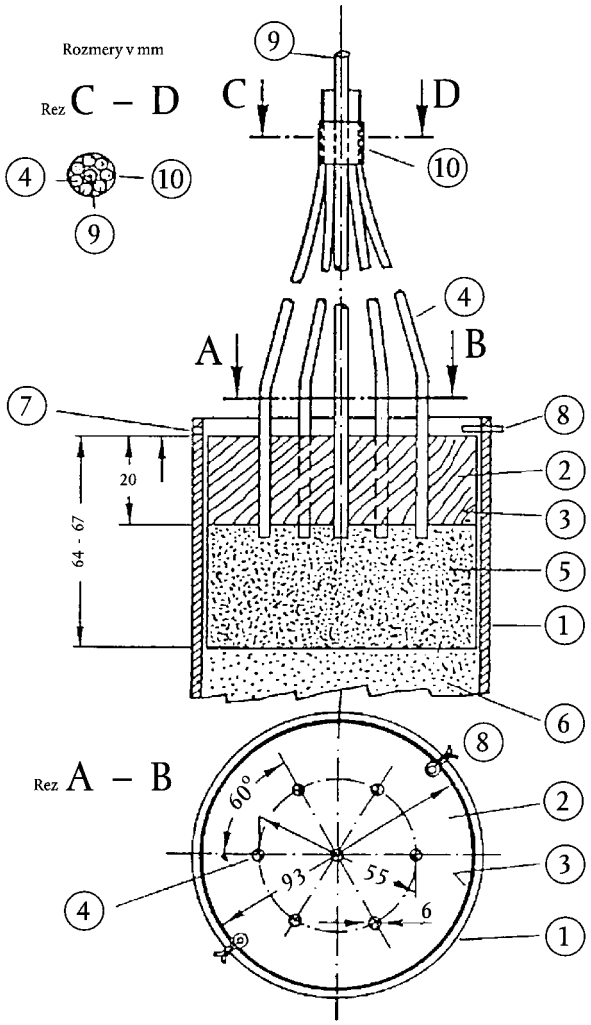
— spôsob iniciácie použitý pre náboj nálože.

▼B

4.5.1. Vyhodnotenie výsledkov skúšky

Ak pri každom odpálení je stlačenie aspoň jedného valca menšie ako 5 %, tak skúška sa bude považovať za smerodajnú a vzorka za vyhovujúcu požiadavkám prílohy III.2.

Náboj nálože so sedembodovou iniciáciou




① Oceľová rúrka

② Drevený disk so siedmimi otvormi

③ Valec z plastu alebo lepenky

④ Detonačné šnúry

⑤ Plastická trhavina

⑥ Skúšaná vzorka

⑦ 4 mm otvor vyvŕtaný do deliaceho kolíka ⑧

⑧ Deliaci kolík

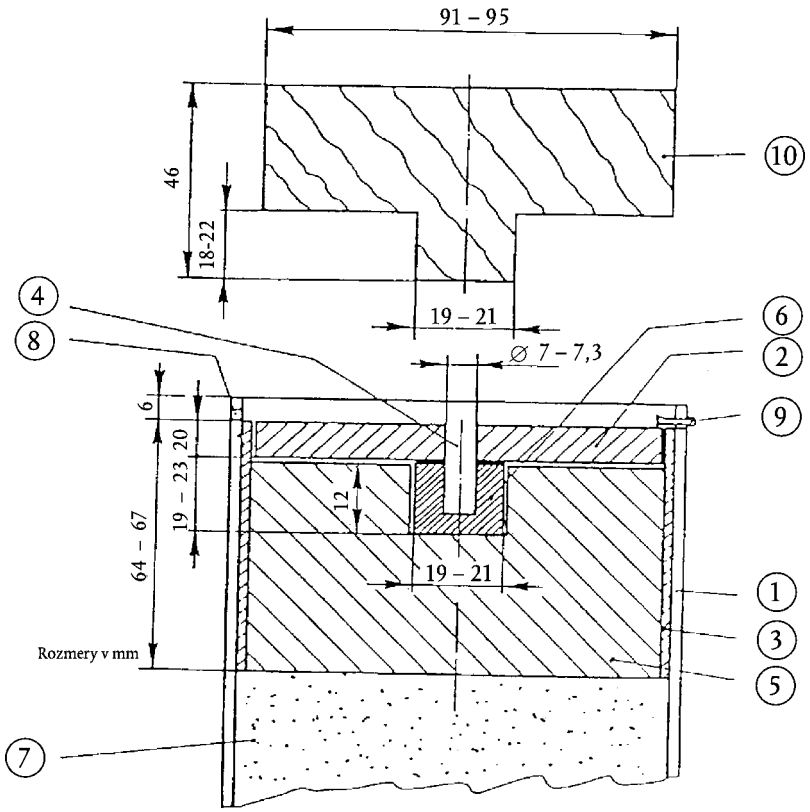
⑨ Drevený adjustačný kolík v prostredí ④

⑩ Lepiaca páska na zabezpečenie ④ okolo ⑨

*Obrázok 1*

▼B

Náboj nálože s centrálnou iniciáciou




① Oceľová rúrka

② Drevený disk

③ Valec z plastu alebo lepenky

④ Drevená tyč

⑤ Plastická trhavina

⑥ Komprimovaná tableta

⑦ Skúšaná vzorka

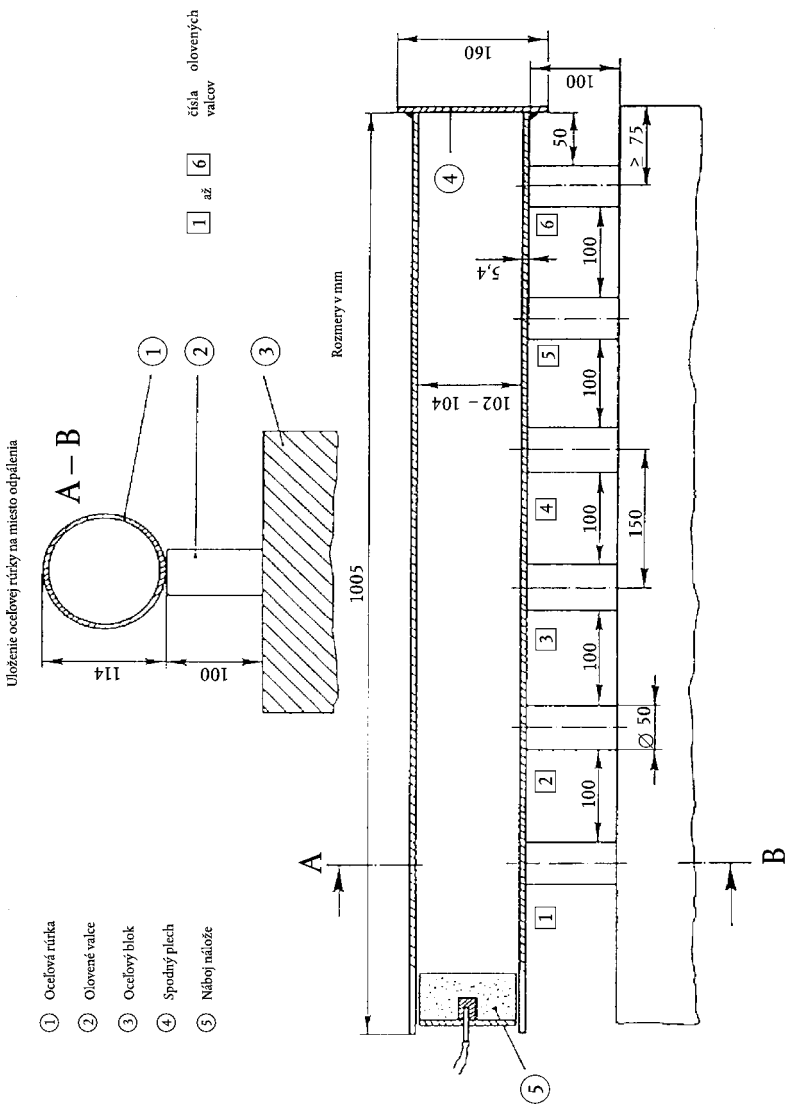
⑧ 4 mm otvor vyvŕtaný do deliaceho kolíka ⑨

⑨ Deliaci kolík

⑩ Drevená forma pre ⑤

*Obrázok 2*

▼B


Uloženie oceľovej rúrky na miesto odpálenia
A – B
114
100
1
2
3
Rozmery v mm
1005
160
100
50
≥ 75
5,4
102 – 104
150
Ø 50
A
B
1 až 6 čísla olovených valcov
1 Oceľová rúrka
2 Olovené valce
3 Oceľový blok
4 Spodný plech
5 Náboj nálože

*Obrázok 3*

▼B

*PRÍLOHA IV*

## METÓDY ODBERU VZORIEK A ANALÝZY

A. METÓDA ODBERU VZORIEK PRE KONTROLU HNOJÍV

ÚVOD

Správny odber vzoriek je náročnou operáciou, ktorá si vyžaduje najväčšiu starostlivosť. Nutnosť odberu dostatočne reprezentatívnej vzorky na oficiálne skúšanie hnojív preto nikdy nemôže byť príliš zdôraznená.

Metódu odberu vzoriek opísanú ďalej musí používať s prísnou presnosťou odborník, ktorý má skúsenosti s klasickým postupom odberu vzoriek.

1. **Účel a rozsah**

Vzorky určené na úradnú kontrolu hnojív, ich kvality a zloženia, sa odoberú podľa ďalej opísaných postupov. Takto získané vzorky sa pokladajú za reprezentatívne pre vzorkované dávky.

2. **Pracovníci odoberajúci vzorky**

Vzorky odoberajú odborní zriadenci schválení na tento účel členskými štátmi.

3. **Definície**

Vzorkovaná dávka: množstvo produktu predstavujúce jednotku a o ktorom sa predpokladá, že má rovnomerné vlastnosti.

Prírastková vzorka: Množstvo odobraté z jedného bodu vzorkovanej dávky.

Agregátna vzorka: Súhrn prírastkových vzoriek odobratých z tej istej vzorkovanej dávky.

Redukovaná vzorka: Reprezentatívna časť agregátnej vzorky, získaná z nej procesom redukcie.

Konečná vzorka: Reprezentatívna časť redukovanej vzorky.

4. **Zariadenie**

4.1 Zariadenie na odber vzoriek musí byť vyrobené z materiálov, ktoré neovplyvnia vlastnosti produktov, ktoré majú byť vzorkované. Takéto zariadenie môže byť úradne schválené členskými štátmi.

4.2 *Zariadenie odporučené na odber vzoriek tuhých hnojív*

4.2.1 Ručný odber vzoriek

4.2.1.1 Lopata s plochým dnom a zvislými stenami.

4.2.1.2 Hrot na odber vzoriek s dlhou trhlinou alebo oddielmi. Rozmery hrotu na odber vzoriek musia byť vhodné z hľadiska vlastností vzorkovanej dávky (hĺbka zásobníka, rozmery vreca, atď.) a veľkosti častíc hnojiva.

4.2.2 Mechanický odber vzoriek

Môže sa použiť schválené mechanické zariadenie na odber vzoriek z pohybujúcich sa hnojív.

4.2.3 Delič

Zariadenie skonštruované na rozdelenie vzorky na rovnaké časti sa použiť na odber prírastkových vzoriek a prípravu redukovaných a konečných vzoriek.

4.3 *Zariadenie odporučené na odber vzoriek z kvapalných hnojív*

4.3.1 Ručný odber vzoriek

Otvorená rúrka, sonda, fľaša alebo iné vhodné zariadenie schopné odoberať vzorky náhodným spôsobom zo vzorkovanej dávky.

4.3.2 Mechanický odber vzoriek

Na odber vzoriek z pohybujúcich sa kvapalných hnojív je možné použiť schválené mechanické zariadenie.

▼B

5. **Kvantitatívne požiadavky**

5.1 *Vzorkovaná dávka*

Veľkosť vzorkovanej dávky musí byť taká, aby z každej jej súčasti bolo možné odobrať vzorku.

5.2 *Prírastkové vzorky*

5.2.1 Voľné tuhé hnojivá alebo kvapalné hnojivá v zásobníkoch nad 100 kg

5.2.1.1 Vzorkované dávky nepresahujúce 2,5 t:

Minimálny počet prírastkových vzoriek: sedem

5.2.1.2 Vzorkované dávky presahujúce 2,5 t a nepresahujúce 80 t:

Minimálny počet prírastkových vzoriek: $\sqrt{\text{dvadsaťnásobok ton tvoriacich vzorkovanú dávku}}$ ([1])

5.2.1.3 Vzorkované dávky presahujúce 80 t:

Minimálny $\sqrt{\text{počet prírastkových vzoriek}}$: 40

5.2.2 Balené tuhé hnojivá alebo kvapalné hnojivá v zásobníkoch (= obaloch, z ktorých žiaden nepresahuje 100 kg)

5.2.2.1 Obaly väčšie ako 1 kg

5.2.2.1.1 Vzorkované dávky s menej ako piatimi obalmi:

Minimálny počet obalov, z ktorých sa vzorka odoberie ([2]): všetky obaly.

5.2.2.1.2 Vzorkované dávky od päť do 16 obalov:

Minimálny počet obalov, z ktorých sa vzorka odoberie ([2]): štyri.

5.2.2.1.3 Vzorkované dávky od 17 do 400 obalov:

Minimálny počet obalov, z ktorých sa vzorka odoberie ([2]): $\sqrt{\text{počet obalov tvoriacich vzorkovanú dávku}}$ ([1])

5.2.2.1.4 Vzorkované dávky presahujúce 400 obalov:

Minimálny počet obalov, z ktorých sa vzorka odoberie ([2]): 20.

5.2.2.2 Obaly menšie ako 1 kg:

Minimálny počet obalov, z ktorých sa vzorka odoberie ([2]): štyri.

5.3 *Agregátna vzorka*

Na každú vzorkovanú dávku sa požaduje jediná agregátna vzorka. Celková hmotnosť prírastkových vzoriek tvoriacich agregátnu vzorku nemôže byť menšia ako sú tieto hodnoty:

5.3.1 Voľné tuhé hnojivá alebo kvapalné hnojivá v zásobníkoch ťažších ako 100 kg: 4 kg.

5.3.2 Balené tuhé alebo kvapalné hnojivá v zásobníkoch (= obaloch) nie ťažších ako 100 kg

5.3.2.1 Obaly ťažšie ako 1 kg: 4 kg

5.3.2.2 Obaly nie ťažšie ako 1 kg: hmotnosť obsahu štyroch pôvodných obalov.

5.3.3 Vzorka hnojiva na báze dusičnanu amónneho pre skúšky podľa prílohy III.2: 75 kg

5.4 *Konečné vzorky*

Keď je to potrebné, z agregátnej vzorky sa získa redukciou konečná vzorka. Požaduje sa analýza aspoň jednej konečnej vzorky. Hmotnosť vzorky na analýzu nesmie byť nižšia ako 500 g.

5.4.1 Tuhé a tekuté hnojivá

([1]) Ak je výsledok necelé číslo, mal by sa zaokrúhliť na najbližšie celé číslo.

([2]) V prípade obalov, ktorých obsah neprekročí 1 kg, bude prírastkovou vzorkou obsah jedného pôvodného obalu.

▼B

5.4.2 Vzorky hnojiva na báze dusičnanu amónneho na skúšanie

Agregovaná vzorka dáva konečnú vzorku na skúšanie redukciou v prípade potreby.

5.4.2.1 Minimálna hmotnosť konečnej vzorky pre skúšanie podľa prílohy III.1: 1 kg

5.4.2.2 Minimálna hmotnosť konečnej vzorky pre skúšanie podľa prílohy III.2: 25 kg

6. **Pokyny pre vlastný odber, prípravu a balenie vzoriek**

6.1 *Všeobecne*

Vzorky sa musia odobrať a pripraviť čo najrýchlejšie, pri zohľadnení opatrení potrebných na to, aby zostali reprezentatívnymi z hľadiska vzorkovaného hnojiva. Náradie ako aj povrch a nádoby určené na ich odber musia byť čisté a suché.

V prípade kvapalných hnojív je možné vzorkovanú dávku pred odberom vzoriek pomiešať.

6.2 *Prírastkové vzorky*

Prírastkové vzorky sa musia odoberať náhodným spôsobom z celej vzorkovanej dávky a musia mať približne rovnakú veľkosť.

6.2.1 Voľné tuhé alebo kvapalné hnojivá v zásobníkoch ťažších ako 100 kg

Urobí sa imaginárne rozdelenie vzorkovanej dávky na niekoľko približne rovnakých častí. Počet častí zodpovedajúci počtu prírastkových vzoriek, ktoré majú byť odobraté podľa 5.2 sa vyberie náhodne a z každej z týchto častí sa odoberie aspoň jedna vzorka. Ak pri odbere vzoriek z voľne ložených hnojív alebo kvapalných hnojív v zásobníkoch ťažších ako 100 kg nie je možné splniť požiadavky bodu 5.1, odber vzoriek by sa mal uskutočniť vtedy, keď sa so vzorkovaná dávka hýbe (nakladá alebo vykladá). V takom prípade by sa vzorky mali odobrať z náhodne zvolených imaginárnych častí ako je uvedené vyššie vtedy, keď sú v pohybe.

6.2.2 Balené tuhé hnojivá alebo kvapalné hnojivá v zásobníkoch (= obaloch) nie ťažších ako 100 kg

Po výbere požadovaného počtu obalov na odber vzoriek podľa 5.2 sa odstránia časti obsahu každého z obalov. Ak je to potrebné, vzorky sa odoberú po samostatnom vyprázdnení obalov.

6.3 *Príprava agregovanej vzorky*

Prírastkové vzorky sa pomiešajú tak, aby vytvorili jedinú agregovanú vzorku.

6.4 *Príprava konečnej vzorky*

Materiál agregovanej vzorky sa opatrne premieša ([1]).

Ak je to nutné, agregovaná vzorka by sa mala najskôr zredukovať aspoň na 2 kg (redukovaná vzorka) buď pomocou mechanického deliča alebo štvrtiacou metódou.

Pripravia sa aspoň tri konečné vzorky približne rovnakej veľkosti a podľa kvantitatívnych požiadaviek 5.4. Každá vzorka sa musí vložiť do vhodnej vzduchotesnej nádoby. Musia sa prijať opatrenia potrebné na to, aby za predišlo akýmkoľvek zmenám vlastností vzorky.

V prípade skúšania podľa oddielov 1 a 2 prílohy III sa konečné vzorky uchovajú pri teplote medzi 0 °C a 25 °C.

7. **Balenie konečných vzoriek**

Zásobníky alebo obaly musia byť zapečatené a označené štítkom (súhrnný štítok musí byť súčasťou pečate takým spôsobom, aby nemohli byť otvorené bez poškodenia pečate.

([1]) Všetky hrudky musia byť rozbité (ak je to nutné, tak ich oddelením a potom vrátením do vzorky).

▼B

8. **Záznam odberu vzoriek**

O každom odbere vzoriek sa uchová záznam umožňujúci jednoznačnú identifikáciu každej vzorkovanej dávky.

9. **Určenie vzoriek**

Z každej vzorkovanej dávky sa pošle aspoň jedna konečná vzorka čo najrýchlejšie schválenému analytickému laboratóriu alebo skúšobnému ústavu spolu s údajmi potrebnými pre analýzu alebo skúšanie.

## B. METÓDY ANALÝZY HNOJÍV

(Pozri obsah s. 2).

### Všeobecné poznámky

Laboratórnezariadenie

V popisoch týchto metód nebolo presne definované všeobecné laboratórne zariadenie okrem prípadov, kedy sú uvedené veľkosti baniek a pipiet. Laboratórne zariadenie musí byť vždy poriadne vyčistené, najmä ak sa stanovujú malé množstvá prvkov.

Kontrolnéskúšky

Pred analýzou je potrebné sa uistiť, že všetky zariadenia fungujú správne a že technika analýz sa správne vykonáva, používajúc tam, kde je to vhodné, chemické látky známeho zloženia (napr. síran amónny, fosforečnan monodraselný, atď.). Výsledky analyzovaných hnojív však môžu vykazovať zlé chemické zloženie, ak sa striktne nedodrží technika analýzy. Na druhej strane určitý počet stanovení je empirický a súvisí s produktmi komplexného chemického zloženia. Odporúča sa, aby tam, kde sú dostupné, laboratóriá používali štandardné referenčné hnojivá dostatočne definovaného zloženia.

### Všeobecné ustanovenia súvisiace s metódami analýzy hnojív

1. *Činidlá*

Ak nie je v analytických metódach uvedené inak, všetky činidlá musia byť analyticky čisté (a.p.). Pri analýze mikroživín sa musí čistota činidiel kontrolovať skúškou naslepo. V závislosti na získanom výsledku, môže byť potrebné vykonať ďalšie prečistenie.

2. *Voda*

Ak sa v analytických metódach uvádzajú operácie rozpúšťania, riedenia, oplachu alebo umývania bez uvedenia charakteru rozpúšťadiel alebo riedidiel, predpokladá sa použitie vody. Voda sa bežne bude musieť demineralizovať alebo destilovať. V týchto osobitných prípadoch, ako je uvedené v analytickom postupe, takáto voda sa bude musieť podrobiť špeciálnym čistiacim postupom.

3. *Laboratórne zariadenie*

Vzhľadom na zariadenie bežne používané v kontrolných laboratóriách, zariadenie opísané v analytických metódach sa obmedzuje na špeciálne prístroje a zariadenia alebo na také, ktoré je požadované akýmikoľvek špecifickými požiadavkami. Toto zariadenie musí byť dokonale čisté, najmä keď sa stanovujú malé množstvá. Laboratórium bude musieť zabezpečiť presnosť všetkého používaného ciachovaného skleného riadu s uvedením príslušných metrologických noriem.

Metóda 1

### Príprava vzorky na analýzu

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup prípravy vzorky na analýzu odobratej z konečnej vzorky.

2. **Princíp**

Príprava konečnej vzorky prijatej laboratóriom je sledom operácií, zvyčajne osievania, mletia a miešania, ktoré sa vykonajú tak, aby:

— na jednej strane, najmenšie vážené množstvo stanovené analytickými metódami bolo reprezentatívne pre laboratórnu vzorku,

▼B

— na druhej strane sa nezmenila jemnosť hnojiva prípravou v tom rozsahu, v akom by jeho rozpustnosť v rôznych extrakčných činidlách bola znateľne ovplyvnená.

3. **Zariadenie**

Delič vzoriek voliteľné).

Sitá s otvormi 0,2 a 0,5 mm.

250 ml banky, zátkované.

Porcelánový piestik a trecia miska alebo mlynček.

4. **Voľba používanej úpravy**

Predbežná poznámka

Ak je produkt vhodný, podrží iba reprezentatívna časť konečnej vzorky.

4.1 *Konečné vzorky, ktoré nemusia byť mleté*

Dusičnan vápenatý, dusičnan vápenato-horečnatý, dusičnan sodný, čílsky liadok, kyánamid vápenatý, dusíkatý kyánamid vápenatý, síran amónny, dusičnany amónne s obsahom N nad 30 %, močovina, zásaditá troska, prírodný fosfát čiastočne rozpustný, vyzrážaný dihydrát fosforečnanu dvojvápenatého, kalcinovaný fosfát, fosforečnan hlinito-vápenatý, mäkký mletý skalný fosfát.

4.2 *Konečné vzorky, ktoré musia byť delené a časť z nich pomletá*

Sú to produkty, s ohľadom na ktoré sa vykonávajú určité stanovenia bez predchádzajúceho mletia (napríklad jemnosť mletia) a iné stanovenia po mletí. Sem patria všetky viaczložkové hnojivá obsahujúce nasledujúce látky obsahujúce fosfor: zásaditá troska, fosforečnan hlinito-vápenatý, kalcinovaný fosfát, mäkký mletý skalný fosfát a prírodný fosfát čiastočne rozpustný. Preto sa konečná vzorka rozdelí na dve časti, ktoré sa čo najviac zhodujú, s použitím deliča vzoriek alebo štvrtenia.

4.3 *Konečné vzorky pokiaľ ide o všetky stanovenia vykonávané na mletom produkte*

Je potrebné pomlieť iba reprezentatívnu časť konečnej vzorky. Sú to všetky ostatné hnojivá na zozname, ktoré sa nenachádzajú v 4.1 ani 4.2.

5. **Metóda**

Časť konečnej vzorky podľa bodov 4.2 a 4.3 sa rýchlo preoseje cez sito s otvormi 0,5 mm. Zvyšok sa hrubo pomelie tak, aby sa získal produkt, v ktorom je minimum jemných častíc a potom sa preoseje. Mletie sa musí vykonať za takých podmienok, aby sa hmota znateľne nezohrievala. Operácia sa opakuje toľko ráz, koľko je potrebné až kým nezostane žiadny zvyšok a musí sa vykonať tak rýchlo, ako je to možné, aby sa zabránilo akémukoľvek nárastu alebo strate zložiek (vody, čpavku). Celý pomletý a preosiaty produkt sa umiestni do čistej banky, ktorá sa môže zazátkovať.

Pred každým vážením na analýzu sa celá vzorka musí dôkladne premiešať.

6. **Špeciálne prípady**

a) Hnojivá obsahujúce zmes kryštálov rôzneho typu

V tomto prípade často dochádza k separácii. Preto je bezpodmienečne dôležité rozdrviť a nechať vzorku prejsť sitom s otvormi 0,200 mm. Napríklad: zmesi fosforečnanu amónneho a dusičnanu draselného. Mletie celej konečnej vzorky sa v prípade týchto produktov odporúča.

b) Zvyšok, ktorý sa ťažko melie a neobsahuje hnojace látky

Odvážiť zvyšok a zohľadniť jeho hmotnosť pri výpočte konečného výsledku.

c) Produkty, ktoré sa teplom rozkladajú

Mletie sa musí urobiť tak, aby sa zabránilo akémukoľvek zohriatiu. V tomto prípade je lepšie použiť na mletie treciu misku. Napríklad: viaczložkové hnojivá obsahujúce kyánamid vápenatý a močovinu.

▼B

d) Nezvyčajne vlhké produkty alebo tie, z ktorých sa vytvorí mletím pasta

Aby sa zaručila homogenita, vyberie sa také sito, ktoré má najmenšie otvory zlúčiteľné so zničením hrudiek rukou alebo piestikom. To môže byť prípad zmesí, ktorých určité zložky obsahujú kryštalickú vodu.

Metódy 2

**Dusík**

Metóda 2.1

**Stanovenie amoniakálneho dusíka**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia amoniakálneho dusíka.

2. **Oblasť použitia**

Všetky dusíkaté hnojivá vrátane viaczložkových hnojív, v ktorých sa dusík nachádza výhradne iba vo forme amónnych solí alebo amónnych solí spolu s dusičnanmi.

Nevzťahuje sa na hnojivá obsahujúce močovinu, kyánamid alebo iné organické dusíkaté zložky.

3. **Princíp**

Vytlačenie amoniaku pomocou nadbytku hydroxidu sodného; destilácia; stanovenie výťažku amoniaku v danom objeme štandardnej kyseliny sírovej a titrácia nadbytku kyseliny pomocou štandardného roztoku hydroxidu sodného alebo draselného.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda vez oxidu uhličitého a všetkých zlúčenín dusíka.

4.1 Zriedená kyselina chlorovodíková: jeden objemový diel HCl ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) plus jeden objemový diel vody

4.2 Kyselina sírová: 0,1 mol/l

4.3 roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,1 mol/l } pre variant a)

4.4. Kyselina sírová: 0,2 mol/l

4.5. roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,2 mol/l } pre variant b) (pozri pozn. 2)

4.6. Kyselina sírová: 0,5 mol/l

4.7. roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,5 mol/l } pre variant c) (pozri pozn. 2)

4.8 Hydroxid sodný, približne 30 % NaOH ($d_{20}$ = 1,33 g/ml) bez amoniaku

4.9 *Indikačné roztoky*

4.9.1 Zmiešaný indikátor

Roztok A: rozpustiť 1 g metylovej červene v 37 ml 0,1 mol/l roztoku hydroxidu sodného a doliať do jedného litra vodou.

Roztok B: rozpustiť 1 g metylénovej modrej vo vode a doliať do jedného litra.

Zmiešať jeden objemový diel A s dvomi objemovými dielmi B.

Indikátor je v kyslom roztoku fialový, sivý v neutrálnom a zelený v zásaditom. Použiť 0,5 ml (10 kvapiek) tohto indikačného roztoku.

▼B

4.9.2 Indikačný roztok metylovej červene

Rozpustiť 0,1 g metylovej červene v 50 ml 95 % etanolu. Doliať do 100 ml vodou a v prípade potreby filtrovať. Tento indikátor je možné použiť (štyri až päť kvapiek) namiesto predchádzajúceho.

4.10 Pemzové protinárazové granule, opláchnuté v kyseline chlorovodíkovej a kalcinované

4.11 Síran amónny na analýzu

5. **Zariadenie**

5.1 Destilačné zariadenie pozostávajúce z banky s okrúhlym dnom vhodného objemu napojenej na kondenzátor pomocou rozstrekovacieho nástavca.

Poznámka 1

Rôzne druhy zariadení, ktoré znázorňujú všetky konštrukčné prvky a sú schválené a odporúčané na tento účel sú uvedené na obrázkoch 1, 2, 3 a 4.

5.2 10, 20, 25, 50, 100 a 200 ml pipety

5.3 Banka o objeme 500 ml s volumetrickou ryskou

5.4 Rotačná trepačka (35 až 40 otáčok za minútu)

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Analytická metóda**

7.1 *Príprava roztoku*

Vykonať skúšku rozpustnosti na vzorke vo vode pri teplote miestnosti a v pomere 2 % (hmotnosť/objem). Podľa údajov v tabuľke 1 odvážiť s presnosťou na 0,001 g množstvo 5, 7 alebo 10 g z pripravenej vzorky a vložiť ju do banky o objeme 500 ml s volumetrickou ryskou. Podľa výsledku skúšky rozpustnosti postupovať takto:

a) Produkty úplne rozpustné vo vode

Pridať do banky množstvo vody potrebné na rozpustenie vzorky; pretrepať a keď je vzorka úplne rozpustená, doliať vodu na objem a dôkladne zamiešať.

b) Produkty nie úplne rozpustné vo vode

Pridať do banky 50 ml vody a potom 20 ml kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Pretrepať. Nechať v pokoji až pokým neprestane tvorba oxidu uhličitého. Pridať 400 ml vody a pretrepávať polhodinu rotačnou trepačkou (5.4). Doliať na objem vodou, zamiešať a prefiltrovať cez suchý filter do suchej nádoby.

7.2 *Analýza roztoku*

Podľa zvoleného variantu umiestniť do zbernej banky namerané množstvo štandardnej kyseliny sírovej tak, ako je to uvedené v tabuľke 1. Pridať primerané množstvo zvoleného indikačného roztoku (4.9.1 alebo 4.9.2) a v prípade potreby vodu, aby sa získal objem aspoň 50 ml. Koniec predĺženej rúrky kondenzátora musí byť pod hladinou roztoku.

Preliať presnou pipetou podľa údajov z tabuľky alikvotnú časť [1] čistého roztoku do destilačnej banky zariadenia. Pridať vodu, aby sa získal celkový objem približne 350 ml a niekoľko zrniek pemzy, aby sa reguloval var.

Zostaviť destilačné zariadenie a dbať na to, aby sa zabránilo akejkoľvek strate amoniaku, pridať k obsahu destilačnej banky 10 ml roztoku koncentrovaného hydroxidu sodného (4.8) alebo 20 ml činidla

[1] Množstvo amoniakálneho dusíka obsiahnuté v alikvotnej časti podľa tabuľky 1 bude približne:

— 0,05 g v prípade variantu a);

— 0,10 g v prípade variantu b) a

— 0,20 g v prípade variantu c.

▼B

v prípadoch, keď bolo použitých 20 ml kyseliny chlorovodíkovej (4.1) na účely rozpustenia skúšobnej vzorky. Banku postupne ohrievať tak, aby sa predišlo silnému varu. Keď sa var začne, destilovať rýchlosťou približne 100 ml za 10 až 15 minút; celkový objem destilátu by mal byť približne 250 ml ([1]). Ak je pravdepodobné, že sa už nebude vytvárať viac amoniaku, znížiť zbernú banku tak, aby špička predĺženia kondenzátora bola nad hladinou kvapaliny.

Skúšať následne destilát pomocou vhodného činidla na zabezpečenia toho, aby sa všetok amoniak úplne predestiloval. Umyť predĺženie kondenzátora s malým množstvom vody a titrovať nadbytočnú kyselinu so štandardným roztokom hydroxidu sodného alebo draselného predpísaným pre prijatý variant (pozri poznámka 2).

Poznámka 2

Štandardné roztoky rôznej sily sa môžu použiť na spätnú titráciu, ak objemy použité pre titráciu podľa možnosti nepresahujú 40 až 45 ml.

7.3 *Skuška naslepo*

Vykonať skúšku naslepo za tých istých podmienok a odvolať sa na ňu pri výpočte konečného výsledku.

7.4 *Kontrolný pokus*

Pred vykonaním analýz skontrolovať, či zariadenie funguje správne a či sa metóda použije správnym spôsobom, s použitím alikvotnej časti čerstvo pripraveného roztoku síranu amónneho (4.11) obsahujúceho maximálne množstvo dusíka predpísané pre zvolený variant.

8. **Vyjadrenie výsledku**

Vyjadriť výsledok analýzy ako percento amoniakálneho dusíka v hnojive v stave, v akom bolo prijaté na analýzu.

9. **Prílohy**

Ako je uvedené v poznámke 1 v bode 5.1 „Zariadenie“, obrázky 1, 2, 3 a 4 sa vzťahujú na konštrukčné prvky rôznych druhov zariadenia použitého v tomto dokumente.

**Tabuľka 1**

Stanovenie amoniakálneho dusíka a amoniakálneho a dusičnanového dusíka v hnojivách

**Tabuľka vážení, rozpúšťania a výpočtov, ktoré majú byť vykonané pre každý z variantov a), b) a c) tejto metódy**

*Variant a)*

Približné maximálne množstvo dusíka, ktoré má byť predestilované: 50 mg.

Objem 0,1 mol/l kyseliny sírovej, ktorý má byť vložený do zbernej banky: 50 ml.

Spätná titrácia s 0,1 mol/l NaOH alebo KOH.

| Deklarované (% N) | Množstvo na váženie g) | Zriedenie (ml) | Roztok vzorky na destiláciu (ml) | Vyjadrenie výsledku ([a]) (%N = (50 – A) F) |
|---|---|---|---|---|
| 0 – 5 | 10 | 500 | 50 | (50 – A) × 0,14 |
| 5 – 10 | 10 | 500 | 25 | (50 – A) × 0,28 |
| 10 – 15 | 7 | 500 | 25 | (50 – A) × 0,40 |
| 15 – 20 | 5 | 500 | 25 | (50 – A) × 0,56 |
| 20 – 40 | 7 | 500 | 10 | (50 – A) × 1,00 |

([1]) Kondenzátor musí byť regulovaný tak, aby bol zabezpečený nepretržitý tok kondenzátu. Destilácia by mala byť ukončená do 30 až 40 minút.

▼B

| Deklarované (% N) | Množstvo na váženie g) | Zriedenie (ml) | Roztok vzorky na destiláciu (ml) | Vyjadrenie výsledku (a) (%N = (50 – A) F) |
|---|---|---|---|---|

(a) Na účely vzťahu vyjadrujúceho výsledok:
— 50 alebo 35 = mililitre štandardného roztoku kyseliny sírovej, ktoré majú byť vložené do zbernej banky;
— A = mililitre hydroxidu sodného alebo draselného použité na spätnú titráciu;
— F = koeficient zahŕňajúci vážené množstvo, riedenie, alikvotnú časť roztoku vzorky, ktorá má byť destilovaná a volumetrický ekvivalent.

*Variant b)*

Približné maximálne množstvo dusíka, ktoré má byť predestilované: 100 mg.

Objem 0,2 mol/l kyseliny sírovej, ktorý má byť vložený do zbernej banky: 50 ml.

Spätná titrácia s 0,2 mol/l NaOH alebo KOH.

| Deklarované (% N) | Množstvo na váženie g) | Zriedenie (ml) | Roztok vzorky na destiláciu (ml) | Vyjadrenie výsledku (a) (% N = (50 – A) F) |
|---|---|---|---|---|
| 0 – 5 | 10 | 500 | 100 | (50 – A) × 0,14 |
| 5 – 10 | 10 | 500 | 50 | (50 – A) × 0,28 |
| 10 – 15 | 7 | 500 | 50 | (50 – A) × 0,40 |
| 15 – 20 | 5 | 500 | 50 | (50 – A) × 0,56 |
| 20 – 40 | 7 | 500 | 20 | (50 – A) × 1,00 |

(a) Na účely vzťahu vyjadrujúceho výsledok:
— 50 alebo 35 = mililitre štandardného roztoku kyseliny sírovej, ktoré majú byť vložené do zbernej banky;
— A = mililitre hydroxidu sodného alebo draselného použité na spätnú titráciu;
— F = koeficient zahŕňajúci vážené množstvo, riedenie, alikvotnú časť roztoku vzorky, ktorá má byť destilovaná a volumetrický ekvivalent.

*Variant c)*

Približné maximálne množstvo dusíka, ktoré má byť predestilované: 200 mg.

Objem 0,5 mol/l kyseliny sírovej, ktorý má byť vložený do zbernej banky: 35 ml.

Spätná titrácia s 0,5 mol/l NaOH alebo KOH.

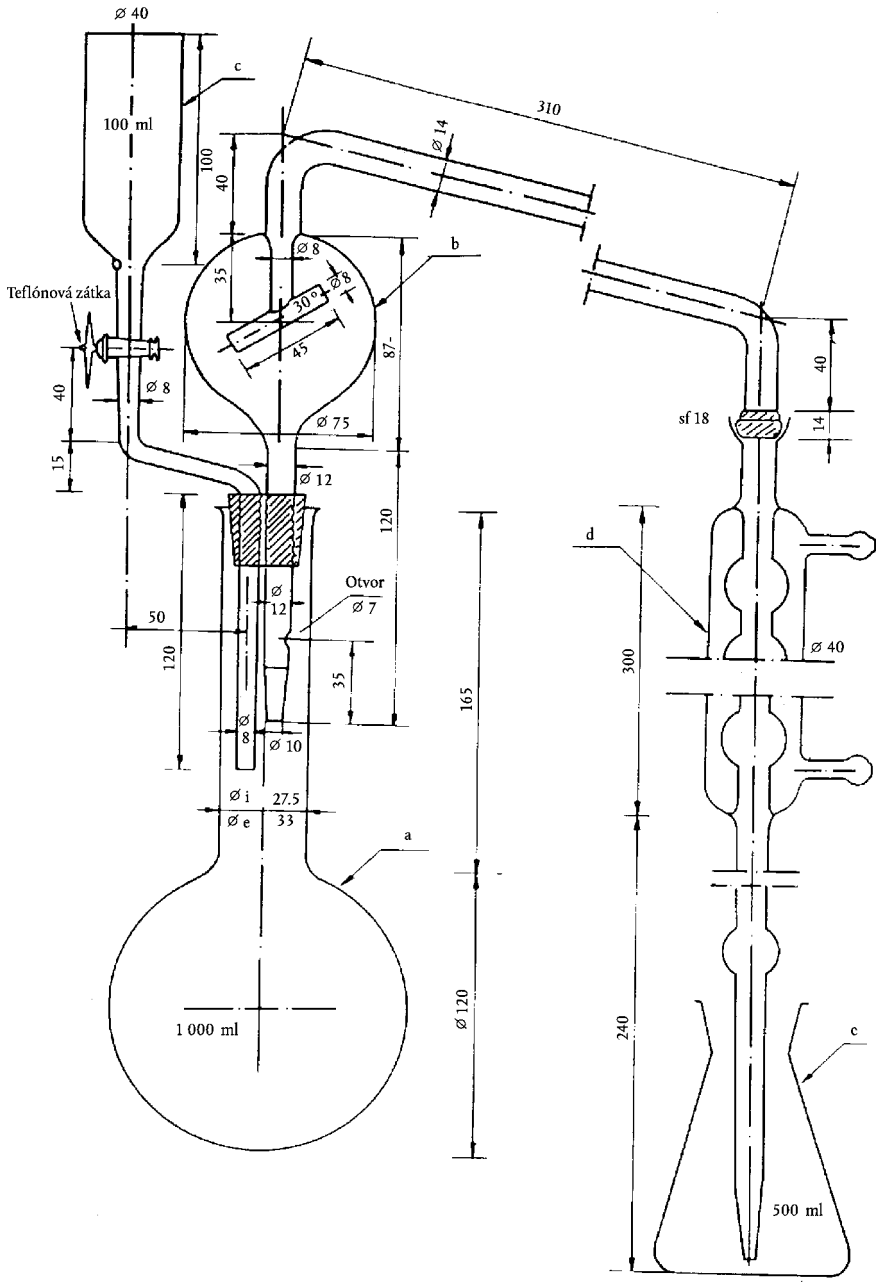
| Deklarované (% N) | Množstvo na váženie g) | Zriedenie (ml) | Roztok vzorky na destiláciu (ml) | Vyjadrenie výsledku (a) (% N = (50 – A) F) |
|---|---|---|---|---|
| 0 – 5 | 10 | 500 | 200 | (35 – A) × 0,175 |
| 5 – 10 | 10 | 500 | 100 | (35 – A) × 0,350 |
| 10 – 15 | 7 | 500 | 100 | (35 – A) × 0,500 |
| 15 – 20 | 5 | 500 | 100 | (35 – A) × 0,700 |
| 20 – 40 | 7 | 500 | 50 | (35 – A) × 1,400 |

▼B

| Deklarované (% N) | Množstvo na váženie g) | Zriedenie (ml) | Roztok vzorky na destiláciu (ml) | Vyjadrenie výsledku (a) (% N = (50 – A) F) |
|---|---|---|---|---|

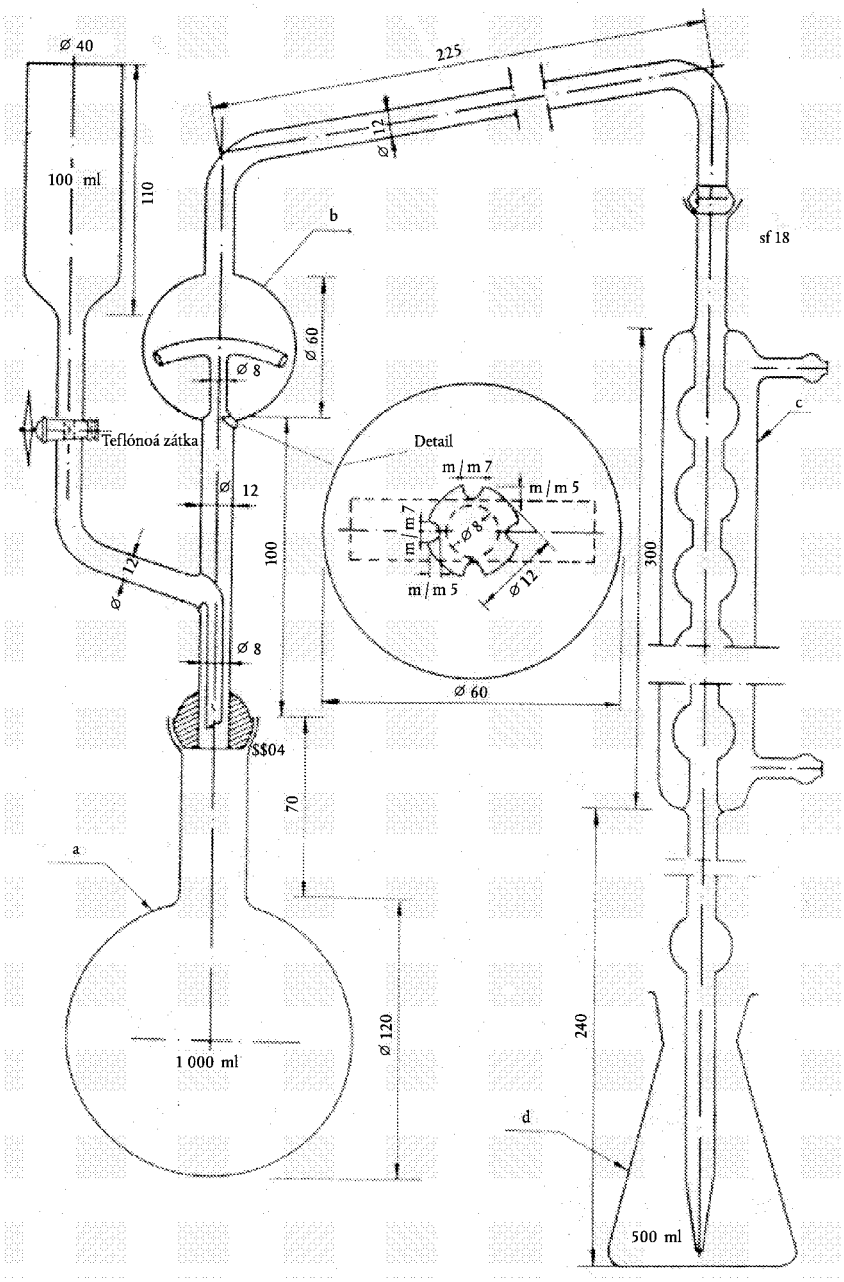
(a) Na účely vzťahu vyjadrujúceho výsledok:
— 50 alebo 35 = mililitre štandardného roztoku kyseliny sírovej, ktoré majú byť vložené do zbernej banky;
— A = mililitre hydroxidu sodného alebo draselného použité na spätnú titráciu;
— F = koeficient zahŕňajúci vážené množstvo, riedenie, alikvotnú časť roztoku vzorky, ktorá má byť destilovaná a volumetrický ekvivalent.

▼B


ø 40
c
100 ml
100
40
310
ø 14
b
ø 8
35
30°
45
87-
Teflónová zátka
40
ø 8
ø 75
15
ø 12
120
sf 18
40
14
d
Otvor
ø 12
ø 7
50
120
35
165
300
ø 40
ø 8
ø 10
ø i
27.5
ø e
33
a
1 000 ml
ø 120
240
c
500 ml

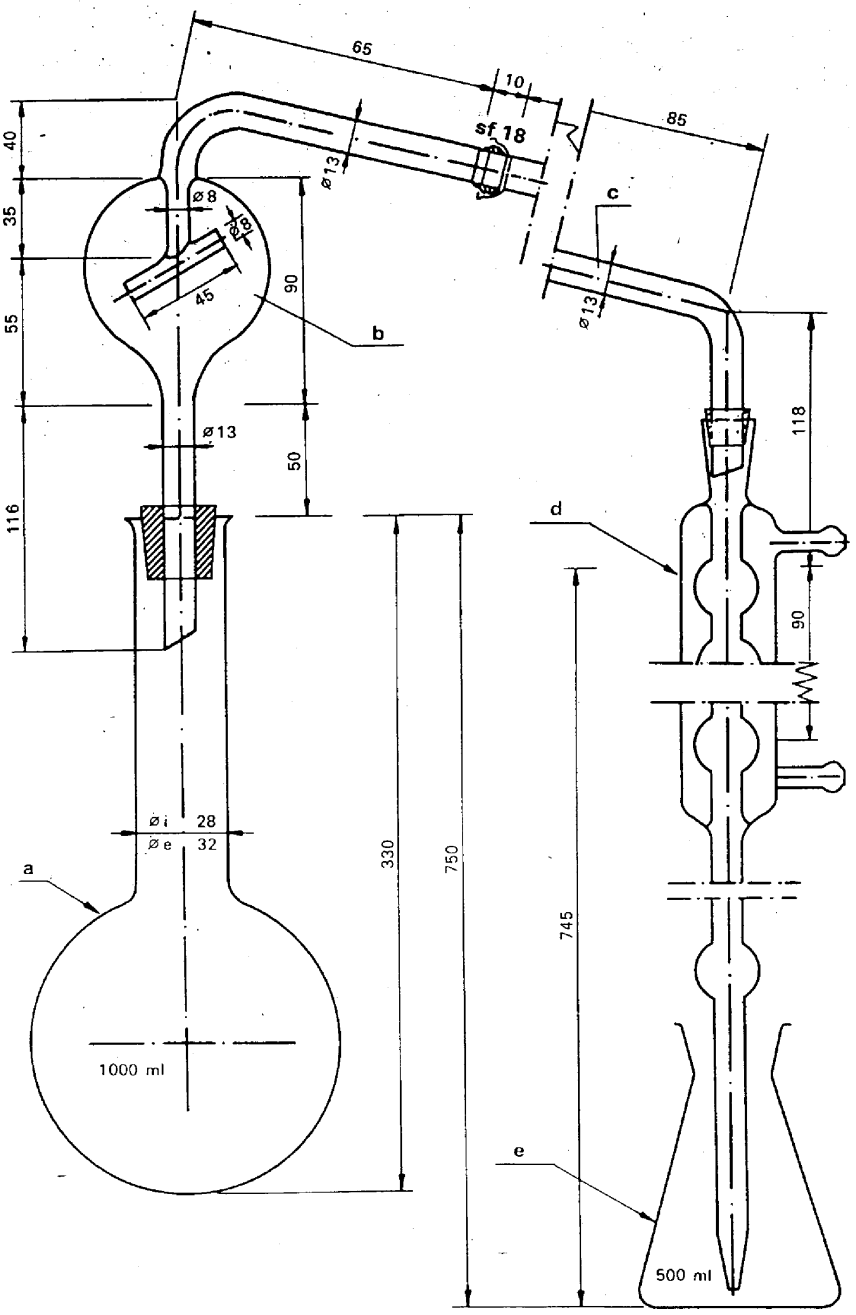
*Obrázok 1*

▼B


ø 40
100 ml
110
225
ø 12
b
sf 18
ø 60
ø 8
Teflónoá zátka
Detail
m / m 7
m / m 5
ø 8
ø 12
c
300
100
ø 12
ø 8
ø 60
S$04
70
a
ø 120
1 000 ml
240
d
500 ml

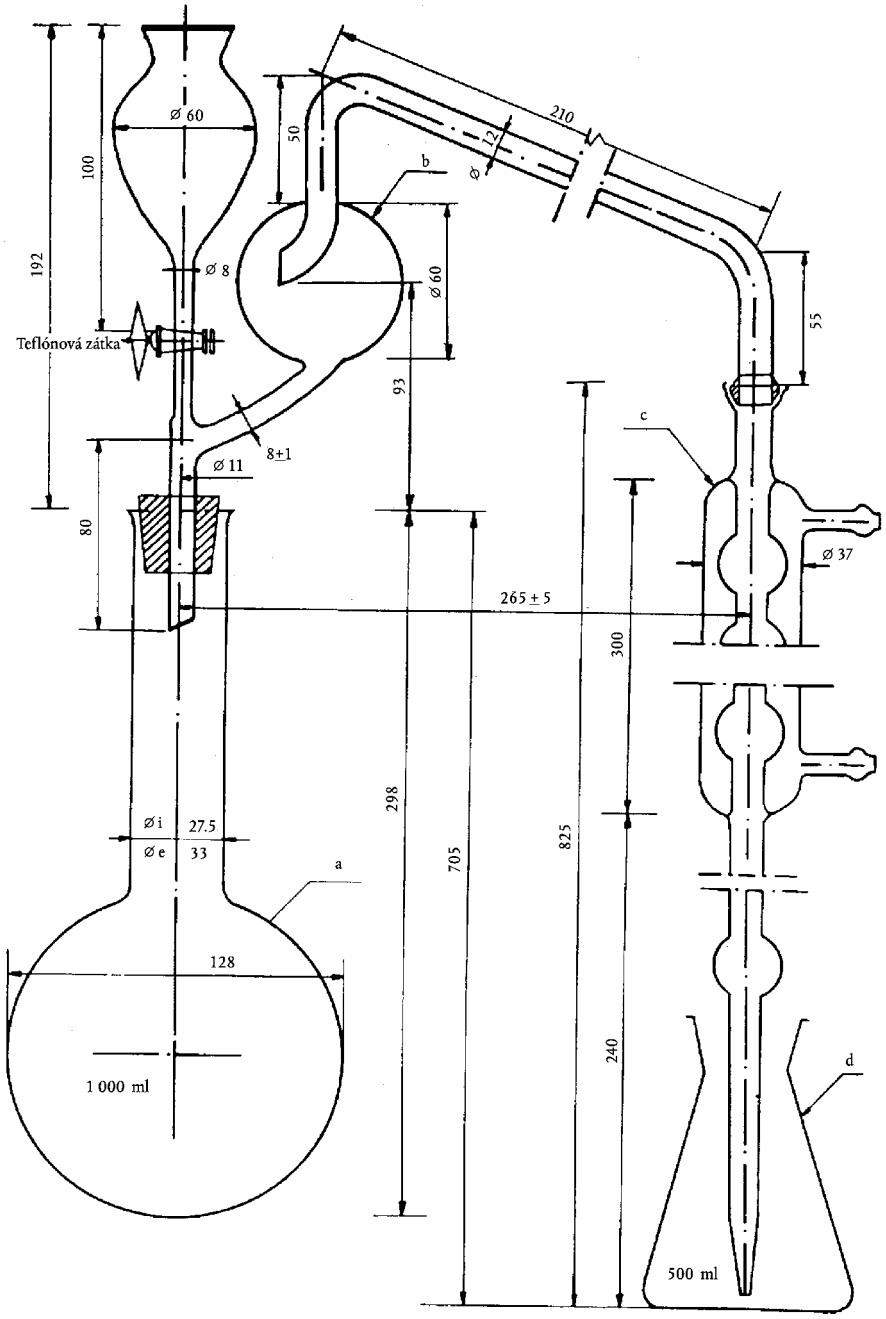
*Obrázok 2*

▼B


65
10
85
sf 18
ø13
c
ø8
ø8
45
90
b
ø13
40
35
55
116
ø13
50
118
d
90
ø i 28
ø e 32
a
330
750
745
1000 ml
e
500 ml

*Obrázok 3*

▼B



Ø 60
100
192
Ø 8
Teflónová zátka
50
b
Ø 60
93
210
12
Ø
55
c
8±1
Ø 11
80
Ø 37
265 ± 5
300
298
705
825
Ø i
27.5
Ø e
33
a
128
1 000 ml
240
d
500 ml


*Obrázok 4*

▼B

**Vysvetlivky k obrázkom 1, 2, 3 a 4**

*Obrázok 1*

a) Banka s okrúhlym dnom a dlhým hrdlom o objeme 1 000 ml.

b) Destilačná rúrka s rozstrekovacím nástavcom pripojená ku kondenzátoru guľovým spojom (č. 18) (guľový spoj na pripojenie kondenzátora je možné nahradiť vhodným gumeným spojom).

c) Lievik s teflónovou zátkou na pridávanie hydroxidu sodného (zátku je možné nahradiť gumeným pripojením so sponou).

d) Šesťdielny kondenzátor s guľovým spojom (č. 18) na vstupe a spojený na konci sklenej predĺženej rúrky pomocou malého gumeného spoja (keď je spojenie s destilačnou rúrkou vykonané pomocou gumenej rúrky, guľový spoj je možné nahradiť vhodným gumeným krytom).

e) Banka o objeme 500 ml na zber destilátu.

Zariadenie je vyrobené z bórkremičitého skla.

*Obrázok 2*

a) Banka s okrúhlym dnom a dlhým hrdlom o objeme 1 000 ml s guľovým spojom (č. 35).

b) Destilačná rúrka s rozstrekovacím nástavcom pripojená ku kondenzátoru guľovým spojom (č. 35) na vstupe a guľovým spojom (č. 18) na konci, pripojeným zboku na lievik s teflónovou zátkou na pridávanie hydroxidu sodného.

c) Šesťdielny kondenzátor s guľovým spojom (č. 18) na vstupe a spojený na konci sklenej predĺženej rúrky pomocou malého gumeného spoja.

d) Banka o objeme 500 ml na zber destilátu.

Zariadenie je vyrobené z bórkremičitého skla.

*Obrázok 3*

a) Banka s okrúhlym dnom a dlhým hrdlom o objeme 750 alebo 1 000 ml so zvonovitým vyústením.

b) Destilačná rúrka s rozstrekovacím nástavcom pripojená ku kondenzátoru guľovým spojom (č. 18) na konci.

c) Koleno rúrky s guľovým spojom (č. 18) na vstupe a odkvapkávacím kužeľom (spojenie s destilačnou rúrkou je možné urobiť pomocou gumenej rúrky namiesto guľového spoja).

d) Šesťdielny kondenzátor spojený na konci predĺženej sklenej rúrky pomocou malého gumeného spoja.

e) 500 ml banka na zber destilátu.

Zariadenie je vyrobené z bórkremičitého skla.

*Obrázok 4*

a) Banka s okrúhlym dnom a dlhým hrdlom o objeme 1 000 ml so zvonovitým vyústením.

b) Destilačná rúrka s rozstrekovacím nástavcom a guľovým spojom (č. 18) na konci, pripojeným zboku na lievik s teflónovou zátkou na pridávanie hydroxidu sodného (namiesto guľového spoja sa môže použiť vhodný gumený kryt; zátku je možné nahradiť gumeným spojom s vhodnou sponou).

c) Šesťdielny kondenzátor s guľovým spojom (č. 18) na vstupe a spojený s koncom sklenej predĺženej rúrky gumeným spojom (ak je spojenie s destilačnou rúrkou urobené pomocou gumenej rúrky, guľový spoj je možné nahradiť vhodným gumeným krytom).

d) 500 ml banka na zber destilátu.

Zariadenie je vyrobené z bórkremičitého skla.

▼B

Metódy 2.2

**Stanovenie dusičnanového a amoniakálneho dusíka**

Metódy 2.2.1

**Stanovenie dusičnanového a amoniakálneho dusíka podľa Ulscha**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia dusičnanového a amoniakálneho dusíka redukciou podľa Ulscha.

2. **Oblasť použitia**

Všetky dusíkaté hnojivá vrátane viaczložkových hnojív, v ktorých sa dusík nachádza výhradne iba vo forme dusičnanov alebo amónnych solí spolu s dusičnanmi.

3. **Princíp**

Redukcia dusičnanov a dusitanov na amoniak pomocou kovového železa a v kyslom prostredí a vytlačenie takto vytvoreného amoniaku pomocou nadbytku hydroxidu sodného; destilácia amoniaku a stanovenie výťažku amoniaku v známom objeme štandardného roztoku kyseliny sírovej. Titrácia nadbytku kyseliny pomocou štandardného roztoku hydroxidu sodného alebo draselného.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda vez oxidu uhličitého a všetkých zlúčenín dusíka.

4.1 Zriedená kyselina chlorovodíková: jeden objemový diel HCl ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) plus jeden objemový diel vody

4.2 Kyselina sírová: 0,1 mol/l

4.3 0,1 mol/l roztok hydroxidu draselného bez uhličitanov

4.4 Roztok kyseliny sírovej, približne 30 % $H_2SO_4$ (hmotnosť/objem), bez amoniaku

4.5 Práškové železo redukované vodíkom (predpísané množstvo železa musí byť schopné zredukovať aspoň 0,05 g dusičnanového dusíka)

4.6 Roztok hydroxidu sodného, približne 30 % NaOH ($d_{20}$ = 1,33 g/ml), bez amoniaku

4.7 *Indikačné roztoky*

4.7.1 Zmiešaný indikátor

Roztok A: rozpustiť 1 g metylovej červene v 37 ml 0,1 mol/l roztoku hydroxidu sodného a doliať do jedného litra vodou.

Roztok B: rozpustiť 1 g metylénovej modrej vo vode a doliať do jedného litra.

Zmiešať jeden objemový diel A s dvomi objemovými dielmi B.

Tento indikátor je v kyslom roztoku fialový, sivý v neutrálnom a zelený v zásaditom. Použiť 0,5 ml (10 kvapiek) tohto indikačného roztoku.

4.7.2 Indikačný roztok metylovej červene

Rozpustiť 0,1 g metylovej červene v 50 ml 95 % etanolu. Doliať do 100 ml vodou a v prípade potreby filtrovať.

Tento indikátor je možné použiť (štyri až päť kvapiek) namiesto predchádzajúceho.

4.8 Pemzové protinárazové granule, opláchnuté v kyseline chlorovodíkovej a kalcinované

4.9 Dusičnan sodný na analýzu

5. **Zariadenie**

Pozri metódu 2.1 „Stanovenie amoniakálneho dusíka“.

▼B

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1 „Príprava vzorky“.

7. **Analytická metóda**

7.1 *Príprava roztoku*

Pozri metódu 2.1 „Stanovenie amoniakálneho dusíka“.

7.2 *Postup*

Umiestniť do zbernej banky presne odmerané množstvo 50 ml štandardnej kyseliny sírovej podľa tabuľky 1 metódy 2.1 (variant a) a pridať primerané množstvo zvoleného indikačného roztoku 4.7.1 alebo 4.7.2. Koniec predĺženej rúrky kondenzátora musí byť pod hladinou štandardnej kyseliny v zbernej banke.

Pomocou presnej pipety preliať podľa údajov z tabuľky 1 metódy 2.1 (variant a) alikvotnú časť čistého roztoku do destilačnej banky zariadenia. Pridať 350 ml vody, 20 ml 30 % roztoku kyseliny sírovej (4.4), premiešať a pridať 5 g redukovaného železa (4.5). Umyť hrdlo banky s niekoľkými mililitrami vody a umiestniť naň malý lievik s dlhým hrdlom. Hodinu ohrievať v kúpeli s vriacou vodou a potom hrdlo lievika umyť v niekoľkých mililitroch vody.

Dbať na to, aby sa zabránilo akejkoľvek strate amoniaku, pridať k obsahu destilačnej banky 50 ml roztoku koncentrovaného hydroxidu sodného (4.6) alebo v prípadoch, keď bolo použitých 20 ml kyseliny chlorovodíkovej (1 + 1) (4.1) na rozpustenie skúšobnej vzorky, pridať 60 ml roztoku koncentrovaného hydroxidu sodného (4.6). Namontovať destilačné zariadenie. Destilovať amoniak podľa postupu uvedeného v metóde 2.1.

7.3 *Skúška naslepo*

Urobiť slepú skúšku (bez vzorky) za tých istých podmienok a odvolať sa na ňu pri výpočte konečného výsledku.

7.4 *Kontrolná skúška*

Pred vykonaním analýz skontrolovať, či zariadenie funguje správne a či sa používa správnym spôsobom metóda, použijúc alikvotnú časť čerstvo pripraveného roztoku dusičnanu sodného (4.9) obsahujúceho 0,045 až 0,050 g dusíka.

8. **Vyjadrenie výsledku**

Vyjadriť výsledok analýzy ako percento dusičnanového dusíka alebo amoniakálneho a dusičnanového dusíka v hnojive v stave, v akom bolo prijaté na analýzu.

Metóda 2.2.2

**Stanovenie dusičnanového a amoniakálneho dusíka podľa Arnda**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia dusičnanového a amoniakálneho dusíka redukciou podľa Arnda (prispôsobenej pre každý z variantov *a*, *b* a *c*).

2. **Oblasť použitia**

Pozri metóda 2.2.1.

3. **Princíp**

Redukcia dusičnanov a dusitanov na amoniak v neutrálnom vodnom roztoku pomocou kovovej zliatiny zloženej zo 60 % Cu a 40 % Mg (Arndova zliatina) v prítomnosti chloridu horečnatého ($MgCl_2$).

Destilácia amoniaku a stanovenie výťažku amoniaku v známom objeme štandardného roztoku kyseliny sírovej. Titrácia nadbytku kyseliny pomocou štandardného roztoku hydroxidu sodného alebo draselného.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého a všetkých zlúčenín dusíka.

▼B

4.1 Zriedená kyselina chlorovodíková: jeden objemový diel HCl ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) plus jeden objemový diel vody

4.2 Kyselina sírová: 0,1 mol/l

4.3 roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,1 mol/l } pre variant a)

4.4. Kyselina sírová: 0,2 mol/l

4.5. roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,2 mol/l } pre variant b) (pozri pozn. 2, metóda 2.1)

4.6. Kyselina sírová: 0,5 mol/l

4.7. roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,5 mol/l } pre variant c) (pozri pozn. 2, metóda 2.1)

4.8 Roztok hydroxidu sodného: približne 2 mol/l

4.9 Arndova zliatina na analýzu: v takom prášku, aby prešiel sitom s otvormi menšími ako 1 mm štvorcový

4.10 *20 % roztok chloridu horečnatého*

Rozpustiť 200 g chloridu horečnatého ($MgCl_2.6H_2O$) v približne 600 až 700 ml vody v litrovej banke s plochým dnom. Aby sa zabránilo speneniu, pridať 15 g síranu horečnatého ($MgSO_4.7H_2O$).

Po rozpustení pridať 2 g oxidu horečnatého a niekoľko protinárazových granúl pemzy a skoncentrovať suspenziu do 200 ml varom, čím sa vytlačia akékoľvek stopy amoniaku z činidiel. Ochladiť, doplniť objem do jedného litra a filtrovať.

4.11 *Indikačné roztoky*

4.11.1 Zmiešaný indikátor

Roztok A: rozpustiť 1 g metylovej červene v 37 ml 0,1 mol/l roztoku hydroxidu sodného a doliať do jedného litra vodou.

Roztok B: rozpustiť 1 g metylénovej modrej vo vode a doliať do jedného litra.

Zmiešať jeden objemový diel A s dvomi objemovými dielmi B.

Tento indikátor je v kyslom roztoku fialový, sivý v neutrálnom a zelený v zásaditom. Použiť 0,5 ml (10 kvapiek).

4.11.2 Indikačný roztok metylovej červene

Rozpustiť 0,1 g metylovej červene v 50 ml 95 % etanolu. Doliať do 100 ml vodou a v prípade potreby filtrovať. Tento indikátor je možné použiť (štyri až päť kvapiek) namiesto predchádzajúceho.

4.11.3 Indikačný roztok kongočervene

Rozpustiť 3 g kongočervene v jednom litri teplej vody a po ochladení prefiltrovať, ak je to potrebné. Tento indikátor môže byť použitý namiesto oboch vyššie popísaných pri neutralizácii kyslých extraktov pred destiláciou, použijúc 0,5 ml na 100 ml neutralizovanej kvapaliny.

4.12. Pemzové protinárazové granule, opláchnuté v kyseline chlorovodíkovej a kalcinované

4.13. Dusičnan sodný na analýzu

5. **Zariadenie**

Pozri metódu 2.1 „Stanovenie amoniakálneho dusíka“.

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

▼B

7. **Analytická metóda**

7.1 *Príprava roztoku na analýzu*

Pozri metódu 2.1 „Stanovenie amoniakálneho dusíka“.

7.2 *Analýza roztoku*

Podľa zvoleného variantu umiestniť do zbernej banky namerané množstvo štandardnej kyseliny sírovej podľa tabuľky 1 metódy 2.1. Pridať primerané množstvo zvoleného indikačného roztoku (4.11.1 alebo 4.11.2) a napokon dostatočný objem vody, aby sa získal objem aspoň 50 ml. Koniec predĺženej rúrky kondenzátora musí byť pod hladinou roztoku.

Pomocou presnej pipety zobrať podľa tabuľky 1 alikvotnú časť čistého roztoku. Umiestniť ho do destilačnej banky.

Pridať dostatok vody, aby sa získal celkový objem približne 350 ml (pozri poznámku 1), 10 g Arndovej zliatiny (4.9), 50 ml roztoku chloridu horečnatého (4.10) a niekoľko úlomkov pemzy (4.12). Rýchlo pripojiť banku na destilačné zariadenie. Opatrne zohrievať asi 30 minút. Potom zintenzívniť ohrev, aby sa amoniak destiloval. Pokračovať v destilácii približne hodinu. Zvyšok v banke by potom mal mať sirupovitú konzistenciu. Po ukončení destilácie titrovať nadbytočnú kyselinu podľa postupu v metóde 2.1.

Poznámka 1

Ak je roztok vzorky kyslý (pridaním 20 ml HCl (4.1) na jej rozpustenie), alikvotná časť odobratá na analýzu sa neutralizuje týmto spôsobom: do destilačnej banky obsahujúcej túto odobratú alikvotnú časť pridať približne 250 ml vody, potrebné množstvo jedného z indikátorov (4.11.1, 4.11.2 a 4.11.3) a opatrne pretrepať.

Neutralizovať s 2 mol/l roztokom hydroxidu sodného (4.8) a opäť okysliť kvapkou kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Potom postupovať tak, ako je to uvedené v bode 7.2 (druhý riadok).

7.3 *Skúška naslepo*

Urobiť skúšku naslepo (bez vzorky) za tých istých podmienok a odvolať sa na ňu pri výpočte konečného výsledku.

7.4 *Kontrolná skúška*

Pred vykonaním analýz skontrolovať, či zariadenie funguje správne a či sa správnym spôsobom používa metóda, použijúc alikvotnú časť čerstvo pripraveného roztoku dusičnanu sodného (4.13) obsahujúceho 0,050 až 0,150 g dusičnanového dusíka v závislosti od zvoleného variantu.

8. **Vyjadrenie výsledku**

Pozri metódu 2.2.1.

Metóda 2.2.3

**Stanovenie dusičnanového a amoniakálneho dusíka podľa Devarda**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia dusičnanového a amoniakálneho dusíka redukciou podľa Devarda (prispôsobenej pre každý z variantov *a, b* a *c*).

2. **Oblasť použitia**

Pozri metóda 2.2.1.

3. **Princíp**

Redukcia dusičnanov a dusitanov na amoniak v silne alkalickom roztoku pomocou kovovej zliatiny zloženej zo 45 % Al, 5 % Zn a 50 % Cu (Devardova zliatina). Destilácia amoniaku a stanovenie výťažku v známom objeme štandardného roztoku kyseliny sírovej; titrácia nadbytku kyseliny sírovej pomocou štandardného roztoku hydroxidu sodného alebo draselného.

▼B

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého a všetkých zlúčenín dusíka.

4.1 Zriedená kyselina chlorovodíková: jeden objemový diel HCl ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) plus jeden objemový diel vody

4.2 Kyselina sírová: 0,1 mol/l

4.3 roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,1 mol/l } pre variant a)

4.4. Kyselina sírová: 0,2 mol/l

4.5. roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,2 mol/l } pre variant b) (pozri pozn. 2, metóda 2.1)

4.6. Kyselina sírová: 0,5 mol/l

4.7. roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,5 mol/l } pre variant c) (pozri pozn. 2, metóda 2.1)

4.8 *Devardova zliatina na analýzu*

V takom prášku, aby 90 až 100 % prešlo sitom s otvormi menšími ako 0,25 mm štvorcového, 50 až 75 % prešlo sitom otvormi menšími ako 0,075 mm štvorcového.

Odporúčajú sa predpripravené fľaše obsahujúce maximálne 100 g.

4.9 Roztok hydroxidu sodného, približne 30 % NaOH ($d_{20}$ = 1,33 g/ml), bez amoniaku

4.10 *Indikačné roztoky*

4.10.1 Zmiešaný indikátor

Roztok A: rozpustiť 1 g metylovej červene v 37 ml 0,1 mol/l roztoku hydroxidu sodného a doliať do jedného litra vodou.

Roztok B: rozpustiť 1 g metylénovej modrej vo vode a doliať do jedného litra.

Zmiešať jeden objemový diel A s dvomi objemovými dielmi B.

Tento indikátor je v kyslom roztoku fialový, sivý v neutrálnom a zelený v zásaditom. Použiť 0,5 ml (10 kvapiek).

4.10.2 Indikačný roztok metylovej červene

Rozpustiť 0,1 g metylovej červene v 50 ml 95 % etanolu. Doliať do 100 ml vodou a v prípade potreby filtrovať.

Tento indikátor je možné použiť (štyri až päť kvapiek) namiesto predchádzajúceho.

4.11 Etanol, 95 až 96 %

4.12 Dusičnan sodný na analýzu

5. **Zariadenie**

Pozri metódu 2.1.0

5.1 Destilačné zariadenie pozostávajúce z banky s okrúhlym dnom vhodného objemu napojenej na destilačnú rúrku pomocou rozstrekovacieho nástavca vybaveného lapačom bublín na zbernej banke tak, aby sa zabránilo akejkoľvek strate amoniaku.

Typ zariadenia schválený na toto stanovenie je znázornený na obrázku 5 s uvedením všetkých konštrukčných prvkov.

5.2 Pipety: 10 ml, 20 ml, 25 ml, 50 ml, 100 ml a 200 ml

5.3 Banka s volumetrickou ryskou: 500 ml

5.4 Rotačná trepačka (35 až 40 otáčok za minútu)

▼B

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Príprava roztoku na analýzu*

Pozri metódu 2.1 „Stanovenie amoniakálneho dusíka“.

7.2 *Analýza roztoku*

Množstvo dusičnanového dusíka prítomné v alikvotnej časti roztoku nesmie prekročiť maximálne množstvo uvedené v tabuľke 1.

Podľa zvoleného variantu umiestniť do zbernej banky presne namerané množstvo štandardnej kyseliny sírovej podľa tabuľky 1. Pridať primerané množstvo zvoleného indikačného roztoku (4.10.1 alebo 4.10.2) a napokon dostatočný objem vody na dosiahnutie objemu aspoň 50 ml. Koniec predĺženej rúrky kondenzátora musí byť pod hladinou roztoku. Lapač bublín naplniť destilovanou vodou.

Pomocou presnej pipety zobrať podľa tabuľky 1 metódy 2.1 alikvotnú časť čistého roztoku. Umiestniť ho do destilačnej banky.

Pridať dostatok vody aby sa získal celkový objem približne 250 až 300 ml, 5 ml etanolu (4.11) a 4 g Devardovej zliatiny (4.8) (pozri poznámku 2).

Pri rešpektovaní nevyhnutných opatrení potrebných na zabránenie straty amoniaku, pridať do banky asi 30 ml 30 % roztoku hydroxidu sodného (4.9) a napokon, v prípade kyslého roztoku vzorky pridať dodatočné množstvo postačujúce na neutralizáciu kyseliny chlorovodíkovej (4.1) prítomnej v alikvotnej časti odobratej na analýzu. Pripojiť destilačnú banku k zariadeniu a zaistiť tesnosť spojov. Opatrne banku pretrepať, aby sa obsah pomiešal.

Opatrne zohrievať, aby uvoľňovanie vodíka v priebehu približne polhodiny znateľne zoslablo a aby kvapalina začala vrieť. Pokračovať v destilácii, zintenzívniť ohrev tak, aby aspoň 200 ml kvapaliny predestilovalo približne za 30 minút (nepredlžovať destiláciu na čas dlhší ako 45 minút).

Po skončení destilácie odpojiť zbernú banku od zariadenia, opatrne umyť predĺženú rúrku a lapač bublín a pozbierať oplach do titračnej banky. Titrovať nadbytočnú kyselinu podľa postupu v metóde 2.1.

Poznámka 2

V prítomnosti takých vápenatých solí ako dusičnan vápenatý a dusičnan vápenato-amónny je potrebné pridať pred destiláciou na každý gram vzorky prítomnej v alikvotnej časti 0,700 g dihydrátu hydrogénfosforečnanu sodného ($Na_2HPO_4.2H_2O$), aby sa zabránilo tvorbe $Ca(OH)_2$.

7.3 *Skúška naslepo*

Urobiť slepú skúšku (bez vzorky) za tých istých podmienok a odvolať sa na ňu pri výpočte konečného výsledku.

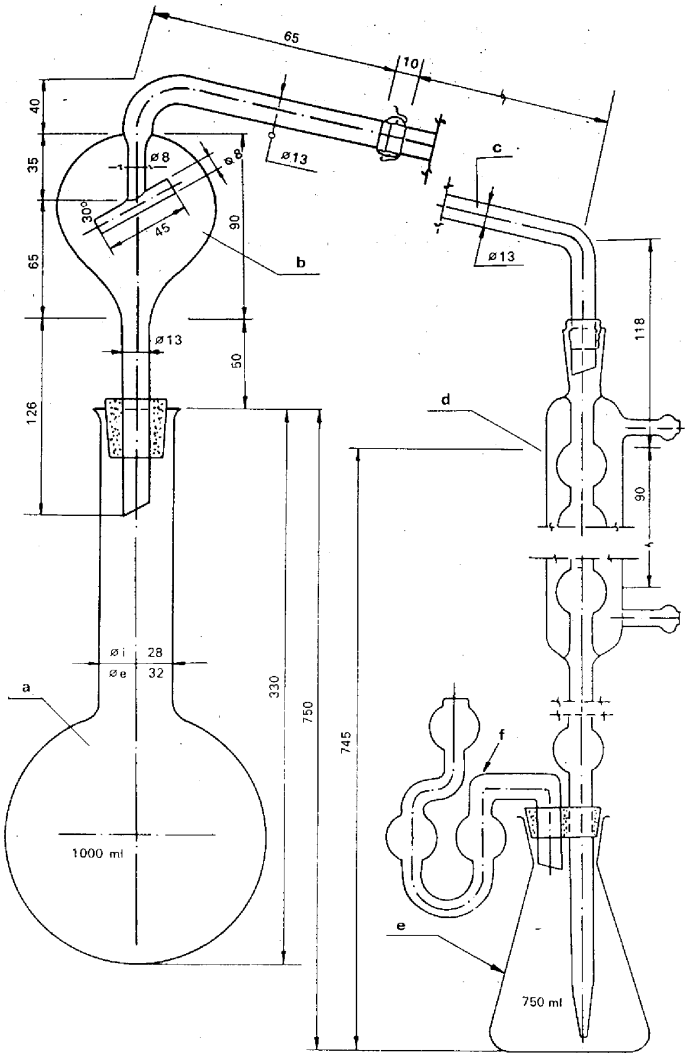
7.4 *Kontrolná skúška*

Pred vykonaním analýz skontrolovať, či zariadenie funguje správne a či sa metóda používa správnym spôsobom, s použitím alikvotnej časti čerstvo pripraveného roztoku dusičnanu sodného (4.12) obsahujúceho 0,050 až 0,150 g dusičnanového dusíka, v závislosti od zvoleného variantu.

8. **Vyjadrenie výsledku**

Pozri metódu 2.2.1.

▼B




*Obrázok 5*

Vysvetlivky k obrázku 5

a) Banka s okrúhlym dnom a dlhým hrdlom o objeme 750 (1 000 ml) so zvonovitým vyústením.

b) Destilačná rúrka s rozstrekovacím nástavcom a guľovým spojom (č. 18) na konci.

c) Koleno rúrky s guľovým spojom (č. 18) na vstupe a odkvapkávacím kužeľom na konci (spojenie môže byť urobené pomocou gumenej rúrky namiesto guľového spoja).

d) Šesťdielny kondenzátor s predĺženou rúrkou namontovanou na gumenom kryte, ktorý drží lapač bublín.

e) 750 ml banka, v ktorej sa zbiera destilát.

f) Lapač bublín zabraňujúci stratám amoniaku.

Zariadenie je vyrobené z bórkremičitého skla.

▼B

Metóda 2.3

**Stanovenie celkového dusíka**

Metóda 2.3.1

**Stanovenie dusíka spolu v kyánamide vápenatom neobsahujúcom dusičnany**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia dusíka spolu v kyánamide vápenatom bez obsahu dusičnanov.

2. **Oblasť použitia**

Výhradne na kyánamid vápenatý (bez dusičnanov).

3. **Princíp**

Po Kjeldahlovom vylúhovaní sa vytvorený amoniakálny dusík vytlačí pomocou hydroxidu sodného, nahromadeného a stanoveného v štandardom roztoku kyseliny sírovej.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda vez oxidu uhličitého a všetkých zlúčenín dusíka.

4.1. Zriedená kyselina sírová ($d_{20}$ = 1,54 g/ml): jeden objemový diel kyseliny sírovej ($d_{20}$ = 1,84 g/ml) plus jeden objemový diel vody

4.2. Síran draselný na analýzu

4.3. Oxid meďnatý (CuO): 0,3 až 0,4 g na každú analýzu alebo ekvivalentné množstvo pentahydrátu síranu meďnatého ($CuSO_4.5H_2O$) od 0,95 do 1,25 g na každú analýzu

4.4. Hydroxid sodný, približne 30 % NaOH ($d_{20}$ = 1,33 g/ml) bez amoniaku

4.5. Kyselina sírová: 0,1 mol/l

4.6. roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,1 mol/l } pre variant a) (pozri metóda 2.1)

4.7. Kyselina sírová: 0,2 mol/l

4.8. roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,2 mol/l } pre variant b) (pozri pozn. 2, metóda 2.1)

4.9. Kyselina sírová: 0,5 mol/l

4.10. roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,5 mol/l } pre variant c) (pozri pozn. 2, metóda 2.1)

4.11. *Indikačné roztoky*

4.11.1. Zmiešaný indikátor

Roztok A: rozpustiť 1 g metylovej červene v 37 ml 0,1 mol/l roztoku hydroxidu sodného a doliať do jedného litra vodou.

Roztok B: rozpustiť 1 g metylénovej modrej vo vode a doliať do jedného litra.

Zmiešať jeden objemový diel A s dvomi objemovými dielmi B.

Tento indikátor je v kyslom roztoku fialový, sivý v neutrálnom a zelený v zásaditom. Použiť 0,5 ml (10 kvapiek).

4.11.2. Indikačný roztok metylovej červene

Rozpustiť 0,1 g metylovej červene v 50 ml 95 % etanolu a doliať do 100 ml vodou. V prípade potreby filtrovať. Tento indikátor je možné použiť (štyri až päť kvapiek) namiesto predchádzajúceho.

4.12. Pemzové protinárazové granule, opláchnuté v kyseline chlorovodíkovej a kalcinované

▼B

4.13. Tiokyanát draselný na analýzu

5. **Zariadenie**

5.1. Destilačné zariadenie podľa metódy 2.1 „Stanovenie amoniakálneho dusíka“.

5.2. Kjeldahlova banka s dlhým hrdlom o vhodnom objeme

5.3. Pipety: 50 ml, 100 ml a 200 ml

5.4. Banka o objeme 250 ml s volumetrickou ryskou

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1. *Príprava roztoku na analýzu*

Odvážiť 1 g vzorky s presnosťou na 0,001 g a vložiť ju do Kjeldahlovej banky. Pridať 50 ml zriedenej kyseliny sírovej (4.1), 10 až 15 g síranu draselného (4.2) a predpísaný katalyzátor (4.3). Pomaly zohriať, aby sa vypudila voda, nechať jemne variť počas dvoch hodín, nechať vychladnúť a zriediť so 100 až 150 ml vody. Opäť ochladiť, kvantitatívne preliať suspenziu do 250 ml banky s volumetrickou ryskou, doliať na objem vodou, zamiešať a prefiltrovať cez suchý filter do suchej banky.

7.2. *Analýza roztoku*

Preliať pipetou podľa zvoleného variantu (pozri metóda 2.1) 50, 100 alebo 200 ml takto získaného roztoku a destilovať amoniak podľa postupu popísaného v metóde 2.1, pridávajúc dostatočné množstvo roztoku NaOH (4.4), aby sa zabezpečil značný nadbytok.

7.3. *Skúška naslepo*

Urobiť skúšku naslepo (bez vzorky) za tých istých podmienok a odvolať sa na ňu pri výpočte konečného výsledku.

7.4. *Kontrolná skúška*

Pred vykonaním analýz skontrolovať, či zariadenie funguje správne a či sa metóda používa správnym spôsobom, použijúc alikvotnú časť čerstvo pripraveného roztoku tiokyanátu draselného (4.13) približiac sa ku koncentrácii dusíka vo vzorke.

8. **Vyjadrenie výsledku**

Vyjadriť výsledok analýzy ako percento dusíka (N) v hnojive v stave, v akom bolo prijaté na analýzu.

Variant a: % N = (50 – A) × 0,7

Variant b: % N = (50 – A) × 0,7

Variant c: % N = (35 – A) × 0,875

Metóda 2.3.2

**Stanovenie dusíka spolu v kyánamide vápenatom obsahujúcom dusičnany**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia dusíka spolu v kyánamide vápenatom.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí pre kyánamid vápenatý obsahujúci dusičnany.

3. **Princíp**

Priame použitie Kjeldahlovej metódy nie je možné na kyánamid vápenatý obsahujúci dusičnany. Preto sa dusičnanový dusík zredukuje na amoniak pomocou kovového železa a chloridu cínatého pred Kjeldahlovým lúhovaním.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda vez oxidu uhličitého a všetkých zlúčenín dusíka.

▼B

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

4.2. Práškové železo zredukované vodíkom.

4.3. Síran draselný v jemnom prášku na analýzu

4.4. Kyselina sírová: 0,1 mol/l

4.5. roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,1 mol/l

} pre variant a) (pozri metóda 2.1)

4.6. Kyselina sírová: 0,2 mol/l

4.7. roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,2 mol/l

} pre variant b) (pozri pozn. 2, metóda 2.1)

4.8. Kyselina sírová: 0,5 mol/l

4.9. roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,5 mol/l

} pre variant c) (pozri pozn. 2, metóda 2.1)

4.10. *Indikačné roztoky*

4.10.1. Zmiešaný indikátor

Roztok A: rozpustiť 1 g metylovej červene v 37 ml 0,1 mol/l roztoku hydroxidu sodného a doliať do jedného litra vodou.

Roztok B: rozpustiť 1 g metylénovej modrej vo vode a doliať do jedného litra.

Zmiešať jeden objemový diel A s dvomi objemovými dielmi B.

Tento indikátor je v kyslom roztoku fialový, sivý v neutrálnom a zelený v zásaditom. Použiť 0,5 ml (10 kvapiek).

4.10.2. Indikačný roztok metylovej červene

Rozpustiť 0,1 g metylovej červene v 50 ml 95 % etanolu a doliať do 100 ml vodou a v prípade potreby filtrovať. Tento indikátor je možné použiť (štyri až päť kvapiek) namiesto predchádzajúceho.

4.11. *Roztok chloridu cínatého*

Rozpustiť 120 g $SnCl_2.2H_2O$ v 400 ml koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) a doplniť vodou na objem jedného litra. Roztok musí byť úplne číry a pripravený bezprostredne pred použitím. Je dôležité skontrolovať redukčný potenciál chloridu cínatého.

Poznámka

Rozpustiť 0,5 g $SnCl_2.2H_2O$ v 2 ml koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) a doplniť vodou na objem 50 ml. Potom pridať 5 g Rochellovej soli (vínan sodnodraselný) a dostatočné množstvo hydrogénuhličitanu sodného na analýzu roztoku tak, aby sa ukázala zásaditá reakcia pri skúške lakmusovým papierikom.

Titrovať s 0,1 mol/l roztokom jódu v prítomnosti škrobového roztoku ako indikátora.

1 ml 0,1 mol/l roztoku jódu zodpovedá 0,01128 g $SnCl_2.2H_2O$.

Aspoň 80 % celkového cínu prítomného v takto pripravenom roztoku musí byť v dvojmocnej forme. Na titráciu by sa malo použiť aspoň 35 ml 0,1 mol/l roztoku jódu.

4.12. Roztok hydroxidu sodného obsahujúci približne 30 % NaOH ($d_{20}$ = 1,33 g/ml) bez amoniaku

4.13. *Štandardný dusičnanovo-amoniakový roztok*

Odvážiť 2,5 g dusičnanu draselného na analýzu a 10,16 g síranu amónneho na analýzu a vložiť ich do 250 ml banky s volumetrickou ryskou. Rozpustiť vo vode a doplniť na objem 250 ml. 1 ml tohto roztoku obsahuje 0,01 g dusíka.

4.14. Pemzové protinárazové granule, opláchnuté v kyseline chlorovodíkovej a kalcinované

▼B

5. **Zariadenie**

Pozri metódu 2.3.1.

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1. *Príprava roztoku na analýzu*

Odvážiť 1 g vzorky s presnosťou na 0,001 g a vložiť ju do Kjeldahlovej banky. Pridať 0,5 g práškového železa (4.2) a 50 ml roztoku chloridu cínatého (4.11), premiešať a nechať polhodinu odstáť. Počas státia opäť po 10 a po 20 minútach premiešať. Potom pridať 10 g síranu draselného (4.3) a 30 ml kyseliny sírovej (4.1). Variť a udržať proces hodinu po objavení sa bielych dymov. Nechať vychladnúť a zriediť so 100 až 150 ml vody. Kvantitatívne preliať suspenziu do 250 ml banky s volumetrickou ryskou, ochladiť a doliať na objem vodou, zamiešať a prefiltrovať cez suchý filter do suchej banky. Namiesto sifónovania suspenzie na využitie variantu *a, b* alebo *c* podľa metódy 2.1, amoniakálny dusík v tomto roztoku sa môže destilovať aj priamo, po pridaní dostatočného množstva hydroxidu sodného zaisťujúceho rozsiahly nadbytok (4.12).

7.2. *Analýza roztoku*

Preliať pipetou podľa variantu a, b alebo c použitého v metóde 2.1 50, 100 alebo 200 ml takto získaného roztoku. Destilovať amoniak podľa postupu opísaného v metóde 2.1 a dbať pritom na pridávanie dostatočného množstva roztoku hydroxidu sodného (4.12) do destilačnej banky, aby sa zabezpečil značný nadbytok.

7.3. *Skúška naslepo*

Urobiť skúšku naslepo (bez vzorky) za tých istých podmienok a odvolať sa na ňu pri výpočte konečného výsledku.

7.4. *Kontrolná skúška*

Pred vykonaním analýz skontrolovať, či zariadenie funguje správne a či sa metóda používa správnym spôsobom, so štandardným roztokom (4.13) obsahujúcim množstvá amoniakálneho a dusičnanového dusíka porovnateľné s kyánamidovým a dusičnanovým dusíkom obsiahnutým v kyánamide vápenatom s obsahom dusičnanov.

Na tento účel naliať do Kjeldahlovej banky 20 ml štandardného roztoku (4.13).

Urobiť analýzu podľa postupu opísaného v 7.1 a 7.2.

8. **Vyjadrenie výsledku**

Výsledok analýzy musí byť vyjadrený ako percento celkového dusíka (N) v hnojive v stave, v akom bolo prijaté na analýzu.

Variant a: % N = (50 – A) × 0,7

Variant b: % N = (50 – A) × 0,7

Variant c: % N = (35 – A) × 0,875

Metóda 2.3.3

**Stanovenie celkového dusíka v močovine**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia celkového dusíka v močovine.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí výlučne pre hnojivá na báze močoviny neobsahujúce dusičnany.

▼B

3. **Princíp**

Močovina sa kvantitatívne zmení na amoniak varením v prítomnosti kyseliny sírovej. Takto získaný amoniak sa destiluje v zásaditom prostredí, pričom destilát sa zbiera pri nadbytku štandardnej kyseliny sírovej. Nadbytočná kyselina sa titruje pomocou štandardného alkalického roztoku.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda vez oxidu uhličitého a všetkých zlúčenín dusíka.

4.1 Kyselina sírová ($d_{20}$ = 1,84 g/ml)

4.2 Roztok hydroxidu sodného, približne 30 % ($d_{20}$ = 1,33 g/ml), bez amoniaku

4.3 yselina sírová: 0,1 mol/l

4.4 oztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,1 mol/l

} pre variant a) (pozri metóda 2.1)

4.5 yselina sírová: 0,2 mol/l

4.6 oztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,2 mol/l

} pre variant b) (pozri pozn. 2, metóda 2.1)

4.7 yselina sírová: 0,5 mol/l

4.8 roztok hydroxidu sodného alebo draselného bez uhličitanov: 0,5 mol/l

} pre variant c) (pozri pozn. 2, metóda 2.1)

4.9 *Indikačné roztoky*

4.9.1 Zmiešaný indikátor

Roztok A: rozpustiť 1 g metylovej červene v 37 ml 0,1 mol/l roztoku hydroxidu sodného a doliať do jedného litra vodou.

Roztok B: rozpustiť 1 g metylénovej modrej vo vode a doliať do jedného litra.

Zmiešať jeden objemový diel A s dvomi objemovými dielmi B.

Tento indikátor je v kyslom roztoku fialový, sivý v neutrálnom a zelený v zásaditom. Použiť 0,5 ml (10 kvapiek).

4.9.2 Indikačný roztok metylovej červene

Rozpustiť 0,1 g metylovej červene v 50 ml 95 % etanolu a doliať vodou do 100 ml. V prípade potreby filtrovať. Tento indikátor je možné použiť (štyri až päť kvapiek) namiesto predchádzajúceho.

4.10 Pemzové protinárazové granule, opláchnuté v kyseline chlorovodíkovej a kalcinované

4.11 Močovina na analýzu

5. **Zariadenie**

5.1 Destilačné zariadenie, pozri metóda 2.1 „Stanovenie amoniakálneho dusíka“.

5.2 Banka o objeme 500 ml s volumetrickou ryskou

5.3 Pipety: 25 ml, 50 ml a 100 ml

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Príprava roztoku na analýzu*

Odvážiť 2,5 g pripravenej vzorky s presnosťou na 0,001 g, vložiť ju do 300 ml Kjeldahlovej banky a zvlhčiť s 20 ml vody. Primiešať 20 ml koncentrovanej kyseliny sírovej (4.1) a vložiť niekoľko sklených

▼B

guličiek, aby sa zabránilo búrlivému varu. Na zabránenie rozstrekovania vložiť lievik s dlhou stopkou do hrdla banky. Najskôr pomaly zohrievať, potom ohrev zintenzívniť až kým sa neobjaví biely dym (30 až 40 minút).

Ochladiť a zriediť so 100 až 150 ml vody. Kvantitatívne preliať suspenziu do 500 ml volumetrickej banky a pritom oddeliť všetky usadeniny. Nechať vychladnúť na okolitú teplotu. Doliať na objem vodou, zamiešať a prefiltrovať cez suchý filter do suchej nádoby.

7.2 *Analýza roztoku*

Preliať pipetou 25, 50 alebo 100 ml takto získaného roztoku do destilačnej banky podľa zvoleného variantu (pozri metóda 2.1). Destilovať amoniak podľa postupu opísaného v metóde 2.1 a dbať pritom na pridávanie dostatočného množstva NaOH ($d_{20}$ = 1,33 g/ml) (4.2) do destilačnej banky, aby sa zabezpečil značný nadbytok.

7.3 *Skúška naslepo*

Urobiť skúšku naslepo (bez vzorky) za tých istých podmienok a odvolať sa na ňu pri výpočte konečného výsledku.

7.4 *Kontrolná skúška*

Pred vykonaním analýz skontrolovať, či zariadenie funguje správne a či sa metóda používa správnym spôsobom, s použitím alikvotnej časti čerstvo pripraveného roztoku močoviny (4.11).

8. **Vyjadrenie výsledku**

Vyjadriť výsledok analýzy ako percento dusíka (N) v hnojive v stave, v akom bolo prijaté na analýzu.

Variant a: % N = (50 – A) × 1,12

Variant b: % N = (50 – A) × 1,12

Variant c: % N = (35 – A) × 1,40

Metóda 2.4

**Stanovenie kyánamidového dusíka**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia kyánamidového dusíka.

2. **Oblasť použitia**

Kyánamid vápenatý a zmesi kyánamidu vápenatého s dusičnanom vápenatým.

3. **Princíp**

Kyánamidový dusík sa vyzráža vo forme komplexu striebra a stanoví v zrazenine Kjeldahlovou metódou.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého a všetkých zlúčenín dusíka.

4.1 Ľadová kyselina octová

4.2 Roztok amoniaku obsahujúci 10 % hmotnostných plynného amoniaku ($d_{20}$ = 0,96 g/ml)

4.3 *Amoniakálny roztok striebra podľa Tollensa*

Zmiešať 500 ml 10 % roztoku dusičnanu strieborného ($AgNO_3$) s vodou s 500 ml 10 % amoniaku (4.2).

Nevystavovať zbytočne svetlu, teplu alebo vzduchu. Roztok bežne vydrží roky. Kým roztok zostane číry, činidlo má dobrú kvalitu.

4.4 Koncentrovaná kyselina sírová ($d_{20}$ = 1,84 g/ml)

4.5 Síran draselný na analýzu

▼B

4.6 Oxid meďnatý (CuO): 0,3 až 0,4 g na každú analýzu alebo ekvivalentné množstvo pentahydrátu síranu meďnatého ($CuSO_4.5H_2O$) od 0,95 do 1,25 g na každú analýzu.

4.7 Roztok hydroxid sodný, približne 30 % NaOH ($d_{20}$ = 1,33 g/ml) bez amoniaku

4.8 Kyselina sírová: 0,1 mol/l

4.9 Roztok hydroxidu sodného alebo draselného: 0,1 mol/l

4.10 *Indikačné roztoky*

4.10.1 Zmiešaný indikátor

Roztok A: rozpustiť 1 g metylovej červene v 37 ml 0,1 mol/l roztoku hydroxidu sodného a doliať do jedného litra vodou.

Roztok B: rozpustiť 1 g metylénovej modrej vo vode a doliať do jedného litra.

Zmiešať jeden objemový diel A s dvomi objemovými dielmi B.

Tento indikátor je v kyslom roztoku fialový, sivý v neutrálnom a zelený v zásaditom. Použiť 0,5 ml (10 kvapiek).

4.10.2 Indikačný roztok metylovej červene

Rozpustiť 0,1 g metylovej červene v 50 ml 95 % etanolu a doliať do 100 ml vodou. V prípade potreby filtrovať. Tento indikátor sa môže použiť (štyri až päť kvapiek) namiesto predchádzajúceho.

4.11 Pemzové protinárazové granule, opláchnuté v kyseline chlorovodíkovej a kalcinované

4.11 Tiokyanát draselný na analýzu

5. **Zariadenie**

5.1 Destilačné zariadenie, pozri metódu 2.1 „Stanovenie amoniakálneho dusíka“.

5.2 Banka o objeme 500 ml s volumetrickou ryskou (napr. Stohmann)

5.3 Kjeldahlova banka s dlhým hrdlom o vhodnom objeme (300 až 500 ml)

5.4 50 ml pipeta

5.5 Rotačná trepačka (35 až 40 otáčok za minútu)

6. **Príprava**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Bezpečnostné opatrenia*

Pri používaní amoniakálneho roztoku striebra je nutné nosiť ochranné okuliare. Hneď ako sa na povrchu kvapaliny vytvorí tenká membrána, miešaním môže nastať výbuch a potrebná je najväčšia opatrnosť.

7.2 *Príprava roztoku na analýzu*

Odvážiť 2,5 g. pripravenej vzorky s presnosťou na 0,001 g a vložiť ju do malej sklenej trecej misky. Pomlieť vzorku tri razy s vodou, po každom mletí vodu vyliať do 500 ml Stohmannovej banky s volumetrickou ryskou (5.2). Kvantitatívne preliať suspenziu do 500 ml Stohmannovej banky s volumetrickou ryskou, vodou opláchnuť pritom treciu misku, piestik a lievik. Doliať vodou približne na 400 ml. Pridať 15 ml kyseliny octovej (4.1). Trepať v rotačnej trepačke (5.5) počas dvoch hodín.

Doliať do 500 ml vodou, zamiešať a prefiltrovať.

Analýza sa musí vykonať čo najrýchlejšie.

7.3 *Analýza roztoku*

Preliať 50 ml filtrátu do 250 ml kadičky.

Pridávať amónny roztok (4.2) až do miernej zásaditosti a pridať 30 ml teplého amónneho roztoku striebra (4.3), aby sa vyzrážal žltý strieborný komplex kyánamidu.

▼B

Nechať cez noc, prefiltrovať a premývať zrazeninu studenou vodou až kým sa z nej úplne neodstráni amoniak.

Umiestniť filter a zrazeninu, ešte vlhkú, do Kjeldahlovej banky, pridať 10 až 15 g síranu draselného (4.5), katalyzátor (4.6) v predpísanom pomere, potom 50 ml vody a 25 ml koncentrovanej kyseliny sírovej (4.4).

Pomaly ohrievať banku za súčasného jemného pretrepávania až kým obsah nezačne vrieť. Zintenzívniť ohrev a povariť až kým obsah banky nezostane bezfarebný alebo bledozelený.

Ďalej variť jednu hodinu a potom nechať vychladnúť.

Kvantitatívne preliať kvapalinu z Kjeldahlovej banky do destilačnej banky, pridať niekoľko granúl pemzy proti prudkému varu (4.11) a doliať vodou na celkový objem približne 350 ml. Miešať a chladiť.

Destilovať amoniak podľa postupu opísaného v metóde 2.1, pridávať pritom dostatočné množstvo roztoku NaOH (4.7), aby sa zabezpečil značný nadbytok.

7.4 *Skúška naslepo*

Urobiť skúšku naslepo (bez vzorky) za tých istých podmienok a odvolať sa na ňu pri výpočte konečného výsledku.

7.5 *Kontrolná skúška*

Pred vykonaním analýz skontrolovať, či zariadenie funguje správne a či sa metóda používa správnym spôsobom, s použitím alikvotnej časti štandardného roztoku tiokyanátu draselného (4.12) zodpovedajúceho 0,05 g dusíka.

8. **Vyjadrenie výsledku**

Vyjadriť výsledok ako percento kyánamidového dusíka (N) v hnojive v stave, v akom bolo prijaté na analýzu.

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

Metóda 2.5

**Spektrofotometrické stanovenie biuretu v močovine**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia biuretu v močovine.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí výlučne pre močovinu.

3. **Princíp**

zásaditom médiu za prítomnosti vínanu sodnodraselného, biuretu a dvojmocnej medi z fialovej meďnatej zlúčeniny. Meria sa absorbancia roztoku pri vlnovej dĺžke približne 546 nm (nanometer).

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého a všetkých zlúčenín dusíka. Pri tomto stanovení je kvalita vody obzvlášť dôležitá.

4.1 Metanol

4.2 Približne 0,1 mol/l roztok kyseliny sírovej

4.3 Približne 0,1 mol/l roztok hydroxidu sodného

4.4 *Zásaditý roztok vínanu sodnodraselného*

V jednolitrovej banke s volumetrickou ryskou rozpustiť 40 g hydroxidu sodného v 500 ml vody a nechať chladiť. Pridať 50 g vínanu sodnodraselného ($NaKC_4H_4O_6.4H_2O$). Doliať po značku. Pred použitím nechať stáť 24 hodín.

4.5 *Roztok síranu meďnatého*

V jednolitrovej banke s volumetrickou ryskou rozpustiť 15 g pentahydrátu síranu meďnatého ($CuSO_4.5H_2O$) v 500 ml vody. Doliať po značku.

▼B

4.6 *Čerstvo pripravený štandardný roztok biuretu*

V 250 ml banke s volumetrickou ryskou rozpustiť 0,250 g čistého biuretu ([1]) vo vode. Doliať po značku. 1 ml tohto roztoku obsahuje 0,001 g biuretu.

4.7 *Indikačný roztok*

V banke o objeme 100 ml s volumetrickou ryskou rozpustiť 0,1 g metylovej červene v 50 ml 95 % etanolu a doliať do 100 ml vodou. Ak zostanú akékoľvek nerozpustné časti, filtrovať.

5. **Zariadenie**

5.1 Spektrometer alebo fotometer s filtrami s citlivosťou a presnosťou umožňujúcimi opakované merania ([2]) menej ako 0,5 % T.

5.2 Banky o objeme 100 ml, 250 ml a 1 000 ml s volumetrickou ryskou

5.3 Pipety o objeme 2 ml, 5 ml, 10 ml, 25 ml a 50 ml s volumetrickou ryskou alebo 25 ml byreta s 0,05 ml dielikmi

5.4 Kadička o objeme 205 ml

6. **Príprava**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Príprava kalibračnej krivky*

Preliať 0, 2, 5, 10, 20, 25 a 50 ml alikvotnej časti štandardného roztoku biuretu (4.6) do sady siedmich 100 ml baniek s volumetrickou ryskou. Doplniť objemy približne na 50 ml vodou, pridať kvapku indikátora (4.7) a ak je to potrebné, neutralizovať s 0,1 mol/l kyselinou sírovou (4.2). Primiešať 20 ml zásaditého roztoku vínanu sodnodraselného (4.4) a potom 20 ml roztoku síranu meďnatého (4.5).

Poznámka

Tieto roztoky (4.4 a 4.5) sa musia merať v dvoch presných byretách, alebo ešte lepšie pipetami.

Doliať do 100 ml destilovanou vodou, zmiešať a nechať stáť 15 minút pri teplote 30 (± 2) °C.

So štandardným roztokom „0“ biuretu ako referenčným odmerať absorbanciu každého roztoku pri vlnovej dĺžke 546 nm pomocou komôrok s vhodnou dĺžkou dráhy.

Naniesť kalibračnú krivku pomocou absorbancií na osi y a príslušných množstiev biuretu v miligramoch na osi x.

7.2 *Príprava roztoku na analýzu*

Odvážiť 10 g pripravenej vzorky s presnosťou na 0,001 g: rozpustiť ju v približne 150 ml vody v 250 ml banke s volumetrickou ryskou a doliať po značku. V prípade potreby prefiltrovať.

Poznámka 1

Ak vzorka na analýzu obsahuje viac ako 0,015 g amoniakálneho dusíka, rozpustiť ju v 250 ml kadičke v 50 ml metanolu (4.1). Zredukovať odparením na objem približne 25 ml. Kvantitatívne preliať do 250 ml banky s volumetrickou ryskou. Doliať vodou po značku. V prípade potreby prefiltrovať cez suchý drážkovaný filter do suchej nádoby.

Poznámka 2

Odstránenie zákalu: ak je prítomná akákoľvek koloidná látka, môžu sa počas filtrovania vyskytnúť ťažkosti. Roztok určený na analýzu sa v takom prípade pripraví takto: rozpustiť vzorku na analýzu v 150 ml vody, pridať 2 ml 1 mol/l kyseliny chlorovodíkovej a filtrovať roztok cez dva ploché, veľmi jemné filtre do 250 ml banky

([1]) Biuret môže byť vyčistený vopred premytím s amoniakálnym roztokom (10 %), potom s acetónom a vysušením vo vákuu.

([2]) Pozri bod 9 „Príloha“.

▼B

s volumetrickou ryskou. Premyť filtre vodou a doliať vodou na objem. Pokračovať v procese podľa metódy popísanej v bode 7.3 „Stanovenie“.

7.3 *Stanovenie*

Podľa predpokladaného obsahu biuretu preliať 25 alebo 50 ml z roztoku uvedeného v bode 7.2 pipetou, umiestniť toto množstvo do 100 ml banky s volumetrickou ryskou a v prípade potreby neutralizovať 0,1 mol/l požadovaného činidla (4.2 alebo 4.3), s použitím metylovej červene ako indikátora a pridať, s rovnakou presnosťou ako pri nanášaní kalibračnej krivky, 20 ml zásaditého roztoku vínanu sodnodraselného (4.4) a 20 ml roztoku medi (4.5). Doplniť na objem, dôsledne premiešať a nechať stáť na 15 minút pri teplote 30 (± 2) °C.

Potom vykonať fotometrické merania a vypočítať množstvo biuretu prítomného v močovine.

8. **Vyjadrenie výsledku**

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

kde

C je hmotnosť biuretu v miligramoch odčítaná z kalibračného grafu a

V je objem alikvotnej časti roztoku.

9. **Príloha**

Ak je $J_0$ intenzita zväzku monochromatických lúčov (určitej vlnovej dĺžky) predtým ako prejdú priesvitným telesom a J intenzita tohto zväzku po ich prechode týmto telesom, potom platí:

— koeficient prenosu: $T = \frac{J}{J_o}$

— zákal: $O = \frac{J_o}{J}$

— absorbancia: $E = \log O$

— absorbancia na jednotku optickej dráhy: $k = \frac{E}{s}$

— súčiniteľ špecifickej absorbancie $K = \frac{E}{C \times S}$

kde

s = hrúbka vrstvy v centimetroch.

c = koncentrácia v mg/liter.

k = špecifický koeficient pre každú látku v Lambert-Beerovom zákone.

Metódy 2.6

**Stanovenie rôznych foriem dusíka v tej istej vzorke**

Metóda 2.6.1

**Stanovenie rôznych foriem dusíka v rovnakej vzorke v hnojivách obsahujúcej dusík ako dusičnatý, amoniakálny, močovinový a kyánamidový dusík**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia ktorejkoľvek formy dusíka v prítomnosti ktorejkoľvek inej jeho formy.

2. **Oblasť použitia**

Každé hnojivo uvedené v prílohe I obsahujúce dusík v rôznych formách.

▼B

3. **Princíp**

3.1 *Celkové množstvo rozpustného a nerozpustného dusíka*

Podľa zoznamu štandardných hnojív (príloha I) platí toto stanovenie pre produkty obsahujúce kyánamid vápenatý.

3.1.1 V neprítomnosti dusičnanov je skúšobná vzorka mineralizovaná priamym lúhovaním podľa Kjeldahla.

3.1.2 V prítomnosti dusičnanov je skúšobná vzorka mineralizovaná lúhovaním podľa Kjeldahla po redukcii pomocou kovového železa a chloridu cínatého.

V oboch prípadoch sa amoniak stanovuje podľa metódy 2.1.

Poznámka

Ak analýza preukáže, že obsah nerozpustného dusíka je vyšší ako 0,5 %, usudzuje sa, že hnojivo obsahuje iné formy nerozpustného dusíka, ktoré nie sú zahrnuté do zoznamu v prílohe I.

3.2 *Formy rozpustného dusíka*

Z rôznych alikvotných častí odobratých z toho istého roztoku vzorky sa stanovujú tieto hodnoty:

3.2.1 Celkové množstvo rozpustného dusíka:

3.2.1.1 v neprítomnosti dusičnanov priamym lúhovaním podľa Kjeldahla,

3.2.1.2 v prítomnosti dusičnanov lúhovaním podľa Kjeldahla na alikvotnej časti odobratej z roztoku po redukcii podľa Ulscha, pričom amoniak sa stanovuje v oboch prípadoch podľa opisu v metóde 2.1;

3.2.2 celkové množstvo rozpustného dusíka s výnimkou dusičnanového dusíka lúhovaním podľa Kjeldahla po jeho eliminácii v kyslom prostredí síranom železnatým, pričom sa amónium stanoví podľa opisu v metóde 2.1;

3.2.3 dusičnanový dusík rozdielom:

3.2.3.1 v neprítomnosti kyánamidu vápenatého medzi 3.2.1.2 a 3.2.2 alebo medzi celkovým množstvom rozpustného dusíka (3.2.1.2) a sumou amoniakálneho dusíka a močovinového organického dusíka (3.2.4 + 3.2.5),

3.2.3.2 v prítomnosti kyánamidu vápenatého medzi 3.2.1.2 a 3.2.2 alebo medzi 3.2.1.2 a sumou 3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6;

3.2.4 amoniakálny dusík:

3.2.4.1 iba v prítomnosti amoniakálneho dusíka a amoniakálneho plus dusičnanového dusíka používaním metódy 1,

3.2.4.2 v prítomnosti močovinového dusíka a/alebo kyánamidového dusíka studenou destiláciou po úprave na mierne alkalické prostredie, pričom amoniak sa absorbuje v štandardnom roztoku kyseliny sírovej a stanovuje podľa opisu v metóde 2.1;

3.2.5 močovinový dusík:

3.2.5.1 konverziou pomocou ureázy na amoniak, ktorý sa titruje štandardným roztokom kyseliny chlorovodíkovej

alebo

3.2.5.2 gravimetricky xanthydrolom; súbežne vyzrážaný biuret sa môže počítať s močovinovým dusíkom bez veľkej chyby, pričom jeho obsah zostáva v absolútnej hodnote vo všeobecnosti nízky pri viaczložkových hnojivách

alebo

3.2.5.3 rozdielom podľa tejto tabuľky:

| Prípad | Dusičnanový dusík | Amoniakálny dusík | Kyánamidový dusík | Rozdiel |
|---|---|---|---|---|
| 1 | neprítomný | prítomný | prítomný | (3.2.1.1) – (3.2.4.2 + 3.2.6) |

▼B

| Prípad | Dusičnanový dusík | Amoniakálny dusík | Kyánamidový dusík | Rozdiel |
|---|---|---|---|---|
| 2 | prítomný | prítomný | prítomný | (3.2.2) – (3.2.4.2 + 3.2.6) |
| 3 | neprítomný | prítomný | neprítomný | (3.2.1.1) – (3.2.4.2) |
| 4 | prítomný | prítomný | neprítomný | (3.2.2) – (3.2.4.2) |

3.2.6 kyánamidový dusík vyzrážaním ako zlúčenina striebra, pričom dusík v zrazenine sa stanovuje Kjeldahlovou metódou

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda.

4.1 Síran draselný na analýzu

4.2 Práškové železo redukované vodíkom (predpísané množstvo železa musí byť schopné zredukovať aspoň 50 mg dusičnanového dusíka)

4.3 Tiokyanát draselný na analýzu

4.4 Dusičnan draselný na analýzu

4.5 Síran amónny na analýzu

4.6 Močovina na analýzu

4.7 Zriediť kyselinu sírovú v pomere 1:1: jeden objemový diel kyseliny sírovej ($d_{20}$ = 1,84 g/ml) v jednom objemovom diele vody

4.8 Štandardný roztok kyseliny sírovej: 0,2 mol/l

4.9 Koncentrovaný roztok hydroxidu sodného. Vodný roztok hydroxidu sodného, približne 30 % (hmotnosť/objem) NaOH bez amoniaku

4.10 Štandardný roztok hydroxidu sodného alebo draselného: 0,2 mol/l, bez uhličitanov

4.11 *Roztok chloridu cínatého*

Rozpustiť 120 g $SnCl_2.2H_2O$ v 400 ml koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) a doplniť vodou na objem jedného litra. Roztok musí byť úplne číry a pripravený bezprostredne pred použitím.

Poznámka

Je potrebné skontrolovať redukčný potenciál chloridu cínatého: rozpustiť 0,5 g $SnCl_2.2H_2O$ v 2 ml koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) a doplniť vodou na objem 50 ml. Potom pridať 5 g Rochellovej soli (vínan sodnodraselný) a dostatočné množstvo hydrogénuhličitanu sodného na analýzu roztoku tak, aby sa pri skúške lakmusovým papierikom ukázala zásaditá reakcia.

Titrovať s 0,1 mol/l roztokom jódu v prítomnosti škrobového roztoku ako indikátora.

1 ml 0,1 mol/l roztoku jódu zodpovedá 0,01128 g $SnCl_2.2H_2O$.

Aspoň 80 % celkového cínu prítomného v takto pripravenom roztoku musí byť v dvojmocnej forme. Na titráciu by sa preto malo použiť aspoň 35 ml 0,1 mol/l roztoku jódu.

4.12 Kyselina sírová ($d_{20}$ = 1,84 g/ml)

4.13 Zriediť kyselinu chlorovodíkovú: jeden objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) plus jeden objemový diel vody

4.14 Kyselina octová: 96 až 100 %

4.15 Roztok kyseliny sírovej obsahujúci približne 30 % $H_2SO_4$ (hmotnosť/objem)

4.16 Síran železnatý: kryštalický $FeSO_4.7H_2O$

4.17 Štandardný roztok kyseliny sírovej: 0,1 mol/l

4.18 Oktylalkohol

4.19 Nasýtený roztok uhličitanu draselného

▼B

4.20 Štandardný roztok hydroxidu sodného alebo draselného: 0,1 mol/l (bez uhličitanov)

4.21 Nasýtený roztok hydroxidu bárnatého

4.22 Roztok uhličitanu sodného: pri 10 % (hmotnosť/objem)

4.23 Kyselina chlorovodíková: 2 mol/l

4.24 Štandardný roztok kyseliny chlorovodíkovej: 0,1 mol/l

4.25 *Roztok ureázy*

Dispergovať 0,5 g aktívnej ureázy v 100 ml destilovanej vody. Pomocou 0,1 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.24) upraviť pH na 5,4 merané pH-metrom.

4.26 *Xanthydrol*

Roztok s 5 % v etanole alebo metanole (4.31) (nepoužívať produkty dávajúce vysoký podiel nerozpustných látok). Roztok je možné držať tri mesiace v dobre zazátkovanej fľaši, mimo svetla.

4.27 Oxid meďnatý (CuO): 0,3 až 0,4 g na každú analýzu alebo ekvivalentné množstvo pentahydrátu síranu meďnatého ($CuSO_4.5H_2O$) od 0,95 do 1,25 g na každú analýzu.

4.28 Pemzové protinárazové granule, opláchnuté v kyseline chlorovodíkovej a kalcinované

4.29 *Indikačné roztoky*

4.29.1 Roztok A: rozpustiť 1 g metylovej červene v 37 ml 0,1 mol/l roztoku hydroxidu sodného a doliať do jedného litra vodou.

Roztok B: rozpustiť 1 g metylénovej modrej vo vode a doliať do jedného litra.

Zmiešať jeden objemový diel A s dvomi objemovými dielmi B.

Indikátor je v kyslom roztoku fialový, sivý v neutrálnom a zelený v zásaditom. Použiť 0,5 ml (10 kvapiek) tohto indikačného roztoku.

4.29.2 Indikačný roztok metylovej červene

Rozpustiť 0,1 g metylovej červene v 50 ml 95 % etanolu. Doliať do 100 ml vodou a v prípade potreby filtrovať. Tento indikátor sa môže použiť (štyri až päť kvapiek) namiesto predchádzajúceho.

4.30 *Indikátorové papieriky*

Lakmusová brómtymolová modrá (alebo iné papieriky citlivé na pH 6 až 8)

4.31 Etanol alebo metanol: 95 % roztok

5. **Zariadenie**

5.1 *Destilačná aparatúra*

Pozri metódu 2.1.

5.2 *Zariadenie na stanovenie amoniakálneho dusíka podľa analytickej metódy 7.2.5.3 (pozri obrázok 6)*

Zariadenie sa skladá zo špeciálne tvarovanej zbernej nádobky so skleným hrdlom so zábrusom, s bočným hrdlom, spojovacou rúrkou s rozstrekovacou hlavou a kolmou rúrkou na nasávanie vzduchu. Rúrky môžu byť pripojené k nádobke pomocou jednoduchého gumeného krytu. Je dôležité vhodne vytvarovať koniec rúrok privádzajúcich vzduch, lebo bublinky plynu musia byť dokonale rozvádzané cez roztoky obsiahnuté v nádobke a absorbéri. Najlepšie usporiadanie pozostáva z malých dielcov hríbovitého tvaru s vonkajším priemerom 20 mm a šiestimi 1 mm otvormi po obvode.

5.3 *Zariadenie na stanovenie močovinového dusíka podľa ureázového postupu (7.2.6.1)*

Pozostáva z Erlenmayerovej banky o objeme 300 ml s deliacou nálevkou a malým absorbérom (pozri obrázok 7).

5.4 *Rotačná trepačka (35 až 40 otáčok za minútu)*

▼B

5.5 pH-meter

5.6 Nastaviteľná pec

5.7 *Chemické sklo:*

2, 5, 10, 20, 25, 50 a 100 ml pipety

Kjeldahlove banky o objeme 300 ml a 500 ml s dlhým hrdlom

Banky o objeme 100 ml, 250 ml, 500 ml a 1 000 ml s volumetrickou ryskou

tégliky zo sintrovaného skla, priemer póru 5 až 15 μ

trecie misky.

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Analytická metóda**

7.1 *Rozpustný a nerozpustný dusík spolu*

7.1.1 V neprítomnosti dusičnanov

7.1.1.1 Lúhovanie

Odvážiť množstvo vzorky obsahujúce najviac 100 mg dusíka s presnosťou na 0,001 g. Vzorku vložiť do banky destilačnej aparatúry (5.1). Pridať 10 až 15 g síranu draselného (4.1), predpísaný katalyzátor (4.27) granule proti varu (4.28). Potom pridať 50 ml zriedenej kyseliny sírovej (4.7) a dôkladne premiešať. Najskôr občas jemne miešať až kým sa prestane tvoriť pena. Potom zohriať tak, aby sa kvapalina rovnomerne varila a udržať ju vo vare hodinu potom ako sa roztok vyčíril, pritom zabrániť, aby sa na stenu banky prilepili akékoľvek organické látky. Nechať vychladnúť. Opatrne pridať asi 350 ml vody a zároveň miešať. Zabezpečiť, aby rozpustenie bolo čo najúplnejšie. Nechať vychladnúť a pripojiť banku do destilačnej aparatúry.

7.1.1.2. Destilácia amoniaku

Pomocou presnej pipety preliať do zbernej nádobky zariadenia 50 ml štandardného roztoku 0,2 mol/l kyseliny sírovej (4.8). Pridať indikátor (4.29.1 alebo 4.29.2). Zabezpečiť, aby špička kondenzátora bola aspoň 1 cm pod hladinou roztoku.

Pri prijatí opatrení potrebných na zabránenie akejkoľvek strate amoniaku pridať opatrne do destilačných baniek dostatok koncentrovaného roztoku hydroxidu sodného (4.9), aby sa kvapalina stala silne alkalickou (120 ml zvyčajne postačuje; skontrolovať pridaním niekoľkých kvapiek fenolftaleínu; na konci destilácie musí byť roztok v banke jasne alkalický). Upraviť ohrev banky tak, aby sa predestilovalo 150 ml za polhodinu. Skúšať s indikátorovým papierom (4.30). Potom znížiť zbernú nádobu, predestilovať ešte niekoľko mililitrov a opláchnuť špičku kondenzátora. Titrovať nadbytok kyseliny so štandardným 0,2 mol/l roztokom hydroxidu draselného alebo sodného (4.10) až kým indikátor nezmení farbu.

7.1.1.3 Skúška naslepo

Urobiť skúšku naslepo (bez vzorky) za tých istých podmienok a odvolať sa na ňu pri výpočte konečného výsledku.

7.1.1.4 Vyjadrenie výsledku

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

kde

a = ml štandardného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného, použitého pre skúšku naslepo vykonanú pipetovaním do zbernej nádoby aparatúry (5.1), 50 ml štandardného roztoku 0,2 mol/l kyseliny sírovej (4.8),

A = ml štandardného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného použitého na analýzu a

▼B

M = hmotnosť skúšanej vzorky v gramoch.

7.1.2 V prítomnosti dusičnanu

7.1.2.1 Skúšobná vzorka

Odvážiť s presnosťou na 0,001 g množstvo vzorky obsahujúce najviac 40 mg dusičnanového dusíka.

7.1.2.2 Redukcia dusičnanu

Zmiešať skúšobnú vzorku v malej trecej miske s 50 ml vody. Preliať minimálne množstvo destilovanej vody do 500 ml Kjeldahlovej banky. Pridať 5 g redukovaného železa (4.2) a 50 ml roztoku chloridu cínatého (4.11). Premiešať a nechať polhodinu odstáť. Počas státia opäť po 10 a po 20 minútach premiešať.

7.1.2.3 Kjeldahlovo lúhovanie

Pridať 30 ml kyseliny sírovej (4.12), 5 g síranu draselného (4.1), predpísané množstvo katalyzátora (4.27) a niekoľko granúl proti varu (4.28). Opatrne zohriať s mierne naklonenou bankou. Ohrev pomaly zintenzívniť a často roztokom natriasať, aby suspenzia zostala vo vznose: kvapalina stmavne a potom sa vyčíri za vzniku suspenzie žltozeleného bezvodého síranu železa. Potom po získaní čireho roztoku pokračovať v ohreve hodinu a udržiavať ho na bode mierneho varu. Nechať vychladnúť. Opatrne pridať obsah banky do trochu vody a pridať ešte asi 100 ml vody. Premiešať a preliať obsah banky do 500 ml banky s volumetrickou ryskou. Doplniť na objem vodou. Premiešať. Filtrovať cez suchý filter do suchej nádobky.

7.1.2.4 Analýza roztoku

Pomocou pipety preliať do zbernej nádobky destilačného zariadenia (5.1) alikvotnú časť obsahujúcu najviac 100 mg dusíka. Zriediť približne na 350 ml destilovanou vodou, pridať niekoľko granúl proti varu (4.28), pripojiť banku na destilačné zariadenie a pokračovať v analýze podľa popisu v 7.1.1.2.

7.1.2.5 Skúška naslepo

Pozri 7.1.1.3.

7.1.2.6 Vyjadrenie výsledku

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

kde

a = ml štandardného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného, použitého pre skúšku naslepo vykonanú pipetovaním do zbernej nádoby aparatúry (5.1), 50 ml štandardného roztoku 0,2 mol/l kyseliny sírovej (4.8),

A = ml štandardného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného použitého na analýzu a

M = hmotnosť skúšanej vzorky prítomnej v alikvotnej časti odobratej podľa 7.1.2.4 v gramoch.

7.2 *Formy rozpustného dusíka*

7.2.1 Príprava roztoku, ktorý sa má analyzovať

Odvážiť 10 g vzorky s presnosťou na 1 mg a vložiť ju do 500 ml banky s volumetrickou ryskou.

7.2.1.1 V prípade hnojív neobsahujúcich kyánamidový dusík

Pridať do banky 50 ml vody a potom 20 ml zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (4.13). Pretrepať a nechať stáť až kým sa neprestane tvoriť oxid uhličitý. Potom pridať 400 ml vody a pretrepávať polhodinu na rotačnej trepačke (5.4). Doliať na objem vodou, premiešať a prefiltrovať cez suchý filter do suchej nádoby.

▼B

7.2.1.2 V prípade hnojív obsahujúcich kyánamidový dusík

Pridať do banky 400 ml vody a niekoľko kvapiek metylovej červene (4.29.2). V prípade potreby roztok okysliť kyselinou octovou (4.14). Pridať 15 ml kyseliny octovej (4.14). Dve hodiny pretrepávať v rotačnej trepačke (5.4). V prípade potreby znova počas tohto úkonu roztok okysliť pomocou kyseliny octovej (4.14). Doplniť na objem vodou, premiešať a ihneď filtrovať cez suchý filter do suchej nádobky a ihneď určiť kyánamidový dusík.

V oboch prípadoch určiť rôzne rozpustné formy dusíka v deň, kedy bol roztok pripravený, začnúc s kyánamidovým dusíkom a močovinovým dusíkom, ak sú prítomné.

7.2.2 Celkové množstvo rozpustného dusíka

7.2.2.1 V neprítomnosti dusičnanu

Pipetovať do 300 ml Kjeldahlovej banky alikvotnú časť filtrátu (7.2.1.1 alebo 7.2.1.2) obsahujúcu najviac 100 mg dusíka. Pridať 15 ml koncentrovanej kyseliny sírovej (4.12), 0,4 g oxidu meďnatého alebo 1,25 g síranu meďnatého (4.27) a niekoľko granúl proti varu (4.28). Najprv opatrne zohriať, aby sa začalo lúhovanie a potom na vyššiu teplotu až kým sa kvapalina nestane bezfarebnou alebo jemne zelenkavou a nie je jasne zjavný biely dym. Po ochladení kvantitatívne preliať roztok do destilačnej banky, zriediť približne na 500 ml vodou a pridať niekoľko granúl proti varu (4.28). Pripojiť banku na destilačnú aparatúru (5.1) a pokračovať v analýze podľa opisu v bode 7.1.1.2.

7.2.2.2 V prítomnosti dusičnanu

Pomocou presnej pipety preliať do 500 ml Erlenmayerovej banky alikvotnú časť filtrátu (7.2.1.1 alebo 7.2.1.2) obsahujúcu nie viac ako 40 mg dusičnanového dusíka. V tomto štádiu analýzy nie je celkové množstvo dusíka dôležité. Pridať 10 ml 30 % kyseliny sírovej (4.15), 5 g redukovaného železa (4.2) a okamžite zakryť Erlemayerovu banku hodinovým sklíčkom. Opatrne zohrievať až kým reakcia nie je ustálená, ale nie intenzívna. Vtedy zastaviť ohrev a nechať banku postáť aspoň tri hodiny pri teplote okolitého vzduchu. Vodou kvantitatívne prepláchnuť kvapalinu do 250 ml banky s volumetrickou ryskou, zanechajúc nerozpustené železo – doliať vodou na objem. Dôkladne premiešať a preliať presnou pipetou do 300 ml Kjeldahlovej banky alikvotnú časť obsahujúcu 100 mg dusíka. Pridať 15 ml koncentrovanej kyseliny sírovej (4.12), 0,4 g oxidu meďnatého alebo 1,25 g síranu meďnatého (4.27) a niekoľko granúl proti varu (4.28). Najprv opatrne zohrievať, aby sa začalo lúhovanie a potom pri vyššej teplote až kým sa kvapalina nevyčíri alebo mierne zelenkastá a nie je jasne pozorovateľný biely dym. Po ochladení roztok kvantitatívne preliať do destilačnej banky, rozpustiť v približne 500 ml vody a pridať niekoľko granúl proti varu (4.28). Pripojiť banku na destilačnú aparatúru (5.1) a pokračovať v analýze tak, ako je to popísané v 7.1.1.2.

7.2.2.3 Skúška naslepo

Pozri 7.1.1.3.

7.2.2.4 Vyjadrenie výsledku

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

kde

a = ml štandardného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného, použitého pre skúšku naslepo vykonanú pipetovaním do zbernej nádoby aparatúry (5.1), 50 ml štandardného roztoku 0,2 mol/l kyseliny sírovej (4.8),

A = ml štandardného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného použitého na analýzu a

M = hmotnosť skúšanej vzorky prítomnej v alikvotnej časti odobratej podľa bodu 7.2.2.1 alebo bodu 7.2.2.2 v gramoch.

▼B

7.2.3 Rozpustný dusík spolu okrem dusičnanového dusíka

Preliať presnou pipetou do 300 ml Kjeldahlovej banky alikvotnú časť filtrátu (7.2.1.1 alebo 7.2.1.2) obsahujúcu nie viac ako 50 mg dusíka, ktorý má byť stanovený. Rozriediť vodou na 100 ml, pridať 5 g síranu železnatého (4.16), 20 ml koncentrovanej kyseliny sírovej (4.12) a niekoľko granúl proti varu (4.28). Najprv opatrne zohrievať a potom ohrev zintenzívniť až kým sa neobjaví biely dym. Pokračovať v lúhovaní 15 minút. Zastaviť lúhovanie, pridať oxid meďnatý (4.27) ako katalyzátor a udržať ho na takej teplote, aby sa biely dym tvoril ešte ďalších 10 až 15 minút. Po ochladení obsah kvantitatívne preliať do Kjeldahlovej banky v destilačnej banke aparatúry (5.1). Rozriediť v približne 500 ml vody a pridať niekoľko granúl proti varu (4.28). Pripojiť banku na destilačnú aparatúru a pokračovať v analýze podľa opisu v bode 7.1.1.2.

7.2.3.1 Skúška naslepo

Pozri 7.1.1.3.

7.2.3.2 Vyjadrenie výsledku

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

kde

a = ml štandardného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného, použitého pre skúšku naslepo vykonanú pipetovaním do zbernej nádoby aparatúry (5.1), 50 ml štandardného roztoku 0,2 mol/l kyseliny sírovej (4.8),

A = ml štandardného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného použitého na analýzu a

M = hmotnosť skúšanej vzorky prítomnej v alikvotnej časti odobratej na analýzu.

7.2.4 Dusičnanový dusík

7.2.4.1 V neprítomnosti kyánamidu vápenatého

Získa sa rozdielom medzi výsledkami získanými v 7.2.2.4 a 7.2.3.2 a/alebo medzi výsledkom získaným v 7.2.2.4 a sumou výsledkov získaných v (7.2.5.2 alebo 7.2.5.5) a (7.2.6.3 alebo 7.2.6.5 alebo 7.2.6.6).

7.2.4.2 V prítomnosti kyánamidu vápenatého

Získa sa rozdielom medzi výsledkami získanými v 7.2.2.4 a 7.2.3.2 a medzi výsledkom získaným v 7.2.2.4 a sumou výsledkov získaných v (7.2.5.2), (7.2.6.3 alebo 7.2.6.5 alebo 7.2.6.6) a (7.2.7).

7.2.5 Amoniakálny dusík:

7.2.5.1 Iba v prítomnosti amoniakálneho dusíka a amoniakálneho plus dusičnanového dusíka

Preliať presnou pipetou do banky destilačnej aparatúry (5.1) alikvotnú časť vzorky filtrátu (7.2.1.1) obsahujúcu najviac 100 mg amoniakálneho dusíka. Pridať vodu do celkového objemu približne 350 ml a niekoľko granúl proti varu (4.28). Pripojiť banku na destilačnú aparatúru, pridať 20 ml roztoku hydroxidu sodného (4.9) a destilovať podľa opisu v bode 7.1.1.2.

7.2.5.2 Vyjadrenie výsledku

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

kde

a = ml štandardného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného, použitého pre skúšku naslepo vykonanú pipetovaním do zbernej nádoby aparatúry (5.1), 50 ml štandardného roztoku 0,2 mol/l kyseliny sírovej (4.8),

▼B

A = ml štandardného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného použitého na analýzu a

M = hmotnosť skúšanej vzorky prítomnej v alikvotnej časti odobratej na analýzu vyjadrená v gramoch.

7.2.5.3 V prítomnosti močovinového a/alebo kyánamidového dusíka

Preliať presnou pipetou do suchej banky aparatúry (5.2) alikvotnú časť vzorky filtrátu (7.2.1.1 alebo 7.2.1.2) obsahujúcu najviac 20 mg amoniakálneho dusíka. Potom zostaviť aparatúru. Pipetovať do 300 ml Erlenmayerovej banky 50 ml štandardného 0,1 mol/l roztoku kyseliny sírovej (4.17) a dostatok destilovanej vody na to, aby hladina kvapaliny bola približne 5 cm nad otvorom prítokovej rúrky. Cez bočné hrdlo reagenčnej banky pridať destilovanú vodu tak, aby sa získal celkový objem približne 50 ml. Premiešať. Aby sa počas prevzdušňovania zabránilo peneniu, pridať niekoľko kvapiek oktylalkoholu (4.18). Potom upraviť roztok na zásaditý pomocou 50 ml nasýteného roztoku uhličitanu draselného (4.19) a ihneď začať vytláčať amoniak, ktorý sa takto uvoľní zo studenej suspenzie. Silný prúd vzduchu potrebný na tento účel (prietok približne tri litre za minútu) sa ešte predtým očistí prechodom cez premývacie banky obsahujúce zriedenú kyselinu sírovú a zriedený hydroxid sodný. Namiesto použitia stlačeného vzduchu je možné pracovať aj vo vákuu (vodné čerpadlo), ak prítoková rúrka je pripojená dostatočne vzduchotesne na zbernú nádobu používanú na zachytenie amoniaku. Odstránenie amoniaku sa zvyčajne zavŕši po troch hodinách. Je však rozumné uistiť sa o tom tak, že sa vymení zberná nádoba. Keď je operácia ukončená, odpojiť banku od aparatúry, opláchnuť špičku rúrky a boky banky trochou destilovanej vody. Titrovať nadbytok kyseliny štandardným 0,1 mol/l roztokom hydroxidu sodného (4.20) až kým indikátor nezosivie.

7.2.5.4 Skúška naslepo

Pozri 7.1.1.3.

7.2.5.5 Vyjadrenie výsledku

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

kde

a = ml štandardného roztoku 0,1 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného, použitého pre skúšku naslepo vykonanú pipetovaním do 300 ml Erlenmayerovej banky aparatúry (5.2), 50 ml štandardného roztoku 0,1 mol/l kyseliny sírovej (4.17),

A = ml štandardného roztoku 0,1 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného použitého na analýzu a

M = hmotnosť skúšanej vzorky prítomnej v alikvotnej časti odobratej na analýzu vyjadrená v gramoch.

7.2.6 Močovinový dusík

7.2.6.1 Ureázová metóda

Preliať presnou pipetou do 500 ml banky s volumetrickou ryskou alikvotnú časť filtrátu (7.2.1.1 alebo 7.2.1.2) obsahujúcu nie viac ako 250 mg močovinového dusíka. Na vyzrážanie fosforečnanov pridať trochu nasýteného roztoku hydroxidu bárnatého (4.21) až kým neprebehne ďalšie zrážanie. Potom odstrániť nadbytok bárnatých iónov (a akýchkoľvek rozpustených vápenatých iónov) pomocou roztoku uhličitanu sodného pri 10 % (4.22).

Nechať usadiť a skontrolovať, či prebehlo vyzrážanie v úplnom rozsahu. Doplniť po značku, miešať a filtrovať cez skladaný filter. Pipetovať 50 ml filtrátu do 300 ml Erlenmayerovej banky aparatúry (5.3). Okysliť filtrát 2 mol/l kyselinou soľnou (4.23) až kým sa nedosiahne pH 3,0 namerané pH metrom (5.5). Potom zvýšiť pH na 5,4 pomocou 0,1 mol/l hydroxidu sodného (4.20).

Aby sa zabránilo stratám amoniaku počas rozkladu ureázou, uzavrieť Erlenmyerovu banku zátkou vybavenou deliacou nálevkou a malým

▼B

lapačom bublín obsahujúcim presne 2 ml štandardného 0,1 mol/l roztoku kyseliny chlorovodíkovej (4.24). Potom pridať cez deliacu nálevku 20 ml roztoku ureázy (4.25) a nechať postáť aspoň jednu hodinu pri 20 až 25 °C. Potom pipetovať 25 ml štandardného 0,1 mol/l roztoku kyseliny chlorovodíkovej (4.24) do deliacej nálevky, nechať ho cez ňu pretiecť do roztoku a potom opláchnuť trochou vody. Rovnakým spôsobom kvantitatívne preliať obsah ochrannej zbernej nádobky do roztoku obsiahnutého v Erlenmayerovej banke. Titrovať nadbytok kyseliny štandardným 0,1 mol/l roztokom hydroxidu sodného (4.20) až kým sa nedosiahne pH 5,4 namerané pH-metrom.

7.2.6.2 Skúška naslepo

Pozri 7.1.1.3.

7.2.6.3 Vyjadrenie výsledku

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

kde

a = ml štandardného roztoku 0,1 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného, použitého pre skúšku naslepo vykonanú presne za tých istých podmienok ako analýza,

A = ml štandardného roztoku 0,1 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného použitého na analýzu a

M = hmotnosť skúšanej vzorky prítomnej v alikvotnej časti odobratej na analýzu vyjadrená v gramoch.

Poznámka

1. Po vyzrážaní roztokmi hydroxidu bárnatého a uhličitanu sodného doplniť po značku, filtrovať a neutralizovať tak rýchlo, ako je to možné.

2. Titračná skúška sa môže vykonať aj s indikátorom (4.29.2), ale vtedy je ťažšie spozorovať koncový bod.

7.2.6.4 Gravimetrická metóda so xanthydrolom

Preliať presnou pipetou do 250 ml kadičky alikvotnú časť filtrátu (7.2.1.1 alebo 7.2.1.2) obsahujúcu nie viac ako 20 mg močoviny. Pridať 40 ml kyseliny octovej (4.14). Premiešavať jednu minútu sklenou tyčinkou, nechať všetky zrazeniny sedimentovať počas piatich minút. Filtrovať na ploché lôžko do 100 ml kadičky, premyť niekoľkými mililitrami kyseliny octovej (4.14), potom pridať do filtrátu po kvapkách 10 ml xanthydrolu (4.26) a pritom nepretržite miešať sklenenou tyčinkou. Nechať sedimentovať až kým sa neobjaví zrazenina a vtedy opäť jednu až dve minúty premiešavať. Nechať postáť na jednu a pol hodiny. Prefiltrovať cez sklený filtračný téglik, ktorý bol predtým vysušený a odvážený, a použiť pritom mierny podtlak; opláchnuť tri razy s 5 ml etanolu (4.31) bez snahy o odstránenie všetkej kyseliny octovej. Vložiť ho do pece a nechať hodinu pri teplote 130 °C (neprekročiť 145 °C). Nechať vychladnúť v exsikátore a odvážiť.

7.2.6.5 Vyjadrenie výsledku

$$\%\ \mathrm{N}\ (\text{močovinového}) + \text{biuret} = \frac{6,67 \times m_1}{M_2}$$

kde

$m_1$ = hmotnosť získanej zrazeniny v gramoch a

$M_2$ = hmotnosť skúšanej vzorky prítomnej v alikvotnej časti odobratej na analýzu vyjadrená v gramoch.

Korigovať na skúšku naslepo. Biuret môže byť vo všeobecnosti meraný s močovinovým dusíkom bez nejakej veľkej chyby, lebo

▼B

jeho obsah vyjadrený v absolútnej hodnote zostáva vo viaczložkových hnojivách nízky.

7.2.6.6 Rozdielová metóda

Obsah močovinového dusíka môže byť vyjadrený aj podľa tejto tabuľky:

| Prípad | Dusičnanový N | Amoniakálny N | Kyánamidový N | Rozdiel |
|---|---|---|---|---|
| 1 | neprítomný | prítomný | prítomný | (7.2.2.4) – (7.2.5.5 + 7.2.7) |
| 2 | prítomný | prítomný | prítomný | (7.2.3.2) – (7.2.5.5 + 7.2.7) |
| 3 | neprítomný | prítomný | neprítomný | (7.2.2.4) – (7.2.5.5) |
| 4 | prítomný | prítomný | neprítomný | (7.2.3.2) – (7.2.5.5) |

7.2.7 Kyánamidový dusík

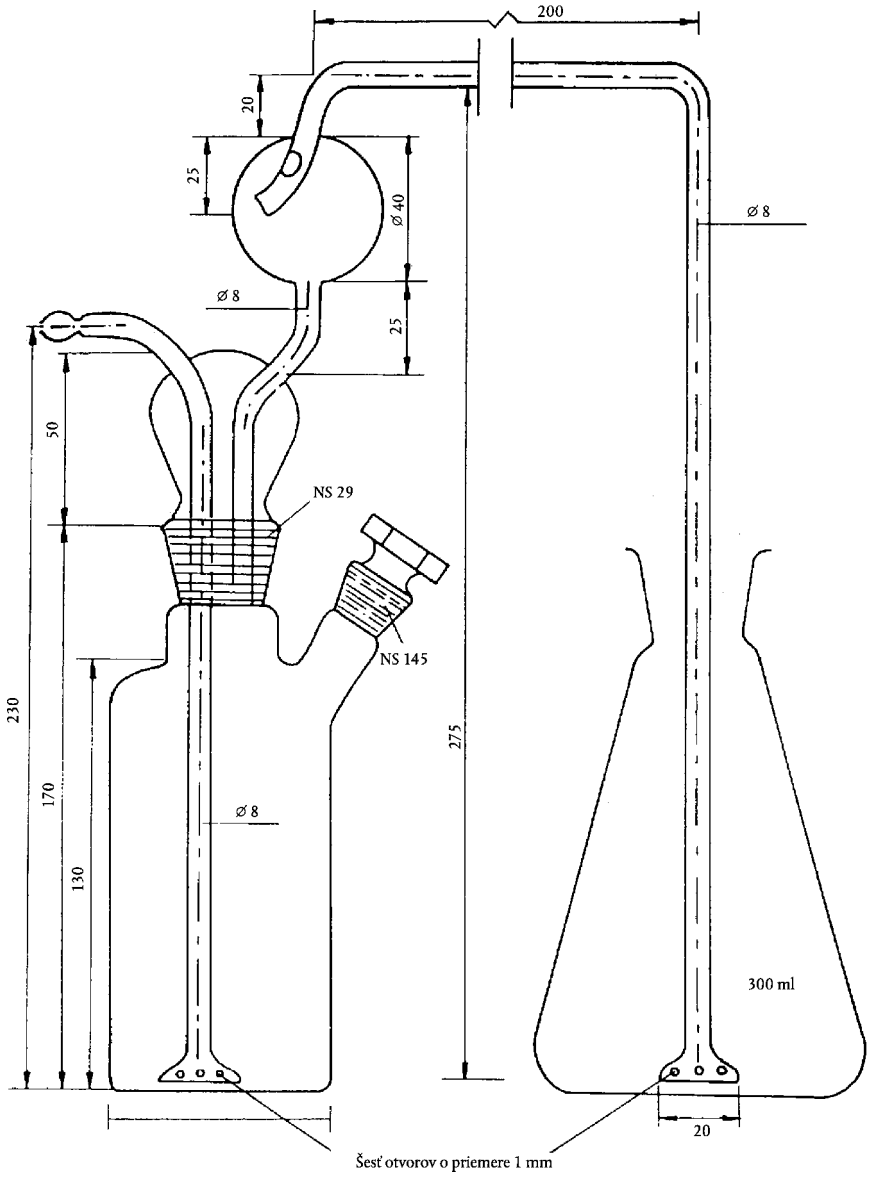
Preliať alikvotnú časť filtrátu (7.2.1.2) obsahujúcu 10 až 30 mg kyánamidového dusíka do 250 ml kadičky. Pokračovať v analýze podľa metódy 2.4.

8. **Overenie výsledkov**

8.1 V určitých prípadoch je možné zistiť rozdiel medzi dusíkom spolu získaným priamo z naváženej vzorky (7.1) a vzorky rozpustného dusíka spolu (7.2.2). Avšak rozdiel by nemal byť väčší ako 0,5 %. Ak to tak nie je, tak hnojivo obsahuje formy nerozpustného dusíka neuvedené v zozname prílohy I.

8.2 Pred každou analýzou skontrolovať, či aparatúra funguje správne a že sa metóda používa správne pomocou štandardného roztoku vrátane rôznych foriem dusíka v pomere podobnom pomeru skúšanej vzorky. Tento štandardný roztok sa pripraví zo štandardných roztokov tiokyanátu draselného (4.3), dusičnanu draselného (4.4), síranu amónneho (4.5) a močoviny (4.6).

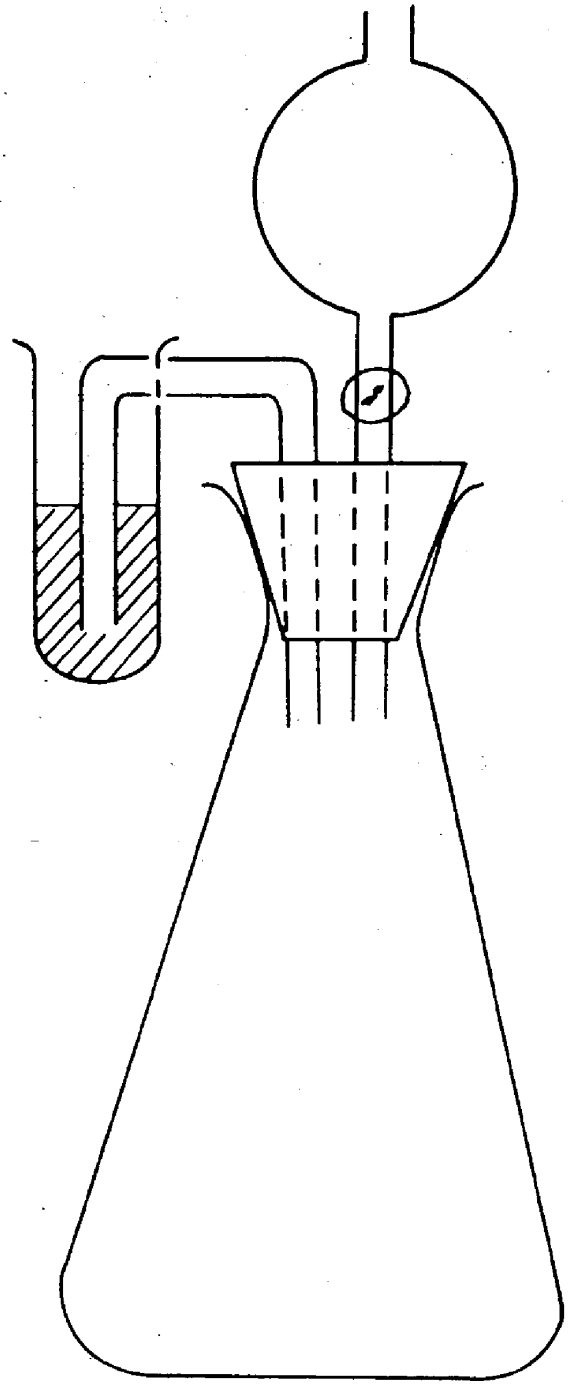
▼B




*Obrázok 6*

Aparatúra na stanovenie amoniakálneho dusíka (7.2.5.3)

▼B



*Obrázok 7*

Aparatúra na stanovenie močovinového dusíka (7.2.6.1)

▼B

Metóda 2.6.2

**Stanovenie rôznych foriem dusíka v hnojivách obsahujúcich dusík iba ako dusičnatý, amoniakálny a močovinový dusík**

1. **Predmet**

Účelom tohto dokumentu je definovať zjednodušenú metódu stanovenia rôznych foriem dusíka v hnojivách obsahujúcich dusík iba ako dusičnanový, amoniakálny a močovinový dusík.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda sa môže použiť pre všetky hnojivá uvedené v prílohe I, ktoré obsahujú výhradne dusičnanový, amoniakálny alebo močovinový dusík.

3. **Princíp**

Nasledovné určovanie sa robí na rôznych častiach jednej vzorky v roztoku.

3.1 *Rozpustný dusík celkom:*

3.1.1 v neprítomnosti dusičnanov priamym lúhovaním roztoku podľa Kjeldahla.

3.1.2 v prítomnosti dusičnanov lúhovaním časti vzorky podľa Kjeldahla po redukcii Ulschovou metódou; amoniak sa stanoví v oboch prípadoch podľa metódy 2.1;

3.2 rozpustný dusík spolu okrem dusičnanového dusíka lúhovaním podľa Kjeldahla po odstránení dusičnanového dusíka v kyslom prostredí pomocou síranu železnatého; amoniak sa stanoví metódou popísanou v 2.1;

3.3 dusičnanový dusík rozdielom medzi 3.1.2 a 3.2 alebo medzi rozpustným dusíkom celkom (3.1.2) a sumou amoniakálneho dusíka a močovinového organického dusíka (3.4 + 3.5);

3.4 amoniakálny dusík studenou destiláciou po úprave na mierne alkalické prostredie; amoniak sa získa v roztoku kyseliny sírovej a je stanovený podľa opisu v metóde 2.1;

3.5 *močovinový dusík:*

3.5.1 buď konverziou pomocou ureázy na amoniak, ktorý sa titruje štandardným roztokom kyseliny chlorovodíkovej alebo

3.5.2 gravimetricky xanthydrolom; súbežne vyzrážaný biuret sa môže počítať s močovinovým dusíkom bez veľkej chyby, pričom jeho obsah zostáva v absolútnej hodnote vo všeobecnosti nízky pri viaczložkových hnojivách alebo

3.5.3 rozdielom podľa tejto tabuľky:

| Prípad | Dusičnanový dusík | Amoniakálny dusík | Rozdiel |
|---|---|---|---|
| 1 | neprítomný | prítomný | (3.1.1) – (3.4) |
| 2 | prítomný | prítomný | (3.2) – (3.4) |

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda.

4.1 Síran draselný na analýzu

4.2 Práškové železo na analýzu redukované vodíkom (predpísané množstvo železa musí byť schopné zredukovať aspoň 50 mg dusičnanového N)

4.3 Dusičnan draselný na analýzu

4.4 Síran amónny na analýzu

4.5 Močovina na analýzu

4.6 Štandardný roztok kyseliny sírovej: 0,2 mol/l

4.7 Koncentrovaný roztok hydroxidu sodného: vodný roztok hydroxidu sodného, približne 30 % (hmotnosť/objem) NaOH bez amoniaku

▼B

4.8 Štandardný roztok hydroxidu sodného alebo draselného: 0,2 mol/l, bez uhličitanov

4.9 Kyselina sírová, hustota ($d_{20}$ = 1,84 g/ml)

4.10 Zriediť kyselinu chlorovodíkovú: jeden objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) plus jeden objemový diel vody

4.11 Kyselina octová: 96 – 100 %

4.12 Roztok kyseliny sírovej obsahujúci približne 30 % $H_2SO_4$ (hmotnosť/objem) bez amoniaku

4.13 Síran železnatý: kryštalický $FeSO_4.7H_2O$

4.14 Titrovaný roztok kyseliny sírovej: 0,1 mol/l

4.15 Oktylalkohol

4.16 Nasýtený roztok uhličitanu draselného

4.17 Hydroxidu sodný alebo draselný: 0,1 mol/l

4.18 Nasýtený roztok hydroxidu bárnatého

4.19 Roztok uhličitanu sodného: 10 % (hmotnosť/objem)

4.20 Kyselina chlorovodíková: 2 mol/l

4.21 Roztok kyseliny chlorovodíkovej: 0,1 mol/l

4.22 *Roztok ureázy*

Dispergovať 0,5 g aktívnej ureázy v 100 ml destilovanej vody a pomocou 0,1 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.21) upraviť pH na 5,4 merané pH-metrom.

4.23 *Xanthydrol*

5 % roztok v etanole alebo metanole (4.28) (nepoužívať produkty dávajúce vysoký podiel nerozpustných látok); roztok je možné držať tri mesiace v dobre zazátkovanej fľaši, mimo svetla.

4.24 *Katalyzátor*

Oxid meďnatý (CuO): 0,3 až 0,4 g na každú analýzu alebo ekvivalentné množstvo pentahydrátu síranu meďnatého ($CuSO_4.5H_2O$) od 0,95 do 1,25 g na každú analýzu.

4.25 Pemzové protinárazové granule, opláchnuté v kyseline chlorovodíkovej a kalcinované

4.26 *Indikačné roztoky*

4.26.1 Zmiešaný indikátor

Roztok A: rozpustiť 1 g metylovej červene v 37 ml 0,1 mol/l roztoku hydroxidu sodného a doliať do jedného litra vodou.

Roztok B: rozpustiť 1 g metylénovej modrej vo vode a doliať do jedného litra.

Zmiešať jeden objemový diel A s dvomi objemovými dielmi B.

Indikátor je v kyslom roztoku fialový, sivý v neutrálnom a zelený v zásaditom. Použiť 0,5 ml (10 kvapiek) tohto indikačného roztoku.

4.26.2 Indikačný roztok metylovej červene

Rozpustiť 0,1 g metylovej červene v 50 ml 95 % etanolu. Doliať do 100 ml vodou a v prípade potreby filtrovať. Štyri až päť kvapiek tohto indikátora je možné použiť namiesto predchádzajúceho.

4.27 *Indikátorové papieriky*

Lakmus, brómtymolová modrá (alebo iné papieriky citlivé na pH 6 až 8)

4.28 Etanol alebo metanol: 95 % roztok

5. **Zariadenie**

5.1 *Destilačná aparatúra*

Pozri metódu 2.1.

▼B

5.2 *Zariadenie na stanovenie amoniakálneho dusíka (7.5.1)*

Pozri metódu 2.6.1 a obrázok 6.

5.3 *Zariadenie na stanovenie močovinového dusíka podľa ureázového postupu (7.6.1)*

Pozri metódu 2.6.1 a obrázok 7.

5.4 Rotačná trepačka (35 až 40 otáčok za minútu)

5.5 pH-meter

5.6 *Chemické sklo:*

presné pipety: 2, 5, 10, 20, 25, 50 a 100 ml

Kjeldahlove banky o objeme 300 ml a 500 ml s dlhým hrdlom

banky o objeme 100, 250, 500 a 1 000 ml s volumetrickou ryskou

tégliky zo sintrovaného skla, priemer póru 5 až 15 μ

trecie misky.

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Metódy**

7.1 *Príprava vzoriek na analýzu*

Odvážiť 10 g vzorky s presnosťou na 1 mg a preniesť ju do 500 ml banky s volumetrickou ryskou. Pridať 50 ml vody a potom 20 ml zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (4.10). Pretrepať. Nechať postáť až kým sa neprestane tvoriť všetok $CO_2$. Pridať 400 ml vody; polhodinu pretrepávať (5.4), doplniť na objem vodou, homogenizovať a filtrovať na suchom filtri do suchej nádoby.

7.2 *Dusík spolu*

7.2.1 V neprítomnosti dusičnanov

Pipetovať do 300 ml Kjeldahlovej banky časť filtrátu (7.1) obsahujúceho najviac 100 mg N. Pridať 15 ml koncentrovanej kyseliny sírovej (4.9), 0,4 g oxidu meďnatého alebo 1,25 g síranu meďnatého (4.24) a niekoľko granúl proti varu. Najprv mierne zohrievať tak, aby sa spustila reakcia, potom intenzívnejšie až kým sa kvapalina nevyčíri alebo nezostane mierne zelenkavá a nepochybne sa neobjaví biely dym. Po ochladení preliať roztok do destilačnej banky, zriediť približne na 500 ml vodou a pridať niekoľko granúl pemzy (4.25). Pripojiť banku na destilačnú aparatúru (5.1) a vykonať stanovenie podľa popisu v 7.1.1.2 metódy 2.6.1.

7.2.2 V prítomnosti dusičnanov

Pipetovať do 500 ml Erlenmayerovej banky časť filtrátu (7.1) obsahujúceho najviac 40 mg dusičnanového dusíka. V tejto fáze analýzy nie je celkové množstvo dusíka dôležité. Pridať 10 ml 30 % kyseliny sírovej (4.12), 5 g redukovaného železa (4.2) a ihneď zakryť Erlemayerovu banku hodinovým sklíčkom. Opatrne zohrievať až kým reakcia nie je ustálená, ale nie intenzívna. Vtedy zastaviť ohrev a nechať banku postáť aspoň tri hodiny pri teplote miestnosti. Kvantitatívne prepláchnuť kvapalinu do 250 ml banky s volumetrickou ryskou, zanechajúc nerozpustené železo. Doliať vodou na objem. Opatrne premiešať. Preliať presnou pipetou do 300 ml Kjeldahlovej banky časť obsahujúcu najviac 100 mg dusíka. Pridať 15 ml koncentrovanej kyseliny sírovej (4.9), 0,4 g oxidu meďnatého alebo 1,25 g síranu meďnatého (4.24) a niekoľko sklenených guličiek na kontrolu varu. Najprv opatrne zohriať aby sa začala reakcia a potom intenzívnejšie až kým sa kvapalina nevyčíri alebo nezostane mierne zelenkastá a nie je jasne pozorovateľný biely dym. Po ochladení roztok kvantitatívne preliať do destilačnej banky, rozpustiť v približne 500 ml vody a pridať niekoľko granúl pemzy (4.25). Pripojiť banku na destilačnú aparatúru (5.1) a pokračovať v analýze podľa opisu v 7.1.1.2 metódy 2.6.1.

7.2.3 Skúška naslepo

Vykonať skúšku naslepo (s vynechaním vzorky) za rovnakých podmienok a výsledok použiť pri výpočte konečného výsledku.

▼B

7.2.4 Vyjadrenie výsledku

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

kde

a = ml titrovaného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného (4.8), použitého pre skúšku naslepo vykonanú pridaním do zbernej nádoby aparatúry 50 ml štandardného roztoku 0,2 mol/l kyseliny sírovej (4.6),

A = ml štandardného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného (4.8) použitého na analýzu a

M = hmotnosť skúšanej vzorky prítomnej v alikvotnej časti (7.2.1 alebo 7.2.2) v gramoch.

7.3 *Rozpustný dusík spolu okrem dusičnanového dusíka*

7.3.1 Analýza

Preliať presnou pipetou do 300 ml Kjeldahlovej banky alikvotnú časť filtrátu (7.1) obsahujúcu najviac 50 mg N, ktorý má byť stanovený. Rozriediť vodou na 100 ml, pridať 5 g síranu železnatého (4.13), 20 ml koncentrovanej kyseliny sírovej (4.9) a niekoľko sklených guličiek na kontrolu varu. Najprv opatrne zohriať a potom ohrev zintenzívniť až kým sa neobjaví biely dym. Nechať reagovať 15 minút. Zastaviť ohrev, pridať 0,4 g oxidu meďnatého alebo 1,25 g síranu meďnatého (4.27) ako katalyzátor. Obnoviť ohrev a udržať tvorbu bieleho dymu ešte ďalších 10 až 15 minút. Po ochladení obsah kvantitatívne preliať obsah Kjeldahlovej banky do destilačnej banky (5.1). Rozriediť v približne 500 ml vody a pridať niekoľko granúl pemzy (4.25). Pripojiť banku na destilačnú aparatúru a pokračovať v analýze podľa opisu v 7.1.1.2 metódy 2.6.1.

7.2.3.1 Skúška naslepo

Pozri 7.2.3.

7.3.3 Vyjadrenie výsledku

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

kde

a = ml titrovaného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného (4.8), použitého pre skúšku naslepo vykonanú pipetovaním 50 ml titrovaného roztoku 0,2 mol/l kyseliny sírovej (4.6) do zbernej nádoby aparatúry,

A = ml titrovaného roztoku 0,2 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného použitého na analýzu a

M = hmotnosť skúšanej vzorky prítomnej v alikvotnej časti odobratej na analýzu vyjadrená v gramoch.

7.4 *Dusičnanový dusík*

Zistí sa rozdielom medzi:

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.3)

alebo

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.5)

alebo

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.6)

7.5 *Amoniakálny dusík*

7.5.1 Analýza

Preliať pipetou do suchej banky aparatúry (5.2) alikvotnú časť filtrátu (7.1) obsahujúcu nie viac ako 20 mg amoniakálneho N. Zapojiť aparatúru. Pipetovať do 300 ml Erlenmayerovej banky presne 50 ml titro-

▼B

vaného 0,1 mol/l roztoku kyseliny sírovej (4.14) a také množstvo destilovanej vody, aby hladina kvapaliny bola približne 5 cm nad otvorom vstupnej rúrky. Pridať cez bočné hrdlo reagenčnej banky destilovanú vodu tak, aby sa získal objem približne 50 ml. Pretrepať. Aby sa zabránilo tvorbe peny na vstupe plynu, pridať niekoľko kvapiek oktylalkoholu (4.15). Pridať 50 ml nasýteného roztoku uhličitanu draselného (4.16) a ihneď začať s vypudzovaním amoniaku takto uvoľneným zo studenej suspenzie. Intenzívny prúd vzduchu požadovaný na tento účel (prietok asi tri litre za minútu) je vopred očistený prechodom cez premývacie banky obsahujúce zriedenú kyselinu sírovú a zriedený hydroxid sodný. Namiesto použitia stlačeného vzduchu je možné použiť vákuum (sacia výveva), ak sú spoje aparatúry vzduchotesné.

Odstránenie amoniaku bežne trvá tri hodiny.

Je však žiadúce sa o tom uistiť výmenou Erlenmayerovej banky. Keď je proces ukončený, oddeliť Erlenmayerovu banku od aparatúry, opláchnuť koniec vstupnej rúrky a steny Erlenmayerovej banky trochou destilovanej vody a titrovať nadbytok kyseliny štandardným 0,1 mol/l roztokom hydroxidu sodného (4.17).

7.5.2 Skúška naslepo

Pozri 7.2.3.

7.5.3 Vyjadrenie výsledku

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

kde

a = ml titrovaného roztoku 0,1 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného (4.17), použitého pre skúšku naslepo vykonanú pipetovaním 50 ml titrovaného roztoku 0,1 mol/l kyseliny sírovej (4.14) do 300 ml Erlenmayerovej banky aparatúry,

A = ml titrovaného roztoku 0,1 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného použitého na analýzu (4.17) a

M = hmotnosť vzorky prítomnej v alikvotnej časti odobratej na analýzu vyjadrená v gramoch.

7.6 *Močovinový dusík*

7.6.1 Ureázová metóda

Preliať presnou pipetou do 500 ml banky s volumetrickou ryskou časť filtrátu (7.1) obsahujúcu najviac 250 mg močovinového dusíka. Na vyzrážanie fosforečnanov pridať vhodné množstvo nasýteného roztoku hydroxidu bárnatého (4.18) až kým ďalší jeho prídavok nespôsobí ďalšie zrážanie. Odstrániť nadbytok bárnatých iónov (a akýchkoľvek rozpustených vápenatých iónov) pomocou 10 % roztoku uhličitanu sodného (4.19). Nechať usadiť a skontrolovať, či prebehlo vyzrážanie v úplnom rozsahu. Doplniť po značku, miešať a filtrovať cez skladaný filter. Pipetovať 50 ml filtrátu do 300 ml Erlenmayerovej banky aparatúry (5.3). Okysliť filtrát 2 mol/l kyselinou soľnou (4.20) až kým sa nedosiahne pH 3,0 namerané pH metrom (5.5). Potom zvýšiť pH na 5,4 pomocou 0,1 mol/l hydroxidu sodného (4.17). Aby sa zabránilo stratám amoniaku počas hydrolýzy ureázou, uzavrieť Erlenmyerovu banku zátkou s deliacou nálevkou a malou ochrannou nádobkou obsahujúcou presne 2 ml štandardného 0,1 mol/l roztoku kyseliny chlorovodíkovej (4.21). Pridať cez deliacu nálevku 20 ml roztoku ureázy (4.22). Nechať postáť jednu hodinu pri 20 až 25 °C. Pipetovať 25 ml štandardného 0,1 mol/l roztoku kyseliny chlorovodíkovej (4.21) do deliacej nálevky, nechať ho cez ňu pretiecť do roztoku a potom opláchnuť trochou vody. Tiež kvantitatívne preliať obsah ochrannej nádobky do roztoku obsiahnutého v Erlenmayerovej banke. Titrovať nadbytok kyseliny štandardným 0,1 mol/l roztokom hydroxidu sodného (4.17) až kým sa nedosiahne pH 5,4 namerané pH-metrom.

▼B

Poznámky

1. Po vyzrážaní roztokmi hydroxidu bárnatého a uhličitanu draselného doliať po značku, prefiltrovať a neutralizovať tak rýchlo, ako je to možné.

2. Titrácia môže byť tiež posúdená pomocou indikátora (4.26), aj keď zmena farby sa spozoruje ťažšie.

7.6.2 Skúška naslepo

Pozri 7.2.3.

7.6.3 Vyjadrenie výsledku

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

kde

a = ml titrovaného roztoku 0,1 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného (4.17), použitého pri skúške naslepo vykonanej presne za tých istých podmienok ako analýza,

A = ml titrovaného roztoku 0,1 mol/l hydroxidu sodného alebo draselného (4.17) použitého pri analýze a

M = hmotnosť vzorky prítomnej v alikvotnej časti odobratej na analýzu vyjadrená v gramoch.

7.6.4 Gravimetrická metóda so xanthydrolom

Pipetovať do 100 ml kadičky časť filtrátu (7.1) obsahujúcu najviac 20 mg močoviny. Pridať 40 ml kyseliny octovej (4.11). Premiešavať jednu minútu sklenou tyčinkou. Nechať všetky zrazeniny sedimentovať počas piatich minút. Filtrovať a premyť niekoľkými mililitrami kyseliny octovej (4.11). Pridať do filtrátu po kvapkách 10 ml xanthydrolu (4.23), nepretržite miešajúc sklenenou tyčinkou. Nechať sedimentovať až kým sa neobjaví zrazenina a vtedy opäť jednu až dve minúty premiešavať. Nechať postáť jeden a pol hodiny. Prefiltrovať cez sklený filtračný téglik, ktorý bol predtým vysušený a odvážený, použijúc mierny podtlak; opláchnuť tri razy s 5 ml etanolu (4.28) bez snahy o odstránenie všetkej kyseliny octovej. Vložiť ho do pece a nechať hodinu pri teplote 130 °C (neprekročiť 145 °C). Nechať vychladnúť v exsikátore a odvážiť.

7.6.5 Vyjadrenie výsledku

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

kde

m = hmotnosť získanej zrazeniny v gramoch a

M = hmotnosť vzorky prítomnej v alikvotnej časti odobratej na analýzu vyjadrená v gramoch.

Korigovať pre skúšku naslepo. Biuret môže byť vo všeobecnosti meraný s močovinovým dusíkom bez nejakej veľkej chyby, lebo jeho obsah vyjadrený v absolútnej hodnote zostáva vo viaczložkových hnojivách malý.

7.6.6 Rozdielová metóda

Obsah močovinového N môže byť vyjadrený aj podľa tejto tabuľky:

| Prípad | Dusičnanový N | Amoniakálny N | Močovinový N |
|---|---|---|---|
| 1 | neprítomný | prítomný | (7.2.4) – (7.5.3) |
| 2 | prítomný | prítomný | (7.3.3) – (7.5.3) |

▼B

8. **Overenie výsledkov**

Pred každou analýzou skontrolovať, či aparatúra funguje správne a že sa metóda používa správne pomocou štandardného roztoku vrátane rôznych foriem dusíka v pomere podobnom pomeru vzorky. Tento štandardný roztok sa pripraví zo štandardných roztokov dusičnanu draselného (4.3), síranu amónneho (4.4) a močoviny (4.5).

Metódy 3

**Fosfor**

Metódy 3.1

**Extrakcie**

Metóda 3.1.1

**Extrakcia fosforu rozpustného v minerálnych kyselinách**

1. **Predmet**

Tento dokument opisuje postup stanovenia fosforu rozpustného v minerálnych kyselinách.

2. **Oblasť použitia**

Platí iba pre fosforečné hnojivá uvedené v prílohe I.

3. **Princíp**

Extrakcia fosforu z hnojiva zmesou kyseliny dusičnej a sírovej.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda.

4.1 Kyselina sírová ($d_{20}$ = 1,84 g/ml)

4.2 Kyselina dusičná ($d_{20}$ = 1,40 g/ml)

5. **Zariadenie**

Štandardné laboratórne zariadenie.

5.1 Kjeldahlova banka s objemom aspoň 500 ml alebo 250 ml banka s okrúhlym dnom so sklenou rúrkou tvoriacou refluxný kondenzátor

5.2 500 ml banka s volumetrickou ryskou

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Vzorka*

Odvážiť s presnosťou na 0,001 g 2,5 g pripravenej vzorky a vložiť ju do suchej Kjeldahlovej banky.

7.2 *Extrakcia*

Pridať 15 ml vody a miešať až do dispergovania látky. Pridať 20 ml kyseliny dusičnej (4.2) a opatrne pridať 30 ml kyseliny sírovej (4.1).

Keď sa skončí počiatočná prudká reakcia, pomaly uviesť obsah banky do varu a variť počas 30 minút. Nechať vychladnúť a potom opatrne pridať miešaním asi 150 ml vody. Nechať vrieť ďalších 15 minút.

Úplne vychladiť a preliať kvapalinu kvantitatívne do 500 ml banky s volumetrickou ryskou. Doliať na objem, zmiešať a prefiltrovať cez suchý skladaný filter bez fosforečnanov, odstrániac prvú časť filtrátu.

7.3 *Stanovenie*

Stanovenie fosforu sa vykoná metódou 3.2 na alikvotnej časti takto získaného roztoku.

▼B

Metóda 3.1.2

**Extrakcia fosforu rozpustného v 2 % kyseline mravčej (20 g/liter)**

1. **Predmet**

Tento dokument opisuje postup stanovenia fosforu rozpustného v 2 % kyseline mravčej (20 g/liter).

2. **Oblasť použitia**

Platí iba pre mäkké prírodné fosfáty.

3. **Princíp**

Na rozlíšenie medzi tvrdými prírodnými fosfátmi a mäkkými prírodnými fosfátmi sa fosfor rozpustný v kyseline mravčej extrahuje za osobitných podmienok.

4. **Činidlá**

4.1 *Kyselina mravčia, 2 % (20 g/liter)*

Poznámka

Pripraviť doplnením objemu 82 ml kyseliny mravčej (koncentrácia 98 až 100 %; $d_{20}$ = 1,22 g/ml) na objem piatich litrov destilovanou vodou.

5. **Zariadenie**

Štandardné laboratórne zariadenie.

5.1 500 ml banka s volumetrickou ryskou (napr. Stohmannova banka)

5.2 Rotačná trepačka (35 až 40 otáčok za minútu)

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Vzorka*

Odvážiť 5 g pripravenej vzorky s presnosťou na 0,001 g a vložiť ju do suchej 500 ml banky s volumetrickou ryskou.

7.2 *Extrakcia*

Počas nepretržitého pretrepávania banky rukou pridávať 2 % kyselinu mravčiu pri 20 (± 1) °C až kým nie je asi 1 cm pod značkou a doliať na objem. Uzavrieť banku gumenou zátkou a pretrepávať 30 minút pri 20 (± 2) °C na rotačnej trepačke.

Prefiltrovať cez suchý skladaný filter bez fosforečnanov do suchej sklenej nádobky. Odstrániť prvú časť filtrátu.

7.3 *Stanovenie*

Stanovenie fosforu sa vykoná metódou 3.2 na alikvotnej časti takto získaného roztoku.

Metóda 3.1.3

**Extrakcia fosforu rozpustného v 2 % kyseline citrónovej (20 g/liter)**

1. **Predmet**

Tento dokument opisuje postup stanovenia fosforu rozpustného v 2 % kyseline citrónovej (20 g/liter).

2. **Oblasť použitia**

Platí iba pre typ zásaditej trosky (pozri príloha I A).

3. **Princíp**

Extrakcia fosforu z hnojiva 2 % roztokom kyseliny citrónovej (20 g/liter) za daných podmienok.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda.

▼B

4.1 *2 % kyselina citrónová (20 g/l) pripravená z kryštalizovanej kyseliny citrónovej ($C_6H_8O_7.H_2O$)*

Poznámka

Overiť koncentráciu tohto roztoku kyseliny citrónovej titráciou 10 ml so štandardným 0,1 mol/l roztokom hydroxidu sodného s použitím fenolftaleínu ako indikátora.

Ak je roztok správny, malo by sa spotrebovať 28,55 ml tohto štandardného roztoku.

5. **Zariadenie**

5.1 *Rotačná trepačka (35 až 40 otáčok za minútu)*

6. **Príprava vzorky**

Analýza sa vykoná na produkte v stave, v akom bol prijatý, po opatrnom premiešaní pôvodnej vzorky tak, aby sa zabezpečila jej homogenita. Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Vzorka*

Odvážiť 5 g pripravenej vzorky s presnosťou na 0,001 g a vložiť ju do suchej banky s dostatočne širokým hrdlom a objemom 600 ml, s dôkladným pretrepaním kvapaliny.

7.2 *Extrakcia*

Pridať 500 (± 1) ml roztoku kyseliny citrónovej pri teplote 20 (± 1) ° C. Počas pridávania prvých mililitrov činidla silno pretrepať rukou, aby sa zastavila tvorba hrudiek a zabránilo prilepeniu materiálu na steny. Uzavrieť banku gumenou zátkou a pretrepávať presne 30 minút pri teplote 20 (± 2) °C na rotačnej trepačke (5.1).

Ihneď prefiltrovať cez suchý skladaný filter bez fosforečnanov do suchej sklenej nádobky a odstrániť prvých 20 ml filtrátu. Pokračovať vo filtrácii až kým sa nezíska dostatočné množstvo filtrátu na stanovenie fosforu.

7.3 *Stanovenie*

Stanovenie extraktu fosforu sa vykoná metódou 3.2 na alikvotnej časti takto získaného roztoku.

Metóda 3.1.4

**Extrakcia fosforu rozpustného v neutrálnom citrane amónnom**

1. **Predmet**

Tento dokument popisuje postup stanovenia fosforu rozpustného v neutrálnom citrane amónnom.

2. **Oblasť použitia**

Všetky hnojivá, s ohľadom na ktoré je stanovená rozpustnosť v neutrálnom citrane amónnom (pozri prílohu I).

3. **Princíp**

Extrakcia fosforu pri teplote 65 °C pomocou roztoku neutrálneho citranu amónneho (pH 7,0) za daných podmienok.

4. **Činidlo**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda.

4.1 *Roztok neutrálneho citranu amónneho (pH 7,0)*

Tento roztok musí obsahovať 185 g/l kryštalickej kyseliny citrónovej a mať špecifickú váhu 1,09 pri teplote 20 °C a pH 7,0.

Činidlo sa pripraví týmto spôsobom:

Rozpustiť 370 g kryštalickej kyseliny citrónovej ($C_6H_8O_7.H_2O$) v približne 1,5 l vody a urobiť približne neutrálny roztok pridaním 345 ml roztoku hydroxidu amónneho (28 až 29 % $NH_3$). Ak je koncentrácia $NH_3$ nižšia ako 28 %, pridať primerane väčšie množstvo

▼B

roztoku hydroxidu amónneho a rozpustiť kyselinu citrónovú v primerane menšom množstve vody.

Ochladiť a presne neutralizovať, pričom sa elektródy pH metra nechajú ponorené v roztoku. Pridávať amoniak s 28 až 29 % $NH_3$ po kvapkách a za neustáleho miešania (mechanickým miešadlom) až kým sa nezíska presne pH 7 pri teplote 20 °C. V tomto bode doplniť na objem dvoch litrov a opäť skontrolovať pH. Ponechať činidlo v uzavretej nádobe a pH pravidelne kontrolovať.

5. **Zariadenie**

5.1 Dvojlitrová kadička

5.2 pH meter

5.3 200 alebo 250 ml Erlenmayerova banka

5.4 500 ml banky s volumetrickou ryskou a 2 000 ml banka s volumetrickou ryskou

5.5 Vodný kúpeľ, ktorý je termostaticky nastaviteľný na teplotu 65 °C a vybavený vhodným miešadlom (pozri obrázok 8).

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Vzorka*

Preniesť 1 alebo 3 g analyzovaného hnojiva (pozri prílohu I A a B k nariadeniu) do 200 alebo 250 ml Erlenmayerovej banky obsahujúcej 100 ml roztoku citranu amónneho zohriateho predtým na teplotu 65 ° C.

7.2 *Analýza roztoku*

Zazátkovať Erlenmayerovu banku a pretrepať, aby sa hnojivo dispergovalo bez tvorby hrudiek. Odstrániť na chvíľu zátku, aby sa vyrovnal tlak a opäť Erlenmayerovu banku uzavrieť. Umiestniť banku do vodného kúpeľa nastaveného tak, aby obsah banky mal presne 65 ° C a zapojiť doň miešadlo (pozri obrázok 8). Hladina suspenzie v banke musí byť počas miešania nepretržite pod hladinou vody vo vodnom kúpeli ([1]). Mechanické miešanie bude riadené tak, aby sa zabezpečila úplná disperzia.

Po presne hodinovom miešaní vybrať Erlenmayerovu banku z vodného kúpeľa.

Ihneď ochladiť pod tečúcou vodou na teplotu prostredia a vzápätí kvantitatívne preliať obsah z Erlenmayerovej banky do 500 ml banky s volumetrickou ryskou prúdom vody (premývacia fľaša). Doplniť objem vodou. Dôkladne premiešať. Prefiltrovať cez suchý skladaný filter (strednej kapacity a bez fosforečnanov) do suchej nádoby a odstrániť prvú časť filtrátu (asi 50 ml).

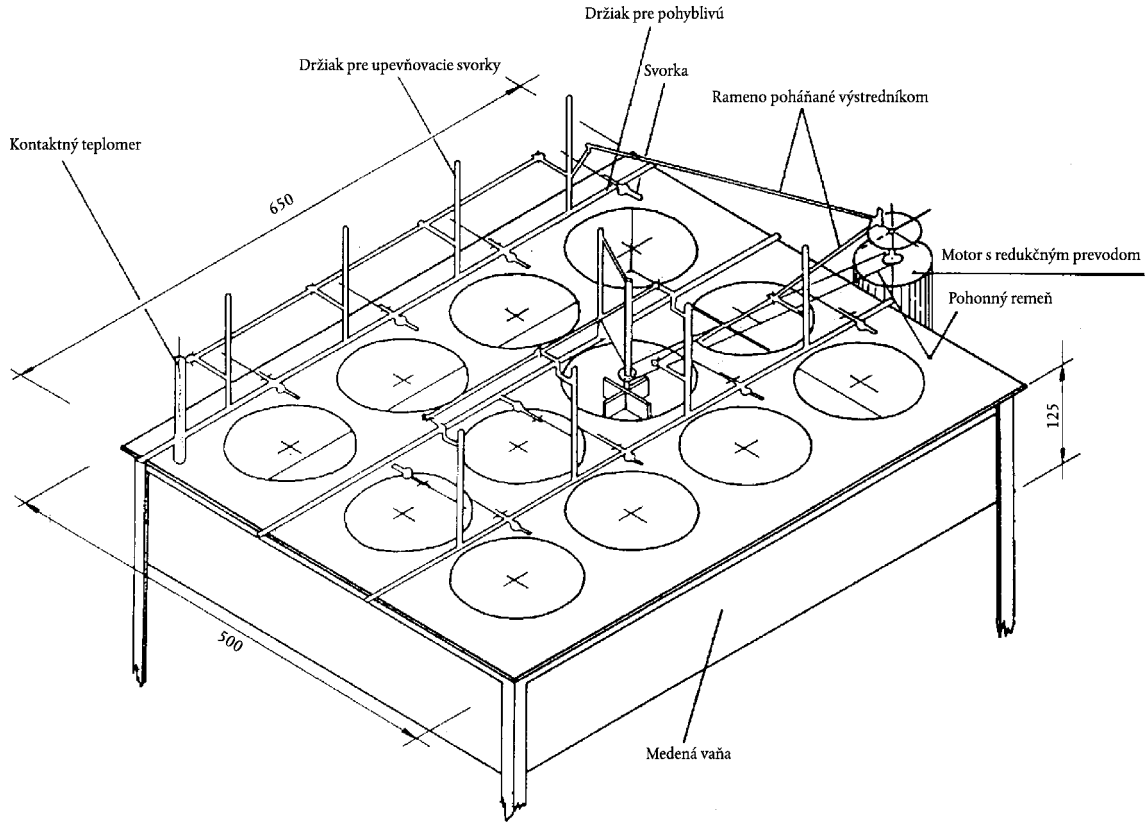
Potom nazbierať približne 100 ml čistého filtrátu.

7.3 *Stanovenie*

Stanovenie takto získaného fosforu sa vykoná metódou 3.2.

([1]) Ak nie je dostupné mechanické miešanie, banku je možné preptrepávať rukou každých päť minút.

▼B




*Obrázok 8*

Metódy 3.1.5

**Extrakcia zásaditým citranom amónnym**

Metóda 3.1.5.1

**Extrakcia rozpustného fosforu podľa Petermanna pri 65 °C**

1. **Predmet**

Tento dokument opisuje postup stanovenia fosforu rozpustného v zásaditom citrane amónnom.

2. **Oblasť použitia**

Výhradne na vyzrážaný hydrogénfosforečnan vápenatý ($CaHPO_4.2H_2O$).

3. **Princíp**

Extrakcia fosforu pri teplote 65 °C pomocou zásaditého roztoku citranu amónneho (Petermann) za stanovených podmienok.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda s rovnakými vlastnosťami ako destilovaná voda.

4.1 Petermannov roztok

4.2 *Vlastnosti*

Kyselina citrónová ($C_6H_8O_7.H_2O$): 173 g/liter.

Amoniak: 42 g/liter amoniakálneho dusíka.

pH medzi 9,4 a 9,7

Príprava z citranu dvojamónneho

Rozpustiť 931 g citranu dvojamónneho (molekulová hmotnosť 226,19) v približne 3 500 ml vody v štandardnej päťlitrovej banke. Ponechať

▼B

v kúpeli s tečúcou vodou, miešať, chladiť a pridávať v malých množstvách amoniak. Napríklad, na $d_{20}$ = 906 g/ml zodpovedajúcich úrovni 20,81 % hmotnostných amoniakálneho dusíka sa spotrebuje 502 ml roztoku amoniaku. Upraviť teplotu na 20 °C a doplniť objem destilovanou vodou. Premiešať.

Príprava z kyseliny citrónovej a amoniaku

Rozpustiť 865 g monohydrátu kyseliny citrónovej vpribližne 2 500 ml vody v nádobe s približným objemom päť litrov. Vložiť nádobu do ľadového kúpeľa a v malých množstvách pridávať, za neustáleho pretrepávania, roztok amoniaku pomocou lievika, ktorého stopka je ponorená do roztoku s kyselinou citrónovou. Napríklad, na $d_{20}$ = 906 g/ml zodpovedajúcich úrovni 20,81 % hmotnostných amoniakálneho dusíka je potrebné pridať 1 114 ml roztoku amoniaku. Upraviť teplotu na 20 °C, preliať do štandardnej päťlitrovej banky, doplniť po značku destilovanou vodu a miešať.

Skontrolovať obsah amoniakálneho dusíka takto:

Preniesť 25 ml roztoku do 250 ml štandardnej banky a doplniť na objem destilovanou vodou. Premiešať. Určiť obsah amoniaku v 25 ml tohto roztoku podľa metódy 2.1. Ak je roztok dobrý, musí sa spotrebovať 15 ml 0,5 mol/l $H_2SO_4$.

Ak je obsah amoniakálneho dusíka vyšší ako 42 g/l, $NH_3$ môže byť vypudený prúdom inertného plynu alebo jemným ohrevom tak, aby sa opäť dosiahlo pH 9,7. Vykonať druhé stanovenie.

Ak je obsah amoniakálneho dusíka nižší ako 42 g/l, bude nutné pridať amoniakálny roztok o hmotnosti:

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

$$\text{alebo o objeme} \quad V = \frac{M}{0,906} \text{pri } 20\ ^\circ C$$

Ak je V menšie ako 25 ml, pridať to priamo do päťlitrovej banky s práškovou kyselinou citrónovou o hmotnosti V 0,173 g.

Ak je V väčšie ako 25 ml, bude vhodné pripraviť ešte jeden liter činidla týmto spôsobom:

Odvážiť 173 g kyseliny citrónovej. Rozpustiť ju v 500 ml vody Za predpísaných opatrení pridať nie viac ako 225 + V1 206. ml roztoku amoniaku, ktorý sa použil na prípravu piatich litrov činidla. Doplniť na objem vodou. Premiešať.

Zmiešať tento liter s predtým pripravenými 4 975 ml.

5. **Zariadenie**

5.1 Vodný kúpeľ, ktorý môže byť udržiavaný pri teplote 65 (± 1) °C.

5.2 Banka s volumetrickou ryskou (napr. Stohmannova): 500 ml

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Vzorka*

Odvážiť 1 g pripravenej vzorky s presnosťou na 0,001 g a preniesť do 500 ml banky s volumetrickou ryskou (5.2).

7.2 *Extrakcia*

Pridať 200 ml roztoku zásaditého citranu amónneho (4.1). Zazátkovať banku a silne pretrepať rukou, aby sa zabránilo tvorbe hrudiek a prilepeniu materiálu na steny.

Umiestniť banku do vodného kúpeľa nastaveného na 65 °C a každých päť minút počas prvej polhodiny pretrepať. Po každom pretrepaní nadvihnúť zátku, aby sa vyrovnal tlak. Hladina vody vo vodnom kúpeli by mala byť nad hladinou roztoku v banke. Ponechať banku vo vodnom kúpeli ďalšiu hodinu pri 65 °C a pretrepať každých 10

▼B

minút. Prefiltrovať cez suchý skladaný filtračný papier bez fosforečnanov a odstrániť prvú časť filtrátu.

7.3 *Stanovenie*

Stanovenie extrahovaného fosforu sa vykoná metódou 3.2 na alikvotnej časti takto získaného roztoku.

Metóda 3.1.5.2

**Extrakcia rozpustného fosforu podľa Petermanna pri teplote prostredia**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia fosforu rozpustného v studenom zásaditom citrane amónnom.

2. **Oblasť použitia**

Výhradne na rozložené fosfáty.

3. **Princíp**

Extrakcia fosforu pri teplote okolo 20 °C pomocou zásaditého roztoku citranu amónneho (Petermannovho roztoku) za stanovených podmienok.

4. **Činidlo**

Pozri metóda 3.1.5.1.

5. **Zariadenie**

5.1 Štandardné laboratórne vybavenie a 250 ml banka s volumetrickou ryskou (napr. Stohmannova)

5.2 Rotačná trepačka (35 až 40 otáčok za minútu)

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Vzorka*

Odvážiť s presnosťou na 0,001 g 2,5 g pripravenej vzorky a preniesť ju do 250 ml banky s volumetrickou ryskou (5.1).

7.2 *Extrakcia*

Pridať trochu Petermannovho roztoku pri teplote 20 °C, silne pretrepať, aby sa zabránilo tvorbe hrudiek a prilepeniu materiálu na steny banky. Doplniť Petermannovým roztokom po značku a zavrieť banku gumenou zátkou.

Počas dvoch hodín pretrepávať v rotačnej trepačke (5.2). Ihneď prefiltrovať cez suchý skladaný filter bez fosforečnanov a odstrániť prvú časť filtrátu.

7.3 *Stanovenie*

Stanovenie fosforu sa vykoná metódou 3.2 na alikvotnej časti takto získaného roztoku.

Metóda 3.1.5.3

**Extrakcia rozpustného fosforu Joulieho zásaditom citrane amónnom**

1. **Predmet**

Tento dokument opisuje postup stanovenia fosforu rozpustného v Joulieho zásaditom citrane amónnom.

2. **Oblasť použitia**

Všetky jednozložkové a viaczložkové fosforečné hnojivá, v ktorých sa fosforečnan nachádza v hlinito-vápenatej forme.

3. **Princíp**

Extrakcia intenzívnym pretrepávaním so zásaditým roztokom citranu amónneho definovaného zloženia (a tam, kde je to primerané, v prítomnosti oxínu) pri teplote približne 20 °C.

▼B

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda.

4.1 *Joulieho zásaditý roztok citranu amónneho*

Tento roztok obsahuje 400 g kyseliny citrónovej a 153 g $NH_3$ na liter. Obsahuje asi 55 g/l voľného amoniaku. Môže sa pripraviť jednou z ďalej popísaných metód:

4.1.1 V jednolitrovej banke s volumetrickou ryskou rozpustiť 400 g kyseliny citrónovej ($C_6H_8O_7.H_2O$) v približne 600 ml amoniaku ($d_{20}$ = 0,925 g/ml, t. j. 200 g/l $NH_3$). Kyselina citrónová sa pridáva postupne v množstvách od 50 do 80 g pri udržiavaní teploty pod 50 °C. Doplniť objem na jeden liter amoniakom.

4.1.2 V jednolitrovej banke s volumetrickou ryskou rozpustiť 432 g citranu dvojamónneho ($C_6H_{14}N_2O_7$) v 300 ml vody. Pridať 440 ml amoniaku ($d_{20}$ = 0,925 g/ml). Doplniť objem na jeden liter vodou.

Poznámka

Kontrola celkového obsahu amoniaku:

Odobrať 10 ml vzorky roztoku citranu a naliať ho do 250 ml banky. Doplniť na objem destilovanou vodou. Určiť obsah amoniaku v 25 ml tohto roztoku podľa metódy 2.1.

1 ml 0,5 mol/l $H_2SO_4$ = 0,008516 g $NH_3$

Za týchto podmienok sa činidlo považuje za dobré, ak množstvo mililitrov zistených pri titrácii je medzi 17,7 ml a 18 ml.

Ak tomu tak nie je, pridať amoniakálny roztok ($d_{20}$ = 0,925 g/l) na každú 0,1 ml pod uvedenou hodnotou 18 ml.

4.2 Práškový 8-hydroxychinolín (oxín).

5. **Zariadenie**

5.1 Štandardné laboratórne vybavenie a malá trecia miska zo skla alebo porcelánu s piestikom

5.2 Banky s volumetrickou ryskou: 500 ml

5.3 Banka s volumetrickou ryskou: 1 000 ml

5.4 Rotačná trepačka (35 až 40 otáčok za minútu)

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Vzorka*

Odvážiť s presnosťou na 0,0005 g 1 g pripravenej vzorky a preniesť do malej trecej misky. Zvlhčiť približne 10 kvapkami citranu (4.1) a opatrne piestikom rozdrviť.

7.2 *Extrakcia*

Pridať 20 ml citranu amónneho (4.1) a miešať na pastu; ponechať usadiť na jednu minútu.

Premyť kvapalinu do 500 ml banky s volumetrickou ryskou, odcediť častice, ktoré mohli uniknúť predchádzajúcemu drveniu za vlhka. Pridať 20 ml roztoku citranu (4.1) do zvyšku, podrviť ako predtým a premyť kvapalinu do banky s volumetrickou ryskou. Opakovať tento postup štyri razy tak, aby na konci piateho rázu už bol všetok produkt v banke. Celkové množstvo citranu použitého na tieto operácie musí byť približne 100 ml.

Opláchnuť piestik a treciu misku nad bankou s volumetrickou ryskou v 40 ml destilovanej vody.

Zazátkovanú banku pretrepávať tri hodiny na rotačnej trepačke (5.4).

Nechať banku postáť 15 až 16 hodín a opäť pretrepávať za tých istých podmienok počas troch hodín. Teplota počas celého procesu sa udržuje na 20 (± 2) °C.

▼B

Doplniť destilovanou vodou na objem. Prefiltrovať cez suchý filter, odstrániť prvú časť filtrátu a pozbierať čistý filtrát do suchej banky.

7.3 *Stanovenie*

Stanovenie extrahovaného fosforu sa vykoná metódou 3.2 na alikvotnej časti takto získaného roztoku.

8. **Dodatok**

Použitie oxínu umožňuje aplikovať tento postup na hnojivá obsahujúce horčík. Jeho použitie sa odporúča vtedy, keď pomer obsahu horčíka a oxidu fosforečného je vyšší ako 0,03 ($Mg:P_2O_5 > 0,03$). Ak je to tak, pridať 3 g oxínu do vzorky navlhčenej pre analýzu. Použitie oxínu v neprítomnosti horčíka okrem toho pravdepodobne neruší následné stanovenie. Ak je však známe, že horčík nie je prítomný, je možné oxín nepoužiť.

Metóda 3.1.6

**Extrakcia vo vode rozpustného fosforu**

1. **Predmet**

Tento dokument opisuje postup stanovenia vo vode rozpustného fosforu.

2. **Oblasť použitia**

Všetky hnojivá, vrátane viaczložkových, kde sa stanovuje vo vode rozpustný fosfor.

3. **Princíp**

Extrakcia vo vode pretrepávaním za daných podmienok.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda.

5. **Zariadenie**

5.1 Banka s volumetrickou ryskou (napr. Stohmannova): 500 ml

5.2 Rotačná trepačka (35 až 40 otáčok za minútu)

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Vzorka*

Odvážiť s presnosťou na 0,001 g 5 g pripravenej vzorky a preniesť do 500 ml banky s volumetrickou ryskou (5.1).

7.2 *Extrakcia*

Pridať do banky 450 ml vody, ktorej teplota musí byť medzi 20 a 25 ° C.

Pretrepávať 30 minút na rotačnej trepačke (5.2).

Potom doplniť po značku vodou, dôkladne premiešať pretrepávaním a prefiltrovať cez suchý skladaný filter bez fosforečnanov do suchej banky.

7.3 *Stanovenie*

Stanovenie fosforu sa vykoná metódou 3.2 na alikvotnej časti takto získaného roztoku.

Metóda 3.2

**Stanovenie extrahovaného fosforu**

**(gravimetrická metóda pomocou chinolínfosfomolybdénanu)**

1. **Predmet**

Tento dokument opisuje postup stanovenia fosforu vo extraktoch z hnojív.

▼B

2. **Oblasť použitia**

Tato metóda platí na všetky extrakty hnojív ([1]) pri stanovení rôznych foriem fosforu.

3. **Princíp**

Po možnej hydrolýze rôznych foriem fosforu, okrem ortofosforečnanov, sa ortofosfátované ióny vyzrážajú v kyslom prostredí vo forme chinolínfosfomolybénanu.

Po filtrácii a premytí sa zrazenina vysuší pri 250 °C a odváži.

Za uvedených podmienok nepôsobia rušivo žiadne zložky, ktoré sa pravdepodobne vyskytujú v roztoku (minerálne a organické kyseliny, amónne ióny, rozpustné kremičitany a pod.), ak sa pri zrážaní použije činidlo na báze molybdénanu sodného alebo amónneho.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda.

4.1 Koncentrovaná kyselina dusičná ($d_{20}$ = 1,40 g/ml)

4.2 *Príprava činidla*

4.2.1 Príprava činidla na báze molybdénanu sodného

Roztok A: Rozpustiť 70 g dihydrátu molybdénanu sodného v 100 ml destilovanej vody.

Roztok B: Rozpustiť 60 g monohydrátu kyseliny citrónovej v 100 ml destilovanej vody a pridať 85 ml koncentrovanej kyseliny dusičnej (4.1).

Roztok C: Zmiešať roztok A v roztoku B a získa sa roztok C.

Roztok D: Do 50 ml destilovanej vody pridať 35 ml koncentrovanej kyseliny dusičnej (4.1) a potom 5 ml čerstvo destilovaného chinolínu. Pridať tento roztok do roztoku C, dôkladne premiešať a nechať cez noc v tme. Potom doplniť do 500 ml destilovanou vodou, opäť premiešať a filtrovať cez lievik zo sintrovaného skla (5.6).

4.2.2 Príprava činidla na báze molybdénanu amónneho

Roztok A: Rozpustiť 100 g molybdénanu amónneho v 300 ml destilovanej vody pri súčasnom opatrnom zohrievaní a občasnom miešaní.

Roztok B: Rozpustiť 120 g monohydrátu kyseliny citrónovej v 200 ml destilovanej vody a pridať 170 ml koncentrovanej kyseliny dusičnej (4.1).

Roztok C: Pridať 10 ml čerstvo destilovaného chinolínu do 70 ml koncentrovanej kyseliny dusičnej (4.1).

Roztok D: Pomaly a za intenzívneho miešania vyliať roztok A do roztoku B. Po dôkladnom premiešaní pridať roztok C do tejto zmesi a doplniť na jeden liter. Nechať stáť dva dni na tmavom mieste a filtrovať cez lievik zo sintrovaného skla (5.6).

Činidlá 4.2.1 a 4.2.2 sa môžu použiť rovnako; obe sa musia skladovať v tme v zazátkovaných polyetylénových fľašiach.

5. **Zariadenie**

5.1 Štandardné laboratórne vybavenie a 500 ml Erlenmayerova banka so širokým hrdlom

5.2 Pipety s volumetrickou ryskou: 10 ml, 25 ml a 50 ml

5.3 Filtračný téglik s pórovitosťou od 5 do 20 μm

5.4 Buchnerova banka

5.5 Sušiaca pec s reguláciou pri 250 (± 10) °C

5.6 Lievik zo sintrovaného skla s pórovitosťou od 5 do 20 μm

([1]) Fosfor rozpustný v minerálnych kyselinách, vode, roztokoch citranu amónneho, 2 % kyseline citrónovej a 2 % kyseline mravčej.

▼B

6. **Príprava vzorky**

6.1 *Úprava roztoku*

Pipetou odobrať alikvotnú časť extraktu hnojiva (pozri tabuľku 2) obsahujúcu približne 0,01 $P_2O_5$ a naliať ju do 500 ml Erlenmayerovej banky. Pridať 15 ml koncentrovanej kyseliny dusičnej ([1]) (4.1) a rozriediť vodou približne na 100 ml.

**Tabuľka 2**

Stanovenie alikvotnej časti fosforečnanových roztokov

| $\%P_2O_5$ v hnojive | %P v hnojive | Vzorka na analýzu (g) | Zriedenie (do ml) | Vzorka (ml) | Zriedenie (do ml) | Vzorka na vyzrážanie (ml) | Prepočítavací koeficient chinolínfosfomolybdénanu (F) v % $P_2O_5$ | Prepočítavací koeficient chinolínfosfomolybdénanu (F) v % P |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 5 – 10 | 2,2-4,4 | 1 | 500 | — | — | 50 | 32,074 | 13,984 |
| | | 5 | 500 | — | — | 10 | 32,074 | 13,984 |
| 10 – 25 | 4,4-11,0 | 1 | 500 | — | — | 25 | 64,148 | 27,968 |
| | | 5 | 500 | 50 | 500 | 50 | 64,148 | 27,968 |
| + 25 | + 11 | 1 | 500 | — | — | 10 | 160,370 | 69,921 |
| | | 5 | 500 | 50 | 500 | 25 | 128,296 | 55,937 |

6.2 *Hydrolýza*

Ak sa predpokladá, že vo vzorke by mohli byť metafosforečnany, pyrofosforečnany alebo polyfosforečnany, hydrolýza sa vykoná takto:

Uviesť pomaly obsah Erlenmayerovej banky do varu a na tejto teplote udržať až do dokončenia hydrolýzy (bežne to trvá jednu hodinu). Je nutné dbať na to, aby sa zabránilo stratám oplachom a nadmerným odparovaním, ktoré by mohlo znížiť pôvodný objem o viac ako polovicu, a to pripojením refluxného kondenzátora. Po hydrolýze doplniť na pôvodný objem destilovanou vodou.

6.3 *Váženie téglika*

Sušiť filtračný téglik (5.3) aspoň 15 minút v sušiacej peci nastavenej na teplotu 250 (± 10) °C. Po jeho ochladení v exsikátore odvážiť.

6.4 *Zrážanie*

Kyslý roztok obsiahnutý v Erlenmayerovej banke sa zohrieva až kým nezačne vrieť; potom sa začne zrážanie chinolínfosfomolybdénanu pridávaním 40 ml zrážacieho činidla (činidlo 4.2.1 alebo 4.2.2) ([2]) po kvapkách a za neustáleho miešania. Vložiť Erlenmayerovu banku do parného kúpeľa, nechať ju tam 15 minút a občas ju pretrepať. Roztok sa môže filtrovať ihneď alebo po ochladení.

6.5 *Filtrácia a premývanie*

Filtrovať roztok vo vákuu dekantáciou. Premyť zrazeninu v Erlenmayerovej banke 30 ml vody. Dekantovať a filtrovať roztok. Opakovať tento postup päť ráz. Zvyšok zrazeniny kvantitatívne preniesť do téglika premytím vodou. Premyť štyri razy 20 ml vody a pred každým prídavkom nechať kvapalinu v tégliku odtiecť. Zrazeninu dôkladne vysušiť.

6.6 *Sušenie a váženie*

Vytrieť vonkajšok téglika filtračným papierom. Vložiť tento téglik do sušiacej pece a nechať ho tam až kým hmotnosť nezostane konštantná pri teplote 250 °C (5.5) (bežne 15 minút); nechať ho pri teplote prostredia vychladnúť v exsikátore a rýchlo odvážiť.

([1]) 21 ml ak roztok, ktorý sa má vyzrážať obsahuje viac ako 15 ml roztoku citranu (neutrálneho alebo Petermannovho alebo Joulieho zásaditého citranu).

([2]) Na vyzrážanie roztokov fosforečnanov obsahujúcich viac ako 15 ml roztoku citranu (neutrálneho, Petermannovho alebo Joulieovho), ktoré boli okyslené 21 ml koncentrovanej kyseliny dusičnej (pozri poznámku pod čiarou k 6.1) použiť 80 ml zrážacieho činidla.

▼B

6.7 *Skúška naslepo*

Pre každú sériu stanovení vykonať skúšku naslepo iba s použitím činidiel a rozpúšťadiel v pomeroch používaných pri extrakcii (citranový roztok, atď.) a zohľadniť ich pri výpočte konečného výsledku.

6.8 *Overenie*

Vykonať stanovenie na alikvotnej časti roztoku dihydrogénfosforečnanu draselného obsahujúcom 0,01 g $P_2O_5$.

7. **Vyjadrenie výsledku**

Ak sa vychádza zo vzoriek na analýzu a zriedení uvedených v tabuľke 2, platí nasledujúci vzťah:

$$\% \text{ P v hnojive } = (A - a)\, F'$$

alebo:

$$\% \ P_2O_5 \text{ v hnojive } = (A - a)\, F$$

kde:

A = hmotnosť chinolínfosfomolybdénanu v gramoch,

a = hmotnosť chinolínfosfomolybdénanu zistená pri skúške naslepo v gramoch a

F a F′ koeficienty uvedené v posledných dvoch stĺpcoch tabuľky 2.

V prípade vzoriek a zriedení iných ako v tabuľke 2 platí tento vzťah:

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

alebo:

$$\% \ P_2O_5 \text{ vhnojive } = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

kde:

f a f′ = prepočítavacie koeficienty chinolínfosfomolybdénanu na $P_2O_5$ = 0,032074, f) alebo na P = 0,013984 (f′),

D = koeficient zriedenia a

M = hmotnosť analyzovanej vzorky v gramoch.

Metóda 4

**Draslík**

Metóda 4.1

**Stanovenie obsahu draslíka rozpustného vo vode**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia vo vode rozpustného draslíka.

2. **Oblasť použitia**

Všetky draselné hnojivá uvedené v prílohe I.

3. **Princíp**

Draslík v analyzovanej vzorke sa rozpustí vo vode. Po odstránení alebo stabilizovaní látok, ktoré môžu rušiť kvantitatívne stanovenie, je draslík vyzrážaný v mierne zásaditom prostredí vo forme tetrafenylboritanu.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda.

▼B

4.1 *Formaldehyd*

Číry roztok formaldehydu, 25 až 35 %.

4.2 Chlorid draselný na analýzu

4.3 *Roztok hydroxidu sodného: 10 mol/l*

Dbať na to, aby sa používal iba hydroxid sodný neobsahujúci draslík.

4.4 *Indikačný roztok*

Rozpustiť 0, g fenolftaleínu v etanole pri 90 % a doliať na objem 100 ml.

4.5 *Roztok EDTA*

V banke s volumetrickou ryskou rozpustiť 4 g dihydrátu dvojsodnej soli kyseliny etyléndiamíntetraoctovej v 100 ml vody. Doliať na objem a premiešať.

Toto činidlo skladovať v plastickej nádobe.

4.6 *Roztok STPB*

Rozpustiť 32,5 g tetrafenylborátu sodného v 480 ml vody, pridať 2 ml roztoku hydroxidu sodného (4.3) a 20 ml roztoku chloridu horečnatého (100 g/l $MgCl_2.6H_2O$).

Miešať počas 15 minút a filtrovať cez jemný filter bez popola.

Toto činidlo uskladniť v plastickej nádobe.

4.7 *Kvapalina na premývanie*

Zriediť 20 ml roztoku STPB (4.6) na 1 000 ml vodou.

4.8 *Brómová voda*

Nasýtený roztok brómu vo vode.

5. **Zariadenie**

5.1 Banka s volumetrickou ryskou: 1 000 ml

5.2 Kadička: 250 ml

5.3 Filtračné tégliky s pórovitosťou 5 až 20 μ

5.4 Pec regulovaná pri 120 (± 10) °C

5.5 Exsikátor

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

V prípade draselných solí musí byť vzorka pomletá dostatočne jemne, aby sa získala reprezentatívna vzorka na analýzu. Pre tieto produkty sa musí použiť metóda 1 (6) a).

7. **Postup**

7.1 *Vzorka*

Odvážiť 10 g pripravenej vzorky (5 g v prípade draselných solí obsahujúcich viac ako 50 % oxidu draselného) s presnosťou na 0,001 g. Uložiť túto skúšobnú vzorku do 600 ml kadičky s približne 400 ml vody.

Uviesť do varu a nechať vrieť 30 minút. Ochladiť, kvantitatívne preliať do 1 000 ml banky s volumetrickou ryskou, doliať na objem, zmiešať a prefiltrovať do suchej zbernej nádoby. Odstrániť prvých 50 ml filtrátu (pozri poznámku k 7.6 o postupe).

7.2 *Príprava alikvotnej časti na zrážanie*

Preliať pipetou alikvotnú časť filtrátu obsahujúcu 25 až 50 mg draslíka (pozri tabuľku 3) a vložiť ju do 250 ml kadičky. Ak je to nutné, doplniť na 50 ml vody.

Aby sa odstránilo akékoľvek rušenie, pridať 10 ml roztoku EDTA (4.5), niekoľko kvapiek roztoku fenolftaleínu (4.4) a zmiešať po kvapkách s roztokom hydroxidu sodného (4.3) až kým nesčervenie a potom

▼B

nakoniec pridať ešte niekoľko kvapiek hydroxidu sodného, aby sa zabezpečil nadbytok (bežne 1 ml hydroxidu sodného stačí na neutralizovanie vzorky a zabezpečenie nadbytku).

Na odstránenie väčšiny amoniaku (pozri 7.6 b), poznámka o postupe) 15 minút jemne povariť.

V prípade potreby doplniť vodou na objem do 60 ml.

Uviesť roztok do varu, vybrať kadičku z ohrevu a pridať 10 ml formaldehydu (4.1). Pridať niekoľko kvapiek fenolftaleínu a v prípade potreby ešte trochu hydroxidu sodného až do objavenia sa odlišnej červenej farby. Zakryť kadičku hodinovým sklíčkom a položiť ju na 15 minút na parný kúpeľ.

7.3 *Váženie téglika*

Vysušiť filtračný téglik (pozri 5 „Zariadenie“) na konštantnú hmotnosť (približne 15 minút) v peci pri teplote 120 °C (5.4).

Nechať téglik vychladnúť v exsikátore a potom ho odvážiť.

7.4 *Zrážanie*

Vybrať kadičku z parného kúpeľa, primiešať po kvapkách 10 ml roztoku STPB (4.6). Toto pridávanie trvá približne dve minúty. Pred filtráciou počkať aspoň 10 minút.

7.5 *Filtrácia a premývanie*

Filtrovať vo vákuu do naváženého téglika, opláchnuť kadičku s kvapalinou na premývanie (4.7), opláchnuť tri razy zrazeninu kvapalinou na premývanie (60 ml v celej kvapaline na premývanie) a dva razy s 5 až 10 ml vody.

Zrazeninu dôkladne vysušiť.

7.6 *Váženie a sušenie*

Vytrieť vonkajšok téglika filtračným papierom. Vložiť tento téglik s jeho obsahom do sušiacej pece na jednu a pol hodiny pri teplote 120 °C. Nechať ho vychladnúť v exsikátore pri teplote prostredia a rýchlo odvážiť.

Poznámkak postupu

a) Ak má filtrát tmavú farbu, pipetou preliať alikvotnú časť obsahujúcu najviac 100 mg $K_2O$ a vložiť do 100 ml banky s volumetrickou ryskou, pridať brómovú vodu a uviesť do varu, aby sa odstránil všetok nadbytočný bróm. Po ochladnutí doplniť na objem, filtrovať a kvantitatívne určiť draslík v alikvotnej časti filtrátu.

b) Tam, kde je málo alebo žiaden amoniakálny dusík, nie je nutné variť 15 minút.

7.7 *Alikvotná časť, ktorá sa odoberie ako vzorka a prepočítavacie koeficienty*

**Tabuľka 3**

Pre metódu 4

| % $K_2O$ v hnojive | % K v hnojive | Vzorka na analýzu g) | Vzorka roztoku extraktu na zriedenie (ml) | Zriedenie (do ml) | Alikvotná časť na odber navyzrážanie (ml) | Prepočítavací koeficient (F) v % $\frac{\%K_2O}{gTPBK}$ | Prepočítavací koeficient F′ $\frac{\%K}{gTPBK}$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 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 | buď - | 250 | 10 | 131,400 | 109,060 |
| | | | alebo 50 | | 50 | 131,400 | 109,060 |

▼B

| % $K_2O$ v hnojive | % K v hnojive | Vzorka na analýzu g) | Vzorka roztoku extraktu na zriedenie (ml) | Zriedenie (do ml) | Alikvotná časť na odber navyzráža-nie (ml) | Prepočítavací koeficient (F) v % $\frac{\%K_2O}{gTPBK}$ | Prepočítavací koeficient F′ $\frac{\%K}{gTPBK}$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| viac ako 50 | viac ako 41,5 | 5 | buď - | — | 10 | 262,800 | 218,120 |
| | | | alebo 50 | 250 | 50 | 262,800 | 218,120 |

7.8 *Skúška naslepo*

Pre každú sériu stanovení vykonať skúšku naslepo iba s použitím činidiel v pomeroch používaných pri analýze a zohľadniť ich pri výpočte konečného výsledku.

7.9 *Kontrolná skúška*

Vykonať stanovenie na alikvotnej časti vodného roztoku chloridu draselného obsahujúceho najviac 40 mg $K_2O$.

8. **Vyjadrenie výsledku**

Ak sa vychádza zo vzoriek na analýzu a zriedení uvedených v tabuľke 3, platí nasledujúci vzťah:

$$\% K_2O \text{ v hnojive} = (A - a)F$$

alebo:

$$\% K \text{ v hnojive} = (A - a) \times F'$$

kde:

A = hmotnosť zrazeniny zo vzorky v gramoch,

a = hmotnosť zrazeniny zistená pri skúške naslepo v gramoch a

F a F′ = koeficienty (pozri tabuľku 3).

V prípade vzoriek a zriedení iných ako v tabuľke 3 platí nasledujúci vzťah:

$$\% K_2O \text{ v hnojive} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

alebo:

$$\% K \text{ v hnojive} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

kde:

f = prepočítavací koeficient KTPB na $K_2O_5$ = 0,1314,

f′ = prepočítavací koeficient KTPB na K = 0,109,

D = koeficient zriedenia a

M = hmotnosť analyzovanej vzorky v gramoch.

Metóda 5

Žiadna položka

▼B

Metóda 6

**Chlór**

Metóda 6.1

**Stanovenie chloridov v neprítomnosti organických látok**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia chloridu v neprítomnosti organických látok.

2. **Oblasť použitia**

Všetky hnojivá bez organických látok.

3. **Princíp**

Chloridy rozpustené vo vode sa vyzrážajú v kyslom prostredí v nadbytku štandardného roztoku dusičnanu strieborného. Nadbytok je titrovaný roztokom tiokyanátu amónneho v prítomnosti síranu železitoamónneho (Volhardova metóda).

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda neobsahujúca chloridy.

4.1 Nitrobenzén alebo dietyléter

4.2 Kyselina dusičná: 10 mol/l

4.3 *Indikačný roztok*

Rozpustiť 40 g síranu železitoamónneho $Fe_2(SO_4)_3.(NH_4)_2SO_4.24H_2O$ vo vode a doliať na objem 100 ml.

4.4 *Štandardný roztok dusičnanu strieborného: 0,1 mol/l*

Keďže táto

soľ je hygroskopická a nemôže byť vysušená bez rizika, že sa rozloží, odporúča sa odvážiť asi 9 g, rozpustiť vo vode a doliať na objem jedného litra. Upraviť na koncentráciu 0,1 mol/l titráciou 0,1 mol/l $AgNO_3$.

5. **Zariadenie**

5.1 Rotačná trepačka (35 až 40 otáčok za minútu)

5.2 Byrety

5.3 500 ml banka s volumetrickou ryskou

5.4 Kónická 250 ml (Erlenmayerova) banka

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Vzorka a príprava roztoku*

Vložiť 5 g vzorky naváženej s presnosťou na 0,001 g do 500 ml banky s volumetrickou ryskou a priliať 450 ml vody. Polhodinu miešať na pretrepávačke (5.1) a doplniť na 500 ml destilovanou vodou; miešať a filtrovať do kadičky.

7.2 *Stanovenie*

Odobrať alikvotnú časť filtrátu obsahujúcu nie viac ako 0,150 g chloridu. Napríklad 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) alebo 100 ml (1 g). Ak je odobratej vzorky menej ako 50 ml, je potrebné doliať ju na objem 50 ml destilovanou vodou.

Pridať 5 ml 10 mol/l kyseliny dusičnej (4.2), 20 ml indikačného roztoku (4.3) a dve kvapky štandardného roztoku tiokyanátu amónneho (vzorka tohto posledného činidla sa odoberie byretou na tento účel nastavenou na nulu).

Byretou potom pridať štandardný roztok dusičnanu strieborného (4.4) až kým jeho nadbytku nebude 2 až 5 ml. Pridať 5 ml nitrobenzénu

▼B

alebo 5 ml dietyléteru (4.1) a dobre pretrepať, aby sa nahromadila zrazenina. Titrovať nadbytok síranu strieborného 0,1 mol/l tiokyanátu amónneho (4.5) až kým sa neobjaví červenohnedá farba, ktorá po jemnom zatrepaní bankou zostane.

Poznámka

Nitrobenzén alebo dietyléter (ale predovšetkým nitrobenzén) zabránia chloridu striebornému, aby reagoval s tiokyanátovými iónmi. Tým sa dosiahne jasná zmena farby.

7.3 *Skúška naslepo*

Vykonať skúšku naslepo (bez vzorky) za rovnakých podmienok a zohľadniť ju pri výpočte konečného výsledku.

7.4 *Kontrolná skúška*

Pred vykonaním analýz overiť presnosť metódy pomocou alikvotnej časti čerstvo pripraveného takého roztoku chloridu draselného, ktorý má známy obsah rádovo 100 mg chloridu.

8. **Vyjadrenie výsledku**

Vyjadriť výsledok ako percento chloridu obsiahnutého vo vzorke v stave v akom bola prijatá na analýzu

Vypočítať percento chloridu (Cl) zo vzťahu:

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

kde:

$V_Z$ = objem 0,1 mol/l dusičnanu strieborného v ml,

$V_{CZ}$ = objem 0,1 mol/l dusičnanu strieborného použitého pri skúške naslepo v ml,

$V_a$ = objem 0,1 mol/l tiokyanátu amónneho v ml,

$V_{ca}$ = objem 0,1 mol/l tiokyanátu amónneho použitého pri skúške naslepo v ml a

M = hmotnosť odobratej vzorky (7.2) v gramoch.

Metódy 7

**Jemnosť mletia**

Metóda 7.1

**Stanovenie jemnosti mletia**

**(suchý postup)**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje suchý postup stanovenia jemnosti mletia.

2. **Oblasť použitia**

Všetky hnojivá typu ES, pri ktorých sú dané požiadavky na jemnosť mletia s použitím 0,630 a 0,160 mm sít.

3. **Princíp**

Mechanickým osievaním sa stanovia množstvá frakcií produktov s veľkosťou granúl väčšou ako 0,630 mm a s veľkosťou granúl medzi 0,160 a 0,630 mm a vypočíta sa percentuálne množstvo jemnosti mletia.

4. **Zariadenie**

4.1 Mechanická osievačka

4.2 Sitá s otvormi 0,160 a 0,630 mm štandardných rozmerov (20 cm priemer a 5 cm výška)

▼B

5. **Postup**

Odvážiť 50 g látky s presnosťou na 0,05 g. Namontovať obe sitá a zbernú nádobu na osievačku (4.1), pričom sito s väčšími dierami je umiestnené navrchu. Položiť vzorku na analýzu na hornú časť. Osievať 10 minút a odstrániť frakciu nazbieranú naspodku. Opäť spustiť zariadenie a po uplynutí jednej minúty skontrolovať, aby množstvo nahromadené za tento čas naspodku nebolo väčšie ako 250 mg. Opakovať postup (vždy v dĺžke jednej minúty) až kým nazbierané množstvo nie je menšie ako 250 mg. Odvážiť zostatok na oboch sitách samostatne.

6. **Vyjadrenie výsledku**

$$\%\ \text{jemnosti vzorky na site s otvormi } 0,630\ \text{mm} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\%\ \text{jemnosti vzorky na site s otvormi } 0,160\ \text{mm} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

kde

$M_1$ = hmotnosť zvyšku na site s otvormi 0,630 mm v gramoch,

$M_2$ = hmotnosť zvyšku na site s otvormi 0,160 mm v gramoch.

Odpad zo sita s veľkosťou ôk 0,630 mm už bol odstránený.

Výsledky týchto výpočtov sa zaokrúhlia na najbližšiu celú jednotku.

Metóda 7.2

**Stanovenie jemnosti mletia mäkkých prírodných fosfátov**

1. **Predmet**

Táto metóda je na stanovenie jemnosti mletia mäkkých prírodných fosfátov.

2. **Oblasť použitia**

Mäkké prírodné fosfáty.

3. **Princíp**

prípade veľkosti jemných častí môže nastať ich zhlukovanie, čím sa sťažuje suché osievanie. Preto sa bežne používa mokré osievanie.

4. **Činidlá**

Roztok hexametafosforečnanu sodného: 1 %.

5. **Zariadenie**

5.1 Sitá s veľkosťou ôk 0,063 a 0,125 mm štandardných rozmerov (20 cm priemer a 5 cm výška); zberné nádoby

5.2 Sklený lievik priemeru 20 cm namontovaný na stojane

5.3 Kadičky s objemom 250 ml

5.4 Sušiaca pec

6. **Analytická metóda**

6.1 *Príprava vzorky*

Odvážiť 50 g látky s presnosťou na 0,05 g. Umyť obe strany sita vodou a namontovať sito s veľkosťou ôk 0,125 mm nad sito s veľkosťou ôk 0,063 mm.

6.2 *Postup*

Položiť vzorku na analýzu na vrchné sito. Osievať pod malým prúdom studenej vody (môže sa použiť pitná voda) až kým voda pri prechode sitami nie je prakticky číra. Je potrebné dbať na to, aby prietok vody bol taký, aby sa dolné sito nikdy nenaplnilo vodou.

Keď sa zdá, že zvyšok na vrchnom site je viac-menej bez ďalších zmien, odstrániť toto sito a zatiaľ uložiť do zbernej nádoby.

▼B

Pokračovať v mokrom osievaní cez dolné sito niekoľko minút až kým pretekajúca voda nie je takmer číra.

Vymeniť sito v veľkosťou ôk 0,125 mm za sito s veľkosťou ôk 0,063 mm. Preniesť obsah zbernej nádoby na horné sito a začať opäť s osievaním pod malým prúdom vody, až kým táto voda nebude opäť takmer číra.

Kvantitatívne preniesť každý zo zvyškov do inej kadičky pomocou lievika. Dispergovať každý zvyšok naplnením kadičiek vodou. Nechať postáť asi jednu minútu, dekantovať s čo najväčším množstvom vody.

Kadičky vložiť na dve hodiny do sušiacej pece pri 150 °C.

Nechať ich vychladnúť, odstrániť zvyšky kefkou a odvážiť ich.

7. **Vyjadrenie výsledku**

Výsledky výpočtu sú zaokrúhlené na najbližšiu jednotku

$$\% \text{ jemnosti pomocou zvyšku na site s veľkosťouÎk } 0,125 \text{ mm} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\% \text{ jemnosti pomocou zvyšku na site s veľkosťouÎk } 0,063 \text{ mm} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

kde

$M_1$ = hmotnosť zvyšku na site s otvormi 0,125 mm v gramoch,

$M_2$ = hmotnosť zvyšku na site s otvormi 0,063 mm v gramoch.

8. **Poznámky**

Ak sa spozoruje prítomnosť hrudiek po osiatí, analýza by sa mala vykonať ešte raz týmto spôsobom:

Za trvalého miešania pomaly naliať 50 g vzorky do jednolitrovej kadičky obsahujúcej 500 ml roztoku hexametafosforečnanu sodného. Banku zazátkovať a silne potriasť rukou, aby sa hrudky rozbili. Preliať celú suspenziu na vrchné sito a banku dôkladne premyť. Pokračovať v analýze podľa opisu v 6.2.

## Metódy 8

## Sekundárne živiny

### Metóda 8.1

### Extrakcia vápnika celkom, horčíka celkom, sodíka celkom a síry vo forme síranov celkom

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup extrakcie vápnika celkom, horčíka celkom a sodíka celkom a extrakcie síry prítomnej vo forme síranov celkom tak, že ten istý extrakt sa môže použiť na stanovenie každej požadovanej živiny.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí pre hnojivá ES, pri ktorých toto nariadenie stanovuje deklaráciu vápnika celkom, horčíka celkom, sodíka celkom a síry vo forme síranov celkom.

3. **Princíp**

Rozpustenie varom v zriedenej kyseline chlorovodíkovej.

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedená kyselina chlorovodíková*

Jeden objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) plus jeden objemový diel vody.

5. **Zariadenie**

Elektrická horúca platnička s nastaviteľnou teplotou.

▼B

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Skúšobná vzorka*

Vápnik, horčík, sodík a síra vo forme síranov sú extrahované zo skúšobnej vzorky o hmotnosti piatich gramov navážených s presnosťou na jeden miligram.

Ak však hnojivo obsahuje viac ako 15 % síry (S), t. j. 37,5 % $SO_3$ a viac ako 18,8 % vápnika (Ca), t. j. 26,3 % CaO, extrakcia vápnika a síry sa vykoná na skúšobnej vzorke jedného gramu odváženého s presnosťou na jeden miligram. Umiestniť skúšobnú vzorku do 600 ml kadičky.

7.2 *Príprava roztoku*

Pridať približne 400 ml vody a, ak vzorka obsahuje významné množstvo uhličitanov, 50 ml zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (4.1) po malých množstvách. Uviesť do varu a var udržať počas 30 minút. Nechať ochladiť, príležitostne zamiešať. Kvantitatívne dekantovať do 500 ml banky s volumetrickou ryskou. Doplniť na objem vodou a premiešať. Prefiltrovať cez suchý filter do suchej nádoby, vylúčiac počiatočnú dávku. Extrakt musí byť úplne číry. Ak filtrát nie je ihneď použitý, zazátkovať.

Metóda 8.2

**Extrakcia síry v rôznych formách celkom**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup extrakcie síry celkom, ak je v hnojivách obsiahnutá v elementárnej forme a/alebo v iných chemických kombináciách.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí pre hnojivá ES, pri ktorých toto nariadenie stanovuje deklaráciu síry v rôznych formách (elementárna, tiosíranová, siričitanová, síranová) celkom.

3. **Princíp**

Elementárna síra sa v alkalickom prostredí premení na polysulfidy a tiosíran; tieto spolu so siričitanmi, ktoré sa tiež môžu vyskytovať, sa oxidujú peroxidom vodíka. Tým sa rôzne formy síry premenia na síran, ktorý sa stanovuje zrážaním ako síran bárnatý (metóda 8.9).

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedená kyselina chlorovodíková*

Jeden objemový diel kyseliny chlorovodíkovej (d = 1,18 g/ml) plus jeden objemový diel vody.

4.2 Roztok hydroxidu sodného NaOH, minimálne 30 % (d = 1,33)

4.3 Roztok peroxidu vodíka, 30 % (hmotnosť/hmotnosť)

4.4 Vodný roztok chloridu bárnatého $BaCl_2.2H_2O$, 122 g/l

5. **Zariadenie**

Elektrická horúca platnička s nastaviteľnou teplotou.

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Skúšobná vzorka*

S presnosťou na jeden miligram odvážiť množstvo hnojiva obsahujúce medzi 80 a 350 miligramov síry (S) alebo 200 a 875 miligramov $SO_3$.

▼B

Spravidla (ak S < 15 %) odvážiť 2,5 g. Umiestniť skúšobnú vzorku do kadičky s objemom 400 ml.

7.2 *Oxidácia*

Pridať 20 ml roztoku hydroxidu sodného (4.2) a 20 ml vody. Zakryť hodinovým sklíčkom. Povariť päť minút na horúcej platničke (5.1). Odstrániť z horúcej platničky. Pomocou prúdu horúcej vody pozbierať síru prilepenú na stenách kadičky a 20 minút povariť. Nechať vychladnúť.

Pridávať po 2 ml peroxid vodíka (4.3) až kým sa nespozoruje reakcia. Bude potrebných šesť až osem ml peroxidu vodíka. Nechať oxidovať jednu hodinu, potom uviesť do varu na polhodinu. Nechať ochladiť.

7.3 *Príprava roztoku na analýzu*

Pridať približne 50 ml vody a 50 ml roztoku kyseliny chlorovodíkovej (4.1).

— ak obsah síry (S) je menší ako 5 %:

prefiltrovať do 600 ml kadičky. Premyť zvyšok na filtri niekoľkokrát studenou vodou. Po premytí skontrolovať posledné kvapky filtrátu na neprítomnosť síranu pomocou roztoku chloridu bárnatého (4.4). Filtrát musí byť dokonale číry. Síran sa stanovuje v celom objeme filtrátu podľa metódy 8.9.

— ak sa obsah síry (S) rovná alebo vyšší ako 5 %:

kvantitatívne preliať do 250 ml volumetrickej banky, doliať vodou na objem a premiešať. Prefiltrovať cez suchý filter do suchej nádoby; filtrát musí byť úplne číry. Zazátkovať, ak sa roztok nepoužije ihneď. Sírany určiť v alikvotnej časti tohto roztoku vyzrážaním vo forme síranu bárnatého (metóda 8.9).

Metóda 8.3

**Extrakcia vo vode rozpustného vápnika, horčíka, sodíka a síry**

**(vo forme síranov)**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup extrakcie vo vode rozpustného vápnika, horčíka, sodíka a síry (vo forme síranov) tak, že ten istý extrakt sa môže použiť na stanovenie každej požadovanej živiny.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí iba pre hnojivá, pri ktorých príloha I stanovuje deklaráciu vo vode rozpustného vápnika, horčíka, sodíka a síry (vo forme síranov).

3. **Princíp**

Živiny sa rozpustia vo vriacej vode.

4. **Činidlá**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda zodpovedajúcej kvality.

5. **Zariadenie**

Elektrická horúca platnička s nastaviteľnou teplotou.

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Skúšobná vzorka*

a) Ak hnojivá neobsahujú žiadnu síru alebo zároveň obsahujú najviac 3 % síry (S), t. j. 7,5 % $SO_3$ a najviac 4 % vápnika (Ca), t. j. 5,6 % CaO, odvážiť päť gramov hnojiva s presnosťou na jeden miligram.

b) Ak hnojivá obsahujú viac ako 3 % síry (S) a viac ako 4 % vápnika (Ca), odvážiť jeden gram hnojiva s presnosťou na jeden miligram.

▼B

Vložiť skúšobnú vzorku do 600 ml kadičky.

7.2 *Príprava roztoku*

Pridať približne 400 ml vody a 30 minút povariť. Nechať ochladiť, príležitostne zamiešať a kvantitatívne dekantovať do 500 ml banky s volumetrickou ryskou. Doplniť na objem vodou a premiešať.

Prefiltrovať cez suchý filter do suchej nádoby. Vylúčiť počiatočnú časť filtrátu. Filtrát musí byť úplne číry.

Ak sa filtrát ihneď nepoužije, zazátkovať.

Metóda 8.4

**Extrakcia vo vode rozpustnej síry prítomnej v rôznych formách**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup extrakcie vo vode rozpustnej síry obsiahnutej v hnojivách v rôznych formách.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí pre hnojivá, pri ktorých príloha I stanovuje deklaráciu vo vode rozpustného oxidu sírového.

3. **Princíp**

Síra sa rozpustí v studenej vode a premení na síran oxidáciou s peroxidom vodíka v alkalickom médiu.

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedená kyselina chlorovodíková*

Jeden objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) plus jeden objemový diel vody.

4.2 Roztok hydroxidu sodného obsahujúci minimálne 30 % NaOH ($d_{20}$ = 1,33)

4.3 Roztok peroxidu vodíka, 30 % (hmotnosť/hmotnosť)

5. **Zariadenie**

5.1 Stohmannova banka o objeme 500 ml s volumetrickou ryskou

5.2 Rotačná trepačka, 30 až 40 otáčok za minútu

5.3 Elektrická horúca platnička s nastaviteľnou teplotou

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Skúšobná vzorka*

a) Ak hnojivá obsahujú najviac 3 % síry (S), t. j. 7,5 % $SO_3$ a zároveň najviac ako 4 % vápnika (Ca), t. j. 5,6 % CaO, odvážiť päť gramov hnojiva s presnosťou na jeden miligram.

b) Ak hnojivá obsahujú viac ako 3 % síry (S) a viac ako 4 % vápnika (Ca), odvážiť jeden gram hnojiva s presnosťou na jeden miligram.

Vložiť skúšobnú vzorku do banky s objemom 500 ml (5.1).

7.2 *Príprava roztoku*

Pridať približne 400 ml vody. Zazátkovať. 30 minút pretrepávať (5.2). Doliať vodou na objem a premiešať. Prefiltrovať cez suchý filter do suchej nádoby. Zazátkovať, ak sa roztok nepoužije ihneď.

7.3 *Oxidácia alikvotnej časti určenej na analýzu*

Odobrať alikvotnú časť roztoku extraktu nie väčšiu ako 50 ml a podľa možnosti s obsahujúcu medzi 20 a 100 mg síry (S).

Ak je to potrebné, doliať na objem 50 ml vodou. Pridať tri mililitre roztoku hydroxidu sodného (4.2) a dva mililitre roztoku peroxidu vodíka (4.3). Zakryť hodinovým sklíčkom a jemne povariť hodinu

▼B

na horúcej platničke (5.3). Pridávať po jednom mililitri roztok peroxidu vodíka počas priebehu reakcie (maximálne množstvo je päť mililitrov).

Potom nechať ochladiť. Odstrániť hodinové sklíčko a jeho spodnú časť prepláchnuť v kadičke. Pridať približne 20 mililitrov zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Doliať približne na objem 300 ml vodou.

Určiť obsah síranov v celom objeme oxidovaného roztoku podľa metódy 8.9.

Metóda 8.5

**Extrakcia a stanovenie elementárnej síry**

**Varovanie**

Táto analytická metóda zahŕňa použitie sírouhlíka ($CS_2$). Preto sa musia prijať osobitné bezpečnostné opatrenia, najmä so zreteľom na:

— skladovanie $CS_2$,

— ochranné pomôcky personálu,

— čistotu pracoviska,

— prevenciu požiarov a výbuchov a

— manipuláciu s činidlom.

Táto metóda si vyžaduje veľmi zručný personál a vhodne vybavené laboratórium.

1. **Predmet**

Definuje sa tu postup extrakcie a stanovenia elementárnej síry obsiahnutej v hnojivách.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí pre hnojivá ES, pri ktorých príloha I stanovuje deklaráciu síry v elementárnej forme celkom.

3. **Princíp**

Po odstránení rozpustných zlúčenín je elementárna síra extrahovaná pomocou sírouhlíka, za čím nasleduje gravimetrické stanovenie extrahovanej síry.

4. **Činidlá**

Sírouhlík

5. **Zariadenie**

5.1 Extrakčná banka o obsahu 1 000 ml so sklenou zátkou so zábrusom

5.2 Soxhletova aparatúra s vhodnými filtračnými vložkami

5.3 Vákuový rotačný odparovač

5.4 Elektrická pec s ventilátorom nastavená na teplotu 90 (± 2) °C

5.5 Porcelánové Petriho misky o priemere päť až sedem centimetrov, o výške najviac päť centimetrov

5.6 Elektrická platnička s nastaviteľnou teplotou

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Skúšobná vzorka*

S presnosťou na jeden miligram odvážiť päť až desať gramov vzorky a vzorku umiestniť na náprstok Soxhletovej aparatúry (5.2).

▼B

7.2 *Extrakcia síry*

Dôkladne premyť obsah s horúcou vodou, aby sa odstránili všetky rozpustné zlúčeniny. Sušiť aspoň jednu hodinu v peci pri teplote 90 °C (5.4). Filter umiestniť do Soxhletovej aparatúry (5.2).

Vložiť niekoľko sklených guličiek (5.1) do banky aparatúry a odvážiť ($P_0$); potom pridať 50 ml sírouhlíka (4.1).

Zapojiť aparatúru a elementárnu síru nechať šesť hodín extrahovať. Vypnúť ohrev a po ochladení odpojiť banku. Napojiť banku na rotačný odparovač (5.3) a odparovať až kým sa obsah banky nezmení na tuhú špongióznu masu.

Banku vysušiť na peci pri teplote 90 °C (5.4) (bežne je potrebné banku sušiť jednu hodinu) až kým sa nezíska konštantná hmotnosť ($P_1$).

7.3 *Stanovenie čistoty elementárnej síry*

Určité látky môžu byť sírouhlíkom extrahované súbežne s elementárnou sírou. Jej čistota sa stanoví týmto spôsobom:

Premiešať obsah banky tak dôkladne ako je to možné a odobrať dva alebo tri gramy odvážené s presnosťou na jeden miligram n). Umiestniť do Petriho misky (5.5). Odvážiť misku a obsah spolu ($P_2$). Položiť na elektrickú platničku (5.6) nastavenú na teplotu nie vyššiu ako 220 °C tak, aby nedošlo k spaľovaniu síry. Pokračovať v sublimácii tri alebo štyri hodiny až kým sa nezíska konštantná hmotnosť ($P_3$).

Poznámka

V prípade niektorých hnojív nemusí byť potrebné určiť čistotu síry. V takom prípade vynechať krok 7.2.

8. **Vyjadrenie výsledkov**

Percentuálny obsah elementárnej síry (S) v hnojive je:

$$\%\ \text{nečistej(S)v hnojive} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

$$\%\ \text{čistoty extrahovanej (síry)} = \frac{P_2 - P_1}{n} \times 100$$

$$\%\ \text{čistej(S)v hnojive} = \frac{(P_1 - P_0)(P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100$$

kde

m = hmotnosť skúšobnej vzorky hnojiva v gramoch,

$P_0$ = hmotnosť Soxhletovej banky v gramoch,

$P_1$ = hmotnosť Soxhletovej banky a nečistej síry po sušení v gramoch,

n = hmotnosť nečistej síry pred čistením v gramoch,

$P_2$ = hmotnosť Petriho misky a

$P_3$ = hmotnosť Petriho misky po sublimácii síry v gramoch.

Metóda 8.6

**Manganometrické stanovenie extrahovaného vápnika po vyzrážaní vo forme šťaveľanu**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia vápnika v extraktoch hnojív.

▼B

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí pre hnojivá ES, pri ktorých príloha I stanovuje deklaráciu vápnika celkom a/alebo vo vode rozpustného vápnika.

3. **Princíp**

Vyzrážanie vápnika obsiahnutého v alikvotnej časti extrahovaného roztoku vo forme šťaveľanu, ktorý sa stanoví titráciou pomocou manganistanu draselného.

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedená kyselina chlorovodíková*

Jeden objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) plus jeden objemový diel vody.

4.2 *Kyselina sírová zriedená 1:10*

Jeden objemový diel kyseliny sírovej ($d_{20}$ = 1,84 g/ml) v desiatich objemových dieloch vody.

4.3 *Roztok amoniaku zriedený 1:1*

Jeden objemový diel amoniaku ($d_{20}$ = 0,88 g/ml) a jeden objemový diel vody.

4.4 Nasýtený roztok šťaveľanu amónneho $(NH_4)_2C_2O_4H_2O$ pri izbovej teplote (približne 40 g/l)

4.5 Roztok kyseliny citrónovej, 30 % (hmotnosť/objem)

4.6 Roztok chloridu amónneho, 5 % (hmotnosť/objem)

4.7 Roztok brómtymolovej modrej v etanole pri 95 %, 0,1 % (hmotnosť/objem)

4.8 Roztok brómkrezolovej zelene v etanole pri 95 %, 0,04 % (hmotnosť/objem)

4.9 Štandardný roztok manganistanu draselného, 0,02 mol/l

5. **Zariadenie**

5.1 Filtračný téglik so sintrovaným sklom o pórovitosti od 5 do 20 μ

5.2 Horúcovodný kúpeľ

6. **Príprava vzorky**

Pomocou pipety odobrať alikvotnú časť extrakčného roztoku získaného metódou 8.1 alebo 8.3 obsahujúceho od 15 do 50 miligramov Ca (= 21 až 70 miligramov CaO). Nech je objem tejto alikvotnej časti $v_2$. Naliať do 400 ml kadičky. Ak je to potrebné, neutralizovať (zmena indikátora (4.7) zo zelenej farby na modrú) niekoľkými kvapkami roztoku amoniaku (4.3).

Pridať jeden mililiter roztoku kyseliny citrónovej (4.5) a päť mililitrov roztoku chloridu amónneho (4.6).

7. **Vyzrážanie šťaveľanu vápenatého**

Pridať približne 100 ml vody. Uviesť do varu, pridať osem až desať kvapiek indikačného roztoku (4.8) a pomaly 50 mililitrov horúceho roztoku šťaveľanu amónneho (4.4). Ak sa vytvára zrazenina, rozpustiť ju pridaním niekoľko kvapiek kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Veľmi pomaly neutralizovať roztokom amoniaku (4.3) za súčasného nepretržitého miešania na pH 4,4 až 4,6 (zmena farby indikátora (4.8) zo zelenej na modrú). Umiestniť kadičku do kúpeľa s vriacou horúcou vodou (5.2) približne na 30 minút.

Vybrať kadičku z kúpeľa, nechať postáť na hodinu a prefiltrovať do téglika (5.1).

8. **Titrácia šťaveľanovej zrazeniny**

Premývať kadičku a téglik až do úplného odstránenia zvyškov šťaveľanu amónneho (v neprítomnosti chloridov v na premytie použitej vode je to možné skontrolovať). Vložiť téglik do kadičky o objemom 400 ml a rozpustiť zrazeninu v 50 mililitroch horúcej kyseliny sírovej (4.2). Pridať vodu do kadičky tak, aby sa dosiahol

▼B

objem približne 100 mililitrov. Zohriať na teplotu 70 až 80 °C a titrovať po kvapkách roztokom manganistanu (4.9) až kým ružová farba nepretrvá minútu. Označiť tento objem ako n.

9. **Vyjadrenie výsledkov**

Obsah vápnika (Ca) v hnojive bude:

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

kde

n = objem použitého manganistanu v ml,

m = hmotnosť skúšobnej vzorky v gramoch,

$v_2$ = alikvotný objem v mililitroch

$v_1$ = objem extrakčného roztoku v mililitroch a

t = koncentrácia roztoku manganistanu v móloch na liter.

CaO (%) = Ca (%), × 1,400

Metóda 8.7

**Stanovenie horčíka atómovou absorpčnou spektrometriou**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia horčíka v extraktoch hnojív.

2. **Rozsah platnosti**

Táto metóda platí pre extrakty hnojív ES získané metódami 8.1 a 8.3, u ktorých sa požaduje deklarácia horčíka celkom a/alebo horčíka rozpustného vo vode s výnimkou nasledujúcich hnojív uvedených v prílohe I D týkajúcej sa sekundárnych živín:

— typ 4 (kieserit),

— typ 5 (síran horečnatý) a typ 5.1 (roztok síranu horečnatého)

— a s výnimkou týchto hnojív uvedených v prílohe I A 3 so zreteľom na draselné hnojivá:

— typ 7 (kieserit so síranom draselným) a

— tie, pre ktoré platí metóda 8.8.

Nižšie popísaná metóda platí na všetky extrakty hnojív obsahujúce prvky v množstvách, ktoré by mohli rušiť komplexometrické stanovenie horčíka.

3. **Princíp**

Stanovenie horčíka atómovou absorpčnou spektrometriou po primeranom rozpustení extraktu.

4. **Činidlá**

4.1 Kyselina chlorovodíková, roztok 1 mol/l

4.2 Kyselina chlorovodíková, roztok 0,5 mol/l.

4.3 *Štandardný roztok horčíka, 1,00 mg/ml*

4.3.1 Rozpustiť 1,013 gramu síranu horečnatého ($MgSO_4.7H_2O$) v 0,5 mol/l roztoku kyseliny chlorovodíkovej (4.2).

4.3.2 Odvážiť 1,658 gramu oxidu horečnatého (MgO) predtým kalcinovaného tak, aby sa odstránili všetky stopy po karbonizácii. Vložiť do kadičky so 100 mililitrami vody a 120 mililitrami 1 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Keď sa rozpustí, kvantitatívne premyť do 1 000 ml banky s volumetrickou ryskou. Doliať na objem pridaním a miešaním

alebo

▼B

4.3.3 Komerčný štandardný roztok

Za kontrolu takýchto roztokov zodpovedá laboratórium.

4.4 *Roztok chloridu strontnatého*

Rozpustiť 75 gramov chloridu strontnatého ($SrCl_2.6H_2O$) v roztoku kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a doliať na objem 500 ml s tým istým roztokom kyseliny.

5. **Zariadenie**

Spektrometer upravený pre atómovú absorpciu s horčíkovou lampou nastavenou na 285,2 nm).

Plameň vzduch – acetylén.

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódy 8.1 a 8.3.

7. **Postup**

7.1 Ak má hnojivo deklarovaný obsah horčíka (Mg) vyšší ako 6 % (t. j. 10 % ako MgO), odobrať 25 mililitrov ($V_1$) roztoku extraktu (6). Preliať do 100 ml kadičky s volumetrickou ryskou a doliať na objem vodou a zamiešať. Koeficient zriedenia je $D_1 = 100/V_1$.

7.2 Pomocou pipety odobrať 10 ml extrakčného roztoku (6) alebo roztoku (7.1). Premiestniť ho do 200 ml banky s volumetrickou ryskou. Doliať na objem 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a premiešať. Koeficient zriedenia je 200/10.

7.3 Rozriediť roztok (7.2) s 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) tak, aby sa získala koncentrácia v optimálnom pracovnom intervale spektrometra (5.1). $V_2$ je objem vzorky v 100 mililitroch. Koeficient zriedenia je $D_2 = 100/V_2$.

Konečný roztok by mal obsahovať 10 % objem/objem roztoku chloridu strontnatého (4.4).

7.4 *Príprava slepého roztoku*

Pripraviť slepý roztok opakovaním celého postupu od extrakcie (metóda 8.1 alebo 8.3) vynechajúc iba skúšobnú vzorku hnojiva.

7.5 *Príprava kalibračných roztokov*

Rozriedením štandardného roztoku (4.3) s 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej pripraviť aspoň päť štandardných roztokov narastajúcej koncentrácie v ideálnom intervale merania zariadením (5.1).

Tieto roztoky by mali obsahovať 10 % objem/objem roztoku chloridu strontnatého.

7.6 *Meranie*

Nastaviť spektrofotometer (5.1) na vlnovú dĺžku 285,2 nm.

Potom nastriekať postupne kalibračné roztoky (7.5), roztok vzorky (7.3) a slepý roztok (7.4), vždy pritom premyť prístroj s roztokom, ktorého meranie bude nasledovať. Opakovať túto operáciu tri razy. Naniesť kalibračnú krivku pomocou stredných hodnôt absorbancie každého použitého kalibračného roztoku (7.5) na osi y a príslušnej koncentrácie horčíka v µg/ml na osi x. Určiť koncentráciu horčíka vo vzorke (7.3) a slepom roztoku (7.4), $X_b$ podľa kalibračnej krivky.

8. **Vyjadrenie výsledkov**

Vypočítať obsah horčíka (Mg) alebo oxidu horečnatého (MgO) vo vzorke zohľadniac kalibračné roztoky a hodnotu slepého roztoku.

Percento horčíka (Mg) v hnojive je rovné:

$$\text{Mg}\ (\%) = \frac{(X_s - X_b)\ D_1(200/10)\ D_2\ 500,100}{1000.1000M}$$

kde

$X_s$ = koncentrácia analyzovaného roztoku zapísaná na kalibračnej krivke v µg/ml,

▼B

$X_b$ = koncentrácia slepého roztoku zapísaná na kalibračnej krivke v μg/ml,

$D_1$ = koeficient zriedenia keď je roztok zriedený (7.1):

— je rovný štyrom ak sa odoberie 25 mililitrov a

— je rovný jednej, ak roztok nie je riedený,

— $D_2$ = koeficient zriedenia je 7.3 a

— M = hmotnosť skúšobnej vzorky v čase extrakcie.

— MgO (%) = Mg (%)/0,6

Metóda 8.8

**Komplexometrické stanovenie horčíka**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia horčíka v extraktoch hnojív.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí pre extrakty hnojív ES, pri ktorých deklaráciu horčíka celkom a/alebo vo vode rozpustného horčíka stanovuje:

— zoznam hnojív v prílohe I: jednozložkové dusíkaté hnojivá, typ 1b + 1c (dusičnan vápenato-horečnatý), typ 7 (sulfonitrát horečnatý), typ 8 (dusíkaté hnojivá s horčíkom) a jednozložkové draselné hnojivá typu 2 (obohatený kainit), typu 4 (chlorid draselný s obsahom horčíka), typu 6 (síran draselný s obsahom horečnatej soli)

— zoznam hnojív v prílohe I D týkajúcej sa sekundárnych živín.

3. **Princíp**

Horčík sa rozpustí podľa metód 8.1 a/alebo 8.3. Prvá titrácia: s EDTA na Ca a Mg v prítomnosti eriochrómovej černe T. Druhá titrácia: s EDTA na Ca v prítomnosti kalceínu alebo kyseliny uhličitej kalkónu. Stanovenie horčíka pomocou rozdielu.

4. **Činidlá**

4.1 *Štandardný 0,05 mol/l roztok horčíka:*

4.1.1 Rozpustiť 1,232 gramu síranu horečnatého ($MgSO_4.7H_2O$) v 0,5 mol/l roztoku kyseliny chlorovodíkovej (4.11) a doplniť na 100 ml tou istou kyselinou

alebo

4.1.2 odvážiť 2,016 gramu oxidu horečnatého predtým kalcinovaného tak, aby sa odstránili všetky stopy po karbonizácii. Vložiť do kadičky so 100 mililitrami vody.

Zmiešať s približne 120 mililitrami 1 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.12).

Keď sa rozpustí, kvantitatívne premyť do 1 000 ml banky s volumetrickou ryskou. Doliať na objem pridaním a miešaním.

Jeden mililiter tohto roztoku by mal obsahovať 1,216 miligramov Mg (= 2,016 miligramov MgO).

Za kontrolu koncentrácie takýchto roztokov zodpovedá laboratórium.

4.2 *0,05 M roztok EDTA*

Odvážiť 18,61 gramov dihydrátu dvojsodnej soli kyseliny etyléndiamíntetraoctovej ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8.2H_2O$), vložiť ho do kadičky o objeme 1 000 ml a rozpustiť v 600 až 800 mililitroch vody. Preliať roztok kvantitatívne do banky o objeme 1 000 ml s volumetrickou ryskou. Doliať na objem a premiešať. Porovnať tento roztok so štandardným roztokom (4.1) odobratím vzorky 20 ml posledného z nich a titráciou podľa analytickej metódy opísanej v (7.2).

▼B

Jeden mililiter roztoku EDTA zodpovedá 1,216 miligramom Mg (= 2,016 miligramu MgO) a 2,004 miligramu Ca (= 2,804 miligramu CaO) (pozri poznámky 10,1 a 10,6).

4.3 *Štandardný 0,05 M roztok vápnika*

Odvážiť 5,004 gramov suchého uhličitanu vápenatého. Vložiť ho do skúmavky so 100 ml vody. Postupne primiešavať 120 ml približne 1 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.12).

Uviesť do varu, aby sa vypudil oxid uhličitý, ochladiť, kvantitatívne preliať do jednolitrovej banky s volumetrickou ryskou, doliať vodou na objem za zamiešať. Porovnať tento roztok s roztokom EDTA (4.2) podľa analytického postupu (7.3). Jeden mililiter tohto roztoku by mal obsahovať 2,004 miligramov Ca (= 2,084 miligramu CaO) a mal by zodpovedať jednému mililitru 0,05 M roztoku EDTA (4.2).

4.4 *Kalceínový indikátor*

Opatrne pomiešať v trecej miske jeden gram kalceínu so 100 gramami chloridu sodného. Použiť 10 miligramov tejto zmesi. Indikátor mení farbu zo zelenej na oranžovú. Musí sa titrovať až kým sa nezíska oranžová farba bez zelených odtieňov.

4.5 *Indikátor kyseliny uhličitej kalkónu*

Rozpustiť 400 miligramov kyseliny uhličitej kalkónu v 100 ml metanolu. Tento roztok je možné skladovať iba približne štyri týždne. Použiť tri kvapky tohto roztoku. Indikátor mení farbu z červenej na modrú. Musí sa titrovať až kým sa nezíska modrá farba bez červených odtieňov.

4.6 *Indikátor eriochrómovej černe T*

Rozpustiť 300 miligramov eriochrómovej černe T v zmesi 25 mililitrov propanolu-1 a 15 mililitroch trietanolamínu. tento roztok sa dá skladovať iba približne štyri týždne. Použiť tri kvapky tohto roztoku. Indikátor mení farbu z červenej na modrú a titrovať sa musí až kým sa nezíska modrá farba bez červených odtieňov. Mení sfarbenie iba v prítomnosti horčíka. Ak je to potrebné, pridať jeden mililiter štandardného roztoku (4.1).

Ak je prítomný aj vápnik aj horčík, EDTA najskôr vytvorí komplex s vápnikom a potom s horčíkom. V takomto prípade sú stanovené oba prvky súbežne.

4.7 *Roztok kyanidu draselného*

Vodný 2 % roztok KCN (nepipetovať ústami a prečítať 10.7).

4.8 *Roztok hydroxidu sodného a kyanidu draselného*

Rozpustiť 280 gramov KOH a 66 gramov KCN vo vode, doplniť na objem jedného litra a premiešať.

4.9 *Pufrový roztok na pH 10,5*

V banke o objeme 500 ml s volumetrickou ryskou rozpustiť 33 gramov chloridu amónneho v 200 mililitrov vody, pridať 250 mililitrov amoniaku ($d_{20}$ = 0,91 g/ml), doplniť na objem vodou a zamiešať. Pravidelne skúšať pH roztoku.

4.10 Zriedená kyselina chlorovodíková: jeden objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) plus jeden objemový diel vody

4.11 Kyselina chlorovodíková, roztok 0,5 mol/l

4.12 Kyselina chlorovodíková, roztok 1 mol/l.

4.13 Roztok hydroxidu sodného, 5 mol/l

5. **Zariadenie**

5.1 Magnetické alebo mechanické miešadlo

5.2 pH-meter

6. **Kontrolná skúška**

Vykonať stanovenie na alikvotných častiach roztokov (4.1 a 4.3) tak, aby pomer Ca/Mg bol približne rovný pomeru v roztoku určenom na analýzu. Na tento účel odobrať a mililitrov štandardného roztoku

▼B

Mg (4.3) a (b – a) mililitrov štandardného roztoku (4.1). a a b sú objemy roztoku EDTA použitého pri oboch titráciách vykonaných na roztoku určenom na analýzu vyjadrené v mililitroch. Tento postup je správny iba ak roztoky EDTA, vápnika a horčíka sú presne ekvivalentné. Ak to tak nie je, je potrebné urobiť korekcie.

7. **Príprava roztoku na analýzu**

Pozri metódy 8.1 a 8.3.

8. **Stanovenie**

8.1 *Odoberaná alikvotná vzorka*

Alikvotná časť musí podľa možnosti obsahovať medzi 9 a 18 miligramami horčíka (= 15 až 30 miligramov MgO).

8.2 *Titrácia v prítomnosti eriochrómovej černe T*

Pipetovať alikvotnú časť (8.1) roztoku na analýzu do 400 ml kadičky. Neutralizovať nadbytočnú kyselinu 5 mol/l roztokom hydroxidu sodného (4.12) za pomoci pH-metra. Rozriediť vodou približne na 100 mililitrov. Pridať 5 mililitrov pufru (4.9). pH merané pH metrom musí byť 10,5 ± 0,1. Pridať 2 mililitre roztoku kyanidu draselného (4.7) a tri kvapky indikátora eriochrómovej černe T (4.6). Titrovať roztokom EDTA (4.2). Zmiešať opatrne miešadlom (5.1) (pozri 10,2, 10,3 a 10,4). Nech je b spotreba 0,05 mol/l roztoku EDTA vyjadrená v mililitroch.

8.3 *Titrácia v prítomnosti kalceínu alebo kyseliny uhličitej kalkónu*

Pipetovať alikvotnú časť roztoku na analýzu rovnú časti odobratej na predchádzajúcu titráciu a naliať ju do 400 ml kadičky. Neutralizovať nadbytočnú kyselinu 5 mol/l roztokom hydroxidu sodného (4.13) za pomoci pH-metra. Rozriediť vodou približne na 100 mililitrov. Pridať 10 mililitrov roztoku KOH + KCN (4.8) a indikátor (4.4 alebo 4.5). Zmiešať opatrne miešadlom (5.1) a titrovať roztokom EDTA (4.2) (pozri 10,2, 10,3 a 10,4). Nech je a spotreba 0,05 mol/l roztoku EDTA vyjadrená v mililitroch.

9. **Vyjadrenie výsledkov**

V prípade hnojív ES, pre ktoré platí táto metóda (5 gramov hnojiva v 500 mililitroch extraktu) je percento obsahu v hnojive:

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

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

kde

a = spotreba 0,05 mol/l roztoku EDTA použitého na titráciu v prítomnosti kalceínu alebo kyseliny uhličitej kalkónu vyjadrená v ml,

b = spotreba 0,05 mol/l roztoku EDTA použitého na titráciu v prítomnosti eriochrómovej černe T vyjadrená v ml,

M = hmotnosť vzorky prítomnej v odobratej alikvotnej časti (v gramoch),

T = 0,2016xmol/l roztoku EDTA/0,05 (pozri 4.2) a

T′ = 0,1216xmol/l roztoku EDTA/0,05 (pozri 4.2)

10. **Poznámky**

10.1 Stechiometrický pomer EDTA:kov v komplexometrickej analýze je vždy 1:1 bez ohľadu na mocenstvo kovu a napriek tomu, že EDTA je štvormocná. Titračný roztok EDTA a štandardné roztoky budú preto molárne a nie normálne.

10.2 Komplexometrické indikátory sú často citlivé na vzduch. Roztok môže strácať počas titrácie farbu. V takom prípade sa musia pridať jedna

▼B

alebo dve kvapky indikátora. To osobitne v prípade eriochrómovej černe a kyseliny uhličitej kalkónu.

10.3 Komplexy kov – indikátor sú často relatívne stabilné a zmena farby môže trvať určitý čas. Preto sa musia posledné kvapky EDTA pridávať pomaly a musí sa pridať kvapka 0,05 mol/l roztoku horčíka (4.1) alebo vápnika (4.3) aby sa zaistilo, že ešte nenastala zmena farby. To platí najmä v prípade komplexu eriochróm – horčík.

10.4 Prelomový bod indikátora sa musí pozorovať nie vertikálne, ale horizontálne naprieč roztokom a kadička musí byť postavená pred bielym pozadím na dobre nasvietenom mieste. Prelomový bod indikátora sa môže ľahko pozorovať aj umiestnením kadičky do ľadovaného skla jemne vysvieteného zdola (25 wattovou lampou).

10.5 Táto analýza si vyžaduje istú skúsenosť. Okrem iného je súčasťou úlohy pozorovanie farebných zmien štandardných roztokov 4.1 a 4.3. Odporúča sa, aby stanovenie vykonal ten istý laboratórny chemik.

10.6 Použitie roztoku EDTA garantovanej koncentrácie (napr. Titrisol alebo Normex) môže zjednodušiť kontrolu ekvivalentnosti štandardných roztokov 4.1, 4.2 a 4.3.

10.7 Roztoky obsahujúce kyanid draselný sa nesmú vyliať do výlevky pokiaľ kyanid nezreagoval na neškodnú zlúčeninu, napríklad oxidáciou chlórnanom sodným po zvýšení zásaditosti.

Metóda 8.9

**Stanovenie síranov**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia síry prítomnej v extraktoch hnojív vo forme síranov.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí pre stanovenie síranov prítomných v extraktoch pripravených podľa metód 8.1, 8.2, 8.3 a 8.4.

3. **Princíp**

Gravimetrické stanovenie ako síran bárnatý.

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedená kyselina chlorovodíková*

Jeden objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) plus jeden objemový diel vody

4.2 Roztok chloridu bárnatého $BaCl_2.6H_2O$: 122 g/l

4.3 Roztok dusičnanu strieborného: 5 g/l

5. **Zariadenie**

5.1 Porcelánové tégliky

5.2 Horúcovodný kúpeľ

5.3 Sušiaca pec nastavená na 105 °C (± 1) °C

5.4 Elektrická pec nastavená na 800 °C (± 50) °C

6. **Postup**

6.1 *Odber vzorky roztoku*

Pipetovať alikvotnú časť jedného z roztokov extraktu uvedeného v 2 obsahujúceho medzi 20 a 100 miligramov S alebo 50 a 250 miligramov $SO_3$.

Umiestniť túto alikvotnú časť do kadičky vhodného objemu. Pridať 20 mililitrov zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Doliať vodou približne na objem 300 ml.

▼B

6.2 *Príprava zrazeniny*

Uviesť roztok do varu. Po kvapkách pridávať približne 20 ml roztoku chloridu bárnatého (4.2) za súčasného intenzívneho miešania roztoku. Variť niekoľko minút.

Uložiť kadičku prikrytú hodinovým sklíčkom do vriaceho horúcovodného kúpeľa (5.2) na hodinu. Potom nechať stáť horúce (asi 60 °C) až kým sirupovitá kvapalina nad usadeninou nie je číra. Dekantovať čistý roztok pomalou filtráciou cez filter bez popola. Premyť zrazeninu niekoľko razy horúcou vodou. Pokračovať s premývaním zrazeniny na filtri až kým filtrát neobsahuje chloridy. To je možné skontrolovať pomocou roztoku dusičnanu strieborného (4.3).

6.3 *Zapálenie a váženie zrazeniny*

Vložiť filtračný papier a zrazeninu do vopred s presnosťou na 0,1 miligramu odváženého porcelánového téglika (5.1). Vysušiť v peci (5.3) a spopolniť pri približne 800 °C počas polhodiny (5.4). Nechať vychladnúť v exsikátore a odvážiť s presnosťou na 0,1 miligramu.

7. **Vyjadrenie výsledkov**

Jeden miligram síranu bárnatého zodpovedá 0,137 miligramu S alebo 0,343 miligramu $SO_3$.

Percento obsahu S v hnojive je:

$$S\ (\%) = w \times 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3(\%) = S(\%) \times 2,5$$

kde

w = hmotnosť zrazeniny síranu bárnatého v miligramoch,

$v_1$ = objem roztoku extraktu v mililitroch,

$v_2$ = objem alikvotnej časti v mililitroch a

m = hmotnosť skúšobnej vzorky v gramoch.

Metóda 8.10

**Stanovenie extrahovaného sodíka**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje postup stanovenia sodíka v extraktoch hnojív.

2. **Rozsah platnosti**

Táto metóda platí pre hnojivá ES, u ktorých je deklarácia sodíka stanovená v prílohe I.

3. **Princíp**

Po vhodnom zriedení extraktu získaného metódou 8.1 a/alebo 8.3 sa obsah sodíka stanoví plameňovou emisnou spektrometriou.

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedená kyselina chlorovodíková*

Jeden objemový diel kyseliny chlorovodíkovej pre analýzu ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) plus jeden objemový diel vody.

4.2 Dusičnan hlinitý $Al(NO_3)_3.9H_2O$

4.3 Chlorid cézny CsCl.

4.4 Bezvodý chlorid sodný NaCl.

4.5 *Roztok chloridu cézneho a dusičnanu hlinitého*

Rozpustiť vo vode 50 gramov chloridu cézneho (4.3) a 250 gramov dusičnanu hlinitého (4.2) v 1 000 ml banke s volumetrickou ryskou. Doplniť vodou na objem a premiešať.

▼B

4.6 *Štandardný roztok sodíka 1 mg/ml Na*

Rozpustiť vo vode 2,542 gramu chloridu sodného (4.4) v banke o objeme 1 000 ml s volumetrickou ryskou. Pridať 10 mililitrov kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Doplniť vodou na objem a premiešať.

5. **Zariadenie**

Spektrometer vybavený na plameňovú emisiu nastavený na 589,3 nm.

6. **Kalibračné roztoky**

6.1 Umiestniť 10 mililitrov štandardného roztoku (4.6) do banky o objeme 250 ml s volumetrickou ryskou. Doliať na objem a premiešať. Koncentrácia roztoku: 40 µg/ml Na.

6.2 Naliať 0, 5, 10, 15, 20 a 25 mililitrov prechodného roztoku (6.1) do baniek o objeme 100 ml s volumetrickou ryskou. Pridať 10 mililitrov v roztoku (4.5). Doliať na objem a premiešať. Koncentrácia roztokov: 0, 2, 4, 6, 8 a 10 µg/ml Na.

7. **Príprava roztokov na meranie**

závislosti od očakávaného obsahu sodíka v roztoku extraktu získaného podľa metódy 8.1 alebo 8.3 (päť gramov hnojiva v 500 mililitroch) zriediť podľa nasledujúcej tabuľky:

| $Na_2O$ (%) | Na (%) | Prechodné zriedenie | | Konečné zriedenie | | Stupeň zriedenia |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Vzorka $v_2$ (ml) | $v_3$: zriedenie (do ml) | Vzorka $v_4$ (ml) | Zriedenie (do ml) | |
| 3 – 5 | 2,2 – 3,7 | 10 | 50 | 10 | 100 | 50 |
| 5 – 10 | 3,7 – 7,4 | 10 | 100 | 10 | 100 | 100 |
| 10 – 20 | 7,4 – 15 | 10 | 100 | 5 | 100 | 200 |
| 20 – 38 | 15 – 28 | 5 | 100 | 5 | 100 | 400 |

Doplniť na prechodné zriedenie vodou. Pri konečnom zriedení pridať desať mililitrov roztoku (4.5) do banky o objeme 100 ml s volumetrickou ryskou.

V prípade skúšobnej vzorky vážiacej jeden gram vynásobiť objem konečného zriedenia ($v_4$) piatimi.

8. **Stanovenie**

Pripraviť spektrometer (5.1) na meranie na 589,3 nm. Kalibrovať prístroj meraním odozvy kalibračných roztokov (6.2). Potom nastaviť citlivosť prístroja na využitie rozsahu celej jeho stupnice s použitím najsilnejšieho kalibračného roztoku. Potom odmerať odozvu roztoku vzorky určeného na analýzu (7). Opakovať túto operáciu tri razy.

9. **Výpočet výsledkov**

Naniesť kalibračnú krivku pomocou priemernej odozvy každého použitého kalibračného roztoku na osi y a príslušných koncentrácií vyjadrených v µg/ml na osi x. Z toho určiť koncentráciu sodíka v skúšanom roztoku. Vypočítať množstvo sodíka zo štandardného roztoku zohľadniac mieru zriedenia. Výsledky vyjadriť v percentách zo vzorky.

Percento sodíka (Na) v hnojive je:

$$\text{Na } \% \;=\; \text{x}.\frac{v_3}{v_4}\frac{v_1}{v_2}\frac{10^{-2}}{m}$$

$$Na_2O\ (\%) \;=\; Na(\%) \times 1,348$$

kde

▼B

x = koncentrácia roztoku vloženého do spektrometra v µg/ml,

$v_1$ = objem roztoku extraktu v mililitroch,

$v_2$ = alikvotný objem pri prechodnom zriedení v mililitroch,

$v_3$ = objem pri prechodnom zriedení v mililitroch,

$v_4$ = alikvotný objem pri konečnom zriedení (na 100 mililitrov) v mililitroch,

m = hmotnosť skúšobnej vzorky v gramoch.

Metódy 9

**Mikroživiny v koncentráciách nižších alebo rovných 10 %**

Metóda 9.1

**Extrakcia mikroživín celkom**

1. **Predmet**

Táto metóda definuje postup extrakcie týchto mikroživín: bór celkom, kobalt celkom, meď celkom, železo celkom, mangán celkom, molybdén celkom a zinok celkom. Cieľom je urobiť čo najmenej extrakcií a použiť vždy, ak je to možné, ten istý extrakt na stanovenie celkového obsahu každej z vyššie uvedených mikroživín.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí pre hnojivá ES uvedené v prílohe I E obsahujúce jednu alebo viac z nasledujúcich mikroživín: bór, kobalt, meď, železo, mangán, molybdén a zinok. Vzťahuje sa na každú mikroživinu, ktorej deklarovaný obsah je nižší alebo rovný 10 %.

3. **Princíp**

Rozpustenie varom v zriedenej kyseline chlorovodíkovej.

Poznámka

Extrakcia je empirická a nemusí byť kvantitatívna, čo závisí od produktu alebo iných zložiek hnojiva. Najmä v prípade niektorých oxidov mangánu môže byť extrahované množstvo podstatne menšie ako celkový obsah mangánu v produkte. Výrobcovia hnojív zodpovedajú za zabezpečenie toho, aby deklarovaný obsah skutočne zodpovedal množstvu extrahovanému za podmienok prislúchajúcich metóde.

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedený roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l*

Jeden objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) zmiešať s jedným objemovým dielom vody.

4.2 Koncentrovaný roztok amoniaku ($NH_4OH$, $d_{20}$ = 0,9 g/ml)

5. **Zariadenie**

Elektrická horúca platnička s nastaviteľnou teplotou.

Poznámka

Tam, kde sa má určiť obsah bóru v extrakte, nepoužívať bórkremičité sklo. Keďže metóda zahŕňa var, uprednostňuje sa teflón alebo oxid kremičitý. Dôkladne sklo opláchnuť, ak bolo umývané v saponátoch obsahujúcich boritany.

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Skúšobná vzorka*

Odobrať 2 až 10 gramov hnojiva, podľa deklarovaného obsahu prvku v produkte. Na získanie konečného roztoku sa využije nasledujúca

▼B

tabuľka; tento roztok bude po príslušnom zriedení v meracom rozsahu pre každú metódu. Vzorky by mali byť vážené s presnosťou na 1 mg.

| Deklarovaný obsah mikroživín v hnojive (%) | < 0,01 | 0,01 -< 5 | ≥ 5 – 10 |
|---|---|---|---|
| Hmotnosť skúšobnej vzorky g) | 10 | 5 | 2 |
| Hmotnosť prvku vo vzorke (mg) | 1 | 0,5 – 250 | 100 – 200 |
| Objem extraktu V (ml) | 250 | 500 | 500 |
| Koncentrácia prvku v extrakte (mg/l) | 4 | 1 – 500 | 200 – 400 |

Umiestniť skúšobnú vzorku do kadičky o objeme 250 ml.

7.2 *Príprava roztoku*

Ak je to potrebné, navlhčiť vzorku trochou vody, pridať opatrne 10 ml zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (4.1) na gram hnojiva, po malých množstvách a potom pridať približne 50 ml vody. Zakryť kadičku hodinovým sklíčkom a miešať. Uviesť do varu na horúcej platničke a udržať ho počas 30 minút. Nechať ochladiť, občas zamiešať. Kvantitatívne preliať do volumetrickej banky o objeme 250 alebo 500 ml (pozri tabuľka). Doplniť na objem vodou a dôkladne premiešať. Prefiltrovať cez suchý filter do suchej nádoby. Odstrániť počiatočnú dávku. Extrakt musí byť dokonale číry.

Odporúča sa, aby sa stanovenie vykonalo bezodkladne na alikvotných častiach číreho filtrátu; ak nie, nádoby by sa mali zazátkovať.

Poznámka

Extrakty, v ktorých sa má určiť obsah bóru: upraviť pH medzi 4 a 6 koncentrovaným amoniakom (4.2).

8. **Stanovenie**

Stanovenie každej mikroživiny sa vykoná na alikvotných častiach uvedených v metóde pre každú jednotlivú mikroživinu.

Ak je to potrebné, odstrániť organické chelatačné alebo komplexotvorné látky z alikvotnej časti extraktu pomocou metódy 9.3. V prípade stanovenia atómovou absorpčnou spektrometriou nie je takéto odstránenie potrebné.

Metóda 9.2

**Extrakcia mikroživín rozpustných vo vode**

1. **Predmet**

Táto metóda definuje postup extrakcie vo vode rozpustných foriem týchto mikroživín: bór, kobalt, meď, železo, mangán, molybdén a zinok. Cieľom je urobiť čo najmenej extrakcií a použiť vždy, ak je to možné, ten istý extrakt na stanovenie celkového obsahu každej z vyššie uvedených mikroživín.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí pre hnojivá ES uvedené v prílohe I E, ktoré obsahujú jednu alebo viac z týchto mikroživín: bór, kobalt, meď, železo, mangán, molybdén a zinok. Vzťahuje sa na každú mikroživinu, ktorej deklarovaný obsah je menší alebo rovný 10 %.

3. **Princíp**

Mikroživiny sa extrahujú pretrepaním hnojiva vo vode pri teplote 20 (± 2) °C.

Poznámka

Extrakcia je empirická a môže, ale nemusí byť kvantitatívna.

▼B

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedený roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l*

Jeden objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) zmiešať s jedným objemovým dielom vody.

5. **Zariadenie**

5.1 Rotačná trepačka nastavená na približne 35 až 40 otáčok za minútu

5.2 *pH-meter*

Poznámka

Ak sa má určiť obsah bóru v extrakte, nepoužívať bórkremičité sklo. Keďže metóda zahŕňa var, uprednostňuje sa teflón alebo oxid kremičitý. Dôkladne sklo opláchnuť, ak bolo umývané v saponátoch obsahujúcich boritany.

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Skúšobná vzorka*

Odobrať 2 až 10 gramov hnojiva v závislosti na deklarovanom obsahu prvku v produkte. Na získanie konečného roztoku sa využije nasledujúca tabuľka; tento roztok bude po príslušnom zriedení v meracom rozsahu pre každú metódu. Vzorky by mali byť vážené s presnosťou na 1 mg.

| Deklarovaný obsah mikroživín v hnojive (%) | < 0,01 | 0,01 –< 5 | ≥ 5 – 10 |
|---|---|---|---|
| Hmotnosť skúšobnej vzorky g) | 10 | 5 | 2 |
| Hmotnosť prvku vo vzorke (mg) | 1 | 0,5 – 250 | 100 – 200 |
| Objem extraktu V (ml) | 250 | 500 | 500 |
| Koncentrácia prvku v extrakte (mg/l) | 4 | 1 – 500 | 200 – 400 |

Umiestniť skúšobnú vzorku do banky o objeme 250 alebo 500 ml (podľa tabuľky).

7.2 *Príprava roztoku*

Do banky o objeme 250 ml pridať približne 200 ml vody alebo do banky o objeme 500 ml pridať 400 ml vody.

Banku dobre zazátkovať. Silne pretrepať rukou, aby sa vzorka rozptýlila a potom vložiť banku do trepačky a pretrepávať 30 minút.

Doplniť na objem vodou a dôkladne premiešať.

7.3 *Príprava skúšobného roztoku*

Ihneď filtrovať do čistej suchej banky. Banku zazátkovať. Stanovenie vykonať ihneď po filtrácii.

Poznámka

Ak sa filtrát postupne zakalí, vykonať novú extrakciu podľa 7.1 a 7.2 v banke o objeme $V_e$. Filtrovať do kalibrovanej banky o objeme W, ktorá bola predtým vysušená a v ktorej je 5,00 ml zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Zastaviť filtráciu presne vo chvíli, keď je dosiahnutá kalibračná značka. Dôkladne premiešať.

Za týchto podmienok je hodnota V vo vyjadrení výsledkov:

$$V = Ve \times W / (W - 5)$$

zriedenia vo vyjadrení výsledkov sú funkciou tejto hodnoty V.

▼B

8. **Stanovenie**

Stanovenie každej mikroživiny sa vykoná na alikvotných častiach uvedených v metóde pre každú jednotlivú mikroživinu.

Ak je to potrebné, odstrániť organické chelatačné alebo komplexotvorné látky z alikvotnej časti extraktu pomocou metódy 9.3. V prípade stanovenia atómovou absorpčnou spektrometriou nie je takéto odstránenie potrebné.

Metóda 9.3

**Odstránenie organických zlúčenín z extraktov hnojív**

1. **Predmet**

Táto metóda definuje postup odstránenia organických zlúčenín z extraktov hnojív.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí pre analýzu vzoriek hnojív extrahovaných metódami 9.1 a 9.2, u ktorých sa vyžaduje deklarovanie obsahu prvku spolu alebo rozpustného vo vode podľa prílohy I E k tomuto nariadeniu.

Poznámka

Prítomnosť malého množstva organických látok bežne neovplyvňuje stanovenie pomocou atómovej absorpčnej spektrometrie.

3. **Princíp**

Organické zlúčeniny sú v alikvotnej časti extraktu oxidované peroxidom vodíka.

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedený roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 0,5 mol/l*

1 objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) zmiešať s 20 objemovými dielmi vody.

4.2 Roztok peroxidu vodíka (30 % $H_2O_2$, $d_{20}$ = 1,11 g/ml) bez obsahu mikroživín

5. **Zariadenie**

Elektrická platnička s reguláciou teploty.

6. **Postup**

Odobrať 25 ml roztoku extraktu získaného metódou 9.1 alebo metódou 9.2 a naliať ho do kadičky o objeme 100 ml. V prípade metódy 9.2 pridať 5 ml roztoku zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Potom pridať 5 ml roztoku peroxidu vodíka (4.2). Prikryť hodinovým sklíčkom. Nechať oxidovať pri izbovej teplote asi hodinu, postupne priviesť do varu a polhodinu variť. V prípade potreby pridať ďalších 5 ml peroxidu vodíka do roztoku hneď ako vychladol. Potom povariť, aby sa odstránil nadbytočný peroxid vodíka. Nechať vychladnúť a kvantitatívne preliať do volumetrickej banky o objeme 50 ml a doplniť po objem. Ak je to potrebné, filtrovať.

Pri odbere alikvotných častí a výpočte percenta mikroživín v produkte by sa toto zriedenie malo zohľadniť.

Metóda 9.4

**Stanovenie mikroživín v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou**

**(všeobecný postup)**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje všeobecný postup stanovenia obsahu určitých mikroživín v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou.

▼B

2. **Oblasť použitia**

Tento postup platí pre analýzu vzoriek hnojív extrahovaných metódami 9.1 a 9.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu prvku celkom a/alebo prvku rozpustného vo vode v prílohe I E k tomuto nariadeniu.

Úpravy tohto postupu pre rôzne mikroživiny sú opísané podrobnejšie v metódach definovaných osobitne pre každý prvok.

Poznámka

Vo väčšine prípadov malé množstvá organických látok neovplyvňujú stanovenie atómovou absorpčnou spektrometriou.

3. **Princíp**

Po prípadnej úprave extraktu na zníženie obsahu alebo odstránenie rušivých chemických látok sa extrakt zriedi tak, aby jeho koncentrácia bola v optimálnom intervale spektrometra pri vlnovej dĺžke vhodnej pre stanovovanú mikroživinu.

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedený roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l:*

1 objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) zmiešať s 1 objemovým dielom vody.

4.2 *Zriedený roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 0,5 mol/l:*

1 objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) zmiešať s 20 objemovými dielmi vody.

4.3 *Roztoky solí lantánu (10 g/l La)*

Toto činidlo sa používa pri stanovení kobaltu, železa, mangánu a zinku. Môže sa pripraviť:

a) buď z oxidu lantanitého rozpustením v kyseline chlorovodíkovej (4.1). Vložiť 11,73 g oxidu lantanitého ($La_2O_3$) do 150 ml vody v jednej volumetrickej banke a pridať 120 ml 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Nechať rozpúšťať a potom doplniť na 1 liter vodou a dôkladne zamiešať. Tento roztok obsahuje približne 0,5 mol/l kyseliny chlorovodíkovej

b) alebo z roztokov chloridu, síranu alebo dusičnanu lantanitého. Rozpustiť 26,7 g heptahydrátu chloridu lantanitého ($LaCl_3.7H_2O$) alebo 31,2 g hexahydrátu dusičnanu lantanitého ($La(NO_3)_3.6H_2O$ alebo 26,2 g nonahydrátu síranu lantanitého ($La_2(SO_4)_3.9H_2O$) v 150 ml vody a potom pridať 85 ml 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Nechať rozpúšťať a potom doliať vodou na 1 liter. Dôkladne premiešať. Tento roztok obsahuje približne 0,5 mol/l kyseliny chlorovodíkovej.

4.4 *Kalibračné roztoky*

Ich príprava je popísaná v jednotlivých metódach stanovenia pre každú mikroživinu osobitne.

5. **Zariadenie**

Spektrometer upravený pre atómovú absorpciu so zdrojmi emitujúcimi žiarenie typické pre stanovované mikroživiny.

Analytik musí dodržať pokyny výrobcu a poznať aparatúru. Aparatúra musí umožňovať korekciu pozadia tak, aby sa mohla kedykoľvek použiť (Co a Zn). Použitými plynmi budú vzduch a acetylén.

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Príprava roztokov extraktov stanovovaných mikroživín*

Pozri metódy 9.1 a/alebo 9.2 a ak je to primerané, aj 9.3.

6.2 *Úprava skúšobného roztoku*

Rozriediť alikvotnú časť extraktu získaného metódou 9.1, 9.2 alebo 9.3 vodou a kyselinou chlorovodíkovou (4.1) alebo (4.2) tak, aby sa získal konečný roztok na meranie, o koncentrácii stanovovaného prvku, ktorá je primeraná použitému kalibračnému intervalu (7.2) a koncentrácii kyseliny chlorovodíkovej aspoň 0,5 mol/l a nie viac

▼B

ako 2,5 mol/l. Tento úkon si môže vyžadovať jedno alebo viac po sebe nasledujúcich zriedení.

Zobrať alikvotnú časť konečného roztoku získaného rozriedením extraktu. Nech a) je jeho objem v ml. Vyliať ho do volumetrickej banky o objeme 100 ml. Pri stanovení obsahu kobaltu, železa, mangánu alebo zinku pridať 10 ml roztoku soli lantánu (4.3). Doplniť na objem 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne premiešať. Toto je konečný roztok určený na meranie. Označiť koeficient zriedenia ako D.

7. **Postup**

7.1 *Príprava slepého roztoku*

Pripraviť slepý roztok opakovaním celého postupu od extrakcie a vynechajúc iba skúšobnú vzorku hnojiva.

7.2 *Príprava kalibračných roztokov*

Z pracovného kalibračného roztoku pripraveného s použitím metódy zadanej pre každú jednotlivú mikroživinu pripraviť do volumetrických baniek o objeme 100 ml sadu aspoň piatich kalibračných roztokov narastajúcej koncentrácie v ideálnom intervale merania spektrometrom. V prípade potreby upraviť koncentráciu kyseliny chlorovodíkovej tak, aby bola čo najbližšie ku koncentrácii v zriedenom skúšobnom roztoku (6.2). V prípade stanovenia kobaltu, železa, mangánu alebo zinku pridať 10 ml rovnakého roztoku soli lantánu (4.3) ktorý sa použil v 6.2. Doliať na objem 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne premiešať.

7.3 *Stanovenie*

Pripraviť spektrometer (5) na stanovenie a nastaviť vlnovú dĺžku zadanú v metóde príslušnej mikroživiny.

Potom postupne tri razy nastriekať kalibračné roztoky (7.2), skúšobný roztok (6.2) a slepý roztok (7.1), zaznamenať každý výsledok a prístroj premyť destilovanou vodou vždy medzi jednotlivými striekaniami.

Naniesť kalibračnú krivku pomocou priemerných výsledkov každého kalibračného roztoku (7.2) na osi y a príslušnej koncentrácie zodpovedajúceho prvku vyjadrenej v µg/ml na osi x.

Určiť koncentráciu príslušnej mikroživiny v skúšobnej vzorke $x_s$ (6.2) a slepom roztoku $x_b$ (7.1) podľa kalibračnej krivky, vyjadriac ich v µg/ml.

8. **Vyjadrenie výsledkov**

Percento mikroživiny E v hnojive sa rovná:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Ak sa použila metóda 9.3:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

kde

E je obsah stanovovaného prvku vyjadrený ako percentá z hnojiva;

$x_s$ je koncentrácia analyzovaného roztoku (6.2) v µg/ml,

$x_b$ je koncentrácia slepého roztoku (7.1) v µg/ml,

V je objem extraktu získaného metódou 9.1 alebo 9.2 v ml,

D je koeficient zodpovedajúci zriedeniu vykonanému podľa 6.2 a

M je hmotnosť skúšobnej vzorky odobratej podľa metódy 9.1 alebo 9.2 v gramoch.

Výpočet koeficientu zriedenia D:

Ak a1, a2, a3,…, ai a a sú alikvotné časti a v1, v2, v3,…, vi a 100 sú objemy v ml zodpovedajúce ich príslušným zriedeniam, koeficient zriedenia D rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

Metóda 9.5

**Stanovenie bóru v extraktoch hnojív spektrometriou s azometínom H**

1. **Predmet**

Táto metóda popisuje postup stanovenia bóru v extraktoch hnojív.

2. **Oblasť použitia**

Tento postup platí pre analýzu vzoriek hnojív extrahovaných metódami 9.1 a 9.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu bóru celkom a/alebo bóru rozpustného vo vode v prílohe I k tomuto nariadeniu.

3. ***Princíp*V**

roztoku azometínu H tvoria boritanové ióny nažlto sfarbený komplex, ktorého koncentrácia sa stanoví molekulárnou absorpčnou spektrometriou pri 410 nm. Rušivé ióny sú maskované pomocou EDTA.

4. **Činidlá**

4.1 *Tlmivý roztok EDTA*

Do volumetrickej banky o objeme 500 ml s obsahom 300 ml vody dať:

— 75 g octanu amónneho ($NH_4OOCCH_3$);

— 10 g dvojsodnej soli kyseliny etyléndiamíntetraoctovej ($Na_2EDTA$);

— 40 ml kyseliny octovej ($CH_3COOH$, $d_{20}$ = 1,05 g/ml).

Doplniť vodou na objem a dôkladne zamiešať. Hodnota pH roztoku, kontrolovaná sklenou elektródou, musí byť 4,8 ± 0,1.

4.2 *Roztok azometínu H*

Do volumetrickej banky o objeme 200 ml dať:

— 10 ml tlmivého roztoku (4.1)

— 400 mg azometínu H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$) a

— 2 g kyseliny absorbovej ($C_6H_8O_6$).

— Doplniť vodou na objem a dôkladne zamiešať. Nepripravovať veľké množstvá tohto činidla, pretože je stabilné iba niekoľko dní.

4.3 *Kalibračné roztoky bóru*

4.3.1 Zásobný roztok bóru (100 μg/ml)

Rozpustiť 0,5719 g kyseliny boritej ($H_2BO_3$) vo vode vo volumetrickej banke, ktorá má objem 1 000 ml. Doplniť na objem vodou a dôkladne premiešať. Preliať do plastovej fľaše a uskladniť v chladničke.

4.3.2 Pracovný roztok bóru (10 μg/ml)

Naliať 50 ml zásobného roztoku (4.3.1) do 500 ml volumetrickej banky. Doliať vodou po objem a dôkladne premiešať.

5. **Aparatúra**

Spektrometer upravený pre molekulovú absorpciu s komorami s 10 mm optickou cestou a nastavené na vlnovú dĺžku 410 nm.

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Príprava roztoku bóru*

Pozri metódy 9.1 a/alebo 9.2 a ak je to primerané, aj 9.3.

6.2 *Príprava skúšobného roztoku*

Rozriediť alikvotnú časť extraktu (6.1) tak, aby sa dosiahla koncentrácia bóru uvedená v 7.2. Môžu byť potrebné dve po sebe nasledujúce zriedenia. Označiť koeficient zriedenia ako D.

6.3 *Príprava korekčného roztoku*

Ak je skúšobný roztok (6.2) sfarbený, pripraviť zodpovedajúci korekčný roztok umiestnením ml skúšobného roztoku (6.2), 5 ml

▼B

tlmiaceho roztoku EDTA (4.1) a 5 ml vody do plastovej banky a dôkladne ho premiešať.

7. **Postup**

7.1 *Príprava slepého roztoku*

Pripraviť slepý roztok opakovaním celého postupu od extrakcie a vynechať pritom iba skúšobnú vzorku hnojiva.

7.2 *Príprava kalibračných roztokov*

Preliať 0, 5, 10, 15, 20 a 25 ml pracovného kalibračného roztoku (4.3.3) do sady volumetrických baniek o objeme 100 ml. Doliať vodou na 100 ml a dôkladne zamiešať. Tieto roztoky obsahujú od 0 po 2,5 μg/ml bóru.

7.3 *Vytváranie farby*

Preliať 5 ml kalibračných roztokov (7.2), skúšobných roztokov (6.2) a slepého roztoku (7.1) do sady fliaš z plastu. Pridať 5 ml tlmiaceho roztoku EDTA (4.1). Pridať 5 ml roztoku azometínu H (4.2).

Dôkladne zamiešať a nechať, aby sa vytvorila farba v tme v priebehu 2 ½ až troch hodín.

7.4 *Stanovenie*

Merať absorbanciu roztokov získaných v 7.3 a prípadne korekčného roztoku (6.3) voči vode pri vlnovej dĺžke 410 nm. Pred každým novým odčítaním výsledkov opláchnuť komory vodou.

8. **Vyjadrenie výsledkov**

Naniesť kalibračnú krivku koncentrácie kalibračných roztokov (7.2) na osi × a absorbanciu danú spektrometrom (7.4) na osi y.

Odčítať na kalibračnej krivke koncentráciu bóru v slepom roztoku (7.1), jeho koncentráciu v skúšobnom roztoku (6.2) a ak je skúšobný roztok sfarbený, skorigovanú koncentráciu skúšobného roztoku. Pre výpočet poslednej z nich odrátať absorbanciu korekčného roztoku (6.3) od absorbancie skúšobného roztoku (6.2) a určiť skorigovanú koncentráciu skúšobného roztoku. Zapísať koncentráciu skúšobného roztoku (6.2) s alebo bez korekcie, $X(x_s)$ a slepého roztoku ($x_b$).

Percento bóru v hnojive sa určí takto:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ak sa použila metóda 9.3:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kde

B je obsah bóru vyjadrený ako percentá z hnojiva;

$x_s$ je koncentrácia analyzovaného roztoku (6.2) s alebo bez korekcie v μg/ml,

$x_b$ je koncentrácia slepého roztoku (7.1) v μg/ml,

V je objem extraktu získaného metódou 9.1 alebo 9.2 v ml,

D je koeficient zodpovedajúci zriedeniu vykonanému podľa 6.2 a

M je hmotnosť skúšobnej vzorky odobratej podľa metódy 9.1 alebo 9.2 v gramoch.

Výpočet koeficientu zriedenia D:Ak a1 a a2 sú za sebou nasledujúce alikvotné časti a v1 a v2 sú objemy zodpovedajúce ich príslušným zriedeniam, tak koeficient zriedenia D bude rovný:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

▼B

Metóda 9.6

Stanovenie kobaltu v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou

1. **Predmet**

Táto metóda opisuje postup stanovenia kobaltu v extraktoch hnojív.

2. **Rozsah platnosti**

Tento postup platí pre analýzu vzoriek hnojív extrahovaných metódami 9.1 a 9.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu kobaltu celkom a/alebo kobaltu rozpustného vo vode v prílohe I E k tomuto nariadeniu.

3. **Princíp**

Po vhodnej úprave a zriedení extraktov sa obsah kobaltu stanoví atómovou absorpčnou spektrometriou.

4. **Činidlá**

4.1 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l*

Pozri metóda 9.4, (4.1).

4.2 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 0,5 mol/l*

Pozri metóda 9.4, (4.2).

4.3 *Roztoky solí lantánu (10 g/l La)*

Pozri metóda 9.4, (4.3).

4.4 *Kalibračné roztoky kobaltu*

4.4.1 Zásobný roztok kobaltu (1 000 μg/ml)

Rozpustiť 1 g kobaltu navážený s presnosťou na 0,1 mg v kadičke o objeme 250 ml, pridať 25 ml 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1) a zohrievať na platničke až kým kobalt nie je úplne rozpustený. Po vychladnutí kvantitatívne preliať do volumetrickej banky o objeme 1 000 ml. Doplniť na objem vodou a dôkladne premiešať.

4.4.2 Pracovný roztok kobaltu (100 μg/ml)

Naliať 10 ml zásobného roztoku (4.4.1) do volumetrickej banky o objeme 100 ml. Doliať na objem 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne premiešať.

5. **Aparatúra**

Atómový absorpčný spektrometer: pozri metóda 9.4, (5). Prístroj musí byť vybavený zdrojom lúčov charakteristických pre kobalt (240,7 nm). Spektrometer musí umožňovať vykonanie korekcie pozadia.

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Roztok extraktu kobaltu*

Pozri metódy 9.1 a/alebo 9.2 a, ak je to primerané, aj 9.3.

6.2 *Príprava skúšobného roztoku*

Pozri metóda 9.4, (6.2). Skúšobný roztok musí obsahovať 10 % (objem/objem) roztoku soli lantánu (4.3).

7. **Postup**

7.1 *Príprava slepého roztoku*

Pozri metódu 9.4, (7.1). Skúšobný roztok musí obsahovať 10 % (objem/objem) roztoku soli lantánu použitého v 6.2.

7.2 *Príprava kalibračných roztokov*

Pozri metódu 9.4 (7.2)

Aby sa docielil optimálny interval stanovenia 0 až 5 μg/ml kobaltu, preliať 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 a 5 ml pracovného kalibračného roztoku (4.4.2) do sady 100 ml volumetrických baniek. Ak je to potrebné, upraviť koncentráciu kyseliny chlorovodíkovej čo najbližšie k hodnote dosahovanej skúšobným roztokom. Pridať do každej banky 10 ml roztoku soli lantánu použitého v 6.2. Doliať na 100 ml

▼B

0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne zamiešať. Tieto roztoky obsahujú od 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 resp. 5 μg/ml kobaltu.

7.3 *Stanovenie*

Pozri metódu 9.4 (7.3). Pripraviť spektrometer na meranie pri vlnovej dĺžke 240,7 nm.

8. **Vyjadrenie výsledkov**

Pozri metódu 9.4, (8).

Percento kobaltu v hnojive sa určí takto:

$$\text{Co } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Ak sa použila metóda 9.3:

$$\text{Co } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

kde

Co je obsah kobaltu vyjadrený ako percentá z hnojiva;

$x_s$ je koncentrácia analyzovaného roztoku (6.2) v μg/ml,

$x_b$ je koncentrácia slepého roztoku (7.1) v μg/ml,

V je objem extraktu získaného metódou 9.1 alebo 9.2 v ml,

D je koeficient zodpovedajúci zriedeniu vykonanému podľa 6.2 a

M je hmotnosť skúšobnej vzorky odobratej podľa metódy 9.1 alebo 9.2 v gramoch.

Výpočet koeficientu zriedenia D: Ak a1, a2, a3,…, ai a a sú alikvotné časti a v1, v2, v3,…, vi a 100 sú objemy v ml zodpovedajúce ich príslušným zriedeniam, koeficient zriedenia D sa rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metóda 9.7

**Stanovenie medi v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou**

1. **Predmet**

Táto metóda popisuje postup stanovenia medi v extraktoch hnojív.

2. **Oblasť použitia**

Tento postup platí pre analýzu vzoriek hnojív extrahovaných metódami 9.1 a 9.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu medi celkom a/alebo medi rozpustnej vo vode v prílohe I E k tomuto nariadeniu.

3. **Princíp**

Po vhodnej úprave a zriedení extraktov sa obsah medi stanoví atómovou absorpčnou spektrometriou.

4. **Činidlá**

4.1 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l*

Pozri metóda 9.4, (4.1).

4.2 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 0,5 mol/l*

Pozri metóda 9.4, (4.2).

4.3 Roztok peroxidu vodíka (30 % $H_2O_2$, $d_{20}$ = 1,11 g/ml), neobsahujúci mikroživiny

4.4 *Kalibračné roztoky medi*

4.4.1 Zásobný roztok medi (1 000 μg/ml)

Rozpustiť 1 g medi navážený s presnosťou na 0,1 mg v 250 ml kadičke, pridať 25 ml 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1) a 5 ml roztoku peroxidu vodíka (4.3) a zohrievať na platničke až kým meď nie je úplne rozpustená. Po vychladnutí kvantitatívne preliať do 1 000

▼B

ml volumetrickej banky. Doplniť na objem vodou a dôkladne premiešať.

4.4.2 Pracovný roztok medi (100 μg/ml)

Naliať 20 ml zásobného roztoku (4.4.1) do 200 ml volumetrickej banky. Doliať na objem 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne premiešať.

5. **Aparatúra**

Spektrometer vybavený pre atómovú absorpciu: pozri metódu 9.4, (5). Prístroj musí byť vybavený zdrojom lúčov charakteristických pre meď (324,8 nm).

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Roztok extraktu medi*

Pozri metódy 9.1 a/alebo 9.2 a, ak je to primerané, aj 9.3.

6.2 *Príprava skúšobného roztoku*

Pozri metódu 9.4, (6.2).

7. **Postup**

7.1 *Príprava slepého roztoku*

Pozri metódu 9.4, (7.1).

7.2 *Príprava kalibračných roztokov*

Pozri metódu 9.4 (7.2)

Na dosiahnutie optimálneho intervalu stanovenia 0 až 5 μg/ml medi preliať 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 a 5 ml pracovného kalibračného roztoku (4.4.2) do sady 100 ml volumetrických baniek. Ak je to potrebné, upraviť koncentráciu kyseliny chlorovodíkovej čo najbližšie k hodnote dosahovanej skúšobným roztokom (6.2). Doliať na 100 ml 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne zamiešať. Tieto roztoky obsahujú od 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 resp. 5 μg/ml medi.

7.3 *Stanovenie*

Pozri metódu 9.4 (7.3). Pripraviť spektrometer (5) na meranie pri vlnovej dĺžke 324,8 nm.

8. **Vyjadrenie výsledkov**

Pozri metódu 9.4, (8).

Percento medi v hnojive sa určí takto:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] \,/\, (M \times 10^4)$$

Ak sa použila metóda 9.3:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kde

Cu je obsah medi vyjadrený ako percentá z hnojiva;

$x_s$ je koncentrácia analyzovaného roztoku (6.2) v μg/ml,

$x_b$ je koncentrácia slepého roztoku (7.1) v μg/ml,

V je objem extraktu získaného metódou 9.1 alebo 9.2 v ml,

D je koeficient zodpovedajúci zriedeniu vykonanému podľa 6.2 a

M je hmotnosť skúšobnej vzorky odobratej podľa metódy 9.1 alebo 9.2 v gramoch.

Výpočet koeficientu zriedenia D: Ak a1, a2, a3,…, ai a a sú alikvotné časti a v1, v2, v3,…, vi a 100 sú objemy v ml zodpovedajúce ich príslušným zriedeniam, koeficient zriedenia D sa rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

Metóda 9.8

**Stanovenie železa v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou**

1. **Predmet**

Táto metóda popisuje postup stanovenia železa v extraktoch hnojív.

2. **Oblasť použitia**

Tento postup platí pre analýzu vzoriek hnojív extrahovaných metódami 9.1 a 9.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu železa celkom a/alebo železa rozpustného vo vode v prílohe I E k tomuto nariadeniu.

3. **Princíp**

Po vhodnej úprave a zriedení extraktov sa obsah železa stanoví atómovou absorpčnou spektrometriou.

4. **Činidlá**

4.1 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l*

Pozri metódu 9.4, (4.1).

4.2 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 0,5 mol/l*

Pozri metódu 9.4, (4.2).

4.3 Roztok peroxidu vodíka (30 % $H_2O_2$, $d_{20}$ = 1,11 g/ml), neobsahujúci mikroživiny

4.4 *Roztoky solí lantánu (10 g/l La)*

Pozri metódu 9.4, (4.3).

4.5 *Kalibračné roztoky železa*

4.5.1 Zásobný roztok železa (1 000 µg/ml)

Rozpustiť 1 g železného drôtu naváženého s presnosťou na 0,1 mg v kadičke o objeme 500 ml, pridať 200 ml 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1) a 15 ml roztoku peroxidu vodíka (4.3). Zohrievať na platničke až kým železo nie je úplne rozpustené. Po vychladnutí kvantitatívne preliať do volumetrickej banky o objeme 1 000 ml. Doplniť na objem vodou a dôkladne premiešať.

4.5.2 Pracovný roztok železa (100 µg/ml)

Naliať 20 ml zásobného roztoku (4.5.1) do volumetrickej banky o objeme 200 ml. Doliať na objem 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne premiešať.

5. **Aparatúra**

Atómový absorpčný spektrometer: pozri metódu 9.4, (5). Prístroj musí byť vybavený zdrojom lúčov charakteristických pre železo (248,3 nm).

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Roztok extraktu železa*

Pozri metódy 9.1 a/alebo 9.2 a, ak je to primerané, aj 9.3.

6.2 *Príprava skúšobného roztoku*

Pozri metódu 9.4, (6.2). Skúšobný roztok musí obsahovať 10 % (objem/objem) roztoku soli lantánu.

7. **Postup**

7.1 *Príprava slepého roztoku*

Pozri metóda 9.4, (7.1). Skúšobný roztok musí obsahovať 10 % (objem/objem) roztoku soli lantánu použitého v 6.2.

7.2 *Príprava kalibračných roztokov*

Pozri metódu 9.4 (7.2)

Na dosiahnutie optimálneho intervalu stanovenia 0 až 10 µg/ml železa preliať 0, 2, 4, 6, 8 resp. 10 ml pracovného kalibračného roztoku (4.5.2) do sady 100 ml volumetrických baniek. V prípade potreby upraviť koncentráciu kyseliny chlorovodíkovej čo najbližšie

▼B

k hodnote dosahovanej skúšobným roztokom. Pridať do každej banky 10 ml roztoku soli lantánu použitého v 6.2. Doliať na objem 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne zamiešať. Tieto roztoky obsahujú od 0, 2, 4, 6, 8 resp. 10 µg/ml železa.

7.3 *Stanovenie*

Pozri metódu 9.4 (7.3). Pripraviť spektrometer na meranie pri vlnovej dĺžke 248,3 nm.

8. **Vyjadrenie výsledkov**

Pozri metódu 9.4, (8).

Percento železa v hnojive sa určí takto:

$$Fe\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Ak sa použila metóda 9.3:

$$Fe\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

kde

Fe je obsah železa vyjadrený ako percentá z hnojiva;

$x_s$ je koncentrácia analyzovaného roztoku (6.2) v µg/ml,

$x_b$ je koncentrácia slepého roztoku (7.1) v µg/ml,

V je objem extraktu získaného metódou 9.1 alebo 9.2 v ml,

D je koeficient zodpovedajúci zriedeniu vykonanému podľa 6.2 a

M je hmotnosť skúšobnej vzorky odobratej podľa metódy 9.1 alebo 9.2 v gramoch.

Výpočet koeficientu zriedenia D: Ak a1, a2, a3,…, ai a a sú alikvotné časti a v1, v2, v3,…, vi a 100 sú objemy v ml zodpovedajúce ich príslušným zriedeniam, koeficient zriedenia D sa rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metóda 9.9

**Stanovenie mangánu v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou**

1. **Predmet**

Táto metóda popisuje postup stanovenia mangánu v extraktoch hnojív.

2. **Oblasť použitia**

Tento postup platí pre analýzu vzoriek hnojív extrahovaných metódami 9.1 a 9.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu mangánu celkom a/alebo mangánu rozpustného vo vode v prílohe I E k tomuto nariadeniu.

3. **Princíp**

Po vhodnej úprave a zriedení extraktov sa obsah mangánu stanoví atómovou absorpčnou spektrometriou.

4. **Činidlá**

4.1 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l*

Pozri metódu 9.4, (4.1).

4.2 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 0,5 mol/l*

Pozri metódu 9.4, (4.2).

4.3 *Roztoky solí lantánu (10 g/l La)*

Pozri metódu 9.4, (4.3).

▼B

4.4 *Kalibračné roztoky mangánu*

4.4.1 Zásobný roztok mangánu (1 000 μg/ml)

Rozpustiť 1 g mangánu naváženého s presnosťou na 0,1 mg v kadičke o objeme 250 ml a pridať 25 ml 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Zohrievať na platničke až kým mangán nie je úplne rozpustený. Po vychladnutí kvantitatívne preliať do volumetrickej banky o objeme 1 000 ml. Doplniť na objem vodou a dôkladne premiešať.

4.4.2 Pracovný roztok mangánu (100 μg/ml)

Vo volumetrickej banke o objeme 200 ml zriediť 20 ml zásobného roztoku (4.4.1) doliatím na objem 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne premiešať.

5. **Aparatúra**

Atómový absorpčný spektrometer: pozri metódu 9.4, (5). Prístroj musí byť vybavený zdrojom lúčov charakteristických pre mangán (279,6 nm).

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Roztok extraktu mangánu*

Pozri metódy 9.1 a/alebo 9.2 a, ak je to primerané, aj 9.3.

6.2 *Príprava skúšobného roztoku*

Pozri metódu 9.4, (6.2). Skúšobný roztok musí obsahovať 10 % objemových roztoku soli lantánu (4.3).

7. **Postup**

7.1 *Príprava slepého roztoku*

Pozri metódu 9.4, (7.1). Skúšobný roztok musí obsahovať 10 % objemových roztoku soli lantánu použitého v 6.2.

7.2 *Príprava kalibračných roztokov*

Pozri metódu 9.4 (7.2)

Na dosiahnutie optimálneho intervalu stanovenia 0 až 5 μg/ml mangánu preliať 0; 0,5; 1, 2, 3, 4 resp. 5 ml pracovného kalibračného roztoku (4.4.2) do sady 100 ml volumetrických baniek. V prípade potreby upraviť koncentráciu kyseliny chlorovodíkovej čo najbližšie k hodnote dosahovanej skúšobným roztokom. Pridať do každej banky 10 ml roztoku soli lantánu použitého v 6.2. Doliať na 100 ml s 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne zamiešať. Tieto roztoky obsahujú od 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 resp. 5 μg/ml mangánu.

7.3 *Stanovenie*

Pozri metódu 9.4 (7.3). Pripraviť spektrometer (5) na meranie pri vlnovej dĺžke 279,6 nm.

8. **Vyjadrenie výsledkov**

Pozri metódu 9.4, (8).

Percento mangánu v hnojive sa určí takto:

$$\text{Mn } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Ak sa použila metóda 9.3:

$$\text{Mn } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

kde

Mn je obsah mangánu vyjadrený ako percentá z hnojiva;

$x_s$ je koncentrácia analyzovaného roztoku (6.2) v μg/ml,

$x_b$ je koncentrácia slepého roztoku (7.1) v μg/ml,

V je objem extraktu získaného metódou 9.1 alebo 9.2 v ml,

D je koeficient zodpovedajúci zriedeniu vykonanému podľa 6.2 a

▼B

M je hmotnosť skúšobnej vzorky odobratej podľa metódy 9.1 alebo 9.2 v gramoch.

Výpočet koeficientu zriedenia D: Ak a1, a2, a3,…, ai a a sú alikvotné časti a v1, v2, v3,…, vi a 100 sú objemy v ml zodpovedajúce ich príslušným zriedeniam, tak koeficient zriedenia D bude rovný:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metóda 9.10

**Stanovenie molybdénu v extraktoch hnojív spektrometriou komplexu s tiokyanátom amónnym**

1. **Predmet**

Táto metóda popisuje postup stanovenia molybdénu v extraktoch hnojív.

2. **Oblasť použitia**

Tento postup platí pre analýzu vzoriek hnojív extrahovaných metódami 9.1 a 9.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu molybdénu celkom a/alebo molybdénu rozpustného vo vode v prílohe I E k tomuto nariadeniu.

3. **Princíp**

Molybdén (V) tvorí komplex $[MoO(SCN)_5]$ – v kyslom prostredí s iónmi SCN-.

Tento komplex sa extrahuje n-butylacetátom. Také rušiace ióny ako železo zostávajú vo vodnej fáze. Žltooranžová farba sa stanoví molekulárnou absorpčnou spektrometriou pri 470 nm.

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedený roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l*

Pozri metódu 9.4, (4.1).

4.2 *Roztok medi (70 mg/l) v 1,5 mol/l kyseline chlorovodíkovej (HCl)*

Rozpustiť 275 mg síranu meďnatého ($CuSO_4.5H_2O$) naváženého s presnosťou 0,1 mg v 250 ml roztoku 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1) vo volumetrickej banke o objeme 1 000 ml. Doliať na objem vodou a dôkladne premiešať.

4.3 *Roztok kyseliny askorbovej (50 g/l)*

Rozpustiť 50 g kyseliny askorbovej ($C_6H_8O_6$) vo vode vo volumetrickej banke o objeme 1 000 ml. Doliať na objem vodou, dôkladne premiešať a dať do chladničky.

4.4 n-butylacetát

4.5 *Roztok tiokyanátu amónneho, 0,2 mol/l*

Rozpustiť 15,224 g $NH_4SCN$ vo vode vo volumetrickej banke o objeme 1 000 ml. Doliať na objem vodou, dôkladne premiešať a uskladniť v tmavej fľaši.

4.6 *Roztok chloridu cínatého*

Tento roztok musí byť dokonale číry a pripravený bezprostredne pred použitím. Musí sa použiť veľmi čistý chlorid cínatý, lebo inak roztok nebude číry.

Na prípravu 100 ml roztoku rozpustiť ť g $SnCl_2.2H_2O$ v 35 ml roztoku 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Pridať 10 ml roztoku medi (4.2). Doliať na objem vodu a dôkladne premiešať.

4.7 *Kalibračné roztoky molybdénu*

4.7.1 Zásobný roztok molybdénu (500 μg/ml)

Vo volumentrickej banke o objeme 1 000 ml rozpustiť 0,920 g molybdénanu amónneho $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ naváženého s presnosťou na 0,1 mg v 6 mol/l kyseline chlorovodíkovej (4.1). Doplniť na objem týmto roztokom a dôkladne premiešať.

▼B

4.7.2 Prechodný roztok molybdénu (25 μg/ml)

Naliať 25 ml zásobného roztoku (4.7.1) do volumetrickej banky o objeme 500 ml. Doliať na objem 6 mol/l kyselinou chlorovodíkovou (4.1) a dôkladne premiešať.

4.7.3 Pracovný roztok molybdénu (2,5 μg/ml)

Naliať 10 ml prechodného roztoku (4.7.2) do volumetrickej banky o objeme 100 ml. Doliať na objem 6 mol/l kyselinou chlorovodíkovou (4.1) a dôkladne premiešať.

5. **Aparatúra**

5.1 Spektrometer upravený na molekulárnu absorpciu s komorami s 20 mm optickej dráhy a nastavené na vlnovú dĺžku 470 nm.

5.2 Deliace nálevky o objeme 200 alebo 250 ml

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Roztok extraktu molybdénu*

Pozri metódy 9.1 a/alebo 9.2 a ak je to primerané, aj 9.3.

6.2 *Príprava skúšobného roztoku*

Rozriediť alikvotnú časť extraktu (6.1) s roztokom 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1) tak, aby sa dosiahla primeraná koncentrácia molybdénu. Označiť koeficient zriedenia ako D.

Odobrať alikvotnú časť a z roztoku extraktu obsahujúcu 1 až 12 μg molybdénu a naliať ju do deliacej nálevky (5.2). Doliať na 50 ml roztokom 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1).

7. **Postup**

7.1 *Príprava slepého roztoku*

Pripraviť slepý roztok opakovaním celého postupu od extrakcie a vynechať pritom iba skúšobnú vzorku hnojiva.

7.2 *Príprava kalibračných roztokov*

Pripraviť sadu aspoň šiestich kalibračných roztokov s narastajúcou koncentráciou zodpovedajúcich ideálnemu intervalu odozvy spektrometra.

Na dosiahnutie optimálneho intervalu 0 až 12,5 μg/ml molybdénu preliať 0, 1, 2, 3, 4 resp. 5 ml pracovného kalibračného roztoku (4.7.3) do deliacich náleviek (5.2). Doliať na 50 ml so 6 mol/l kyselinou chlorovodíkovou (4.1). Deliace nálevky obsahujú 0; 2,5; 5; 7,5; 10 resp. 12,5 μg/ml molybdénu.

7.3 *Tvorba a separovanie komplexu*

Do každej z deliacich náleviek (6.2, 7.1 a 7.2) pridať v nasledujúcom poradí:

— 10 ml roztoku medi (4.2),

— 20 ml roztoku kyseliny askorbovej (4.3),

dôkladne premiešať a čakať dve až tri minúty a potom pridať

— 10 ml n-butylacetátu (4.4) pomocou presnej pipety,

— 20 ml roztoku tiokyanátu (4.5),

pretrepávať jednu minútu, aby sa extrahoval komplex do organickej fázy; nechať vyzrážať; po separácii oboch fáz vyliať celú vodnú fázu a potom organickú fázu premyť s

— 10 ml roztoku chloridu cínatého (4.6).

Pretrepávať jednu minútu. Nechať vyzrážať a vyliať celú vodnú fázu. Nahromadiť organickú fázu v skúmavke; to umožní pozbierať kvapky vody v suspenzii.

7.4 *Stanovenie*

Merať absorbancie roztokov získaných v 7.3 pri vlnovej dĺžke 470 nm pomocou kalibračného roztoku s 0 μg/ml molybdénu (7.2) ako referenčného roztoku.

▼B

8. **Vyjadrenie výsledkov**

Nakresliť kalibračnú krivku nanesením zodpovedajúcich hmotností molybdénu v kalibračných roztokoch (7.2) vyjadrených v μg na osi × a zodpovedajúcich hodnôt absorbancií (7.4) odčítaných zo spektrometra na osi y.

Z tejto krivky určiť hmotnosť molybdénu v skúšobnom roztoku (6.2) a v slepom roztoku (7.1) a označiť ich $x_s$, resp. $x_b$.

Percento molybdénu v hnojive je:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times D] / (M \times 10^4)$$

Ak sa použila metóda 9.3:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D] / (M \times 10^4)$$

kde

Mo je množstvo molybdénu vyjadrený ako percentá z hnojiva,

a je objem alikvotnej časti odobratej z posledného zriedeného roztoku (6.2) v ml,

$x_s$ je hmotnosť Mo v skúšobnom roztoku (6.2) v μg,

$x_b$ je hmotnosť Mo v slepom roztoku (7.1), ktorá zodpovedá objemu a alikvotnej časti skúšobného roztoku (6.2) v μg,

V je objem extraktu získaného metódou 9.1 alebo 9.2 v ml,

D je koeficient zodpovedajúci zriedeniu vykonanému v 6.2 a

M je hmotnosť skúšobnej vzorky odobratej podľa metódy 9.1 alebo 9.2 v gramoch.

Výpočet koeficientu zriedenia D: Ak a1 a a2 sú za sebou nasledujúce alikvotné časti a v1 a v2 sú objemy zodpovedajúce ich príslušným zriedeniam, koeficient zriedenia D sa rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Metóda 9.11

**Stanovenie zinku v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou**

1. **Predmet**

Táto metóda popisuje postup stanovenia zinku v extraktoch hnojív.

2. **Oblasť použitia**

Tento postup platí pre analýzu vzoriek hnojív extrahovaných metódami 9.1 a 9.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu zinku celkom a/alebo kobaltu rozpustného vo vode v prílohe I E k tomuto nariadeniu.

3. **Princíp**

Po vhodnej úprave a zriedení extraktov sa obsah zinku stanoví atómovou absorpčnou spektrometriou.

4. **Činidlá**

4.1 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l*

Pozri metódu 9.4, (4.1).

4.2 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 0,5 mol/l*

Pozri metódu 9.4, (4.2).

4.3 *Roztoky solí lantánu (10 g/l La)*

Pozri metódu 9.4, (4.3).

▼B

4.4 *Kalibračné roztoky zinku*

4.4.1 Zásobný roztok zinku (1 000 μg/ml)

Vo volumetrickej banke o objeme 1 000 ml rozpustiť 1 g zinkového prášku alebo vločiek navážený s presnosťou na 0,1 mg v 25 ml 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Keď je zinok úplne rozpustený, doplniť na objem vodou a dôkladne premiešať.

4.4.2 Pracovný roztok zinku (100 μg/ml)

Vo volumetrickej banke o objeme 200 ml rozriediť 20 ml zásobného roztoku (4.4.1) s 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2). Doliať na objem 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne premiešať.

5. **Aparatúra**

Atómový absorpčný spektrometer: pozri metódu 9.4, (5). Prístroj musí byť vybavený zdrojom lúčov charakteristických pre zinok (213,8 nm). Spektrometer musí umožniť vykonať korekciu pozadia.

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Roztok extraktu zinku*

Pozri metódy 9.1 a/alebo 9.2 a ak je to primerané, aj 9.3.

6.2 *Príprava skúšobného roztoku*

Pozri metódu 9.4, (6.2). Skúšobný roztok musí obsahovať 10 % objemových roztoku soli lantánu (4.3).

7. **Postup**

7.1 *Príprava slepého roztoku*

Pozri metóda 9.4, (7.1). Skúšobný roztok musí obsahovať 10 % objemových roztoku soli lantánu použitého v 6.2.

7.2 *Príprava kalibračných roztokov*

Pozri metódu 9.4 (7.2)

Na dosiahnutie optimálneho intervalu stanovenia 0 až 5 μg/ml zinku preliať 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 a 5 ml pracovného kalibračného roztoku (4.4.2) do sady 100 ml volumetrických baniek. V prípade potreby upraviť koncentráciu kyseliny chlorovodíkovej čo najbližšie k hodnote dosahovanej skúšobným roztokom. Do každej banky pridať 10 ml roztoku soli lantánu použitého v 6.2. Doliať na 100 ml 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne zamiešať. Tieto roztoky obsahujú od 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 resp. 5 μg/ml zinku.

7.3 *Stanovenie*

Pozri metódu 9.4 (7.3). Pripraviť spektrometer (5) na meranie pri vlnovej dĺžke 213,8 nm.

8. **Vyjadrenie výsledkov**

Pozri metódu 9.4, (8).

Percento zinku v hnojive sa určí takto:

$$Zn\% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ak sa použila metóda 9.3:

$$Zn\% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kde

Zn je mno6stvo zinku vyjadrené ako percentá z hnojiva;

$x_s$ je koncentrácia analyzovaného roztoku (6.2) v μg/ml,

$x_b$ je koncentrácia slepého roztoku (7.1) v μg/ml,

V je objem extraktu získaného metódou 9.1 alebo 9.2 v ml,

D je koeficient zodpovedajúci zriedeniu vykonanému podľa 6.2 a

▼B

M je hmotnosť skúšobnej vzorky odobratej podľa metódy 9.1 alebo 9.2 v gramoch.

Výpočet koeficientu zriedenia D: Ak a1, a2, a3,…, ai a a sú alikvotné časti a v1, v2, v3,…, vi a 100 sú objemy v ml zodpovedajúce ich príslušným zriedeniam, koeficient zriedenia D sa rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metódy 10

**Mikroživiny v koncentráciách vyšších ako 10 %**

Metóda 10.1

**Extrakcia mikroživín spolu**

1. **Predmet**

Táto metóda definuje postup extrakcie nasledujúcich mikroživín: bór celkom, kobalt celkom, meď celkom, železo celkom, mangán celkom, molybdén celkom a zinok celkom. Cieľom je urobiť čo najmenej extrakcií a vždy, keď je to možné, použiť ten istý extrakt na stanovenie celkového obsahu každej z uvedených mikroživín.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda sa týka hnojív spoločenstva uvedené v prílohe I E k tomuto nariadeniu obsahujúcich jednu alebo viac z nasledujúcich mikroživín: bór, kobalt, meď, železo, mangán, molybdén a zinok. Vzťahuje sa na každú mikroživinu, ktorej deklarovaný obsah je väčší ako 10 %.

3. **Princíp**

Rozpustenie varom v zriedenej kyseline chlorovodíkovej.

Poznámka

Extrakcia je empirická a nemusí byť kvantitatívna, čo závisí od produktu alebo iných zložiek hnojiva. Najmä v prípade niektorých oxidov mangánu môže byť extrahované množstvo podstatne menšie ako celkový obsah mangánu v produkte. Výrobcovia hnojív zodpovedajú za zabezpečenie toho, aby deklarovaný obsah skutočne zodpovedal množstvu extrahovanému za podmienok prislúchajúcich metóde.

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedený roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l*

Zmiešať 1 objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) s 1 objemovým dielom vody.

4.2 Koncentrovaný roztok amoniaku ($NH_4OH$, $d_{20}$ = 0,9 g/ml)

5. **Zariadenie**

5.1 Elektrická horúca platnička s nastaviteľnou teplotou

5.2 pH-meter

Poznámka

Ak sa má určiť obsah bóru v extrakte, nepoužívať bórkremičité sklo. Keďže metóda zahŕňa var, uprednostňuje sa teflón alebo oxid kremičitý. Sklo dôkladne opláchnuť, ak bolo umývané v saponátoch obsahujúcich boritany.

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Skúšobná vzorka*

Odobrať 1 až 2 gramy hnojiva, podľa deklarovaného obsahu prvku v produkte. Na získanie konečného roztoku sa využije nasledujúca tabuľka; tento roztok bude po príslušnom zriedení v meracom rozsahu pre každú metódu. Vzorky by mali byť vážené s presnosťou na 1 mg.

▼B

| | | |
|---|---|---|
| Deklarovaný obsah mikroživín v hnojive (%) | > 10 < 25 | ≥ 25 |
| Hmotnosť skúšobnej vzorky g) | 2 | 1 |
| Hmotnosť prvku vo vzorke (mg) | > 200 < 500 | ≥ 250 |
| Objem extraktu V (ml) | 250 | 500 |
| Koncentrácia prvku v extrakte (mg/l) | > 400 < 1 000 | ≥ 500 |

Umiestniť skúšobnú vzorku do kadičky, ktorej objem je 250 ml.

7.2 *Príprava roztoku*

V prípade potreby navlhčiť vzorku trochou vody, pridať opatrne 10 ml zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (4.1) na gram hnojiva, po malých množstvách a potom pridať približne 50 ml vody. Zakryť kadičku hodinovým sklíčkom a miešať. Uviesť do varu na horúcej platničke a udržať ho počas 30 minút. Nechať ochladiť, občas zamiešať. Kvantitatívne preliať do volumetrickej banky, ktorej objem je 500 ml. Doplniť na objem vodou a dôkladne premiešať. Prefiltrovať cez suchý filter do suchej nádoby. Odstrániť počiatočnú časť. Extrakt musí byť dokonale číry.

Odporúča sa, aby sa stanovenie vykonalo bezodkladne na alikvotných častiach číreho filtrátu; ak nie, nádoby by sa mali zazátkovať.

Poznámka

Extrakty, v ktorých sa má určiť obsah bóru: upraviť pH medzi 4 a 6 koncentrovaným amoniakom (4.2).

8. **Stanovenie**

Stanovenie každej mikroživiny sa vykoná na alikvotných častiach uvedených v metóde pre každú jednotlivú mikroživinu.

Metódy 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 a 10.10 sa nemôžu použiť na stanovenie prvkov prítomných v chelátovej alebo komplexnej forme. V takých prípadoch sa pred stanovením musí použiť metóda 10.3.

Takéto odstránenie nie je nutné v prípade stanovenia atómovou absorpčnou spektrometriou (10.8 a 10.11).

Metóda 10.2

**Extrakcia vo vode rozpustných mikroživín**

1. **Predmet**

Táto metóda definuje postup extrakcie vo vode rozpustných foriem týchto mikroživín: bór, kobalt, meď, železo, mangán, molybdén a zinok. Cieľom je urobiť čo najmenej extrakcií a použiť vždy, ak je to možné, ten istý extrakt na stanovenie celkového obsahu každej z týchto mikroživín.

2. **Oblasť použitia**

Táto metóda platí pre hnojivá spoločenstva uvedené v prílohe I E k tomuto nariadeniu obsahujúce jednu alebo viac z týchto mikroživín: bór, kobalt, meď, železo, mangán, molybdén a zinok. Vzťahuje sa na každú mikroživinu, ktorej deklarovaný obsah je vyšší ako 10 %.

3. **Princíp**

Mikroživiny sú extrahované pretrepaním hnojiva vo vode pri 20 (± 2) °C.

Poznámka

Extrakcia je empirická a môže, ale nemusí byť kvantitatívna.

▼B

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedený roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l*

Zmiešať 1 objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) s 1 objemovým dielom vody.

5. **Zariadenie**

5.1 Rotačná trepačka nastavená na približne 35 až 40 otáčok za minútu

Poznámka

Ak sa má určiť obsah bóru v extrakte, nepoužívať bórkremičité sklo. Uprednostňuje sa teflón alebo oxid kremičitý. Sklo dôkladne opláchnuť, ak bolo umývané v saponátoch obsahujúcich boritany.

6. **Príprava vzorky**

Pozri metódu 1.

7. **Postup**

7.1 *Skúšobná vzorka*

Odobrať 1 až 2 gramy hnojiva, podľa deklarovaného obsahu prvku v produkte. Na získanie konečného roztoku sa využije nasledujúca tabuľka; tento roztok bude po príslušnom zriedení v meracom rozsahu pre každú metódu. Vzorky by mali byť vážené s presnosťou na 1 mg.

| Deklarovaný obsah mikroživín v hnojive (%) | > 10 < 25 | ≥ 25 |
|---|---|---|
| Hmotnosť skúšobnej vzorky g) | 2 | 1 |
| Hmotnosť prvku vo vzorke (mg) | > 200 < 500 | ≥ 250 |
| Objem extraktu V (ml) | 250 | 500 |
| Koncentrácia prvku v extrakte (mg/l) | > 400 < 1 000 | ≥ 500 |

Umiestniť skúšobnú vzorku do banky, ktorej objem je 500 ml.

7.2 *Príprava roztoku*

Pridať približne 400 ml vody.

Banku dobre zazátkovať. Silne pretrepať rukou, aby sa vzorka rozptýlila a potom vložiť banku do trepačky a pretrepávať 30 minút.

Doplniť na objem vodou a dôkladne premiešať.

7.3 *Príprava skúšobného roztoku*

Ihneď filtrovať do čistej suchej banky. Banku zazátkovať. Stanovenie vykonať ihneď po filtrácii.

Poznámka

Ak sa filtrát postupne zakalí, vykonať novú extrakciu podľa 7.1 a 7.2 v banke o objeme $V_e$. Filtrovať do kalibrovanej banky o objeme W, ktorá bola predtým vysušená a v ktorej je 5 ml zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Zastaviť filtráciu presne vo chvíli, keď je dosiahnutá kalibračná značka. Dôkladne premiešať.

Za týchto podmienok je hodnota V vo vyjadrení výsledkov:

$$V = Ve \times W/(W-5)$$

Zriedenia vo vyjadrení výsledkov sú funkciou tejto hodnoty V.

8. **Stanovenie**

Stanovenie každej mikroživiny sa vykoná na alikvotných častiach uvedených v metóde pre každú jednotlivú mikroživinu.

Metódy 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 a 10.10 sa nemôžu použiť na stanovenie prvkov prítomných v chelátovej alebo komplexnej forme. V takých prípadoch sa pred stanovením musí použiť metóda 10.3.

▼B

V prípade stanovenia atómovou absorpčnou spektrometriou (10.8 a 10.11) nemusí byť takéto odstránenie nutné.

Metóda 10.3

**Odstránenie organických látok z extraktov hnojív**

1. **Predmet**

Táto metóda definuje postup odstránenia organických látok z extraktov hnojív.

2. **Oblasť použitia**

Tento postup platí pre analýzu vzoriek hnojív extrahovaných metódami 10.1 a 10.2, u ktorých sa vyžaduje deklarovanie obsahu prvku celkom alebo rozpustného vo vode podľa prílohy I E k tomuto nariadeniu.

Poznámka

Prítomnosť malého množstva organických látok bežne neovplyvňuje stanovenie pomocou atómovej absorpčnej spektrometrie.

3. **Princíp**

Organické zlúčeniny sú v alikvotnej časti extraktu oxidované peroxidom vodíka.

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedený roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 0,5 mol/l*

Zmiešať 1 objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) s 20 objemovými dielmi vody.

4.2 Roztok peroxidu vodíka (30 % $H_2O_2$, $d_{20}$ = 1,11 g/ml) bez obsahu mikroživín

5. **Zariadenie**

Elektrická platnička s reguláciou teploty.

6. **Postup**

Odobrať 25 ml roztoku extraktu získaného metódou 10.1 alebo metódou 10.2 a naliať ho do kadičky, ktorej objem je 100 ml. V prípade metódy 10.2 pridať 5 ml roztoku zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Potom pridať 5 ml roztoku peroxidu vodíka (4.2). Prikryť hodinovým sklíčkom. Nechať oxidovať pri izbovej teplote približne hodinu, postupne priviesť do varu a polhodinu variť. V prípade potreby pridať ďalších 5 ml peroxidu vodíka do roztoku hneď ako vychladol. Potom povariť, aby sa odstránil nadbytočný peroxid vodíka. Nechať vychladnúť a kvantitatívne preliať do 50 ml volumetrickej banky a doplniť po objem. V prípade potreby filtrovať.

Pri odbere alikvotných častí a výpočte percenta mikroživín v produkte by sa toto zriedenie malo zohľadniť.

Metóda 10.4

**Stanovenie mikroživín v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou**

**(všeobecný postup)**

1. **Predmet**

Tento dokument definuje všeobecný postup stanovenia obsahu železa a zinku v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou.

2. **Rozsah platnosti**

Tento postup platí pre analýzu vzoriek hnojív extrahovaných metódami 10.1 a 10.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu železa alebo zinku celkom a/alebo železa alebo zinku rozpustného vo vode v prílohe I E k tomuto nariadeniu.

Úpravy tohto postupu pre rôzne mikroživiny sú opísané podrobnejšie v metódach definovaných osobitne pre každý prvok.

▼B

Poznámka

Vo väčšine prípadov malé množstvá organických látok neovplyvňujú stanovenie atómovou absorpčnou spektrometriou.

3. **Princíp**

Po prípadnej úprave extraktu na zníženie obsahu alebo odstránenia rušivých chemických látok sa extrakt zriedi tak, aby jeho koncentrácia bola v optimálnom intervale spektrometra pri vlnovej dĺžke vhodnej pre stanovovanú mikroživinu.

4. **Činidlá**

4.1 *Zriedený roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l*

Zmiešať 1 objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) s 1 objemovým dielom vody.

4.2 *Zriedený roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 0,5 mol/l*

Zmiešať 1 objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) s 20 objemovými dielmi vody.

4.3 *Roztoky solí lantánu (10 g/l La)*

Toto činidlo sa používa pri stanovení železa a zinku. Môže sa pripraviť buď

a) z oxidu lantanitého rozpustením v kyseline chlorovodíkovej (4.1). Vložiť 11,73 g oxidu lantanitého ($La_2O_3$) do 150 ml vody v jednej volumetrickej banke a pridať 120 ml 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Nechať rozpúšťať a potom doplniť na 1 liter vodou a dôkladne zamiešať. Tento roztok obsahuje približne 0,5 mol/l kyseliny chlorovodíkovej, alebo

b) z roztokov chloridu, síranu alebo dusičnanu lantanitého. Rozpustiť 26,7 g heptahydrátu chloridu lantanitého ($LaCl_3.7H_2O$) alebo 31,2 g hexahydrátu dusičnanu lantanitého ($La(NO_3)_3.6H_2O$ alebo 26,2 g nonahydrátu síranu lantanitého ($La_2(SO_4)_3.9H_2O$) v 150 ml vody a potom pridať 85 ml 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Nechať rozpúšťať a potom doliať vodou na 1 liter. Dôkladne premiešať. Tento roztok obsahuje približne 0,5 mol/l kyseliny chlorovodíkovej.

4.4 *Kalibračné roztoky*

Ich príprava je popísaná v jednotlivých metódach stanovenia pre každú mikroživinu osobitne.

5. **Aparatúra**

Spektrometer upravený pre atómovú absorpciu so zdrojmi emitujúcimi žiarenie typické pre stanovované mikroživiny.

Analytik musí dodržať pokyny výrobcu a poznať zariadenie. Zariadenie musí umožňovať korekciu pozadia tak, aby mohlo byť kedykoľvek použité (napr. Zn). Použité plyny sú vzduch a acetylén.

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Príprava roztokov extraktov stanovovaných mikroživín*

Pozri metódy 10.1 a/alebo 10.2 a ak je to primerané, aj 10.3.

6.2 *Úprava skúšobného roztoku*

Rozriediť alikvotnú časť extraktu získaného metódou 10.1, 10.2 alebo 10.3 vodou a/alebo kyselinou chlorovodíkovou (4.1) alebo (4.2) tak, aby sa získal konečný roztok na meranie, o koncentrácii stanovovaného prvku ktorá je primeraná použitému kalibračnému intervalu (7.2) a koncentrácii kyseliny chlorovodíkovej aspoň 0,5 mol/l a nie viac ako 2,5 mol/l. Tento úkon si môže vyžadovať jedno alebo viac po sebe nasledujúcich zriedení.

Konečný roztok sa získa odberom alikvotnej časti zriedeného extraktu do volumetrickej banky, ktorej objem je 100 ml. Objem tejto alikvotnej časti označiť ako a ml. Pridať 10 ml roztoku soli lantánu (4.3). Doplniť na objem 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne premiešať. Označiť koeficient zriedenia ako D.

▼B

7. **Postup**

7.1 *Príprava slepého roztoku*

Pripraviť slepý roztok opakovaním celého postupu od extrakcie a vynechať pritom iba skúšobnú vzorku hnojiva.

7.2 *Príprava kalibračných roztokov*

Z pracovného kalibračného roztoku pripraveného s použitím metódy zadanej pre každú jednotlivú mikroživinu pripraviť do volumetrických baniek o objeme 100 ml sadu aspoň piatich kalibračných roztokov narastajúcej koncentrácie v ideálnom intervale merania spektrometrom. V prípade potreby upraviť koncentráciu kyseliny chlorovodíkovej tak, aby bola čo najbližšie ku koncentrácii v zriedenom skúšobnom roztoku (6.2). Pri stanovení železa alebo zinku pridať 10 ml rovnakého roztoku soli lantánu (4.3), ktorý sa použil v 6.2. Doliať na objem s 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne premiešať.

7.3 *Stanovenie*

Pripraviť spektrometer (5) na stanovenie a nastaviť vlnovú dĺžku zadanú v metóde príslušnej mikroživiny.

Potom postupne tri razy nastriekať kalibračné roztoky (7.2), skúšobný roztok (6.2) a slepý roztok (7.1), zaznamenajúc každý výsledok a medzi jednotlivými striekaniami prístroj vždy premyť destilovanou vodou.

Naniesť kalibračnú krivku pomocou priemerných výsledkov každého kalibračného roztoku (7.2) na osi y a príslušnej koncentrácie zodpovedajúceho prvku vyjadrenej v µg/ml na osi x.

Určiť z tejto krivky koncentráciu príslušnej mikroživiny v skúšobnej vzorke $x_s$ (6.2) a slepom roztoku $x_b$ (7.1) a vyjadriť ich v µg/ml.

8. **Vyjadrenie výsledkov**

Percento mikroživiny E v hnojive sa rovná:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Ak sa použila metóda 9.3:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

kde

E je obsah stanovovaného prvku vyjadrený ako percentá z hnojiva;

$x_s$ je koncentrácia analyzovaného roztoku (6.2) v µg/ml,

$x_b$ je koncentrácia slepého roztoku (7.1) v µg/ml,

V je objem extraktu získaného metódou 10.1 alebo 10.2 v ml,

D je koeficient zodpovedajúci zriedeniu vykonanému podľa 6.2 a

M je hmotnosť skúšobnej vzorky odobratej podľa metódy 10.1 alebo 10.2 v gramoch.

Výpočet koeficientu zriedenia D:

Ak a1, a2, a3,…, ai a a sú alikvotné časti a v1, v2, v3,…, vi a 100 sú objemy v ml zodpovedajúce ich príslušným zriedeniam, koeficient zriedenia D sa rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metóda 10.5

**Stanovenie bóru v extraktoch hnojív acidometrickou titráciou**

1. **Predmet**

Táto metóda opisuje postup stanovenia bóru v extraktoch hnojív.

2. **Oblasť použitia**

Tento postup platí pre analýzu vzoriek hnojív extrahovaných metódami 10.1 a 10.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu bóru

▼B

celkom a/alebo bóru rozpustného vo vode v prílohe I k tomuto nariadeniu.

3. **Princíp**

Manitoboritanový komplex sa vytvorí touto reakciou boritanu s manitolom:

$$C_6H_8(OH)_6 + H_3BO_3\ C_6H_{15}O_8B + H_2O$$

Tento komplex sa titruje roztokom hydroxidom sodným na pH 6,3.

4. **Činidlá**

4.1 *Indikačný roztok metylovej červene*

Rozpustiť 0,1 g metylovej červene ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) v 50 ml etanolu (95 % vo volumetrickej banke o objeme 100ml). Doliať na 100 ml vodou. Dôkladne premiešať.

4.2 *Zriedený roztok kyseliny chlorovodíkovej, približne 0,5 mol/l*

Zmiešať 1 objemový diel kyseliny chlorovodíkovej HCl ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) s 20 objemovými dielmi vody.

4.3 *Zriedený roztok hydroxidu sodného, približne 0,5 mol/l*

Nesmie obsahovať oxid uhličitý. Rozpustiť 20 g hydroxidu sodného (NaOH) v granulách v jednolitrovej volumetrickej banke obsahujúcej 800 ml povarenej vody. Keď sa roztok ochladí, doplniť na 1 000 ml prevarenou vodou a dôkladne zmiešať.

4.4 *Zriedený roztok hydroxidu sodného, približne 0,025 mol/l*

Nesmie obsahovať oxid uhličitý. Zriediť 0,5 mol/l roztoku hydroxidu sodného (4.3) dvadsaťnásobne v prevarenej vode a dôkladne zmiešať. Stanoví sa hodnota roztoku vyjadrená ako bór (B) (pozri odsek 9).

4.5 *Kalibračný roztok bóru (100 μg/ml B)*

Vo volumetrickej banke o objeme 1 000 ml rozpustiť vo vode 0,5719 g kyseliny boritej ($H_3BO_3$) naváženej s presnosťou na 0,1 mg. Doplniť na objem vodou a dôkladne premiešať. Preliať do plastovej fľaše a uskladniť v chladničke.

4.6 Práškový D-manitol ($C_6H_{14}O_6$).

4.7 Chlorid sodný NaCl.

5. **Zariadenie**

5.1 pH-meter so sklenou elektródou

5.2 Magnetické miešadlo

5.3 400 ml kadička s teflónovou tyčinkou

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Príprava roztoku bóru*

Pozri metódy 10.1, 10.2 a, ak je to vhodné, aj 10.3.

7. **Postup**

7.1 *Skúška*

Do kadičky, ktorej objem je 400 ml (5.3) naliať alikvotnú časť a extraktu (6.1) obsahujúcu 2 až 4 mg B. Pridať 150 ml vody.

Pridať niekoľko kvapiek indikačného roztoku metylovej červene (4.1).

V prípade extrakcie metódou 10.2 okysliť prídavkom 0,5 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.2) až na bod zmeny roztoku indikátora a potom pridať ďalších 0,5 ml 0,5 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.2).

Po pridaní 3 g chloridu sodného (4.7) uviesť do varu, aby sa vypudil oxid uhličitý. Nechať vychladnúť. Položiť kadičku na magnetické miešadlo (5.2) a vložiť vopred okalibrované elektródy pH-metra (5.1).

Upraviť pH presne na 6,3, najskôr s 0,5 mol/l roztokom hydroxidu sodného (4.3) a potom s 0,025 mol/l roztokom (4.4).

▼B

Pridať 20 g D-manitolu (4.6), úplne rozpustiť a dôkladne zamiešať. Titrovať s 0,025 mol/l roztokom hydroxidu sodného (4.4) na pH 6,3 (aspoň 1 minúta stability). Označiť spotrebu ako $X_1$.

8. **Slepý roztok**

Pripraviť slepý roztok opakovaním celého postupu od prípravy roztoku a vynechať pritom iba skúšobnú vzorku hnojiva. Označiť spotrebu ako $X_0$.

9. **Bórová (B) hodnota roztoku hydroxidu sodného (4.4)**

Pipetovať 20 ml (2,0 mg B) kalibračného roztoku (4.5) do kadičky o objeme 400 ml a pridať niekoľko kvapiek indikačného roztoku metylovej červene (4.1). Pridať 3 g chloridu sodného (4.7) a roztok kyseliny chlorovodíkovej (4.2) až pokým sa nedosiahne bod zmeny indikačného roztoku (4.1).

Doplniť približne na objem 150 ml a postupne priviesť do varu tak, aby sa vypudil oxid uhličitý. Nechať vychladnúť. Položiť kadičku na magnetické miešadlo (5.2) a vložiť vopred okalibrované elektródy pH-metra (5.1). Upraviť pH presne na 6,3, najskôr s 0,5 mol/l roztokom hydroxidu sodného (4.3) a potom s 0,025 mol/l roztokom (4.4).

Pridať 20 g D-manitolu (4.6), úplne rozpustiť a dôkladne zamiešať. Titrovať s 0,025 mol/l roztokom hydroxidu sodného (4.4) na pH 6,3 (aspoň 1 minúta stability). Označiť spotrebu ako $V_1$.

Pripraviť slepý roztok rovnakým spôsobom, nahradiť pritom 20 ml vody pre kalibračný roztok. Označiť spotrebu ako $V_0$.

Bórová hodnota (F) v mg/ml štandardného roztoku NaOH (4.4) je:

$$F\ (\text{v mg/ml}) = 2 / (V_1 - V_0)$$

1 ml 0,025 mol/l roztoku hydroxidu sodného presne zodpovedá 0,27025 mg B.

10. **Vyjadrenie výsledkov**

Percento bóru v hnojive sa určí takto:

$$B\ (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

kde

B (%) je percento bóru v hnojive,

$X_1$ je spotreba 0,025 mol/l roztoku hydroxidu sodného (4.4) na analyzovaný roztok v ml,

$X_0$ je spotreba 0,025 mol/l roztoku hydroxidu sodného (4.4) na slepý roztok v ml,

F je bórová (B) hodnota 0,025 mol/l roztoku hydroxidu sodného (4.4) v mg/ml,

V je objem extraktu získaného metódou 10.1 alebo 10.2 v ml,

a je objem alikvotnej časti (7.1) odobratej z roztoku extraktu (6.1) a

M je hmotnosť skúšobnej vzorky odobratej podľa metódy 10.1 alebo 10.2 v gramoch.

Metóda 10.6

**Stanovenie kobaltu v extraktoch hnojív gravimetrickou metódou s 1-nitrózo-2-naftolom**

1. **Predmet**

Tento dokument opisuje postup stanovenia kobaltu v extraktoch hnojív.

▼B

2. **Oblasť použitia**

Tento postup platí pre extrakty vzoriek hnojív získané metódami 10.1 a 10.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu kobaltu v prílohe I E k tomuto nariadeniu.

3. **Princíp**

$Co^{3+}$ vytvára s 1-nitrózo-2-naftolom červenú zrazeninu Co $(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$. Kobalt prítomný v extrakte po uvedení do formy $Co^{3+}$ sa vyzráža v kyslom prostredí kyseliny octovej roztokom 1-nitrózo-2-naftolu. Po filtrácii sa zrazenina premyje a vysuší na konštantnú hmotnosť a potom sa odváži ako $Co(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$.

4. **Činidlá**

4.1 Roztok peroxidu vodíka (30 % $H_2O_2$, $d_{20}$ = 1,11 g/ml)

4.2 *Roztok hydroxidu sodného, približne 2 mol/l*

Rozpustiť 8 g hydroxidu sodného v granulách v 100 ml vody.

4.3 *Zriedený roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l*

Zmiešať jeden objemový diel kyseliny chlorovodíkovej ($d_{20}$ = 1,18 g/ml) s jedným objemovým dielom vody.

4.4 Kyselina octová (99,7 % $CH_3CO_2H$) ($d_{20}$ = 1,05 g/ml)

4.5 *Roztok kyseliny octovej (1:2), približne 6 mol/l*

Zmiešať jeden objemový diel kyseliny octovej (4.4) s 2 objemovými dielmi vody.

4.6 Roztok 1-nitrózo-2-naftolu v 100 ml kyseliny octovej (4.4). Pridať 100 ml vlažnej vody. Dôkladne zmiešať. Naraz prefiltrovať. Získaný roztok sa musí okamžite použiť.

5. **Zariadenie**

5.1 Filtračný téglik P 16/ISO 4 793, pórovitosť 4, objem 30 alebo 50 ml

5.2 Sušiaca pec pri teplote 130 (± 2) °C

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Príprava roztoku kobaltu*

Pozri metódy 10.1 alebo 10.2.

6.2 *Príprava roztoku na analýzu*

Do kadičky, ktorej objem je 400 ml naliať alikvotnú časť extraktu obsahujúcu nie viac ako 20 mg Co. Ak sa extrakt získa metódou 10.2, okysliť piatimi kvapkami kyseliny chlorovodíkovej (4.3). Pridať približne 10 ml roztoku peroxidu vodíka (4.1). Nechať pôsobiť oxidačné činidlo v studenom stave 15 minút a potom vodou doliať približne na 100 ml. Zakryť kadičku hodinovým sklíčkom. Uviesť roztok do bodu varu a nechať povariť približne 10 minút. Ochladiť. Zalkalizovať roztokom hydroxidu sodného (4.2) pridávaním po kvapkách až kým sa nezačne zrážať čierny hydroxid kobaltu.

7. **Postup**

Pridať 10 ml kyseliny octovej (4.4) a roztok doliať vodou na objem približne 200 ml. Zohrievať až do bodu varu. Za neustáleho miešania pridávať pomocou byrety po kvapkách 20 ml roztoku 1-nitrózo-2-naftolu (4.6). Potom energicky premiešavať, aby sa koagulát vyzrážal.

Filtrovať cez predtým odvážený filtračný téglik (5.1) a dbať pritom na to, aby sa neupchal. So zreteľom na to sa uistiť, že kvapalina je nad zrazeninou počas celého procesu filtrácie.

Premyť kadičku zriedenou kyselinou octovou (4.5), aby sa odstránila všetka zrazenina, premyť zrazeninu na filtri zriedenou kyselinou octovou (4.5) a potom premyť tri razy horúcou vodou.

Vysušiť v sušiacej peci (5.2) pri teplote 130 (± 2) °C až kým sa nedosiahne konštantná hmotnosť.

▼B

8. **Vyjadrenie výsledkov**

1 mg zrazeniny Co $(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$ zodpovedá 0,096381 mg Co.

Percentuláne množstvo kobaltu (Co) v hnojive sa určí takto:

$$Co(\%) = X \times 0,0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

kde

X je hmotnosť zrazeniny v mg,

V je objem roztoku extraktu získaného metódou 10.1 alebo 10.2 v ml,

a je objem alikvotnej časti odobratej z posledného zriedenia v ml

D je koeficient zriedenia tejto alikvotnej časti a

M je hmotnosť skúšobnej vzorky v g.

Metóda 10.7

**Stanovenie medi v extraktoch hnojív titračnou metódou**

1. **Predmet**

Tento dokument opisuje postup stanovenia medi v extraktoch hnojív.

2. **Oblasť použitia**

Tento postup platí pre extrakty vzoriek hnojív získané metódou 10.1 alebo 10.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu medi v prílohe I E k tomuto nariadeniu.

3. **Princíp**

Meďnaté ióny sa redukujú v kyslom prostredí jodidom draselným:

$$2Cu^{++} + 4I^- \rightarrow 2CuI + I_2$$

Takto uvoľnený jód sa titruje štandardným roztokom tiosíranu sodného v prítomnosti škrobu ako indikátora nasledovne:

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

4. **Činidlá**

4.1 Kyselina dusičná ($HNO_3$, $d_{20}$ = 1,40 g/ml)

4.2 Močovina, $(NH_2)_2C = O$

4.3 *Roztok hydrofluoridu amónneho ($NH_4HF_2$), 10 % hmotnosť/objem*

Roztok skladovať v plastovom obale.

4.4 *Roztok hydroxidu amónneho (1 + 1)*

Zmiešať jeden objemový diel amoniaku ($NH_4OH$, $d_{20}$ = 0,9 g/ml) s jedným objemovým dielom vody.

4.5 *Štandardný roztok tiosíranu sodného*

Vo volumetrickej banke o objeme 1 000 ml rozpustiť vo vode 7,812 g pentahydrátu tiosíranu sodného ($Na_2S_2O_3.5H_2O$). Na jeho stabilizáciu pridať niekoľko kvapiek chloroformu. Tento roztok sa musí skladovať v sklenenom obale a musí byť chránený pred priamym svetlom.

4.6 Jodid draselný (KI)

4.7 *Roztok tiokyanátu draselného (KSCN) (25 % hmotnosť/objem)*

Tento roztok skladovať v plastovej fľaši.

4.8 *Roztok škrobu (približne 0,5 %)*

Vložiť 2,5 g škrobu do kadičky, ktorej objem je 600 ml. Naliať približne 500 ml vody. Variť za stáleho miešania. Ochladiť na teplotu prostredia. Roztok má krátku životnosť. Je možné ju pred-Ížiť pridaním približne 10 mg jodidu ortuti.

▼B

5. **Príprava roztoku na analýzu**

Príprava roztoku obsahujúceho meď

Pozri metódy 10.1 a 10.2.

6. **Postup**

6.1 *Príprava titračného roztoku*

Do Erlenmayerovej banky o objeme 500 ml naliať alikvotnú časť roztoku obsahujúceho nie menej ako 20 až 40 mg Cu.

Krátkym povarením vypudiť všetok nadbytočný kyslík. Doplniť vodou na objem približne 100 ml. Pridať 5 ml kyseliny dusičnej (4.1), uviesť do varu a približne pol minúty nechať vrieť.

Odsunúť Erlenmayerovu banku z ohrevného zariadenia, pridať približne 3 g močoviny (4.2) a obnoviť var na pol minúty.

Odsunúť z ohrevného zariadenia a pridať 200 ml studenej vody. V prípade potreby ochladiť obsah Erlenmayerovej banky na teplotu prostredia.

Postupne pridávať roztok hydroxidu amónneho (4.4) až kým roztok nezmodrie a potom pridať 1 ml naviac.

Pridať 50 ml roztoku hydrofluoridu amónneho (4.3) a premiešať.

Pridať 10 g jodidu draselného (4.6) a rozpustiť.

6.2 *Titrácia roztoku*

Položiť Erlemayerovu banku do magnetického miešadla. Vložiť jeho tyč do nej a nastaviť miešadlo na požadovanú rýchlosť.

Použiť byretu, pridať štandardný roztok tiosíranu sodného (4.5) až kým hnedá farba jódu uvoľneného z roztoku nezačne slabnúť.

Pridať 10 ml roztoku škrobu (4.8).

Pokračovať v titrácii s roztokom tiosíranu sodného (4.5) až kým fialová farba takmer nezmizne.

Pridať 20 ml roztoku tiokyanátu draselného (4.7) a pokračovať v titrácii až kým fialovomodrá farba nezmizne úplne.

Zaznamenať objem spotrebovaného roztoku tiosíranu.

7. **Vyjadrenie výsledkov**

1 ml štandardného roztoku tiosíranu sodného (4.5) zodpovedá 2 mg Cu.

Percento medi v hnojive sa určí takto:

$$\text{Cu}\ (\%) = X \frac{V}{a \times M \times 5}$$

kde

X je objem spotrebovaného roztoku tiosíranu sodného v ml,

V je objem roztoku extraktu získaného metódou 10.1 a 10.2 v ml,

a je objem alikvotnej časti v ml a

M je hmotnosť skúšobnej vzorky upravenej podľa metód 10.1 a 10.2 v g.

Metóda 10.8

**Stanovenie železa v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou**

1. **Predmet**

Táto metóda opisuje postup stanovenia železa v extraktoch hnojív.

▼B

2. **Rozsah platnosti**

Tento postup platí pre extrakty zo vzoriek hnojív získané metódami 10.1 a 10.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu železa celkom a/alebo železa rozpustného vo vode v prílohe I E k tomuto nariadeniu.

3. **Princíp**

Po vhodnej úprave a zriedení extraktov sa obsah železa stanoví atómovou absorpčnou spektrometriou.

4. **Činidlá**

4.1 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej, približne 6 mol/l*

Pozri metódu 10.4, (4.1).

4.2 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej, približne 0,5 mol/l*

Pozri metódu 10.4, (4.2).

4.3 Roztok peroxidu vodíka (30 % $H_2O_2$, $d_{20}$ = 1,11 g/ml), neobsahujúci mikroživiny

4.4 *Roztoky solí lantánu (10 g/l La)*

Pozri metódu 10.4, (4.3).

4.5 *Kalibračné roztoky železa*

4.5.1 Zásobný roztok železa (1 000 µg/ml)

V kadičke o objeme 500 ml rozpustiť 1 g čistého železného drôtu naváženého s presnosťou na 0,1 mg, pridať 200 ml 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1) a 15 ml roztoku peroxidu vodíka (4.3). Zohrievať na platničke až kým železo nie je úplne rozpustené. Po vychladnutí kvantitatívne preliať do volumetrickej banky, ktorej objem je 1 000 ml. Doplniť na objem vodou a dôkladne premiešať.

4.5.2 Pracovný roztok železa (100 µg/ml)

Do volumetrickej banky o objeme 200 ml naliať 20 ml zásobného roztoku (4.5.1). Doliať na objem 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne premiešať.

5. **Aparatúra**

Atómový absorpčný spektrometer: pozri metódu 10.4, (5). Prístroj musí byť vybavený zdrojom lúčov charakteristických pre železo (248,3 nm).

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Roztok extraktu železa*

Pozri metódy 10.1 a/alebo 10.2 a, ak je to vhodné, aj 10.3.

6.2 *Príprava skúšobného roztoku*

Pozri metóda 10.4, (6.2). Skúšobný roztok musí obsahovať 10 % (objem/objem) roztoku soli lantánu.

7. **Postup**

7.1 *Príprava slepého roztoku*

Pozri metódu 10.4, (7.1). Skúšobný roztok musí obsahovať 10 % (objem/objem) roztoku soli lantánu použitého v 6.2.

7.2 *Príprava kalibračných roztokov*

Pozri metódu 10.4 (7.2)

Na dosiahnutie optimálneho intervalu stanovenia 0 až 10 µg/ml železa preliať 0, 2, 4, 6, 8 resp. 10 ml pracovného kalibračného roztoku (4.5.2) do sady 100 ml volumetrických baniek. V prípade potreby upraviť koncentráciu kyseliny chlorovodíkovej čo najbližšie k hodnote dosahovanej skúšobným roztokom. Do každej banky pridať 10 ml roztoku soli lantánu použitého v 6.2. Doliať na objem 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne zamiešať. Tieto roztoky obsahujú od 0, 2, 4, 6, 8 resp. 10 µg/ml železa.

▼B

7.3 *Stanovenie*

Pozri metódu 10.4 (7.3). Pripraviť spektrometer na meranie pri vlnovej dĺžke 248,3 nm.

8. **Vyjadrenie výsledkov**

Pozri metódu 10.4, (8).

Percento železa v hnojive sa určí takto:

$$Fe\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Ak sa použila metóda 9.3:

$$Fe\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

kde

Fe je obsah železa vyjadrený ako percentá z hnojiva;

$x_s$ je koncentrácia analyzovaného roztoku (6.2) v µg/ml,

$x_b$ je koncentrácia slepého roztoku (7.1) v µg/ml,

V je objem extraktu získaného metódou 10.1 alebo 10.2 v ml,

D je koeficient zodpovedajúci zriedeniu vykonanému podľa 6.2 a

M je hmotnosť skúšobnej vzorky odobratej podľa metódy 10.1 alebo 10.2 v gramoch.

Výpočet koeficientu zriedenia D: Ak a1, a2, a3,…, ai a a sú alikvotné časti a v1, v2, v3,…, vi a 100 sú objemy v ml zodpovedajúce ich príslušným zriedeniam, koeficient zriedenia D sa rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metóda 10.9

**Stanovenie mangánu v extraktoch hnojív titráciou**

1. **Predmet**

Táto metóda opisuje postup stanovenia mangánu v extraktoch hnojív.

2. **Oblasť použitia**

Tento postup platí pre extrakty vzoriek hnojív získaných metódami 10.1 a 10.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu mangánu v prílohe I E k tomuto dokumentu.

3. **Princíp**

Ak sú v extrakte prítomné chloridové ióny, vypudia sa jeho povarením s kyselinou sírovou. Mangán sa zoxiduje bizmutičnanom sodným v prostredí kyseliny dusičnej. Vzniknutý manganistan sa zredukuje nadbytkom síranu železnatého. Tento nadbytok sa titruje roztokom manganistanu draselného.

4. **Činidlá**

4.1 Koncentrovaná kyselina sírová ($H_2SO_4$, $d_{20}$ = 1,84 g/ml)

4.2 *Kyselina sírová, približne 9 mol/l*

Opatrne zmiešať 1 objemový diel koncentrovanej kyseliny sírovej (4.1) s 1 objemovým dielom vody.

4.3 *Kyselina dusičná, 6 mol/l*

Zmiešať 3 objemové diely kyseliny dusičnej ($HNO_3$, $d_{20}$ = 1,40 g/ml) so 4 objemovými dielmi vody.

4.4 *Kyselina dusičná, 0,3 mol/l*

Zmiešať 1 objemový diel 6 mol/l kyseliny dusičnej s 19 objemovými dielmi vody.

4.5 Bizmutičnan sodný ($NaBiO_3$) (85 %)

▼B

4.6 Diatomit

4.7 Kyselina ortofosforečná, 15 mol/l ($H_3PO_4$, $d_{20}$ = 1,71 g/ml)

4.8 *Roztok síranu železnatého, 0,15 mol/l*

Vo volumetrickej banke o objeme 1 liter rozpustiť 41,6 g heptahydrátu síranu železnatého ($FeSO_4.7H_2O$) 1.

Pridať 25 ml koncentrovanej kyseliny sírovej (4.1) a 25 ml kyseliny fosforečnej (4.7). Doliať na 100 ml. Premiešať.

4.9 *Roztok manganistanu draselného, 0,020 mol/l*

Odvážiť 3,160 g manganistanu draselného ($KMnO_4$) s presnosťou na 0,1 mg. Rozpustiť a doliať vodou na objem 1 000 ml.

4.10 *Roztok dusičnanu strieborného, 0,1 mol/l*

Rozpustiť vo vode 1,7 g dusičnanu strieborného ($AgNO_3$) a doplniť na 100 ml.

5. **Zariadenie**

5.1 Filtračný téglik P16/ISO 4 793, pórovitosť 4, objem 50 ml, namontovaný na filtračnej banke, ktorej objem je 500 ml.

5.2 Magnetické miešadlo

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Roztok extraktu mangánu*

Pozri metódy 10.1 a 10.2. Ak nie je známe, či sú prítomné chloridové ióny, vykonať skúšku v roztoku kvapkou roztoku dusičnanu strieborného (4.10).

6.2 V neprítomnosti chloridových iónov naliať alikvotnú časť extraktu obsahujúcu 10 až 20 mg mangánu do vysokej kadičky, ktorej objem je 400 ml. Upraviť objem približne na 25 ml buď odparením alebo pridaním vody. Pridať 2 ml koncentrovanej kyseliny sírovej (4.1).

6.3 *Ak sú prítomné chloridy, je nutné ich odstrániť takto:*

Naliať alikvotnú časť extraktu obsahujúcu 10 až 20 mg mangánu do vysokej 400 ml kadičky. Pridať 5 ml 9 mol/l kyseliny sírovej (4.2). V digestóriu priviesť do varu na horúcej platničke a nechať vrieť až kým sa neuvoľnia husté biele výpary. Pokračovať až kým sa objem nezmenší približne na 2 ml (tenký film sirupovitej kvapaliny na dne kadičky). Nechať vychladnúť na teplotu prostredia.

Opatrne pridať 25 ml vody a ešte raz skúšať na prítomnosť chloridov jednou kvapkou roztoku dusičnanu strieborného (4.10). Ak chloridy pretrvávajú, opakovať úkon po pridaní 5 ml 9 mol/l kyseliny sírovej (4.2).

7. **Postup**

Pridať 25 ml 6 mol/l kyseliny dusičnej (4.3) a 2,5 g bizmutičnanu sodného (4.5) do 400 ml kadičky, ktorá obsahuje skúšobný roztok. Energicky miešať počas troch minút na magnetickom miešadle (5.2).

Pridať 50 ml 0,3 mol/l kyseliny dusičnej (4.4) a opäť pomiešať. Filtrovať vo vákuu cez téglik (5.1), ktorého dno je pokryté diatomitom (4.6). Téglik premyť niekoľko ráz s 0,3 mol/l kyseliny dusičnej (4.4) až kým sa nezíska bezfarebný filtrát.

Preliať filtrát a premývací roztok do kadičky o obsahu 500 ml. Premiešať a pridať 25 ml 0,15 mol/l roztoku síranu železnatého (4.8). Ak filtrát po prídavku síranu železnatého zožltne, pridať 3 ml 15 mol/l kyseliny ortofosforečnej (4.7).

Pomocou byrety titrovať nadbytok síranu železnatého s 0,02 mol/l roztokom manganistanu draselného (4.9) až kým zmes nie je ružová a jej farba je stála jednu minútu. Vykonať skúšku naslepo za rovnakých podmienok, ale s vynechaním skúšobnej vzorky.

Poznámka

Zoxidovaný roztok nesmie prísť do kontaktu s gumou.

▼B

8. **Vyjadrenie výsledkov**

1 ml 0,02 mol/l roztoku manganistanu draselného zodpovedá 1,099 mg mangánu (Mn).

Percento mangánu v hnojive sa určí takto:

$$\text{Mn (\%) where } = (x_b - x_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

kde

$x_b$ je spotreba manganistanu na slepý roztok v ml,

$x_s$ je spotreba manganistanu na skúšobnú vzorku v ml,

V je objem extraktu získaného metódou 10.1 alebo 10.2 v ml,

a je objem alikvotnej časti odobratej z extraktu v ml

M je hmotnosť skúšobnej vzorky v g.

Metóda 10.10

**Stanovenie molybdénu v extraktoch hnojív gravimetricky s 8-hydroxychinolínom**

1. **Predmet**

Tento dokument opisuje postup stanovenia molybdénu v extraktoch hnojív.

2. **Oblasť použitia**

Tento postup platí pre extrakty vzoriek hnojív získané metódami 10.1 a 10.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu molybdénu v prílohe I E k tomuto nariadeniu.

3. **Princíp**

Obsah molybdénu sa stanoví vyzrážaním ako molybdenyloxinát pri zadaných podmienkach.

4. **Činidlá**

4.1 *Roztok kyseliny sírovej, približne 1 mol/l*

Opatrne naliať 55 ml kyseliny sírovej ($H_2SO_4$, $d_{20}$ = 1,84 g/ml) do jednolitrovej volumetrickej banky obsahujúcej 800 ml vody. Premiešať. Po ochladení doplniť na jeden liter. Premiešať.

4.2 *Zriedený roztok amoniaku (1:3)*

Zmiešať jeden objemový diel koncentrovaného roztoku amoniaku ($NH_4OH$, $d_{20}$ = 0,9 g/ml) s 3 objemovými dielmi vody.

4.3 *Zriedený roztok kyseliny octovej (1:3)*

Zmiešať jeden objemový diel koncentrovanej kyseliny octovej (99,7 % $CH_3COOH$, $d_{20}$ = 1,049 g/ml) s 3 objemovými dielmi vody.

4.4 *Roztok dvojsodnej soli kyseliny etyléndiamíntetraoctovej (EDTA)*

Vo volumetrickej banke o objeme 100 ml rozpustiť 5 g $Na_2EDTA$ vo vode. Doliať po kalibračnú značku a zmiešať.

4.5 *Pufrový roztok*

Vo volumetrickej banke o objeme 100 ml rozpustiť vo vode 15 ml koncentrovanej kyseliny octovej a 30 g octanu amónneho. Doplniť na 100 ml

4.6 *Roztok 7-hydroxychinolínu*

Vo volumetrickej banke o objeme 100 ml rozpustiť 3 g 8-hydroxychinolínu v 5 ml koncentrovanej kyseline octovej. Pridať 80 ml vody. Po kvapkách pridávať roztok amoniaku (4.2) až kým sa roztok nezakalí a potom pridávať kyselinu octovú (4.3) až kým nie je roztok znovu číry.

Doplniť na 100 ml vodou.

▼B

5. **Zariadenie**

5.1 Filtračný téglik P16/ISO 4 793, pórovitosť 4, objem 30 ml

5.2 pH-meter so sklenou elektródou

5.3 Sušiaca pec pri 130 až 135 °C

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 Príprava roztoku s obsahom molybdénu. Pozri metódu 10.1 a metódu 10.2.

7. **Postup**

7.1 *Príprava skúšobného roztoku*

Do kadičky o objeme 250 ml naliať alikvotnú časť obsahujúcu 25 až 100 mg Mo.

Doliať vodu na objem 50 ml. Upraviť pH roztoku na 5 pridávaním roztoku kyseliny sírovej (4.1) po kvapkách. Pridať 15 ml roztoku EDTA (4.4) a potom 5 ml pufrového roztoku (4.5). Doliať približne na 80 ml vodou.

7.2 *Príprava a premývanie zrazeniny*

Príprava zrazeniny

Roztok opatrne zohrievať. Neustále miešať a pridávať roztok oxínu (4.6). Pokračovať vo vyzrážaní až kým sa neprestane pozorovať tvorba usadeniny. Pridávať ďalšie činidlo až kým roztok nad usadeninou mierne nezožltne. Bežne by malo stačiť 20 ml. Pokračovať v opatrnom ohreve zrazeniny dve alebo tri minúty.

Filtrácia a premytie

Filtrovať cez filtračný téglik (5.1). Niekoľko ráz opláchnuť s 20 ml horúcej vody. Oplachová voda by mala zostať postupne bezfarebná, čo indikuje, že už neobsahuje oxín.

7.3 *Váženie zrazeniny*

Zrazeninu sušiť pri teplote 130 až 135 °C na konštantnú hmotnosť (aspoň jednu hodinu).

Nechať vychladnúť v exsikátore a potom vážiť.

8. **Vyjadrenie výsledkov**

1 mg molybdenyloxinátu $MoO_2(C_9H_6ON)_2$ zodpovedá 0,2305 mg Mo.

Percento molybdénu v hnojive je:

$$\text{Mo } (\%) = X \times 0,02305 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

kde

X je hmotnosť zrazeniny molybdenyloxinátu v mg

V je objem roztoku extraktu získaného metódami 10.1 alebo 10.2 v ml,

a je objem alikvotnej časti odobratej z posledného zriedenia v ml,

D je koeficient zriedenia alikvotnej časti a

M je hmotnosť skúšobnej vzorky v g.

Metóda 10.11

**Stanovenie zinku v extraktoch hnojív atómovou absorpčnou spektrometriou**

1. **Predmet**

Táto metóda opisuje postup stanovenia zinku v extraktoch hnojív.

▼B

2. **Rozsah platnosti**

Tento postup platí pre extrakty zo vzoriek hnojív získaných metódami 10.1 a 10.2, u ktorých sa požaduje deklarácia obsahu zinku v prílohe I E k tomuto nariadeniu.

3. **Princíp**

Po vhodnej úprave a zriedení extraktov sa obsah zinku stanoví atómovou absorpčnou spektrometriou.

4. **Činidlá**

4.1 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 6 mol/l*

Pozri metódu 10.4, (4.1).

4.2 *Roztok kyseliny chlorovodíkovej (HCl), približne 0,5 mol/l*

Pozri metódu 10.4, (4.2).

4.3 *Roztoky solí lantánu (10 g/l La)*

Pozri metódu 10.4, (4.3).

4.4 *Kalibračné roztoky zinku*

4.4.1 Zásobný roztok zinku (1 000 μg/ml)

Vo volumetrickej banke o objeme 1 000 ml rozpustiť 1 g zinkového prášku alebo vločiek navážený s presnosťou na 0,1 mg v 25 ml 6 mol/l kyseliny chlorovodíkovej (4.1). Keď je zinok úplne rozpustený, doplniť na objem vodou a dôkladne premiešať.

4.4.2 Pracovný roztok zinku (100 μg/ml)

Vo volumetrickej banke o objeme 200 ml rozriediť 20 ml zásobného roztoku (4.4.1) s 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2). Doplniť na objem 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej a dôkladne premiešať.

5. **Zariadenie**

Atómový absorpčný spektrometer.

Pozri metódu 10.4, (5). Prístroj musí byť vybavený zdrojom lúčov charakteristických pre zinok (213,8 nm). Spektrometer musí umožniť vykonanie korekcie pozadia.

6. **Príprava vzorky na analýzu**

6.1 *Roztok extraktu zinku*

Pozri metódy 10.1 a/alebo 10.2.

6.2 *Príprava skúšobného roztoku*

Pozri metódu 10.4, (6.2). Skúšobný roztok musí obsahovať 10 % objemových roztoku soli lantánu (4.3).

7. **Postup**

7.1 *Príprava slepého roztoku*

Pozri metódu 10.4, (7.1). Skúšobný roztok musí obsahovať 10 % objemových roztoku soli lantánu použitého v 6.2.

7.2 *Príprava kalibračných roztokov*

Pozri metódu 10.4 (7.2)

Na dosiahnutie optimálneho intervalu stanovenia 0 až 5 μg/ml zinku preliať 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 a 5 ml pracovného kalibračného roztoku (4.4.2) do sady 100 ml volumetrických baniek. V prípade potreby upraviť koncentráciu kyseliny chlorovodíkovej čo najbližšie k hodnote dosahovanej skúšobným roztokom. Pridať do každej banky 10 ml roztoku soli lantánu použitého v (6.2). Doliať na 100 ml 0,5 mol/l roztokom kyseliny chlorovodíkovej (4.2) a dôkladne zamiešať.

Tieto roztoky obsahujú od 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 resp. 5 μg/ml zinku.

▼B

7.3 *Stanovenie*

Pozri metódu 10.4 (7.3). Pripraviť spektrometer (5) na meranie pri vlnovej dĺžke 213,8 nm.

8. **Vyjadrenie výsledkov**

Pozri metódu 10.4, (8).

Percento zinku v hnojive sa určí takto:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Ak sa použila metóda 9.3:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

kde

Zn je obsah zinku vyjadrený ako percentá z hnojiva;

$x_s$ je koncentrácia analyzovaného roztoku v µg/ml,

$x_b$ je koncentrácia slepého roztoku v µg/ml,

V je objem roztoku extraktu získaného metódou 10.1 alebo 10.2 v ml,

D je koeficient zodpovedajúci zriedeniu vykonanému podľa 6.2 a

M je hmotnosť skúšobnej vzorky odobratej podľa metódy 10.1 alebo 10.2 v g.

Výpočet koeficientu zriedenia D:

Ak a1, a2, a3,…, ai a a sú alikvotné časti a v1, v2, v3,…, vi a 100 sú objemy v ml zodpovedajúce ich príslušným zriedeniam, koeficient zriedenia D sa rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

*PRÍLOHA V*

A. **ZOZNAM DOKUMENTOV, KTORÉ MUSIA VÝROBCOVIA ALEBO ICH ZÁSTUPCOVIA PREŠTUDOVAŤ, ABY VYPRACOVALI TECHNICKÚ ŠPECIFIKÁCIU PRE NOVÝ TYP HNOJÍV, KTORÝ SA MÁ BYŤ PRIDAŤ DO PRÍLOHY I TOHTO NARIADENIA**

1. Návod na zostavenie technickej špecifikácie pre žiadosť o označenie hnojív ako „hnojivo“

   ES.*Úradný vestník Európskych spoločenstiev* C 138 z 20. 5. 1994, s. 4.

2. Smernica Komisie 91/155/EHS z 5. marca 1991 definujúca a ustanovujúca podrobné opatrenia systému konkrétnych informácií súvisiacich s nebezpečnými prípravkami pri uplatňovaní článku 10 smernice 88/379/EHS.

   *Úradný vestník Európskych spoločenstiev* L 76/35 z 22. 3. 1991, s. 35.

3. Smernica Komisie 93/112/ES z 10. decembra 1993 o zmene a doplnení smernice Komisie 91/155/EHS, ktorou sa definujú a ustanovujú podrobné opatrenia systému konkrétnych informácií súvisiacich s nebezpečnými prípravkami pri uplatňovaní článku 10 smernice 88/379/EHS.

   *Úradný vestník Európskych spoločenstiev* L 314 zo 16. 12. 1993, s. 38.

B. **NORMY PRE AKREDITÁCIU TÝKAJÚCE SA LABORATÓRIÍ, KTORÉ SÚ SPÔSOBILÉ POSKYTOVAŤ SLUŽBY POTREBNÉ NA OVERENIE SÚLADU HNOJÍV ES S POŽIADAVKAMI TOHOTO NARIADENIA A JEHO PRÍLOH**

1. Norma platná na úrovni laboratórií:

   EN ISO/IEC 17025, Všeobecné požiadavky na spôsobilosť skúšobných a kalibračných laboratórií.

2. Norma platná na úrovni akreditačných organizácií:

   EN 45003, Systém akreditácie kalibračných a skúšobných laboratórií, všeobecné požiadavky na prevádzku a uznávanie.