Tento dokument je třeba brát jako dokumentační nástroj a instituce nenesou jakoukoli odpovědnost za jeho obsah

►**B** **NAŘÍZENÍ EVROPSKÉHO PARLAMENTU A RADY (ES) č. 2003/2003**

ze dne 13. října 2003

o hnojivech

(Text s významem pro EHP)

(Úř. věst. L 304, 21.11.2003, s. 1)

Ve znění:

		Úřední věstník		
		Č.	Strana	Datum
►**M1**	Nařízení Rady (ES) č. 885/2004 ze dne 26. dubna 2004	L 168	1	1.5.2004
►**M2**	Nařízení Komise (ES) č. 2076/2004 ze dne 3. prosince 2004	L 359	25	4.12.2004
►**M3**	Nařízení Rady (ES) č. 1791/2006 ze dne 20. listopadu 2006	L 363	1	20.12.2006
►**M4**	Nařízení Komise (ES) č. 162/2007 ze dne 19. února 2007	L 51	7	20.2.2007
►**M5**	Nařízení Komise (ES) č. 1107/2008 ze dne 7. listopadu 2008	L 299	13	8.11.2008

▼B

NAŘÍZENÍ EVROPSKÉHO PARLAMENTU A RADY (ES) č. 2003/2003

ze dne 13. října 2003

o hnojivech

(Text s významem pro EHP)

EVROPSKÝ PARLAMENT A RADA EVROPSKÉ UNIE,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského společenství, a zejména na článek 95 této smlouvy,

s ohledem na návrh Komise ([1]),

s ohledem na stanovisko Evropského hospodářského a sociálního výboru ([2]),

v souladu s postupem stanoveným v článku 251 Smlouvy ([3]),

vzhledem k těmto důvodům:

(1) Směrnice Rady 76/116/EHS ze dne 18. prosince 1975 o sbližování právních předpisů členských států týkajících se hnojiv ([4]), směrnice Rady 80/876/EHS ze dne 15. července 1980 o sbližování právních předpisů členských států týkajících se jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku ([5]), směrnice Komise 87/94/EHS ze dne 8. prosince 1986 o sbližování právních předpisů členských států týkajících se postupů pro kontrolu charakteristik a limitních hodnot jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku a jejich odolnosti vůči výbuchu ([6]) a směrnice Komise 77/535/EHS ze dne 22. června 1977 o sbližování právních předpisů členských států týkajících se metod odběru vzorků a analýzy hnojiv ([7]) byly několikrát podstatně změněny. V souladu se sdělením Komise určeném Evropskému parlamentu a Radě „Zjednodušení právních předpisů pro vnitřní trh“ (SLIM) a s akčním plánem jednotného trhu by měly být uvedené směrnice v zájmu přehlednosti zrušeny a nahrazeny jediným právním nástrojem.

(2) Právní předpisy Společenství týkající se hnojiv mají co do svého obsahu velice technický ráz. Nařízení je tedy nejvhodnějším právním nástrojem, neboť předepisuje přímo výrobcům přesné požadavky, které mají být současně a stejným způsobem uplatňovány v celém Společenství.

(3) V každém členském státě musí hnojiva vykazovat určité technické charakteristiky stanovené závaznými předpisy. Tyto předpisy, které se týkají zejména složení a definice jednotlivých typů hnojiv, označení těchto typů, jejich identifikace a balení, se v jednotlivých členských státech liší. Pro svou rozdílnost jsou překážkou obchodu na území Společenství, a měly by tedy být harmonizovány.

([1]) Úř. věst. C 51 E, 26.2.2002, s. 1 a Úř. věst. C 227 E, 24.9.2002, s. 503.
([2]) Úř. věst. C 80, 3.4.2002, s. 6.
([3]) Stanovisko Evropského parlamentu ze dne 10. dubna 2002 (Úř. věst. C 127 E, 29.5.2002, s. 160), společný postoj Rady ze dne 14. dubna 2003 (Úř. věst. C 153 E, 1.7.2003, s. 56) a rozhodnutí Evropského parlamentu ze dne 2. září 2003 (dosud nezveřejněné v Úředním věstníku).
([4]) Úř. věst. L 24, 30.1.1976, s. 21. Směrnice naposledy pozměněná směrnicí Evropského parlamentu a Rady 98/97/ES (Úř. věst. L 18, 23.1.1999, s. 60).
([5]) Úř. věst. L 250, 23.9.1980, s. 7. Směrnice ve znění směrnice Evropského parlamentu a Rady 97/63/ES (Úř. věst. L 335, 6.12.1997, s. 15).
([6]) Úř. věst. L 38, 7.2.1987, s. 1. Směrnice ve znění směrnice 88/126/EHS (Úř. věst. L 63, 9.3.1988, s. 12).
([7]) Úř. věst. L 213, 22.8.1977, s. 1. Směrnice naposledy pozměněná směrnicí 95/8/ES (Úř. věst. L 86, 20.4.1995, s. 41).

▼B

(4) Jelikož cíle zamýšleného kroku, totiž zajištění vnitřního trhu s hnojivy, nemůže být uspokojivě dosaženo na úrovni členských států, pokud neexistují společná technická kritéria, a proto, z důvodu rozsahu akce, jej lze lépe dosáhnout na úrovni Společenství, může Společenství přijmout opatření v souladu se zásadou subsidiarity stanovenou v článku 5 Smlouvy. V souladu se zásadou proporcionality stanovenou v uvedeném článku nepřekračuje toto nařízení rámec toho, co je nezbytné pro dosažení tohoto cíle.

(5) Je nezbytné stanovit na úrovni Společenství označení, definice a složení některých hnojiv (hnojiv ES).

(6) Měla by být rovněž stanovena pravidla Společenství pro identifikaci, sledovatelnost a označování hnojiv ES a pravidla pro uzávěry obalů.

(7) Měl by být stanoven postup na úrovni Společenství, který se použije v případech, kdy členský stát pokládá za nezbytné omezit uvádění hnojiv ES na trh.

(8) Při výrobě hnojiv může docházet k více či méně výrazným výkyvům způsobeným výrobními technologiemi nebo surovinami. Při odběru vzorků a analýze může docházet k chybám. Je tedy nezbytné povolit odchylky od deklarovaného obsahu živin. V zájmu zemědělských spotřebitelů je žádoucí udržovat tyto odchylky v úzkém rozmezí.

(9) Úřední kontroly hnojiv ES týkající se dodržování požadavků tohoto nařízení na jakost a složení by měly být prováděny laboratořemi, které jsou schváleny členskými státy a oznámeny Komisi.

(10) Dusičnan amonný je hlavní složkou řady výrobků, z nichž některé jsou určeny pro použití jako hnojiva a jiné jako výbušniny. S ohledem na zvláštní povahu hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku a na následné požadavky, které z ní vyplývají pro zajištění veřejné bezpečnosti, zdraví a ochrany pracovníků, je nezbytné stanovit pro hnojiva ES tohoto typu dodatečná pravidla Společenství.

(11) Některé z těchto výrobků by mohly být nebezpečné a mohly by být v určitých případech použity k jiným účelům, než pro které jsou určeny. To by mohlo ohrozit bezpečnost osob a majetku. Výrobci by tedy měli mít povinnost přijmout vhodná opatření k zabránění takovému použití, a zejména zajistit sledovatelnost takových hnojiv.

(12) V zájmu veřejné bezpečnosti je především důležité stanovit na úrovni Společenství charakteristiky a vlastnosti, kterými se hnojiva ES typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku liší od různých forem dusičnanu amonného používaných k výrobě výrobků používaných jako výbušniny.

(13) Hnojiva ES typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku by měla splňovat určitá kritéria, aby byla zaručena jejich neškodnost. Výrobci by měli zajistit, aby všechna hnojiva s vysokým obsahem dusíku byla před uvedením na trh podrobena zkoušce odolnosti vůči výbuchu.

(14) Je nezbytné stanovit pravidla pro metody uzavřených tepelných cyklů, třebaže tyto metody nutně nesimulují všechny možné podmínky, které mohou nastat při přepravě a skladování.

(15) Hnojiva mohou být kontaminována látkami, které mohou představovat riziko pro lidské zdraví a zdraví zvířat a pro životní prostředí. Na základě stanoviska Vědeckého výboru pro toxicitu, ekotoxicitu a životní prostředí má Komise v úmyslu zabývat se otázkou nezáměrného obsahu kadmia v minerálních hnojivech a podle potřeby vypracuje návrh nařízení, který hodlá předložit

▼B

Evropskému parlamentu a Radě. Podobné přezkoumání provede podle potřeby i u dalších kontaminujících látek.

(16) Je vhodné stanovit postup, který musí dodržet každý výrobce nebo jeho zástupce, máli mu být umožněno označit nový typ hnojiva, který si přeje zařadit do přílohy I, jako „hnojivo ES“.

(17) Opatření nezbytná k provedení tohoto nařízení by měla být přijata v souladu s rozhodnutím Rady 1999/468/ES ze dne 28. června 1999 o postupech pro výkon prováděcích pravomocí svěřených Komisi ([1]).

(18) Členské státy by měly stanovit sankce při porušení tohoto nařízení. Mohou stanovit, že výrobci, který poruší článek 27, může být uložena pokuta ve výši odpovídající desetinásobku tržní hodnoty zásilky nevyhovující požadavkům.

(19) Směrnice 76/116/EHS, 77/535/EHS, 80/876/EHS a 87/94/EHS by měly být zrušeny,

PŘIJALY TOTO NAŘÍZENÍ:

HLAVA I

OBECNÁ USTANOVENÍ

KAPITOLA I

Oblast působnosti a definice

Článek 1

Oblast působnosti

Toto nařízení se vztahuje na výrobky, které jsou uváděny na trh jako hnojiva s označením „hnojiva ES“.

Článek 2

Definice

Pro účely tohoto nařízení se rozumí:

a) „hnojivem“ materiál, jehož hlavní funkcí je poskytovat rostlinám živiny;

b) „hlavní živinou“ výhradně dusík, fosfor a draslík;

c) „druhotnou živinou“ vápník, hořčík, sodík a síra;

d) „stopovými živinami“ bor, kobalt, měď, železo, mangan, molybden a zinek, jejichž množství nezbytné pro růst rostliny je ve srovnání s hlavními a druhotnými živinami malé;

e) „minerálním hnojivem“ hnojivo, v němž jsou deklarované živiny ve formě minerálních látek získaných extrakcí nebo průmyslovým fyzikálním nebo chemickým postupem. Dusíkaté vápno, močovina a její kondenzační a asociační produkty a hnojiva obsahující stopové živiny ve formě chelátů nebo komplexů mohou být konvenčně zařazeny mezi minerální hnojiva;

f) „stopovou živinou v chelátu“ stopová živina vázaná na jednu z organických molekul uvedených v příloze I oddílu E.3.1;

g) „stopovou živinou v komplexu“ stopová živina vázaná na jednu z molekul uvedených v příloze I oddílu E.3.2;

([1]) Úř. věst. L 184, 17.7.1999, s. 23.

▼B

h) „typem hnojiva“ hnojiva se společným označením typu, jak jsou uvedena v příloze I;

i) „jednosložkovým hnojivem“ dusíkaté, fosforečné nebo draselné hnojivo, u něhož je deklarován obsah pouze jedné z hlavních živin;

j) „vícesložkovým hnojivem“ hnojivo s deklarovatelným obsahem alespoň dvou hlavních živin a získané chemickou reakcí nebo mísením;

k) „komplexním hnojivem“ vícesložkové hnojivo získané chemickou reakcí, rozpouštěním nebo v tuhé formě granulací, s deklarovatelným obsahem alespoň dvou hlavních živin. V tuhé formě obsahuje každá granule všechny živiny v jejich deklarovaném složení;

l) „směsným hnojivem“ hnojivo získávané suchým mísením několika hnojiv, aniž dochází k chemické reakci;

m) „listovým hnojivem“ hnojivo, které je vhodné pro aplikaci na list a jehož živiny jsou vhodné pro příjem prostřednictvím listů plodiny;

n) „kapalným hnojivem“ roztokové nebo suspenzní hnojivo;

o) „roztokovým hnojivem“ kapalné hnojivo, které neobsahuje pevné částice;

p) „suspenzním hnojivem“ hnojivo obsahující dvě fáze, v němž jsou pevné částice suspendovány v kapalné fázi;

q) „deklarací“ údaj o obsahu živin a jejich forem a rozpustnosti, který je zaručen v rámci stanovené odchylky;

r) „deklarovaným obsahem“ obsah prvku nebo jeho oxidu, který je v souladu s právními předpisy Společenství uveden na etiketě hnojiva ES nebo v průvodní dokumentaci;

s) „odchylkou“ přípustná odchylka naměřené hodnoty obsahu živiny od její deklarované hodnoty;

t) „evropskou normou“ norma CEN (Evropský výbor pro normalizaci), která byla úředně uznána Společenstvím a odkaz na ni byl zveřejněn v *Úředním věstníku Evropských společenství*;

u) „obalem“ uzavíratelná schránka pro uchovávání, ochranu, distribuci hnojiv a nakládání s nimi, o kapacitě nejvýše 1 000 kg;

v) „volně loženým hnojivem“ hnojivo, které není uzavřeno v obalu předepsaném tímto nařízením;

w) „uvedením na trh“ dodání hnojiva za úplatu nebo bezplatně nebo jeho skladování pro účely dodání. Dovoz hnojiva na celní území Evropského společenství se považuje za uvedení na trh;

x) „výrobcem“ fyzická nebo právnická osoba odpovědná za uvedení hnojiva na trh; za výrobce se považují zejména producent, dovozce, balírna provozující činnost na vlastní účet nebo jakákoli osoba, která mění charakteristiky hnojiva. Distributor, který nemění charakteristiky hnojiva, se však nepovažuje za výrobce.

KAPITOLA II

Uvedení na trh

Článek 3

Hnojivo ES

Hnojivo, které patří k některému z typů hnojiv uvedených v příloze I a splňuje podmínky stanovené v tomto nařízení, může být označeno jako „hnojivo ES“.

▼B

Jako „hnojivo ES“ nesmí být označeno hnojivo, které není v souladu s tímto nařízením.

Článek 4

Usazení ve Společenství

Výrobce musí být usazen ve Společenství a odpovídá za shodu „hnojiva ES“ s tímto nařízením.

Článek 5

Volný oběh

1. Aniž je dotčen článek 15 a jiné právní předpisy Společenství, nesmějí členské státy z důvodu složení, identifikace, označování nebo balení a z důvodu jiných ustanovení tohoto nařízení zakázat, omezit nebo bránit uvádění hnojiv označených jako „hnojivo ES“, které vyhovují požadavkům tohoto nařízení, na trh.

2. Hnojiva, která jsou označena jako „hnojivo ES“ v souladu s tímto nařízením, smějí být uvedena do volného oběhu ve Společenství.

Článek 6

Povinné údaje

1. Za účelem splnění požadavků článku 9 mohou členské státy předepsat, že údaj o obsahu dusíku, fosforu a draslíku v hnojivu uváděném na jejich trh musí být vyjádřen takto:

a) dusík pouze v elementární formě (N) a buď

b) fosfor a draslík pouze v elementární formě (P, K), nebo

c) fosfor a draslík pouze ve formě oxidů (P_2O_5, K_2O), nebo

d) fosfor a draslík současně v elementární formě i ve formě oxidů.

Pokud členské státy využijí možnosti předepsat, že obsah fosforu a draslíku musí být vyjádřen v elementární formě, vykládají se všechny odkazy na formu oxidů v přílohách jako vyjádřené v elementární formě a číselné hodnoty jsou přepočteny s použitím těchto koeficientů:

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

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

2. Členské státy mohou předepsat, že obsah vápníku, hořčíku, sodíku a síry v hnojivech s druhotnými živinami, a pokud jsou splněny podmínky článku 17, v hnojivech s hlavními živinami uváděných na trh musí být vyjádřen

a) ve formě oxidu (CaO, MgO, Na_2O, SO_3), nebo

b) v elementární formě (Ca, Mg, Na, S), nebo

c) současně v obou formách.

Pro převod obsahu oxidu vápenatého, oxidu hořečnatého, oxidu sodného a oxidu sírového na obsah vápníku, hořčíku, sodíku a síry se použijí tyto faktory:

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

b) hořčík (Mg) = oxid hořečnatý (MgO) × 0,603;

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

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

Pokud se obsah oxidu nebo elementární formy přepočítává, musí být výsledná deklarovaná hodnota zaokrouhlena na jedno desetinné místo.

▼B

3. Členské státy nesmějí bránit uvádění „hnojiva ES“ označeného oběma způsoby uvedenými v odstavcích 1 a 2 na trh.

4. Obsah jedné nebo více stopových živin boru, kobaltu, mědi, železa, manganu, molybdenu nebo zinku v hnojivech ES, která patří k typům hnojiv uvedeným v oddílech A, B, C a D přílohy I, se deklaruje, pokud jsou splněny tyto podmínky:

a) stopové živiny jsou přidány a jsou přítomny alespoň v množství, které odpovídá minimálnímu obsahu stanovenému v oddílech E.2.2 a E.2.3 přílohy I,

b) hnojivo ES nadále splňuje požadavky oddílů A, B, C a D přílohy I.

5. Jsou-li stopové živiny obvyklou složkou suroviny určené k dodání hlavních (N, P, K) a druhotných (Ca, Mg, Na, S) živin, mohou být deklarovány, pokud jsou přítomny alespoň v množství stanoveném v oddílech E.2.2 a E.2.3 přílohy I.

6. Obsah stopových živin musí být deklarován takto:

a) v případě hnojiv, která patří k typům hnojiv uvedeným v oddílu E.1 přílohy I, v souladu s požadavky stanovenými ve sloupci 6 uvedeného oddílu;

b) v případě směsí hnojiv uvedených v písmenu a), které obsahují alespoň dvě různé stopové živiny a splňují požadavky oddílu E.2.1 přílohy I, a v případě hnojiv, která patří k typům hnojiv uvedeným v oddílech A, B, C a D přílohy I, se uvede

   i) celkový obsah vyjádřený v hmotnostních procentech hnojiva,

   ii) obsah vodorozpustného podílu vyjádřený v hmotnostních procentech hnojiva, činíli tento rozpustný podíl nejméně polovinu celkového obsahu.

Pokud je stopová živina zcela rozpustná ve vodě, deklaruje se pouze obsah vodorozpustného podílu.

Jeli stopová živina chemicky vázána na organickou molekulu, deklaruje se obsah této stopové živiny v hnojivu v hmotnostních procentech hnojiva bezprostředně za údajem o obsahu vodorozpustného podílu a za údajem o obsahu stopové živiny slovy „v chelátu s…“ nebo „v komplexu s…“ a názvem organické molekuly, jak je stanoven v oddílu E.3 přílohy I. Místo názvu organické molekuly může být uvedena jeho zkratka.

Článek 7

Identifikace

1. Výrobce opatří hnojivo ES identifikačními označeními uvedenými v článku 9.

2. Jestliže jsou hnojiva balena, uvedou se tato identifikační označení na obalu nebo na připevněné etiketě. U volně ložených hnojiv se tato identifikační označení uvedou v průvodní dokumentaci.

Článek 8

Sledovatelnost

Aniž je dotčen čl. 26 odst. 3, je výrobce povinnen uchovávat záznamy o původu hnojiv, aby zajistil sledovatelnost hnojiv ES. Tyto záznamy musí být k dispozici ke kontrole členskými státy po dobu, po kterou je hnojivo dodáváno na trh, a po dobu dalších dvou let poté, co výrobce ukončil jeho dodávání.

▼B

Článek 9

Označení

1. Aniž jsou dotčena jiné předpisy Společenství, uvedou se na obalech, etiketách a v průvodní dokumentaci podle článku 7 tato označení:

a) Povinné identifikační údaje

— slova „HNOJIVO ES“ velkými písmeny;

— označení typu hnojiva podle přílohy I, pokud existuje;

— u směsných hnojiv označení „směsné hnojivo“ za označením typu;

— další označení uvedená v článcích 19, 21 a 23;

— údaje o živinách se uvádějí jak slovy, tak odpovídajícími chemickými symboly nebo vzorci, např. dusík (N), fosfor (P), oxid fosforečný (P_2O_5), draslík (K), oxid draselný (K_2O), vápník (Ca), oxid vápenatý (CaO), hořčík (Mg), oxid hořečnatý (MgO), sodík (Na), oxid sodný (Na_2O), síra (S), oxid sírový (SO_3), bor (B), měď (Cu), kobalt (Co), železo (Fe), mangan (Mn), molybden (Mo), zinek (Zn);

— obsahujeli hnojivo stopové živiny, jež jsou zcela nebo zčásti vázány na organickou molekulu, následuje za názvem živiny jeden z těchto údajů:

i) „v chelátu s…“ (název chelátotvorného činidla nebo jeho zkratka podle oddílu E.3.1 přílohy I),

ii) „v komplexu s…“ (název komplexotvorného činidla podle oddílu E.3.2 přílohy I);

— stopové živiny obsažené v hnojivu, uvedené v abecedním pořadí jejich chemických symbolů: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn.

— u výrobků uvedených v oddílech E.1 a E.2 přílohy I zvláštní pokyny pro použití;

— množství kapalného hnojiva vyjádřené jako hmotnost. Vyjádření množství kapalného hnojiva jako objemu nebo jako poměru hmotnosti a objemu (v kilogramech na hektolitr nebo gramech na litr) není povinné;

— čistá nebo hrubá hmotnost a nepovinně objem kapalných hnojiv. Pokud je uvedena hrubá hmotnost, musí být vedle ní uvedena rovněž hmotnost obalu;

— jméno nebo obchodní firma a adresa výrobce.

b) Nepovinné identifikační údaje

— údaje uvedené v příloze I;

— pokyny pro skladování hnojiva a nakládání s ním a u hnojiv, která nejsou uvedena v oddílech E.1 a E.2 přílohy I, zvláštní pokyny pro použití hnojiva;

— údaje o dávkování a podmínkách používání, které nejlépe odpovídají typům půdy a plodin, na nichž má být hnojivo použito;

— značka výrobce a obchodní název výrobku.

Údaje uvedené v písmenu b) nesmějí být v rozporu s údaji uvedenými v písmenu a) a musí být od nich zřetelně odděleny.

2. Všechna označení uvedená v odstavci 1 musí být zřetelně oddělena od všech dalších informací na obalech, etiketách a v průvodní dokumentaci.

▼B

3. Kapalná hnojiva mohou být uvedena na trh pouze tehdy, pokud výrobce poskytne vhodné doplňující pokyny týkající se zejména skladovací teploty a prevence nehod během skladování.

4. Prováděcí pravidla k tomuto článku budou přijata postupem podle čl. 32 odst. 2.

Článek 10

Označování

1. Etikety nebo označení vytištěná na obalu obsahující údaje zmíněné v článku 9 musí být umístěny na viditelném místě. Etikety musí být připevněny na obalu nebo na jeho uzávěru. Jeli uzávěrem pečeť nebo plomba, musí být na ní uvedeno název nebo značka balírny.

2. Označení uvedená v odstavci 1 musí být nesmazatelná a vždy jasně čitelná.

3. U volně ložených hnojiv zmíněných v čl. 7 odst. 2 druhé větě musí být ke zboží přiložena průvodní dokumentace, která musí obsahovat předepsané identifikační označení a musí být k dispozici pro účely kontroly.

Článek 11

Jazyky

Etiketa, označení na obalu a průvodní dokumentace musí být alespoň v úředním jazyce nebo jazycích členského státu, ve kterém je hnojivo ES uváděno na trh.

Článek 12

Obaly

U balených hnojiv ES musí být obaly uzavřeny takovým způsobem nebo zařízením, aby je nebylo možné otevřít bez neopravitelného poškození uzávěru, pečeti či plomby nebo samotného obalu. Mohou být používány pytle s ventily.

Článek 13

Odchylky

1. Obsah živin v hnojivech ES musí být v souladu s odchylkami stanovenými v příloze II, které mají zohlednit kolísání při výrobě, odběru vzorků a analýze.

2. Výrobce nesmí systematicky využívat ve svůj prospěch odchylky uvedené v příloze II.

3. Pro minimální a maximální hodnoty obsahu podle přílohy I nejsou přípustné žádné odchylky.

Článek 14

Požadavky na hnojiva

Typ hnojiva smí být zařazen do přílohy I pouze tehdy, pokud

a) dodává živiny účinným způsobem;

b) jsou k dispozici vhodné metody odběru vzorků, analýzy a popřípadě metody zkoušení;

c) nemá za běžných podmínek použití nepříznivý vliv na lidské zdraví, zdraví zvířat nebo rostlin nebo na životní prostředí.

▼B

Článek 15

Ochranná doložka

1. Jestliže má členský stát oprávněné důvody domnívat se, že určité hnojivo ES představuje riziko pro bezpečnost nebo zdraví člověka, zvířat nebo rostlin nebo riziko pro životní prostředí, přestože splňuje požadavky tohoto nařízení, může uvádění tohoto hnojiva na trh na svém území dočasně zakázat nebo pro ně stanovit zvláštní podmínky. Neprodleně o tom uvědomí ostatní členské státy a Komisi a uvede důvody svého rozhodnutí.

2. Komise přijme rozhodnutí o této záležitosti postupem podle čl. 32 odst. 2 do 90 dnů ode dne, kdy tuto informace obdrží.

3. Toto nařízení nebrání tomu, aby Komise nebo členský stát přijaly z důvodu veřejné bezpečnosti opatření, jimiž se zakazuje nebo omezuje uvádění hnojiva ES na trh.

HLAVA II

USTANOVENÍ PRO SPECIFICKÉ TYPY HNOJIV

KAPITOLA I

Minerální hnojiva s hlavními živinami

Článek 16

Oblast působnosti

Tato kapitola se vztahuje na minerální hnojiva s hlavními živinami, tuhá nebo kapalná, jednosložková nebo vícesložková, včetně těch, která obsahují druhotné živiny nebo stopové živiny, s minimálním obsahem živin stanoveným v příloze I oddílech A, B, C, E.2.2 nebo E.2.3.

Článek 17

Deklarace druhotných živin v hnojivech s hlavními živinami

V hnojivech ES, která patří k typům uvedeným v příloze I oddílech A, B a C, smí být obsah vápníku, hořčíku, sodíku a síry deklarován jako obsah druhotné živiny za předpokladu, že tyto živiny jsou přítomny alespoň v těchto minimálních množstvích:

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

b) 2 % oxidu hořečnatého (MgO), tj. 1,2 % Mg;

c) 3 % oxidu sodného (Na_2O), tj. 2,2 % Na;

d) 5 % oxidu sírového (SO_3), tj. 2 % S.

Označení typu se v takovém případě doplní doplňujícím označením uvedeným v čl. 19 odst. 2 bodě ii).

Článek 18

Vápník, hořčík, sodík a síra

1. Údaj o obsahu hořčíku, sodíku a síry v hnojivech uvedených v příloze I oddílech A, B a C se vyjadřuje jedním z těchto způsobů:

a) celkovým obsahem vyjádřeným v hmotnostních procentech hnojiva;

b) činíli rozpustný obsah nejméně čtvrtinu celkového obsahu, uvedením celkového obsahu a vodorozpustného obsahu v hmotnostních procentech hnojiva;

▼B

c) u plně vodorozpustných živin pouze uvedením vodorozpustného obsahu v hmotnostních procentech hnojiva.

2. Není-li v příloze I stanoveno jinak, smí být obsah vápníku deklarován pouze tehdy, jednáli se o vápník rozpustný ve vodě, a tento obsah se vyjádří v hmotnostních procentech hnojiva.

Článek 19

Identifikace

1. Kromě povinných identifikačních označení uvedených v čl. 9 odst. 1 písm. a) se uvedou označení stanovená v odstavcích 2, 3, 4, 5 a 6 tohoto článku.

2. Za označením typu vícesložkového hnojiva se uvedou

i) chemické symboly deklarovaných druhotných živin v závorkách za symboly hlavních živin;

ii) čísla udávající obsah hlavních živin. Deklarovaný obsah druhotných živin se uvede v závorkách za obsahem hlavních živin.

3. Za označením typu hnojiva smějí následovat pouze číselné údaje o obsahu hlavních a druhotných živin.

4. Jsou-li deklarovány stopové živiny, smějí být uvedena slova „se stopovými živinami“ nebo předložka „s“, po nichž následuje název nebo názvy a chemické symboly přítomných stopových živin.

5. Deklarovaný obsah hlavních živin a druhotných živin se uvede v hmotnostních procentech jako celé číslo nebo podle potřeby, existujeli vhodná metoda analýzy, jako číslo zaokrouhlené na jedno desetinné místo.

U hnojiv obsahujících více než jednu deklarovanou živinu se hlavní živiny uvedou v pořadí: N, P_2O_5 nebo P, K_2O nebo K, a druhotné živiny se uvedenou v pořadí: CaO nebo Ca, MgO nebo Mg, Na_2O nebo Na, SO_3 nebo S.

Údaj o deklarovaném obsahu stopových živin musí obsahovat název a symbol každé jednotlivé živiny, údaj o obsahu v hmotnostních procentech, jak je uvedeno v oddílech E.2.2 a E.2.3 přílohy I, a její rozpustnost.

6. Formy a rozpustnost živin musí být rovněž vyjádřeny v hmotnostních procentech hnojiva, pokud příloha I výslovně nestanoví jiný způsob vyjádření tohoto obsahu.

Tento obsah se zaokrouhlí na jedno desetinné místo, s výjimkou stopových živin, pro které je počet desetinných míst stanoven v oddílech E.2.2 a E.2.3 přílohy I.

KAPITOLA II

Minerální hnojiva s druhotnými živinami

Článek 20

Oblast působnosti

Tato kapitola se vztahuje na minerální hnojiva s druhotnými živinami, v tuhé nebo kapalné formě, včetně těch, která obsahují stopové živiny, s minimálním obsahem živin stanoveným v příloze I oddílech D, E.2.2 a E.2.3.

▼B

Článek 21

Identifikace

1. Kromě povinných identifikačních označení uvedených v čl. 9 odst. 1 písm. a) se uvedou označení stanovená v odstavcích 2, 3, 4 a 5 tohoto článku.

2. Jsou-li deklarovány stopové živiny, smějí být uvedena slova „se stopovými živinami“ nebo předložka „s“, po nichž následuje název nebo názvy a chemické symboly přítomných stopových živin.

3. Deklarovaný obsah druhotných živin se uvede v hmotnostních procentech jako celé číslo, nebo podle potřeby, existujeli vhodná metoda analýzy, jako číslo zaokrouhlené na jedno desetinné místo.

Je-li přítomno více druhotných živin, uvedou se v pořadí:

CaO nebo Ca, MgO nebo Mg, Na_2O nebo Na, SO_3 nebo S.

Údaj o deklarovaném obsahu stopových živin musí obsahovat název a symbol každé jednotlivé živiny, údaj o obsahu v hmotnostních procentech, jak je uvedeno v oddílech E.2.2 a E.2.3 přílohy I, a její rozpustnost.

4. Formy a rozpustnost živin musí být rovněž vyjádřeny v hmotnostních procentech hnojiva, pokud příloha I výslovně nestanoví jiný způsob vyjádření tohoto obsahu.

Tento obsah se zaokrouhlí na jedno desetinné místo, s výjimkou stopových živin, pro které je počet desetinných míst stanoven v oddílech E.2.2 a E.2.3 přílohy I.

5. Není-li v příloze I stanoveno jinak, smí být obsah vápníku deklarován pouze tehdy, jednáli se o vápník rozpustný ve vodě; obsah se vyjádří v hmotnostních procentech hnojiva.

KAPITOLA III

Minerální hnojiva se stopovými živinami

Článek 22

Oblast působnosti

Tato kapitola se vztahuje na minerální hnojiva se stopovými živinami, v tuhé nebo kapalné formě, s minimálním obsahem živin stanoveným v příloze I oddílech E.1 a E.2.1.

Článek 23

Identifikace

1. Kromě povinných identifikačních označení uvedených v čl. 9 odst. 1 písm. a) se uvedou označení stanovená v odstavcích 2, 3, 4 a 5 tohoto článku.

2. Obsahuje-li hnojivo více než jednu stopovou živinu, uvede se označení typu „směs stopových živin“, po němž následuje název přítomných stopových živin a jejich chemické symboly.

3. U hnojiv obsahujících pouze jednu stopovou živinu (oddíl E.1 přílohy I) se deklarovaný obsah stopové živiny uvede v hmotnostních procentech jako celé číslo nebo podle potřeby jako číslo zaokrohlené na jedno desetinné místo.

▼B

4. Formy a rozpustnost stopových živin musí být vyjádřeny v hmotnostních procentech hnojiva, pokud příloha I výslovně nestanoví jiný způsob vyjádření obsahu.

Počet desetinných míst pro stopové živiny je stanoven v oddílu E.2.1 přílohy I.

5. Pod povinnými nebo nepovinnými deklarovanými údaji se v případě výrobků uvedených v oddílech E.1 a E.2.1 přílohy I na etiketě nebo v průvodní dokumentaci uvede:

„Používat pouze v případě skutečné potřeby. Nepřekračovat doporučené dávkování.“

Článek 24

Obaly

Hnojiva ES, na která se vztahuje tato kapitola, musí být balena.

KAPITOLA IV

Hnojiva typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku

Článek 25

Oblast působnosti

Pro účely této kapitoly se hnojivy typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku rozumějí jednosložkové nebo vícesložkové výrobky na bázi dusičnanu amonného vyráběné pro použití jako hnojiva, které obsahují více než než 28 % hmotnostních dusíku pocházejícího z dusičnanu amonného.

Hnojiva tohoto typu mohou obsahovat anorganické nebo inertní látky.

Látky použité při výrobě hnojiv tohoto typu nesmějí zvyšovat jeho citlivost vůči teplu nebo jeho sklon k výbušnosti.

Článek 26

Bezpečnostní opatření a kontroly

1. Výrobce zajistí, aby jednosložková hnojiva typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku byla v souladu s oddílem 1 přílohy III.

2. Kontroly, analýzy a zkoušení jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku za účelem jejich úřední kontroly, jak jsou stanoveny v této kapitole, se provádějí metodami popsanými v příloze III oddílu 3.

3. S cílem zajistit sledovatelnost hnojiv ES typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku uváděných na trh uchovává výrobce záznamy s názvy a adresami závodů, v nichž byly hnojivo a jeho základní složky vyrobeny, a jména a adresy jejich provozovatelů. Tyto záznamy musí být k dispozici za účelem kontroly ze strany členských států po dobu, po kterou je hnojivo dodáváno na trh, a po dobu dalších dvou let poté, co výrobce ukončil jeho dodávání.

Článek 27

Zkouška odolnosti vůči výbuchu

Aniž jsou dotčena opatření uvedená v článku 26, zajistí výrobce, aby byl každý typ hnojiva ES typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku uvedený na trh podroben zkoušce odolnosti vůči

▼B

výbuchu popsané v oddílech 2, 3 (metoda 1 bod 3) a 4 přílohy III tohoto nařízení. Tuto zkoušku provede jedna ze schválených laboratoří uvedených v čl. 30 odst. 1 nebo čl. 33 odst. 1. Výrobci předloží výsledky zkoušky příslušnému orgánu dotyčného členského státu alespoň pět dnů před uvedením hnojiva na trh, nebo v případě dovozů alespoň pět dnů před příjezdem hnojiva na hranice Evropského společenství. Výrobce poté i nadále zaručuje, že všechny dodávky hnojiva uvedeného na trh jsou schopné projít výše uvedenou zkouškou.

Článek 28

Obaly

Hnojiva typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku smějí být dodávána konečnému uživateli pouze v balené formě.

HLAVA III

POSUZOVÁNÍ SHODY HNOJIV

Článek 29

Kontrolní opatření

1. Členské státy mohou podrobovat hnojiva označená jako „hnojivo ES“ úředním kontrolám za účelem ověření jejich shody s tímto nařízením.

Členské státy mohou vybírat poplatky nepřevyšující náklady na zkoušky nezbytné pro takové kontroly; výrobci však nejsou povinni opakovat zkoušky nebo platit za opakované zkoušky, pokud byla první zkouška provedena laboratoří, která splňuje podmínky článku 30, a pokud tato zkouška prokázala shodu dotyčného hnojiva.

2. Členské státy zajistí, aby odběry vzorků a analýzy pro úřední kontrolu hnojiv ES, která patří k typům hnojiv uvedeným v příloze I, byly prováděny metodami popsanými v příloze III a IV.

3. Dodržování tohoto nařízení z hlediska shody s typy hnojiva a z hlediska dodržování deklarovaného obsahu živin nebo deklarovaného obsahu živin vyjádřeného formami a deklarovanou rozpustností těchto živin může být při úředních kontrolách ověřován pouze prostřednictvím metod odběru vzorků a analýzy stanovených v souladu s přílohami III a IV s přihlédnutím k odchylkám uvedeným v příloze II.

4. Při přizpůsobování a modernizaci metod měření, odběru vzorků a analýzy se postupuje podle čl. 32 odst. 2 a pokud možno se využívají evropské normy. Shodným postupem se přijímají prováděcí pravidla nezbytná pro bližší určení kontrolních opatření stanovených v tomto článku a v článcích 8, 26 a 27. Tato pravidla se zabývají zejména četností, s jakou mají být zkoušky opakovány, ale i opatřeními, jimiž se má zajistit, že hnojiva uváděná na trh jsou shodná se zkoušenými hnojivy.

Článek 30

Laboratoře

1. Členské státy oznámí Komisi seznam schválených laboratoří na svém území, které jsou způsobilé poskytovat nezbytné služby pro kontrolu souladu hnojiv ES s požadavky tohoto nařízení. Tyto laboratoře musí splňovat normy zmíněné v oddíle B přílohy V. Oznámení musí být učiněno do 11. června 2004 a při každé následné změně.

2. Komise zveřejní seznam schválených laboratoří v *Úředním věstníku Evropské unie*.

▼B

3. Má-li členský stát oprávněné důvody domnívat se, že schválená laboratoř nesplňuje normy zmíněné v odstavci 1, předloží tuto záležitost výboru uvedenému v článku 32. Jestliže se výbor shodne na tom, že dotyčná laboratoř nesplňuje normy, vymaže Komise jméno laboratoře ze seznamu zmíněného v odstavci 2.

4. Komise rozhodne v této záležitosti postupem podle čl. 32 odst. 2 do 90 dnů ode dne, kdy tyto informace obdrží.

5. Komise zveřejní změněný seznam v *Úředním věstníku Evropské unie*.

HLAVA IV

ZÁVĚREČNÁ USTANOVENÍ

KAPITOLA I

Přizpůsobení příloh

Článek 31

Nová hnojiva ES

1. O zařazení nového typu hnojiva do přílohy I tohoto nařízení se rozhoduje postupem podle čl. 32 odst. 2.

2. Výrobce nebo jeho zástupce, kteří si přejí navrhnout zařazení nového typu hnojiva do přílohy I a musí za tímto účelem vypracovat technickou dokumentaci, tak učiní s přihlédnutím k technickým dokumentům uvedeným v oddíle A přílohy V.

3. Změny nezbytné k přizpůsobení příloh technickému pokroku se přijímají postupem podle čl. 32 odst. 2.

Článek 32

Postup projednávání ve výboru

1. Komisi je nápomocen výbor.

2. Odkazuje-li se na tento odstavec, použijí se články 5 a 7 rozhodnutí 1999/468/ES s ohledem na článek 8 zmíněného rozhodnutí.

Doba uvedená v čl. 5 odst. 6 rozhodnutí 1999/468/ES je tři měsíce.

3. Výbor přijme svůj jednací řád.

KAPITOLA II

Přechodná ustanovení

Článek 33

Způsobilé laboratoře

1. Aniž je dotčen čl. 30 odst. 1, členské státy mohou po dobu přechodné období až do 11. prosince 2007 nadále používat vlastní vnitrostátní předpisy, jimiž se způsobilým laboratořím povoluje poskytovat nezbytné služby pro kontrolu shody hnojiv ES s požadavky tohoto nařízení.

2. Členské státy oznámí seznam těchto laboratoří Komisi, přičemž uvedou podrobné údaje o svém systému povolování. Oznámení musí být učiněno do 11. června 2004 a při každé následné úpravě.

▼B

Článek 34

Obaly a označování

Bez ohledu na čl. 35 odst. 1 mohou být označení, obaly, etikety a doprovodná dokumentace hnojiv ES stanovené dřívějšími směrnicemi nadále používány až do 11. června 2005.

KAPITOLA III

Závěrečná ustanovení

Článek 35

Zrušené směrnice

1. Zrušují se směrnice 76/116/EHS, 77/535/EHS, 80/876/EHS a 87/94/EHS.

2. Odkazy na zrušené směrnice se považují za odkazy na toto nařízení. Zejména odchylky od článku 7 směrnice 76/116/EHS udělené Komisí podle čl. 95 odst. 6 Smlouvy se považují za odchylky od článku 5 tohoto nařízení a jsou nadále platné bez ohledu na vstup tohoto nařízení v platnost. Do přijetí sankcí podle článku 36 mohou členské státy nadále uplatňovat sankce za porušení vnitrostátních předpisů, kterými se prováděly směrnice zmíněné v odstavci 1.

Článek 36

Sankce

Členské státy stanoví pravidla pro sankce za porušení tohoto nařízení a přijmou veškerá opatření nezbytná pro jejich uplatňování. Stanovené sankce musí být účinné, přiměřené a odrazující.

Článek 37

Vnitrostátní předpisy

Členské státy oznámí Komisi do 11. června 2005 vnitrostátní předpisy, které přijaly podle čl. 6 odst. 1 a 2, čl. 29 odst. 1 a článku 36 tohoto nařízení, a neprodleně jí oznámí veškeré jejich pozdější změny.

Článek 38

Vstup v platnost

Toto nařízení vstupuje v platnost dvacátým dnem po vyhlášení v *Úředním věstníku Evropské unie* s výjimkou článku 8 a čl. 26 odst. 3, které vstupují v platnost dnem 11. června 2005.

Toto nařízení je závazné v celém rozsahu a přímo použitelné ve všech členských státech.

▼B

OBSAH

PŘÍLOHA I — *Seznam typů hnojiv ES*

A. Minerální jednosložková hnojiva s hlavními živinami

A.1. Dusíkatá hnojiva

A.2. Fosforečná hnojiva

A.3. Draselná hnojiva

B. Minerální vícesložková hnojiva s hlavními živinami

B.1. Hnojiva NPK

B.2. Hnojiva NP

B.3. Hnojiva NK

B.4. Hnojiva PK

C. Minerální kapalná hnojiva

C.1. Jednosložková kapalná hnojiva

C.2. Vícesložková kapalná hnojiva

D. Minerální hnojiva s druhotnými živinami

E. Minerální hnojiva se stopovými živinami

E.1. Hnojiva obsahující pouze jednu stopovou živinu

E.1.1. Bor

E.1.2. Kobalt

E.1.3. Měď

E.1.4. Železo

E.1.5. Mangan

E.1.6. Molybden

E.1.7. Zinek

E.2. Minimální obsah stopových živin v hmotnostních procentech hnojiva

E.3. Seznam povolených organických chelátotvorných komplexotvorných činidel pro stopové živiny

PŘÍLOHA II — *Odchylky*

1. Jednosložková minerální hnojiva s hlavními živinami – absolutní hodnota v hmotnostních procentech, vyjádřeno jako N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl

2. Minerální vícesložková hnojiva s hlavními živinami

3. Druhotné živiny v hnojivech

4. Stopové živiny v hnojivech

PŘÍLOHA III — *Technická ustanovení pro hnojiva typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku*

1. Charakteristiky jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku a jejich limitní hodnoty

2. Popis zkoušky odolnosti vůči výbuchu pro hnojiva typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku

3. Metody pro kontrolu dodržení limitů stanovených v přílohách III-1 a III-2.

4. *Zkouška odolnosti vůči výbuchu*

▼B

PŘÍLOHA IV — *Metody odběru vzorků a analýzy*

A. Metody odběru vzorků pro kontrolu hnojiv

1. Účel a oblast použití

2. Pracovníci oprávnění k odběru vzorků

3. Definice

4. Přístroje a pomůcky

5. Požadavky na množství

6. Pokyny pro odběr, přípravu a balení vzorků

7. Balení konečných vzorků

8. Protokol o odběru vzorku

9. Místo určení vzorků

B. Metody pro analýzu hnojiv

Obecné poznámky

Obecná ustanovení týkající se metod analýzy hnojiv

Metoda 1.	Příprava vzorků k analýze
Metoda 2.	Dusík
Metoda 2.1.	Stanovení amonného dusíku
Metoda 2.2.	Stanovení dusičnanového a amonného dusíku
Metoda 2.2.1.	Stanovení dusičnanového a amonného dusíku podle Ulsche
Metoda 2.2.2.	Stanovení dusičnanového a amonného dusíku podle Arnda
Metoda 2.2.3.	Stanovení dusičnanového a amonného dusíku podle Devardy
Metoda 2.3.	Stanovení celkového dusíku
Metoda 2.3.1.	Stanovení celkového dusíku v dusíkatém vápnu bez dusičnanů
Metoda 2.3.2.	Stanovení celkového dusíku v dusíkatém vápnu obsahujícím dusičnany
Metoda 2.3.3.	Stanovení celkového dusíku v močovině
Metoda 2.4.	Stanovení kyanamidového dusíku
Metoda 2.5.	Spektrofotometrické stanovení biuretu v močovině
Metoda 2.6.	Stanovení různých forem dusíku přítomných vedle sebe
Metoda 2.6.1.	Stanovení různých forem dusíku přítomných vedle sebe v hnojivech obsahujících dusík ve formě dusičnanové, amonné, močovinové a kyanamidové
Metoda 2.6.2.	Stanovení různých forem dusíku přítomných vedle sebe v hnojivech obsahujících dusík pouze ve formě amonné, dusičnanové a močovinové
3.	Fosfor
3.1.	Vyluhování
3.1.1.	Vyluhování fosforu rozpustného v minerálních kyselinách
3.1.2.	Vyluhování fosforu rozpustného ve 2 % kyselině mravenčí (20 g na litr)
3.1.3.	Vyluhování fosforu rozpustného ve 2 % kyselině citronové (20 g na litr)
3.1.4.	Vyluhování fosforu rozpustného v neutrálním citronanu amonném
3.1.5.	Vyluhování alkalickým citronanem amonným
3.1.5.1.	Vyluhování rozpustného fosforu podle Petermanna při 65 °C
3.1.5.2.	Vyluhování rozpustného fosforu podle Petermanna při teplotě okolí

▼B

3.1.5.3.	Vyluhování rozpustného fosforu v Joulieově alkalickém citronanu amonném
3.1.6.	Vyluhování vodorozpustného fosforu
3.2.	Stanovení fosforu ve výluzích (gravimetrická metoda užívající fosfomolybdenan chinolinu)
4.	Draslík
4.1.	Stanovení obsahu vodorozpustného draslíku
5.	Žádná položka
6.	Draslík 116.Chlor
6.1.	Stanovení chloridů v nepřítomnosti organických látek
7.	Jemnost mletí
7.1.	Stanovení jemnosti mletí (suchý postup)
7.2.	Stanovení jemnosti mletí měkkých přírodních fosforitů
8.	Druhotné živiny
8.1.	Příprava výluhu celkového vápníku, celkového hořčíku, celkového sodíku a celkové síry ve formě síranů
8.2.	Vyluhování celkové síry přítomné v různých formách
8.3.	Vyluhování vodorozpustného vápníku, hořčíku, sodíku a vodorozpustné síry (ve formě síranů)
8.4.	Vyluhování vodorozpustné síry tam, kde je síra v různých formách
8.5.	Vyluhování a stanovení elementární síry
8.6.	Manganometrické stanovení vyluhovaného vápníku po srážení jako šťavelan
8.7.	Stanovení hořčíku atomovou absorpční spektrofotometrií
8.8.	Stanovení hořčíku komplexometricky
8.9.	Stanovení síranů
8.10.	Stanovení vyluhovaného sodíku
9.	Stopové živiny o koncentraci větší než 10 %
9.1.	Vyluhování celkových stopových živin
9.2.	Vyluhování vodorozpustných stopových živin
9.3.	Odstranění organických sloučenin z výluhů hnojiv
9.4.	Stanovení stopových živin ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií (obecný postup)
9.5.	Spektrofotometrické stanovení boru ve výluzích hnojiv za použití azomethinuH
9.6.	Stanovení kobaltu ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií
9.7.	Stanovení mědi ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií
9.8.	Stanovení železa ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií
9.9.	Stanovení manganu ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií
9.10.	Spektrofotometrické stanovení molybdenu ve výluzích hnojiv jako komplexu s thiokyanatanem amonným
9.11.	Stanovení zinku ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií
10.	Stopové živiny o koncentraci větší než 10 %
10.1.	Vyluhování celkových stopových živin

▼B

10.2.	Vyluhování vodorozpustných stopových živin
10.3.	Odstranění organických sloučenin z výluhů hnojiv
10.4.	Stanovení stopových živin ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií (obecný postup)
10.5.	Stanovení boru ve výluzích hnojiv acidometrickou titrací
10.6.	Stanovení kobaltu ve výluhu hnojiv vážkovou metodou s 1nitroso2naftolem
10.7.	Stanovení mědi ve výluzích hnojiv titrační metodou
10.8.	Stanovení železa ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií
10.9.	Stanovení manganu ve výluzích hnojiv titrací
10.10.	Stanovení molybdenu ve výluzích hnojiv gravimetrickou metodou s 8hydroxychinolinem
10.11.	Stanovení zinku ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií

PŘÍLOHA V

A. Seznam dokumentů, ke kterým by měli výrobci nebo jejich zástupci přihlédnout při vypracovávání technické dokumentace pro zařazení nového typu hnojiva do přílohy i tohoto nařízení

B. Normy pro akreditaci laboratoří způsobilých a oprávněných poskytovat nezbytné služby pro kontrolu dodržování požadavků tohoto nařízení a jeho příloh u hnojiv ES

PŘÍLOHA I

SEZNAM TYPŮ HNOJIV ES

A. Minerální jednosložková hnojiva s hlavními živinami

A.1. *Dusíkatá hnojiva*

Číslo	Označení typu	Údaje o způsobu výroby a hlavních složkách	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech) Údaje o vyjádření živin Další požadavky	Další údaje o označení typu	Živiny, jejichž obsah musí být deklarován Formy a rozpustnost živin Další kritéria
1	2	3	4	5	6
1 a)	Dusičnan vápenatý (ledek vápenatý)	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující dusičnan vápenatý jako hlavní složku a případně dusičnan amonný	15 % N Dusík vyjádřený jako celkový dusík nebo jako dusičnanový a amonný dusík. Maximální obsah amonného dusíku: 1,5 % N		Celkový dusík Další nepovinné údaje: Dusičnanový dusík Amonný dusík
1 b)	Dusičnan vápenatohořečnatý (ledek vápenatohořečnatý)	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složky dusičnan vápenatý a dusičnan hořečnatý	13 % N Dusík vyjádřený jako dusičnanový dusík. Minimální obsah hořčíku ve formě vodorozpustných solí vyjádřený jako oxid hořečnatý: 5 % MgO		Dusičnanový dusík Vodorozpustný oxid hořečnatý
1 c)	Dusičnan hořečnatý	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku hexahydrát dusičnanu hořečnatého	10 % N Dusík vyjádřený jako dusičnanový dusík 14 % MgO Hořčík vyjádřený jako vodorozpustný oxid hořečnatý	Pokud je uváděn na trh ve formě krystalů, lze doplnit označení „v krystalické formě“	Dusičnanový dusík Vodorozpustný oxid hořečnatý

▼B

1	2	3	4	5	6
2 a)	Dusičnan sodný	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku dusičnan sodný	15 % N Dusík vyjádřený jako dusičnanový dusík		Dusičnanový dusík
2 b)	Chilský ledek	Výrobek získávaný z přírodního chilského ledku obsahující jako hlavní složku dusičnan sodný	15 % N Dusík vyjádřený jako dusičnanový dusík		Dusičnanový dusík
3 a)	Dusíkaté vápno (kyanamid vápenatý)	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složky kyanamid vápenatý, oxid vápenatý a případně malá množství amonných solí a močoviny	18 % N Dusík vyjádřený jako celkový dusík, minimálně 75 % deklarovaného dusíku je vázáno jako kyanamid		Celkový dusík
3 b)	Dusíkaté vápno s dusičnanem	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složky kyanamid vápenatý, oxid vápenatý a případně malá množství amonných solí a močoviny, s přidaným dusičnanem	18 % N Dusík vyjádřený jako celkový dusík; minimálně 75 % deklarovaného nedusičnanového dusíku je vázáno jako kyanamid. Obsah dusičnanového dusíku: — minimum: 1 % N — maximum: 3 % N		Celkový dusík Dusičnanový dusík
▼M5 4	Síran amonný	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku síran amonný, případně nejvýše 15 % dusičnanu vápenatého (ledku vápenatého).	19,7 % N Dusík vyjádřený jako celkový dusík. Maximální obsah dusičnanového dusíku 2,2 % N, pokud je přidán dusičnan vápenatý (ledek vápenatý).	Pokud je uváděn na trh ve formě kombinace síranu amonného a dusičnanu vápenatého (ledku vápenatého), musí označení obsahovat slova „s nejvýše 15 % dusičnanu vápenatého (ledku vápenatého)“.	Amonný dusík. Celkový dusík, pokud je přidán dusičnan vápenatý (ledek vápenatý).

▼B

1	2	3	4	5	6
5	Dusičnan amonný nebo dusičnan amonný s vápencem	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku dusičnan amonný; může obsahovat plnivo, např. mletý vápenec, síran vápenatý, mletý dolomit, síran hořečnatý, kieserit	20 % N Dusík vyjádřený jako dusičnanový dusík a amonný dusík, každá z forem dusíku tvoří přibližně polovinu obsahu přítomného dusíku. Podle potřeby viz přílohy III.1 a III.2 tohoto nařízení.	Označení „dusičnan amonný s vápencem“ je vyhrazeno výlučně pro hnojivo obsahující kromě dusičnanu amonného uhličitan vápenatý (např. vápenec) nebo uhličitan hořečnatý a uhličitan vápenatý (např. dolomit). Minimální obsah těchto uhličitanů musí být 20 % a jejich čistota nejméně 90 %	Celkový dusík Dusičnanový dusík Amonný dusík
6	Síran amonný s dusičnanem amonným	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složky dusičnan amonný a síran amonný	25 % N Dusík vyjádřený jako amonný dusík a dusičnanový dusík. Minimální obsah dusičnanového dusíku: 5 %		Celkový dusík Amonný dusík Dusičnanový dusík
7	Dusičnan amonný se síranem amonným a síranem hořečnatým	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složky dusičnan amonný, síran amonný a síran hořečnatý	19 % N Dusík vyjádřený jako amonný dusík a dusičnanový dusík. Minimální obsah dusičnanového dusíku: 6 % N 5 % MgO Hořčík ve formě vodorozpustných solí vyjádřený jako oxid hořečnatý		Celkový dusík Amonný dusík Dusičnanový dusík Vodorozpustný oxid hořečnatý
8	Dusičnan amonný s hořčíkem	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složky dusičnan amonný a hořečnaté soli (dolomit, uhličitan hořečnatý nebo síran hořečnatý)	19 % N Dusík vyjádřený jako amonný dusík a dusičnanový dusík. Minimální obsah dusičnanového dusíku: 6 % N 5 % MgO Hořčík vyjádřený jako celkový oxid hořečnatý		Celkový dusík Amonný dusík Dusičnanový dusík Celkový oxid hořečnatý, případně vodorozpustný oxid hořečnatý

▼B

1	2	3	4	5	6
9	Močovina	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku karbonyldiamid (karbamid)	44 % N Celkový močovinový dusík (včetně biuretu). Maximální obsah biuretu: 1,2 %		Celkový dusík vyjádřený jako močovinový dusík
10	Krotonylidendimočovina	Výrobek získaný reakcí močoviny s krotonaldehydem Monomer	28 % N Dusík vyjádřený jako celkový dusík Alespoň 25 % N z krotonylidendimočoviny Maximální obsah močovinového dusíku: 3 %		Celkový dusík Močovinový dusík, pokud jeho obsah činí nejméně 1 % hmot. Krotonylidendimočovinový dusík
11	Isobutylidendimočovina	Výrobek získaný reakcí močoviny s isobutylaldehydem Monomer	28 % N Dusík vyjádřený jako celkový dusík Alespoň 25 % N z isobutylidendimočoviny Maximální obsah močovinového dusíku: 3 %		Celkový dusík Močovinový dusík, pokud jeho obsah činí nejméně 1 % hmot. Isobutylidendimočovinový dusík
12	Močovinoformaldehyd	Výrobek získaný reakcí močoviny s formaldehydem obsahující jako hlavní složky molekuly močovinoformaldehydu Polymer	36 % celkového dusíku Dusík vyjádřený jako celkový dusík Alespoň 3/5 deklarovaného obsahu celkového dusíku musí být rozpustné v horké vodě Alespoň 31 % N z močovinoformaldehydu Maximální obsah močovinového dusíku: 5 %		Celkový dusík Močovinový dusík, pokud jeho obsah činí nejméně 1 % hmot. Dusík z močovinoformaldehydu rozpustného ve studené vodě Dusík z močovinoformaldehydu rozpustného pouze v horké vodě

▼B

1	2	3	4	5	6
13	Dusíkaté hnojivo obsahující krotonylidendimočovinu	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující krotonylidendimočovinu a jednosložkové dusíkaté hnojivo [Seznam A-1, kromě výrobků 3 a), 3 b) a 5]	18 % N vyjádřeného jako celkový dusík Alespoň 3 % dusíku ve formě amonného nebo dusičnanového nebo močovinového dusíku Alespoň 1/3 deklarovaného obsahu celkového dusíku musí pocházet z krotonylidendimočoviny Maximální obsah biuretu: (močovinový N + krotonylidendimočovinový N) × 0,026		Celkový dusík Pro každou formu, jejíž množství je alespoň 1 %: — dusičnanový dusík — amonný dusík — močovinový dusík Krotonylidendimočovinový dusík
14	Dusíkaté hnojivo obsahující isobutylidendimočovinu	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující isobutylidendimočovinu a jednosložkové dusíkaté hnojivo [Seznam A-1, kromě výrobků 3 a), 3 b) a 5]	18 % N vyjádřeného jako celkový dusík Alespoň 3 % dusíku ve formě amonného nebo dusičnanového nebo močovinového dusíku Alespoň 1/3 deklarovaného obsahu celkového dusíku musí pocházet z isobutylidendimočoviny Maximální obsah biuretu: (močovinový N + isobutylidendimočovinový N) × 0,026		Celkový dusík Pro každou formu, jejíž množství je alespoň 1 %: — dusičnanový dusík — amonný dusík — močovinový dusík Isobutylidendimočovinový dusík

▼B

1	2	3	4	5	6
15	Dusíkaté hnojivo obsahující močovinoformaldehyd	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující močovinoformaldehyd a jednosložkové dusíkaté hnojivo [Seznam A-1, kromě výrobků 3 a), 3 b) a 5]	18 % N vyjádřeného jako celkový dusík Alespoň 3 % dusíku ve formě amonného nebo dusičnanového nebo močovinového dusíku Alespoň 1/3 deklarovaného obsahu celkového dusíku musí pocházet z močovinoformaldehydu Močovinoformaldehydový dusík musí obsahovat alespoň 3/5 dusíku rozpustného v horké vodě Maximální obsah biuretu: (močovinový N + močovinoformaldehydový N) × 0,026		Celkový dusík Pro každou formu, jejíž množství je alespoň 1 %: — dusičnanový dusík — amonný dusík — močovinový dusík Močovinoformaldehydový dusík Dusík z močovinoformaldehydu rozpustného ve studené vodě Dusík z močovinoformaldehydu rozpustného pouze v horké vodě
▼M5 ————					
▼B ►M5 16 ◄	Močovina se síranem amonným	Výrobek získaný chemickou cestou z močoviny a síranu amonného	30 % N Dusík vyjádřený jako amonný a močovinový dusík Minimální obsah amonného dusíku: 4 % Minimální obsah síry vyjádřené jako oxid sírový: 12 % Maximální obsah biuretu: 0,9 %		Celkový dusík Amonný dusík Močovinový dusík Vodorozpustný oxid sírový
►M5 ———— ◄					

▼B

A.2. *Fosforečná hnojiva*

Je-li pro základní složky hnojiv prodávaných ve formě granulí předepsána velikost částic (hnojiva 1, 3, 4, 5, 6 a 7), musí být stanovena vhodnou analytickou metodou.

Číslo	Označení typu	Údaje o způsobu výroby a hlavních složkách	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech) Údaje o vyjádření živin Další požadavky	Další údaje o označení typu	Živiny, jejichž obsah musí být deklarován Formy a rozpustnost živin Další kritéria
1	2	3	4	5	6
1	Bazická struska — Thomasův fosfát — Thomasova moučka	Výrobek získaný při výrobě oceli zpracováním tavenin obsahujících fosfor a obsahující jako hlavní složku silikofosfát vápenatý	12 % P_2O_5 Fosfor vyjádřený jako oxid fosforečný rozpustný v minerálních kyselinách; nejméně 75 % deklarovaného obsahu oxidu fosforečného ve formě rozpustné ve 2 % kyselině citronové; nebo 10 % P_2O_5 Fosfor vyjádřený jako oxid fosforečný rozpustný ve 2 % kyselině citronové Velikost částic: — Nejméně 75 % propadne sítem 0,160 mm, — Nejméně 96 % propadne sítem 0,630 mm		Celkový oxid fosforečný (rozpustný v minerálních kyselinách), z něhož je 75 % (uvede se v hmotnostních %) rozpustných ve 2 % kyselině citronové (pro uvádění na trh ve Francii, Itálii, Španělsku, Portugalsku, Řecku ►M1 , Česká republika, Estonsko, Kypr, Lotyšsko, Litva, Maďarsko, Malta, Polsko, Slovinsko, Slovensko, ◄ ►M3 Bulharsko, Rumunsko ◄) Celkový oxid fosforečný (rozpustný v minerálních kyselinách) a oxid fosforečný rozpustný ve 2 % kyselině citronové (pro uvádění na trh ve Spojeném království) Oxid fosforečný rozpustný ve 2 % kyselině citronové (pro uvádění na trh v Německu, Belgii, Dánsku, Irsku, Lucembursku, Nizozemsku a Rakousku)

▼B

1	2	3	4	5	6
2 a)	Superfosfát	Výrobek získaný rozkladem mletého přírodního fosfátu kyselinou sírovou obsahující jako hlavní složky monokalciumfosfát a dále síran vápenatý	16 % P_2O_5 Fosfor vyjádřený jako P_2O_5, rozpustný v neutrálním citronanu amonném; minimálně 93 % deklarovaného obsahu P_2O_5ve vodorozpustné formě Analytický vzorek: 1 g		Oxid fosforečný rozpustný v neutrálním citronanu amonném Vodorozpustný oxid fosforečný
2 b)	Obohacený superfosfát	Výrobek získaný rozkladem mletého přírodního fosfátu kyselinou sírovou a kyselinou fosforečnou obsahující jako hlavní složku monokalciumfosfát a dále síran vápenatý	25 % P_2O_5 Fosfor vyjádřený jako P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném; minimálně 93 % deklarovaného obsahu P_2O_5 ve vodorozpustné formě Analytický vzorek: 1 g		Oxid fosforečný rozpustný v neutrálním citronanu amonném Vodorozpustný oxid fosforečný
▼M2 2c)	Trojitý superfosfát	Výrobek získaný rozkladem mletého přírodního fosfátu kyselinou fosforečnou a obsahující jako hlavní složku monokalciumfosfát	38 % P_2O_5 Fosfor vyjádřený jako P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném; minimálně 85 % deklarovaného obsahu P_2O_5 ve vodorozpustné formě Analytický vzorek: 3 g		Oxid fosforečný rozpustný v neutrálním citronanu amonném Vodorozpustný oxid fosforečný
▼B 3	Částečně rozložený fosfát	Výrobek získaný částečným rozkladem mletého surového fosfátu kyselinou sírovou nebo kyselinou fosforečnou a obsahující jako hlavní složky monokalciumfosfát, trikalciumfosfát a síran vápenatý	20 % P_2O_5 Fosfor vyjádřený jako P_2O_5 rozpustný v minerálních kyselinách; nejméně 40 % deklarovaného obsahu oxidu fosforečného ve vodorozpustné formě Velikost částic: — nejméně 90 % propadne sítem 0,160 mm — nejméně 98 % propadne sítem 0,630 mm		Celkový oxid fosforečný (rozpustný v minerálních kyselinách) Oxid fosforečný rozpustný ve vodě

▼B

1	2	3	4	5	6
4	Dikalciumfosfát	Výrobek získaný srážením solubilizované kyseliny fosforečné z minerálních fosfátů nebo kostí a obsahující jako hlavní složku dikalciumfosfát dihydrát	38 % P_2O_5 Fosfor vyjádřený jako P_2O_5 rozpustný v alkalickém citronanu amonném (Petermann) Velikost částic: — nejméně 90 % propadne sítem 0,160 mm — nejméně 98 % propadne sítem 0,630 mm		Oxid fosforečný rozpustný v alkalickém citronanu amonném
5	Kalcinovaný fosfát	Výrobek získaný termickým rozkladem mletého surového fosfátu s přísadou alkalických sloučenin a kyseliny křemičité a obsahující jako hlavní složky alkalický fosforečnan vápenatý a křemičitan vápenatý	25 % P_2O_5 Fosfor vyjádřený jako P_2O_5 rozpustný v alkalickém citronanu amonném (Petermann) Velikost částic: — nejméně 75 % propadne sítem 0,160 mm — nejméně 96 % propadne sítem 0,630 mm		Oxid fosforečný rozpustný v alkalickém citronanu amonném
6	Fosforečnan hlinitovápenatý	Výrobek v amorfní formě získaný termickým rozkladem a mletím a obsahující jako hlavní složky fosforečnan hlinitý a vápenatý	30 % P_2O_5 Fosfor vyjádřený jako P_2O_5 rozpustný v minerálních kyselinách; nejméně 75 % deklarovaného obsahu P_2O_5 ve formě rozpustné v zásaditém citronanu amonném (Joulie) Velikost částic: — nejméně 90 % propadne sítem 0,160 mm — nejméně 98 % propadne sítem 0,630 mm		Celkový oxid fosforečný (rozpustný v minerálních kyselinách) Oxid fosforečný rozpustný v zásaditém citronanu amonném

▼B

1	2	3	4	5	6
7	Přírodní měkký fosforit	Výrobek získaný mletím měkkých přírodních fosfátů a obsahující jako hlavní složky trikalciumfosfát a uhličitan vápenatý	25 % P_2O_5 Fosfor vyjádřený jako P_2O_5 rozpustný v minerálních kyselinách; nejméně 55 % deklarovaného obsahu P_2O_5 ve formě rozpustné ve 2 % kyselině mravenčí Velikost částic: — nejméně 90 % propadne sítem 0,063 mm — nejméně 99 % propadne sítem 0,125 mm		Celkový oxid fosforečný (rozpustný v minerálních kyselinách) Oxid fosforečný rozpustný ve 2 % kyselině mravenčí Množství materiálu v hmotnostních procentech, které propadne sítem 0,063 mm

A.3. *Draselná hnojiva*

Číslo	Označení typu	Údaje o způsobu výroby a hlavních složkách	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech) Údaje o vyjádření živin Další požadavky	Další údaje o označení typu	Živiny, jejichž obsah musí být deklarován Formy a rozpustnost živin Další kritéria
1	2	3	4	5	6
1	Kainit (surová draselná sůl)	Výrobek získaný ze surových draselných solí	10 % K_2O Draslík vyjádřený jako vodorozpustný K_2O 5 % MgO Hořčík ve formě vodorozpustných solí vyjádřený jako oxid hořečnatý	Lze doplnit obvyklými obchodními názvy	Vodorozpustný oxid draselný Vodorozpustný oxid hořečnatý
2	Obohacená surová draselná sůl	Výrobek získaný ze surových draselných solí, obohacený přimícháním chloridu draselného	18 % K_2O Draslík vyjádřený jako vodorozpustný K_2O	Lze doplnit obvyklými obchodními názvy	Vodorozpustný oxid draselný Nepovinné uvedení obsahu vodorozpustného oxidu hořečnatého, pokud je obsah MgO vyšší než 5 %

▼B

1	2	3	4	5	6
3	Chlorid draselný	Výrobek získaný ze surových draselných solí a obsahující jako hlavní složku chlorid draselný	37 % K_2O Draslík vyjádřený jako vodorozpustný K_2O	Lze doplnit obvyklými obchodními názvy	Vodorozpustný oxid draselný
4	Chlorid draselný obsahující hořečnaté soli	Výrobek získaný ze surových draselných solí s přidanými hořečnatými solemi a obsahující jako hlavní složky chlorid draselný a hořečnaté soli	37 % K_2O Draslík vyjádřený jako vodorozpustný K_2O 5 % MgO Hořčík ve formě vodorozpustných solí vyjádřený jako oxid hořečnatý		Vodorozpustný oxid draselný Vodorozpustný oxid hořečnatý
5	Síran draselný	Výrobek získaný chemickou cestou z draselných solí a obsahující jako hlavní složku síran draselný	47 % K_2O Draslík vyjádřený jako vodorozpustný K_2O. Maximální obsah chloru: 3 % Cl		Vodorozpustný oxid draselný Nepovinné uvedení obsahu chloru
6	Síran draselný s hořečnatými solemi	Výrobek získaný chemickou cestou z draselných solí, případně s přídavkem hořečnatých solí, a obsahující jako hlavní složky síran draselný a síran hořečnatý	22 % K_2O Draslík vyjádřený jako vodorozpustný K_2O 8 % MgO Hořčík ve formě vodorozpustných solí, vyjádřený jako oxid hořečnatý. Maximální obsah chloru: 3 % Cl	Lze doplnit obvyklými obchodními názvy	Vodorozpustný oxid draselný Vodorozpustný oxid hořečnatý Nepovinné uvedení obsahu chloru
7	Kieserit se síranem draselným	Výrobek získaný z kieseritu s přídavkem síranu draselného	8 % MgO Hořčík vyjádřený jako vodorozpustný oxid hořečnatý 6 % K_2O Draslík vyjádřený jako vodorozpustný K_2O Celkový MgO + K_2O: 20 % Maximální obsah chloru: 3 % Cl	Lze doplnit obvyklými obchodními názvy	Vodorozpustný oxid hořečnatý Vodorozpustný oxid draselný Nepovinně údaj o obsahu chloru

▼B

B. **Minerální vícesložková hnojiva s hlavními živinami**

B.1. *Hnojiva NPK*

B.1.1.	Označení typu:	Hnojiva NPK
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek získaný chemickou cestou nebo mísením, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu.
	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O) — Pro každou živinu: 3 % N, 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Celkový dusík 2) Dusičnanový dusík 3) Amonný dusík 4) Močovinový dusík 5) Kyanamidový dusík	1) Vodorozpustný P_2O_5 2) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném 3) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném a ve vodě 4) P_2O_5 rozpustný pouze v minerálních kyselinách 5) P_2O_5 rozpustný v alkalickém citronanu amonném (Petermann) 6a) P_2O_5 rozpustný v minerálních kyselinách; nejméně 75 % deklarovaného obsahu P_2O_5 ve formě rozpustné ve 2 % kyselině citronové 6b) P_2O_5 rozpustný ve 2 % kyselině citronové 7) P_2O_5 rozpustný v minerálních kyselinách; nejméně 75 % deklarovaného obsahu P_2O_5 ve formě rozpustné v alkalickém citronanu amonném (Joulie)	Vodorozpustný K_2O	1) Celkový dusík 2) Pokud je obsah kterékoli formy dusíku 2) až 5) alespoň 1 % hmot., musí být udán 3) Pokud překračuje 28 %, viz příloha III.2	1. Hnojivo NPK neobsahující Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan vápenato-hlinitý, částečně rozložený fosfát ani přírodní měkký fosforit musí být deklarováno podle rozpustnosti 1), 2) nebo 3): — pokud obsah vodorozpustného P_2O_5 nepřekročí 2 %, deklaruje se pouze rozpustnost 2); — pokud je obsah vodorozpustného P_2O_5 nejméně 2 %, deklaruje se rozpustnost 3) a musí být uveden obsah vodorozpustného P_2O_5 [rozpustnost 1)]. Obsah P_2O_5 rozpustného pouze v minerálních kyselinách nesmí překročit 2 %.	1) Vodorozpustný oxid draselný 2) Údaj „s nízkým obsahem chloru“ se vztahuje k maximálnímu obsahu chloru 2 % Cl 3) Může být deklarován obsah chloru

1	2	3	4	5	6
	8) P_2O_5 rozpustný v minerálních kyselinách; nejméně 55 % deklarovaného obsahu P_2O_5 ve formě rozpustné ve 2 % kyselině mravenčí			Hmotnost analytického vzorku pro stanovení rozpustností 2) a 3) u tohoto typu 1 je 1 g.	
				2a) Hnojivo NPK obsahující přírodní měkký fosforit nebo částečně rozložený fosfát nesmí obsahovat Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát a fosforečnan vápenatohlinitý. Uvedou se rozpustnosti 1), 3) a 4).	
				Tento typ hnojiva musí obsahovat: — nejméně 2 % P_2O_5 rozpustného pouze v minerálních kyselinách [rozpustnost 4)]; — nejméně 5 % P_2O_5 rozpustného ve vodě a v neutrálním citronanu amonném [rozpustnost 3)]; — nejméně 2,5 % vodorozpustného P_2O_5 [rozpustnost 1)].	
				Tento typ hnojiva musí být uváděn na trh pod označením „hnojivo NPK obsahující přírodní měkký fosforit“ nebo „hnojivo NPK obsahující částečně rozložený fosfát“. Hmotnost analytického vzorku pro stanovení rozpustnosti 3) u tohoto typu 2a) je 3 g.	
Velikost částic základních fosfátových složek Thomasova moučka: nejméně 75 % propadne sítem 0,160 mm Fosforečnan vápenato-hlinitý: nejméně 90 % propadne sítem 0,160 mm Kalcinovaný fosfát: nejméně 75 % propadne sítem 0,160 mm Přírodní měkký fosforit: nejméně 90 % propadne sítem 0,063 mm Částečně rozložený fosfát: nejméně 90 % propadne sítem 0,160 mm				2b) Hnojivo NPK obsahující fosforečnan vápenato-hlinitý, nesmí obsahovat Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát a přírodní měkký fosforit a částečně rozložený fosfát. Deklarují se rozpustnosti 1) a 7), přičemž posledně uvedená rozpustnost je použitelná po odečtení rozpustnosti ve vodě.	

1	2	3	4	5	6
				Tento typ hnojiva musí obsahovat: — nejméně 2 % vodorozpustného P_2O_5 [rozpustnost 1)]; — nejméně 5 % P_2O_5 rozpustného podle rozpustnosti 7)Tento typ hnojiva musí být uváděn na trh pod označením „hnojivo NPK obsahující fosforečnan vápenato-hlinitý“. 3. U hnojiv NPK obsahujících pouze jeden z těchto typů fosforečných hnojiv: Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan vápenato-hlinitý a přírodní měkký fosforit, musí za označením typu následovat údaj o fosfátové složce. Údaj o rozpustnosti P_2O_5 musí být deklarován v souladu s těmito rozpustnostmi: — pro hnojiva na bázi Thomasovy moučky: rozpustnost 6a) (Francie, Itálie, Španělsko, Portugalsko, Řecko ►**M1** , Česká republika, Estonsko, Kypr, Lotyšsko, Litva, Maďarsko, Malta, Polsko, Slovinsko, Slovensko, ◄ ►**M3** Bulharsko, Rumunsko ◄), 6b) (Německo, Belgie, Dánsko, Irsko, Lucembursko, Nizozemsko, Spojené království a Rakousko); — pro hnojiva na bázi kalcinovaného fosfátu: rozpustnost 5); — pro hnojiva na bázi fosforečnanu vápenato-hlinitého: rozpustnost 7); — pro hnojiva na bázi přírodního měkkého fosforitu: rozpustnost 8).	

B.1.2.	Označení typu:	Hnojivo NPK obsahující krotonylidendimočovinu nebo isobutylidendimočovinu, případně močovinoformaldehyd
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek získaný chemickou cestou, bez přídavku živin živočišného nebo rostlinného původu, obsahující krotonylidendimočovinu nebo isobutylidendimočovinu nebo močovinoformaldehyd
	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O) — Pro každou živinu: — 5 % N. Alespoň 1/4 deklarovaného obsahu celkového dusíku musí být ve formě 5), 6) nebo 7). Alespoň 3/5 deklarovaného obsahu dusíku 7) musí být rozpustné v horké vodě, — 5 % P_2O_5, — 5 % K_2O

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Celkový dusík 2) Dusičnanový dusík 3) Amonný dusík 4) Močovinový dusík 5) Krotonylidendimočovinový dusík 6) Isobutylidendimočovinový dusík 7) Močovinoformaldehydový dusík	1) Vodorozpustný P_2O_5 2) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném 3) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném a ve vodě	Vodorozpustný K_2O	1) Celkový dusík 2) Pokud je množství kterékoli formy dusíku 2) až 4) nejméně 1 % hmot., musí být deklarována 3) Jedna z forem dusíku 5) až 7). Forma dusíku 7) musí být deklarována ve formě dusíku 8) a 9)	U hnojiva NPK neobsahujícího Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan vápenato-hlinitý, částečně rozložený fosfát a přírodní měkký fosforit musí být deklarovány rozpustnosti 1), 2) nebo 3): — pokud obsah vodorozpustného P_2O_5 nedosahuje 2 %, deklaruje se pouze rozpustnost 2); — pokud je obsah vodorozpustného P_2O_5 nejméně 2 %, deklaruje se rozpustnost 3) a musí být uveden obsah vodorozpustného P_2O_5 [rozpustnost 1)]. Obsah P_2O_5 rozpustného pouze v minerálních kyselinách nesmí překročit 2 %.	1) Vodorozpustný oxid draselný 2) Údaj „s nízkým obsahem chloru“ se vztahuje na maximální obsah chloru 2 % Cl 3) Může být deklarován obsah chloru

1	2	3	4	5	6
8) Dusík z močovino-formaldehydu rozpustného pouze v horké vodě 9) Dusík z močovino-formaldehydu rozpustného ve studené vodě				Hmotnost analytického vzorku pro stanovení rozpustností 2) a 3) je 1 g.	

B.2 *Hnojiva NP*

B.2.1.	Označení typu:	Hnojiva NP
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek získaný chemickou cestou nebo mísením, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu
	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 18 % (N + P_2O_5) — Pro každou živinu: 3 % N, 5 % P_2O_5

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Celkový dusík 2) Dusičnanový dusík 3) Amonný dusík 4) Močovinový dusík	1) Vodorozpustný P_2O_5 2) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném 3) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném a ve vodě 4) P_2O_5 rozpustný pouze v minerálních kyselinách		1) Celkový dusík 2) Pokud je množství kterékoli formy dusíku 2) až 5) nejméně 1 % hmot., musí být deklarována	1. U hnojiva NP neobsahujícího Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan vápenato-hlinitý, částečně rozložený fosfát a přírodní měkký fosforit musí být deklarovány rozpustnosti 1), 2) nebo 3): — pokud obsah vodorozpust-	

1	2	3	4	5	6
5) Kyanamidový dusík	5) P_2O_5 rozpustný v alkalickém citronanu amonném (Peterman) 6a) P_2O_5 rozpustný v minerálních kyselinách; nejméně 75 % deklarovaného obsahu P_2O_5 ve formě rozpustné ve 2 % kyselině citronové 6b) P_2O_5 rozpustný ve 2 % kyselině citronové 7) P_2O_5 rozpustný v minerálních kyselinách; nejméně 75 % deklarovaného obsahu P_2O_5 ve formě rozpustné v alkalickém citronanu amonném (Joulie) 8) P_2O_5 rozpustný v minerálních kyselinách; nejméně 55 % deklarovaného obsahu P_2O_5 ve formě rozpustné ve 2 % kyselině mravenčí			ného P_2O_5 nepřekročí 2 %, deklaruje se pouze rozpustnost 2); — pokud je obsah vodorozpustného P_2O_5 nejméně 2 %, deklaruje se rozpustnost 3) a musí být uveden obsah vodorozpustného P_2O_5 [rozpustnost 1)]. Obsah P_2O_5 rozpustného pouze v minerálních kyselinách nesmí překročit 2 %. Hmotnost analytického vzorku pro stanovení rozpustností 2) a 3) u tohoto typu 1 je 1 g. 2 a) Hnojivo NP obsahující přírodní měkký fosforit nebo částečně rozložený fosfát, nesmí obsahovat Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát a fosforečnan vápenato-hlinitý. Deklarují se rozpustnosti 1), 3) a 4). Tento typ hnojiva musí obsahovat: — nejméně 2 % P_2O_5 rozpustného pouze v minerálních kyselinách [rozpustnost 4)]; — nejméně 5 % P_2O_5 rozpustného ve vodě a v neutrálním citronanu amonném [rozpustnost 3)]; — nejméně 2,5 % vodorozpustného P_2O_5 [rozpustnost 1)]. Tento typ hnojiva musí být uváděn na trh pod označením „hnojivo NP obsahující přírodní měkký fosforit“ nebo „hnojivo NP obsahující částečně rozložený fosfát“.	

1	2	3	4	5	6
				Hmotnost analytického vzorku pro stanovení rozpustnosti 3) u tohoto typu 2a) je 3 g.	
Velikost částic základních fosfátových složek				2 b) Hnojivo NP obsahující fosforečnan vápenato-hlinitý nesmí obsahovat Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát, přírodní měkký fosforit a částečně rozložený fosfát.	
Thomasova moučka	nejméně 75 % propadne sítem 0,160 mm			Deklarují se rozpustnosti 1) a 7), přičemž posledně uvedená rozpustnost je použitelná po odečtení rozpustnosti ve vodě.	
Fosforečnan vápenato-hlinitý	nejméně 90 % propadne sítem 0,160 mm			Tento typ hnojiva musí obsahovat:	
Kalcinovaný fosfát	nejméně 75 % propadne sítem 0,160 mm			— nejméně 2 % vodorozpustného P_2O_5 [(rozpustnost 1)];	
Přírodní měkký fosforit	nejméně 90 % propadne sítem 0,063 mm			— nejméně 5 % P_2O_5 rozpustného podle rozpustnosti 7).	
Částečně rozložený fosfát	nejméně 90 % propadne sítem 0,160 mm			Tento typ hnojiva musí být uváděn na trh pod označením „hnojivo NP obsahující fosforečnan vápenato-hlinitý“.	
				3. U hnojiv NP obsahujících pouze jeden z těchto typů fosforečných hnojiv: Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan vápenato-hlinitý a přírodní měkký fosforit, musí za označením typu následovat údaj o fosfátové složce.	
				Údaj o rozpustnosti P_2O_5 musí být deklarován v souladu s těmito rozpustnostmi:	
				— pro hnojiva na bázi Thomasovy moučky: rozpustnost 6a) (Francie, Itálie, Španělsko, Portugalsko,	

1	2	3	4	5	6
				Řecko ►M1 , Česká republika, Estonsko, Kypr, Lotyšsko, Litva, Maďarsko, Malta, Polsko, Slovinsko, Slovensko, ◄ ►M3 Bulharsko, Rumunsko ◄), 6b) (Německo, Belgie, Dánsko, Irsko, Lucembursko, Nizozemsko, Spojené království a Rakousko); — pro hnojiva na bázi kalcinovaného fosfátu: rozpustnost 5); — pro hnojiva na bázi fosforečnanu vápenato-hlinitého: rozpustnost 7); — pro hnojiva na bázi přírodního měkkého fosforitu: rozpustnost 8).	

B.2.2.	Označení typu:	Hnojivo NP obsahující krotonylidendimočovinu nebo isobutylidendimočovinu, případně močovinoformaldehyd
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek získaný chemickou cestou, bez přídavku živin živočišného nebo rostlinného původu, obsahující krotonylidendimočovinu nebo isobutylidendimočovinu nebo močovinoformaldehyd
	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 18 % ($N + P_2O_5$) — Pro každou živinu: — 5 % N Alespoň 1/4 deklarovaného obsahu celkového dusíku musí být ve formě 5), 6) nebo 7) Alespoň 3/5 deklarovaného obsahu dusíku 7) musí být rozpustné v horké vodě — 5 % P_2O_5

▼B

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Celkový dusík 2) Dusičnanový dusík 3) Amonný dusík 4) Močovinový dusík 5) Krotonyliden-dimočovinový dusík 6) Isobutyliden-dimočovinový dusík 7) Močovino-formaldehydový dusík 8) Dusík z močovino-formaldehydu rozpustného pouze v horké vodě 9) Dusík z močovino-formaldehydu rozpustného ve studené vodě	1) Vodorozpustný P_2O_5 2) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném 3) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném a ve vodě		1) Celkový dusík 2) Pokud je množství kterékoli formy dusíku 2) až 4) nejméně 1 % hmot., musí být deklarována 3) Jedna z forem dusíku 5) až 7). Forma dusíku 7) musí být deklarována ve formě dusíku 8) a 9)	U hnojiva NP neobsahujícího Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan vápenato-hlinitý, částečně rozložený fosfát a přírodní měkký fosforit musí být deklarovány rozpustnosti 1), 2) nebo 3): — pokud obsah vodorozpustného P_2O_5 nedosahuje 2 %, deklaruje se pouze rozpustnost 2); — pokud je obsah vodorozpustného P_2O_5 nejméně 2 %, deklaruje se rozpustnost 3) a musí být uveden obsah vodorozpustného P_2O_5 [rozpustnost 1)]. Obsah P_2O_5 rozpustného pouze v minerálních kyselinách nesmí překročit 2 %. Hmotnost analytického vzorku pro stanovení rozpustností 2) a 3) je 1 g.	

▼B

B.3 *Hnojiva NK*

B.3.1.	Označení typu:	Hnojiva NK
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek získaný chemickou cestou nebo mísením, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu
	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 18 % (N + K_2O) — Pro každou živinu: 3 % N, 5 % K_2O

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Celkový dusík 2) Dusičnanový dusík 3) Amonný dusík 4) Močovinový dusík 5) Kyanamidový dusík		Vodorozpustný K_2O	1) Celkový dusík 2) Pokud je množství kterékoli formy dusíku 2) až 5) nejméně 1 % hmot., musí být deklarována		1) Vodorozpustný oxid draselný 2) Údaj „s nízkým obsahem chloru“ se vztahuje k maximálnímu obsahu 2 % Cl 3) Může být deklarován obsah chloru

	Označení typu:	Hnojivo NK obsahující krotonylidendimočovinu nebo isobutylidendimočovinu, případně močovinoformaldehyd
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek získaný chemickou cestou, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu, obsahující krotonyliden- dimočovinu nebo isobutylidendimočovinu, nebo močovinoformaldehyd
B.3.2.	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 18 % (N + K_2O) — Pro každou živinu: — 5 % N Alespoň 1/4 deklarovaného obsahu celkového dusíku musí být ve formě 5), 6) nebo 7) Alespoň 3/5 deklarovaného obsahu dusíku 7) musí být rozpustné v horké vodě — 5 % K_2O

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Celkový dusík 2) Dusičnanový dusík 3) Amonný dusík 4) Močovinový dusík 5) Krotonyliden-dimočovinový dusík 6) Isobutyliden-dimočovinový dusík 7) Močovino-formaldehydový dusík		Vodorozpustný K_2O	1) Celkový dusík 2) Pokud je množství kterékoli formy dusíku 2) až 4) nejméně 1 % hmot., musí být deklarována 3) Jedna z forem dusíku 5) až 7). Forma dusíku 7) musí být deklarována ve formě dusíku 8) a 9)		1) Vodorozpustný oxid draselný 2) Údaj „s nízkým obsahem chloru“ se vztahuje na maximální obsah 2 % Cl 3) Může být deklarován obsah chloru

1	2	3	4	5	6
8) Dusík z močovino-formaldehydu rozpustného pouze v horké vodě 9) Dusík z močovino-formaldehydu rozpustného ve studené vodě					

B.4 *Hnojiva PK*

Označení typu:	Hnojiva PK
Údaje o způsobu výroby:	Výrobek získaný chemickou cestou nebo mísením, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu.
Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 18 % (P_2O_5 + K_2O) — Pro každou živinu: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	1) Vodorozpustný P_2O_5 2) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném	Vodorozpustný K_2O		1. U hnojiva PK neobsahujícího Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan vápenato-hlinitý, částečně rozložený fosfát a přírodní měkký fosforit musí	1) Vodorozpustný oxid draselný 2) Údaj „s nízkým obsahem chloru“

1	2	3	4	5	6
	3) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném a ve vodě 4) P_2O_5 rozpustný pouze v minerálních kyselinách 5) P_2O_5 rozpustný v alkalickém citronanu amonném (Petermann) 6a) P_2O_5 rozpustný v minerálních kyselinách; nejméně 75 % deklarovaného obsahu P_2O_5 ve formě rozpustné ve 2 % kyselině citronové 6b) P_2O_5 rozpustný ve 2 % kyselině citronové 7) P_2O_5 rozpustný v minerálních kyselinách; nejméně 75 % deklarovaného obsahu P_2O_5 ve formě rozpustné v alkalické citronanu amonném (Joulie) 8) P_2O_5 rozpustný v minerálních kyselinách; nejméně 55 % deklarovaného obsahu P_2O_5 ve formě rozpustné ve 2 % kyselině mravenčí			být deklarovány rozpustnosti 1), 2) nebo 3): — pokud obsah vodorozpustného P_2O_5 nepřekročí 2 %, uvede se pouze rozpustnost 2); — pokud je obsah vodorozpustného P_2O_5 nejméně 2 %, deklaruje se rozpustnost 3) a musí být uveden obsah vodorozpustného P_2O_5 [rozpustnost 1)]. Obsah P_2O_5 rozpustného pouze v minerálních kyselinách nesmí překročit 2 %. Hmotnost analytického vzorku pro stanovení rozpustností 2) a 3) u tohoto typu 1 je 1 g. 2a) Hnojivo PK obsahující přírodní měkký fosforit nebo částečně rozložený fosfát, nesmí obsahovat Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát a fosforečnan vápenato-hlinitý. Deklarují se rozpustnosti 1), 3) a 4). Tento typ hnojiva musí obsahovat: — nejméně 2 % P_2O_5 rozpustného pouze v minerálních kyselinách [rozpustnost 4)]; — nejméně 5 % P_2O_5 rozpustného ve vodě a v neutrálním citronanu amonném [rozpustnost 3)]; — nejméně 2,5 % vodorozpustného P_2O_5 [rozpustnost 1)]. Tento typ hnojiva musí být uváděn na trh pod označením „hnojivo PK obsahující přírodní měkký fosforit“ nebo	se vztahuje na maximální obsah chloru 2 % Cl 3) Může být deklarován obsah chloru

1	2	3	4	5	6
				„hnojivo PK obsahující částečně rozložený fosfát“. Hmotnost analytického vzorku pro stanovení rozpustnosti 3) u tohoto typu 2a) je 3 g.	
Velikost částic základních fosfátových složek Thomasova moučka nejméně 75 % propadne sítem 0,160 mm Fosforečnan vápenato-hlinitý nejméně 90 % propadne sítem 0,160 mm Kalcinovaný fosfát nejméně 75 % propadne sítem 0,160 mm Přírodní měkký fosforit nejméně 90 % propadne sítem 0,063 mm Částečně rozložený fosfát nejméně 90 % propadne sítem 0,160 mm				2b) Hnojivo PK obsahující fosforečnan vápenato-hlinitý, nesmí obsahovat Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát a částečně rozložený fosfát. Deklarují se rozpustnosti 1) a 7), přičemž posledně uvedená rozpustnost je použitelná po odečtení rozpustnosti ve vodě. Tento typ hnojiva musí obsahovat: — nejméně 2 % vodorozpustného P_2O_5 [rozpustnost 1)]; — nejméně 5 % P_2O_5 podle rozpustnosti 7). Tento typ hnojiva musí být uváděn na trh pod označením „hnojivo PK obsahující fosforečnan vápenato-hlinitý“. 3. U hnojiv PK, obsahujících pouze jeden z těchto typů fosforečných hnojiv: Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan vápenato-hlinitý a přírodní měkký fosforit, musí za označením typu následovat údaj o fosfátové složce. Údaj o rozpustnosti P_2O_5 musí být deklarován v souladu s těmito rozpustnostmi: — pro hnojiva na bázi Thomasovy moučky: rozpustnost 6a) (Francie, Itálie, Španělsko, Portugalsko, Řecko ►M1 , Česká republika,	

1	2	3	4	5	6
				Estonsko, Kypr, Lotyšsko, Litva, Maďarsko, Malta, Polsko, Slovinsko, Slovensko, ◄►**M3** Bulharsko, Rumunsko ◄), 6b) (Německo, Belgie, Dánsko, Irsko, Lucembursko, Nizozemsko, Spojené království a Rakousko); — pro hnojiva na bázi kalcinovaného fosfátu: rozpustnost 5); — pro hnojiva na bázi fosforečnanu vápenato-hlinitého: rozpustnost 7); — pro hnojiva na bázi přírodního měkkého fosforitu: rozpustnost 8).	

C. **Minerální kapalná hnojiva**

C.1. *Jednosložková kapalná hnojiva*

Číslo	Označení typu	Údaje o způsobu výroby a hlavních složkách	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech) Údaje o vyjádření živin Další požadavky	Další údaje o označení typu	Živiny, jejichž obsah musí být deklarován Formy a rozpustnost živin Další kritéria
1	2	3	4	5	6
1	Kapalné dusíkaté hnojivo	Výrobek získaný chemickou cestou a rozpuštěním ve vodě, stálý za atmosférického tlaku, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu	15 % N Dusík vyjádřený jako celkový dusík nebo – pokud je zastoupena pouze jedna forma – jako dusičnanový nebo amonný dusík nebo močovinový dusík. Maximální obsah biuretu: obsah močovinového N × 0,026		Celkový dusík a pro kteroukoli formu, která činí nejméně 1 %, dusičnanový, amonný nebo močovinový dusík. Pokud je obsah biuretu menší než 0,2 %, lze připojit slova „s nízkým obsahem biuretu“

▼B

1	2	3	4	5	6
2	Dusičnanu amonný s močovinou – roztok	Výrobek získaný chemickou cestou a rozpuštěním ve vodě, obsahující dusičnan amonný a močovinu	26 % N Dusík vyjádřený jako celkový dusík, přičemž obsah močovinového dusíku činí asi polovinu přítomného dusíku. Maximální obsah biuretu: 0,5 %		Celkový dusík Dusičnanový dusík, amonný dusík a močovinový dusík Pokud je obsah biuretu nižší než 0,2 %, lze připojit slova „s nízkým obsahem biuretu“
3	Dusičnan vápenatý – roztok	Výrobek získaný rozpuštěním ledku vápenatého ve vodě	8 % N Dusík vyjádřený jako dusičnanový dusík s maximálním obsahem 1 % amonného dusíku Vápník vyjádřený jako vodorozpustný CaO	Za označením typu lze případně uvést jeden z těchto údajů: — pro aplikaci na list — pro výrobu živných roztoků — pro hnojivou zálivku	Celkový dusík Vodorozpustný oxid vápenatý v případě účelů použití stanovených ve sloupci 5 Nepovinně: — dusičnanový dusík — amonný dusík
4	Dusičnan hořečnatý – roztok	Výrobek získaný chemickou cestou a rozpuštěním dusičnanu hořečnatého ve vodě	6 % N Dusík vyjádřený jako dusičnanový dusík 9 % MgO Hořčík vyjádřený jako vodorozpustný oxid hořečnatý Minimální hodnota pH: 4		Dusičnanový dusík Vodorozpustný oxid hořečnatý
5	Dusičnan vápenatý – suspenze	Výrobek získaný suspendováním dusičnanu vápenatého ve vodě	8 % N Dusík vyjádřený jako celkový dusík nebo jako dusičnanový a amonný dusík Maximální obsah amonného dusíku: 1,0 % 14 % CaO Vápník vyjádřený jako vodorozpustný CaO	Po označení typu může následovat jeden z těchto údajů: — pro aplikaci na list — pro výrobu živných roztoků a suspenzí — pro hnojivou zálivku	Celkový dusík Dusičnanový dusík Vodorozpustný oxid vápenatý v případě účelů použití stanovených ve sloupci 5

▼B

1	2	3	4	5	6
6	Roztokové dusíkaté hnojivo s močovinoformaldehydem	Výrobek získaný chemickou cestou nebo rozpuštěním ve vodě močovinoformaldehydu a dusíkatého hnojiva ze seznamu A-1 v tomto nařízení, kromě výrobků 3a), 3b) a 5	18 % N vyjádřeného jako celkový dusík Nejméně jedna třetina deklarovaného obsahu celkového dusíku musí pocházet z močovinoformaldehydu Maximální obsah biuretu: (močovinový N + močovinoformaldehydový N) × 0,026		Celkový dusík Pro každou formu v množství nejméně 1 %: — Dusičnanový dusík — Amonný dusík — Močovinový dusík Močovinoformaldehydový dusík
7	Suspenzní dusíkaté hnojivo s močovinoformaldehydem	Výrobek získaný chemickou cestou nebo suspendováním ve vodě močovinoformaldehydu a dusíkatého hnojiva ze seznamu A-1 v tomto nařízení, kromě výrobků 3a), 3b) a 5	18 % N vyjádřeného jako celkový dusík Nejméně jedna třetina deklarovaného obsahu celkového dusíku musí pocházet z močovinoformaldehydu, z něhož musí být tři pětiny rozpustné v horké vodě Maximální obsah biuretu: (močovinový N + močovinoformaldehydový N) × 0,026		Celkový dusík Pro každou formu v množství nejméně 1 %: — Dusičnanový dusík — Amonný dusík — Močovinový dusík Močovinoformaldehydový dusík Dusík z močovinoformaldehydu rozpustného ve studené vodě Dusík z močovinoformaldehydu rozpustného pouze v horké vodě

C.2. *Vícesložková kapalná hnojiva*

C.2.1.	Označení typu:	Hnojivo NPK – roztokové
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek získaný chemickou cestou a rozpuštěním ve vodě, ve formě stálé za atmosférického tlaku, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu
	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 15 % (N + P_2O_5 + K_2O) — Pro každou živinu: 2 % N, 3 % P_2O_5, 3 % K_2O — Maximální obsah biuretu: močovinový N × 0,026

▼B

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Celkový dusík 2) Dusičnanový dusík 3) Amonný dusík 4) Močovinový dusík	Vodorozpustný P_2O_5	Vodorozpustný K_2O	1) Celkový dusík 2) Pokud je množství kterékoli formy dusíku 2) až 4) nejméně 1 % hmot., musí být deklarována 3) Pokud je obsah biuretu nižší než 0,2 %, lze připojit slova „s nízkým obsahem biuretu“	Vodorozpustný P_2O_5	1) Vodorozpustný oxid draselný 2) Slova „s nízkým obsahem chloru“ lze použít pouze tehdy, pokud obsah Cl nepřekračuje 2 % 3) Může být deklarován obsah chloru

C.2.2.	Označení typu:	Hnojivo NPK – suspenzní
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek v tekuté formě, jehož živiny pocházejí jak z látek v roztoku, tak z látek ve vodné suspenzi, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu
	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O) — Pro každou živinu: 3 % N, 4 % P_2O_5, 4 % K_2O — Maximální obsah biuretu: močovinový N × 0,026

▼B

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Celkový dusík 2) Dusičnanový dusík 3) Amonný dusík 4) Močovinový dusík	1) Vodorozpustný P_2O_5 2) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném 3) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném a ve vodě	Vodorozpustný K_2O	1) Celkový dusík 2) Pokud je množství kterékoli formy dusíku 2) až 4) nejméně 1 % (hmot.), musí být deklarována 3) Pokud je obsah biuretu nižší než 0,2 %, lze připojit slova „s nízkým obsahem biuretu“	Hnojiva nesmí obsahovat Thomasovu moučku, fosforečnan vápenato-hlinitý, kalcinované fosfáty, částečně rozložené fosfáty ani přírodní fosfáty 1) Pokud obsah vodorozpustného P_2O_5 nepřekročí 2 %, deklaruje se pouze rozpustnost 2) 2) Pokud je obsah vodorozpustného P_2O_5 nejméně 2 %, deklaruje se rozpustnost 3) a musí být uveden obsah vodorozpustného P_2O_5	1) Vodorozpustný oxid draselný 2) Slova „s nízkým obsahem chloru“ lze použít pouze tehdy, pokud obsah Cl nepřekračuje 2 % 3) Může být deklarován obsah chloru

C.2.3.	Označení typu:	Hnojivo NP – roztokové
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek získaný chemickou cestou a rozpuštěním ve vodě, ve formě stálé za atmosférického tlaku, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu
	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 18 % (N + P_2O_5) — Pro každou živinu: 3 % N, 5 % P_2O_5 — Maximální obsah biuretu: močovinový N × 0,026 %

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Celkový dusík 2) Dusičnanový dusík 3) Amonný dusík 4) Močovinový dusík	Vodorozpustný P_2O_5		1) Celkový dusík 2) Pokud je množství kterékoli formy dusíku 2) až 4) nejméně 1 % hmot., musí být deklarována 3) Pokud je obsah biuretu nižší než 0,2 %, lze připojit slova „s nízkým obsahem biuretu“	Vodorozpustný P_2O_5	

C.2.4.	Označení typu:	Hnojivo NP – suspenzní
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek v tekuté formě, jehož živiny pocházejí jak z látek v roztoku, tak z látek ve vodné suspenzi, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu
	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 18 % (N + P_2O_5) — Pro každou živinu: 3 % N, 5 % P_2O_5 — Maximální obsah biuretu: močovinový N × 0,026 %

▼B

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Celkový dusík 2) Dusičnanový dusík 3) Amonný dusík 4) Močovinový dusík	1) Vodorozpustný P_2O_5 2) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném 3) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném a ve vodě		1) Celkový dusík 2) Pokud je množství kterékoli formy dusíku 2) až 4) nejméně 1 % hmot., musí být deklarována 3) Pokud je obsah biuretu nižší než 0,2 %, lze připojit slova „s nízkým obsahem biuretu“	1) Pokud je obsah vodorozpustného P_2O_5 menší než 2 %, deklaruje se pouze rozpustnost 2) 2) Pokud je obsah vodorozpustného P_2O_5 neméně 2 %, deklaruje se rozpustnost 3) a musí být uveden obsah vodorozpustného P_2O_5. Hnojivo nesmí obsahovat Thomasovu moučku, fosforečnan vápenato-hlinitý, kalcinované fosfáty, částečně rozložený fosfát ani přírodní fosfáty	

C.2.5.	Označení typu:	Hnojivo NK – roztokové
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek získaný chemickou cestou a rozpuštěním ve vodě, ve formě stálé za atmosférického tlaku, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu
	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 15 % (N + K_2O) — Pro každou živinu: 3 % N, 5 % K_2O — Maximální obsah biuretu: močovinový N × 0,026

▼B

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Celkový dusík 2) Dusičnanový dusík 3) Amonný dusík 4) Močovinový dusík		Vodorozpustný K_2O	1) Celkový dusík 2) Pokud je množství kterékoli formy dusíku 2) až 4) nejméně 1 % hmot., musí být deklarována 3) Pokud je obsah biuretu nižší než 0,2 %, lze připojit slova „s nízkým obsahem biuretu“		1) Vodorozpustný oxid draselný 2) Slova „s nízkým obsahem chloru“ lze použít pouze tehdy, pokud obsah Cl nepřekračuje 2 % 3) Může být deklarován obsah chloru

C.2.6.	Označení typu:	Hnojivo NK – suspenzní
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek v tekuté formě, jehož živiny pocházejí jak z látek v roztoku, tak z látek ve vodné suspenzi, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu
	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 18 % (N + K_2O) — Pro každou živinu: 3 % N, 5 % K_2O — Maximální obsah biuretu: močovinový N × 0,026

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Celkový dusík 2) Dusičnanový dusík 3) Amonný dusík 4) Močovinový dusík		Vodorozpustný K_2O	1) Celkový dusík 2) Pokud je množství kterékoli formy dusíku 2) až 4) nejméně 1 % hmot., musí být deklarována 3) Pokud je obsah biuretu nižší než 0,2 %, lze připojit slova „s nízkým obsahem biuretu“		1) Vodorozpustný oxid draselný 2) Slova „s nízkým obsahem chloru“ lze použít pouze tehdy, pokud obsah Cl nepřekračuje 2 % 3) Může být deklarován obsah chloru

C.2.7.	Označení typu:	Hnojivo PK – roztokové
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek získaný chemickou cestou a rozpuštěním ve vodě, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu
	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 18 % (P_2O_5 + K_2O) — Pro každou živinu: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

▼B

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	Vodorozpustný P_2O_5	Vodorozpustný K_2O		Vodorozpustný P_2O_5	1) Vodorozpustný oxid draselný 2) Slova „s nízkým obsahem chloru“ lze použít pouze tehdy, pokud obsah Cl nepřekračuje 2 % 3) Může být deklarován obsah chloru

C.2.8.	Označení typu:	Hnojivo PK – suspenzní
	Údaje o způsobu výroby:	Výrobek v tekuté formě, jehož živiny pocházejí jak z látek v roztoku, tak z látek ve vodné suspenzi, bez přídavku organických živin živočišného nebo rostlinného původu
	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech):	— Celkový: 18 % (P_2O_5 + K_2O) — Pro každou živinu: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

Formy, rozpustnost a obsah živin, které musí být deklarovány podle sloupců 4, 5 a 6 Velikost částic			Údaje pro identifikaci hnojiv Další požadavky		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	1) Vodorozpustný P_2O_5 2) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném 3) P_2O_5 rozpustný v neutrálním citronanu amonném a ve vodě	Vodorozpustný K_2O		1) Pokud je obsah vodorozpustného P_2O_5 menší než 2 %, deklaruje se pouze rozpustnost 2) 2) Pokud je obsah vodorozpustného P_2O_5 nejméně 2 %, deklaruje se rozpustnost 3) a musí být uveden obsah vodorozpustného P_2O_5 Hnojiva nesmí obsahovat Thomasovu moučku, fosforečnan vápenato-hlinitý, kalcinované fosfáty, částečně rozložené fosfáty ani přírodní fosfáty	1) Vodorozpustný oxid draselný 2) Slova „s nízkým obsahem chloru“ lze použít pouze tehdy, pokud obsah Cl nepřekračuje 2 % 3) Může být deklarován obsah chloru

D. **Minerální hnojiva s druhotnými živinami**

Číslo	Označení typu	Údaje o způsobu výroby a hlavních složkách	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech) Údaje o vyjádření živin Další požadavky	Další údaje o označení typu	Živiny, jejichž obsah musí být deklarován Formy a rozpustnost živin Další kritéria
1	2	3	4	5	6
1	Síran vápenatý	Přírodní nebo průmyslový výrobek obsahující síran vápenatý v různých hydratačních stupních	25 % CaO 35 % SO_3 Vápník a síra vyjádřeny jako celkový CaO + SO_3 Jemnost mletí: — nejméně 80 % propadne sítem 2 mm, — nejméně 99 % propadne sítem 10 mm	Lze doplnit obvyklými obchodními názvy	Celkový oxid sírový Nepovinně: celkový CaO

▼B

1	2	3	4	5	6
2	Chlorid vápenatý – roztok	Chemicky získaný roztok chloridu vápenatého	12 % CaO Vápník vyjádřený jako vodorozpustný CaO		Oxid vápenatý Nepovinně: pro aplikaci na list
3	Elementární síra	Více či méně přečištěný přírodní nebo průmyslový výrobek	98 % S (245 %: SO_3) Síra vyjádřená jako celkový SO_3		Celkový oxid sírový
4	Kieserit	Výrobek nerostného původu obsahující monohydrát síranu hořečnatého jako hlavní složku	24 % MgO 45 % SO_3 Hořčík a síra vyjádřeny jako oxid hořečnatý a oxid sírový, vodorozpustný	Lze doplnit obvyklými obchodními názvy	Vodorozpustný oxid hořečnatý Nepovinně: vodorozpustný oxid sírový
5	Síran hořečnatý	Výrobek obsahující heptahydrát síranu hořečnatého jako hlavní složku	15 % MgO 28 % SO_3 Hořčík a síra vyjádřeny jako vodorozpustný oxid hořečnatý a oxid sírový	Lze doplnit obvyklými obchodními názvy	Vodorozpustný oxid hořečnatý Nepovinně: vodorozpustný oxid sírový
5.1	Síran hořečnatý – roztok	Výrobek získaný rozpuštěním síranu hořečnatého průmyslového původu ve vodě	5 % MgO 10 % SO_3 Hořčík a síra vyjádřeny jako vodorozpustný oxid hořečnatý a vodorozpustný síranový aniont	Lze doplnit obvyklými obchodními názvy	Vodorozpustný oxid hořečnatý Nepovinně: vodorozpustný síranový aniont
5.2	Hydroxid hořečnatý	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku hydroxid hořečnatý	60 % MgO Velikost částic: nejméně 99 % propadne sítem 0,063 mm		Celkový oxid hořečnatý
5.3	Hydroxid hořečnatý – suspenze	Výrobek získaný suspendováním typu 5.2	24 % MgO		Celkový oxid hořečnatý
6	Chlorid hořečnatý – roztok	Výrobek získaný rozpuštěním chloridu hořečnatého průmyslového původu	13 % MgO Hořčík vyjádřený jako oxid hořečnatý Maximální obsah vápníku: 3 % CaO		Oxid hořečnatý

▼B

E. **Minerální hnojiva se stopovými živinami**

Vysvětlivka: Následující poznámky platí pro celou část E.

Poznámka 1: Chelátotvorné činidlo může být označeno zkratkou uvedenou v oddíle E.3.

Poznámka 2: Je-li výrobek beze zbytku vodorozpustný, lze jej označit jako „rozpustný“.

Poznámka 3: Pokud je stopová živina přítomna ve formě chelátu, uvede se rozmezí pH, v kterém je zaručena přijatelná stabilita chelátové frakce.

E.1. *Hnojiva obsahující pouze jednu stopovou živinu*

E.1.1. *Bor*

Číslo	Označení typu	Údaje o způsobu výroby a hlavních složkách	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech) Údaje o vyjádření živin Další požadavky	Další údaje o označení typu	Živiny, jejichž obsah musí být deklarován Formy a rozpustnost živin Další kritéria
1	2	3	4	5	6
1a	Kyselina boritá	Výrobek získaný z boritanu působením kyseliny	14 % vodorozpustného B	Lze doplnit obvyklými obchodními názvy	Vodorozpustný bor (B)
1b	Boritan sodný	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku boritan sodný	10 % vodorozpustného B	Lze doplnit obvyklými obchodními názvy	Vodorozpustný bor (B)
1c	Boritan vápenatý	Výrobek získaný z kolemanitu nebo pandermitu obsahující jako hlavní složku boritany vápenaté	7 % celkového B Velikost částic: nejméně 98 % projde sítem 0,063 mm	Lze doplnit obvyklými obchodními názvy	Celkový bor (B)
1d	Borethanolamin	Výrobek získaný reakcí kyseliny borité s ethanolaminem	8 % vodorozpustného B		Vodorozpustný bor (B)
1e	Roztokové hnojivo s borem	Výrobek získaný rozpuštěním typů 1a nebo 1b nebo 1d ve vodě	2 % vodorozpustného B	Označení musí obsahovat názvy přítomných složek	Vodorozpustný bor (B)
1f	Suspenzní hnojivo s borem	Výrobek získaný suspendováním typů 1a nebo 1b nebo 1d ve vodě	2 % vodorozpustného B	Označení musí obsahovat názvy přítomných složek	Vodorozpustný bor (B)

▼B

E.1.2. *Kobalt*

Číslo	Označení typu	Údaje o způsobu výroby a hlavních složkách	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech) Údaje o vyjádření živin Další požadavky	Další údaje o označení typu	Živiny, jejichž obsah musí být deklarován Formy a rozpustnost živin Další kritéria
1	2	3	4	5	6
2a	Kobaltová sůl	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku minerální sůl kobaltu	19 % vodorozpustného Co	Označení musí obsahovat název minerálního aniontu	Vodorozpustný kobalt (Co)
2b	Chelát kobaltu	Vodorozpustný výrobek získaný chemickým navázáním kobaltu na chelátotvorné činidlo	2 % vodorozpustného Co, nejméně 8/10 jeho deklarované hodnoty je ve formě chelátu	Název chelátotvorného činidla	Vodorozpustný kobalt (Co) Kobalt ve formě chelátu (Co)
2c	Kobalt – roztokové hnojivo	Výrobek získaný rozpuštěním typů 2a nebo jednoho z typů 2b ve vodě	2 % vodorozpustného Co	Označení musí obsahovat: 1) název minerálního aniontu (názvy minerálních aniontů); 2) název kteréhokoli chelátotvorného činidla, pokud je přítomno	Vodorozpustný kobalt (Co) Kobalt ve formě chelátu (Co), pokud je přítomen

E.1.3. *Měď*

Číslo	Označení typu	Údaje o způsobu výroby a hlavních složkách	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech) Údaje o vyjádření živin Další požadavky	Další údaje o označení typu	Živiny, jejichž obsah musí být deklarován Formy a rozpustnost živin Další kritéria
1	2	3	4	5	6
3a	Sůl mědi	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku minerální sůl mědi	20 % vodorozpustné Cu	Označení musí obsahovat název minerálního aniontu	Vodorozpustná měď (Cu)

▼B

1	2	3	4	5	6
3b	Oxid měďnatý	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku oxid měďnatý	70 % celkové Cu Velikost částic: nejméně 98 % projde sítem 0,063 mm		Celková měď (Cu)
3c	Hydroxid měďnatý	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku hydroxid měďnatý	45 % celkové Cu Velikost částic: nejméně 98 % projde sítem 0,063 mm		Celková měď (Cu)
3d	Chelát mědi	Vodorozpustný výrobek získaný chemickým navázáním mědi na chelátotvorné činidlo	9 % vodorozpustné Cu, nejméně 8/10 jeho deklarované hodnoty je ve formě chelátu	Název chelátotvorného činidla	Vodorozpustná měď (Cu) Měď ve formě chelátu (Cu)
3e	Hnojivo na bázi mědi	Výrobek získaný smísením typů 3a nebo 3b nebo 3c nebo jednoho z typů 3d, případně plniva, které není živinou a není toxické	5 % celkové Cu	Označení musí obsahovat: 1) název (názvy) složek na bázi mědi; 2) název kteréhokoli chelátotvorného činidla, pokud je přítomno	Celková měď (Cu) Vodorozpustná měď (Cu), pokud její obsah činí nejméně 1/4 celkové mědi Měď ve formě chelátu (Cu), pokud je přítomen
3f	Měď – roztokové hnojivo	Výrobek získaný rozpuštěním typů 3a nebo 3d ve vodě	3 % vodorozpustné Cu	Označení musí obsahovat: 1) název minerálního aniontu (názvy minerálních aniontů); 2) název kteréhokoli chelátotvorného činidla, pokud je přítomno	Vodorozpustná měď (Cu) Měď ve formě chelátu (Cu), pokud je přítomen
3g	Chlorid-hydroxid měďnatý	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku chlorid-trihydroxid měďnatý [$Cu_2Cl(OH)_3$]	50 % celkové Cu Velikost částic: nejméně 98 % propadne sítem 0,063 mm		Celková měď (Cu)
3h	Chlorid-hydroxid měďnatý– suspenze	Výrobek získaný suspendováním typu 3g	17 % celkové Cu		Celková měď (Cu)

▼M4

E.1.4. *Železo*

Číslo	Označení typu	Údaje o způsobu výroby a hlavních složkách	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech) Údaje o vyjádření živin Další požadavky	Další údaje o označení typu	Živiny, jejichž obsah musí být deklarován Formy a rozpustnost živin Další kritéria
1	2	3	4	5	6
4a	Sůl železa	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku minerální sůl železa	12 % vodorozpustného Fe	Označení musí obsahovat název minerálního aniontu	Vodorozpustné železo (Fe)
4b	Chelát železa	Vodorozpustný výrobek získaný chemickým navázáním železa na chelátotvorné činidlo uvedené v oddílu E.3. přílohy I	5 % vodorozpustného železa, u něhož chelátová frakce představuje nejméně 80 % a nejméně 50 % vodorozpustného železa je v chelátu s deklarovaným(i) chelátotvorným(i) činidlem (činidly)	Název každého chelátotvorného činidla uvedeného v seznamu oddílu E.3.1. přílohy I, které vytváří chelát alespoň z 1 % vodorozpustného železa	Vodorozpustné železo (Fe) Železo (Fe) v chelátu s každým chelátotvorným činidlem, které je deklarováno v označení typu a které může být identifikováno a kvantitativně vyjádřeno podle evropské normy
4c	Železo – roztokové hnojivo	Výrobek získaný rozpuštěním typů 4a a/nebo jednoho z typů 4b ve vodě	2 % vodorozpustného Fe	Označení musí obsahovat: 1. název minerálního aniontu (názvy minerálních aniontů); 2. název kteréhokoli chelátotvorného činidla, pokud je přítomno, které vytváří chelát alespoň z 1 % vodorozpustného železa (Fe)	Vodorozpustné železo (Fe) Železo ve formě chelátu (Fe), pokud je přítomen Železo (Fe) v chelátu s každým chelátotvorným činidlem, které je deklarováno v označení typu a které může být identifikováno a kvantitativně vyjádřeno podle evropské normy

▼B

E.1.5. *Mangan*

Číslo	Označení typu	Údaje o způsobu výroby a hlavních složkách	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech) Údaje o vyjádření živin Další požadavky	Další údaje o označení typu	Živiny, jejichž obsah musí být deklarován Formy a rozpustnost živin Další kritéria
1	2	3	4	5	6
5a	Sůl manganu	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku minerální sůl manganu (Mn^{II})	17 % vodorozpustného Mn	Označení musí obsahovat název vázaného aniontu	Vodorozpustný mangan (Mn)
5b	Chelát manganu	Vodorozpustný výrobek získaný chemickým navázáním manganu na chelátotvorné činidlo	5 % vodorozpustného Mn, nejméně 8/10 deklarované hodnoty je ve formě chelátu	Název chelátotvorného činidla	Vodorozpustný mangan (Mn) Mangan ve formě chelátu (Mn)
5c	Oxid manganu	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složky oxidy manganu	40 % celkového Mn Velikost částic: nejméně 80 % projde sítem 0,063 mm		Celkový mangan (Mn)
5d	Hnojivo na bázi manganu	Výrobek získaný smísením typů 5a a 5c	17 % celkového Mn	Označení musí obsahovat název složek na bázi manganu	Celkový mangan (Mn) Vodorozpustný mangan (Mn), pokud jeho obsah činí alespoň 1/4 celkového manganu
5e	Mangan – roztokové hnojivo	Výrobek získaný rozpuštěním typů 5a nebo jednoho z typů 5b ve vodě	3 % vodorozpustného Mn	Označení musí obsahovat: 1) název minerálního aniontu (názvy minerálních aniontů); 2) název kteréhokoli chelátotvorného činidla, pokud je přítomno.	Vodorozpustný mangan (Mn) Mangan ve formě chelátu (Mn), pokud je přítomen

▼B

E.1.6. *Molybden*

Číslo	Označení typu	Údaje o způsobu výroby a hlavních složkách	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech) Údaje o vyjádření živin Další požadavky	Další údaje o označení typu	Živiny, jejichž obsah musí být deklarován Formy a rozpustnost živin Další kritéria
1	2	3	4	5	6
6a	Molybdenan sodný	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku molybdenan sodný	35 % vodorozpustného Mo		Vodorozpustný molybden (Mo)
6b	Molybdenan amonný	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku molybdenan amonný	50 % vodorozpustného Mo		Vodorozpustný molybden (Mo)
6c	Hnojivo na bázi molybdenu	Výrobek získaný smísením typů 6a a 6b	35 % vodorozpustného Mo	Označení musí obsahovat názvy složek na bázi molybdenu	Vodorozpustný molybden (Mo)
6d	Molybden – roztokové hnojivo	Výrobek získaný rozpuštěním typů 6a nebo jednoho z typů 6b ve vodě	3 % vodorozpustného Mo	Označení musí obsahovat název složky (názvy složek) na bázi molybdenu	Vodorozpustný molybden (Mo)

E.1.7. *Zinek*

Číslo	Označení typu	Údaje o způsobu výroby a hlavních složkách	Minimální obsah živin (v hmotnostních procentech) Údaje o vyjádření živin Další požadavky	Další údaje o označení typu	Živiny, jejichž obsah musí být deklarován Formy a rozpustnost živin Další kritéria
1	2	3	4	5	6
7a	Sůl zinku	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku minerální sůl zinku	15 % vodorozpustného Zn	Označení musí obsahovat název minerálního aniontu	Vodorozpustný zinek (Zn)
7b	Chelát zinku	Vodorozpustný výrobek získaný chemickým navázáním zinku na chelátotvorné činidlo	5 % vodorozpustného Zn, nejméně 8/10 deklarovaného obsahu je ve formě chelátu	Název chelátotvorného činidla	Vodorozpustný zinek (Zn) Zinek ve formě chelátu (Zn)

▼B

1	2	3	4	5	6
7c	Oxid zinečnatý	Výrobek získaný chemickou cestou obsahující jako hlavní složku oxid zinečnatý	70 % celkového zinku Velikost částic: nejméně 80 % propadne sítem 0,063 mm		Celkový zinek (Zn)
7d	Hnojivo na bázi zinku	Výrobek získaný smísením typů 7a a 7c	30 % celkového Zn	Označení musí obsahovat názvy přítomných složek na bázi zinku	Celkový zinek (Zn) Vodorozpustný zinek (Zn), pokud jeho obsah činí nejméně 1/4 celkového zinku (Zn)
7e	Zinek – roztokové hnojivo	Výrobek získaný rozpuštěním typů 7a nebo jednoho z typů 7b ve vodě	3 % vodorozpustného Zn	Označení musí obsahovat: 1) název minerálního aniontu (názvy minerálních aniontů); 2) název kteréhokoli chelátotvorného činidla, pokud je přítomno.	Vodorozpustný zinek (Zn) Zinek ve formě chelátu (Zn), pokud je přítomen

▼B

E.2. *Minimální obsah stopových živin v hmotnostních procentech hnojiva*

E.2.1. *Tuhé nebo kapalné směsi stopových živin*

	Stopová živina je přítomna ve formě	
	výlučně minerální	chelátu nebo komplexu
Pro stopovou živinu:		
Bor (B)	0,2	0,2
Kobalt (Co)	0,02	0,02
Měď (Cu)	0,5	0,1
Železo (Fe)	2,0	0,3
Mangan (Mn)	0,5	0,1
Molybden (Mo)	0,02	–
Zinek (Zn)	0,5	0,1

Minimální celkový obsah stopových živin v tuhé směsi: 5 % hmot. hnojiva

Minimální celkový obsah stopových živin v kapalné směsi: 2 % hmot. hnojiva

E.2.2. *Hnojiva ES pro půdní hnojení obsahující hlavní nebo druhotné živiny se stopovými živinami*

	Pro plodiny nebo pastviny	Pro zahradnictví
Bor (B)	0,01	0,01
Kobalt (Co)	0,002	–
Měď (Cu)	0,01	0,002
Železo (Fe)	0,5	0,02
Mangan (Mn)	0,1	0,01
Molybden (Mo)	0,001	0,001
Zinek (Zn)	0,01	0,002

E.2.3. *Hnojiva ES pro listové hnojení obsahující hlavní nebo druhotné živiny se stopovými živinami*

Bor (B)	0,010
Kobalt (Co)	0,002
Měď (Cu)	0,002
Železo (Fe)	0,020
Mangan (Mn)	0,010
Molybden (Mo)	0,001
Zinek (Zn)	0,002

▼M4

E.3. *Seznam povolených organických chelátotvorných a komplexotvorných činidel pro stopové živiny*

Následující látky jsou povoleny, pokud je jejich odpovídající chelát živin v souladu s požadavky směrnice Rady 67/548/EHS ([1]).

([1]) Úř. věst. 196, 16.8.1967, s. 1.

▼M4

E.3.1. *Chelátotvorná činidla* ([1])

Kyseliny nebo sodné, draselné nebo amonné soli:

			Číslo CAS kyseliny ([3])
ethylendiamintetraoctová kyselina	EDTA	$C_{10}H_{16}O_8N_2$	60-00-4
N'-(2-hydroxyethyl)ethylendiamin-N,N,N'-trioctová kyselina	HEEDTA	$C_{10}H_{18}O_7N_2$	150-39-0
diethylentriaminpentaoctová kyselina	DTPA	$C_{14}H_{23}O_{10}N_3$	67-43-6
ethylendiamin-N,N-bis [(2-hydroxyfenyl)octová kyselina]	[o,o] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	1170-02-1
ethylendiamin-N-[(2-hydroxyfenyl)octová kyselina]-N'-[(4-hydroxyfenyl)octová kyselina]	[o,p] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	475475-49-1
ethylendiamin-N,N'-bis [(2-hydroxy-methylfenyl)octová kyselina]	[o,o] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641632-90-8
ethylendiamin-N-[(2-hydroxy-methylfenyl) octová kyselina]-N'-[(4-hydroxy-methylfenyl) octová kyselina]	[o,p] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641633-41-2
ethylendiamin-N,N'-bis [(2-hydroxy-5-karboxyfenyl)octová kyselina]	EDDCHA	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$	85120-53-2
ethylendiamin di-(2-hydroxy-5-sulfofenyloctová) kyselina a její kondenzační produkty	EDDHSA	$C_{18}H_{20}O_{12}N_2S_2$ + n* ($C_{12}H_{14}O_8N_2S$)	57368-07-7 a 642045-40-7

E.3.2. *Komplexotvorná činidla:*

Seznam se připravuje.

▼M5

F. **Inhibitory nitrifikace a ureázy**

Inhibitory nitrifikace a ureázy uvedené v tabulkách F.1. a F.2. níže mohou být přidány do dusíkatých typů hnojiv uvedených v oddílech A.1., B.1., B.2., B.3., C.1. a C.2. přílohy I při splnění těchto ustanovení:

1. nejméně 50 % obsahu celkového dusíku v hnojivu se skládá z forem dusíku uvedených ve sloupci 3;

2. nepatří k typům hnojiv uvedeným ve sloupci 4.

U hnojiv, do nichž byl přidán inhibitor nitrifikace uvedený v tabulce F.1., se k jejich označení typu doplní slova „s inhibitorem nitrifikace ([označení typu inhibitoru nitrifikace])“.

U hnojiv, do nichž byl přidán inhibitor ureázy uvedený v tabulce F.2., se k jejich označení typu doplní slova „s inhibitorem ureázy ([označení typu inhibitoru ureázy])“.

([1]) Názvy a kvantitativní vyjádření chelátotvorných činidel mají odpovídat evropské normě, která se na zmíněná chelátotvorná činidla vztahuje.
([2]) Pouze pro informaci.

▼**M5**

Osoba odpovědná za uvádění výrobku na trh musí ke každému balení nebo k volně ložené zásilce připojit co nejúplnější technické údaje. Tyto údaje musí uživateli zejména umožnit určit dávkování a intervaly mezi aplikacemi ve vztahu k pěstované plodině.

Do tabulek F.1. nebo F.2. lze zařadit nové inhibitory nitrifikace nebo inhibitory ureázy po vyhodnocení technických souborů předložených v souladu s pokyny, které budou vypracovány pro tyto složky.

F.1. *Inhibitory nitrifikace*

Číslo	Označení typu a složení inhibitoru nitrifikace	Minimální a maximální obsah inhibitoru jako hmotnostní procento celkového dusíku přítomného jako amonný dusík a močovinový dusík	Typy hnojiv ES, u nichž nesmí být inhibitor použit	Popis inhibitorů nitrifikace, s nimiž jsou povoleny směsi Údaje o povoleném poměru
1	2	3	4	5
1	Dikyandiamid Číslo ELINCS 207-312-8	minimum: 2,25 maximum: 4,5		

F.2. *Inhibitory ureázy*

Číslo	Označení typu a složení inhibitoru ureázy	Minimální a maximální obsah inhibitoru jako hmotnostní procento celkového dusíku přítomného jako močovinový dusík	Typy hnojiv ES, u nichž nesmí být inhibitor použit	Popis inhibitorů ureázy, s nimiž jsou povoleny směsi Údaje o povoleném poměru
1	2	3	4	5
1	*N*-butylthiofosfortriamid (NBPT) Číslo ELINCS 435-740-7	minimum: 0,09 maximum: 0,20		

▼B

PŘÍLOHA II

ODCHYLKY

Odchylky uvedené v této příloze jsou zápornými odchylkami v hmotnostních procentech.

Přípustné odchylky od deklarovaného obsahu živin u různých typů hnojiv ES jsou tyto:

1. **Jednosložková minerální hnojiva s hlavními živinami – absolutní hodnota v hmotnostních procentech, vyjádřeno jako N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl**

1.1. *Dusíkatá hnojiva*

ledek vápenatý	0,4
ledek vápenatohořečnatý	0,4
dusičnan sodný	0,4
chilský ledek	0,4
dusíkaté vápno	1,0
dusíkaté vápno s dusičnanem	1,0
síran amonný	0,3
dusičnan amonný nebo dusičnan amonný s vápencem:	
— do 32 % včetně	0,8
— nad 32 %	0,6
síran amonný s dusičnanem amonným	0,8
dusičnan amonný se síranem amonným a síranem hořečnatým	0,8
dusičnan amonný s hořčíkem	0,8
močovina	0,4
ledek vápenatý – suspenze	0,4
roztoková dusíkatá hnojiva s močovinoformaldehydem	0,4
suspenzní dusíkatá hnojiva s močovinoformaldehydem	0,4
močovina se síranem amonným	0,5
kapalné dusíkaté hnojivo	0,6
roztok dusičnanu amonného s močovinou	0,6

1.2. *Fosforečná hnojiva*

Thomasova moučka:

— deklarovaný obsah vyjádřený rozmezím 2 % hmot.	0,0
— dejklarovaný obsah vyjádřený jako jedno číslo	1,0

Ostatní fosforečná hnojiva

Rozpustnost P_2O_5:	(číslo hnojiva podle přílohy I)	
— v minerálních kyselinách	(3, 6, 7)	0,8
— v kyselině mravenčí	(7)	0,8
— v neutrálním citronanu amonném	(2a, 2b, 2c)	0,8
— v alkalickém citronanu amonném	(4, 5, 6)	0,8
— ve vodě	(2a, 2b, 3)	0,9
	(2c)	1,3

▼B

1.3. *Draselná hnojiva*

kainit (surová draselná sůl)	1,5
obohacená surová draselná sůl	1,0
chlorid draselný:	
— do 55 % včetně	1,0
— nad 55 %	0,5
chlorid draselný s hořčíkem	1,5
síran draselný	0,5
síran draselný s hořčíkem	1,5

1.4. *Další složky*

chloridy	0,2

2. **Minerální vícesložková hnojiva s hlavními živinami**

2.1. *Živiny*

N	1,1
P_2O_5	1,1
K_2O	1,1

2.2. *Celkové záporné odchylky od deklarované hodnoty*

dvousložková hnojiva	1,5
trísložková hnojiva	1,9

3. **Druhotné živiny v hnojivech**

Přípustné odchylky od deklarovaných hodnot vápníku, hořčíku, sodíku a síry se stanoví na čtvrtinu deklarovaného obsahu těchto prvků a nejvýše 0,9 % absolutní hodnoty obsahu pro CaO, MgO, Na_2O a SO_3, tj. 0,64 pro Ca, 0,55 pro Mg, 0,67 pro Na a 0,36 pro S.

4. **Stopové živiny v hnojivech**

Přípustné odchylky od deklarovaného obsahu stopových živin činí

— 0,4 % v absolutní hodnotě při obsahu vyšším než 2 %,

— jedna pětina deklarované hodnoty při obsahu nepřesahujícím 2 %.

Přípustná odchylka od deklarovaného obsahu jednotlivých forem dusíku nebo deklarované rozpustnosti oxidu fosforečného činí jednu desetinu celkového obsahu dané živiny, nejvýše však 2 % hmot., za předpokladu, že celkový obsah této živiny zůstane v mezích stanovených v příloze I a v mezích odchylek stanovených výše.

▼B

PŘÍLOHA III

TECHNICKÁ USTANOVENÍ PRO HNOJIVA TYPU DUSIČNANU AMONNÉHO S VYSOKÝM OBSAHEM DUSÍKU

1. **Charakteristiky jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku a jejich limitní hodnoty**

1.1. *Porozita (zachycení oleje)*

Zachycení oleje hnojivem, které nejprve prošlo dvěma tepelnými cykly v rozmezí teplot 25 až 50 °C a které je v souladu s ustanoveními části 2 oddílu 3 této přílohy, nesmí překročit 4 % hmot.

1.2. *Spalitelné příměsi*

Obsah spalitelných látek v hmotnostních procentech, měřený jako uhlík, nesmí u hnojiv s obsahem dusíku nejméně 31,5 % hmot. překročit 0,2 % a u hnojiv s obsahem dusíku nejméně 28 % hmot., ale méně než 31,5 % hmot., nesmí překročit 0,4 %.

1.3. *pH*

Roztok 10 g hnojiva ve 100 ml vody musí mít pH nejméně 4,5.

1.4. *Granulometrická analýza*

Sítem o velikosti oka 1 mm nesmí projít více než 5 % hmot. hnojiva a sítem o velikosti oka 0,5 mm nesmí projít více než 3 % hmot.

1.5. *Chlor*

Nejvyšší obsah chloru je stanoven na 0,02 % hmot.

1.6. *Těžké kovy*

Těžké kovy by neměly být přidávány záměrně a stopová množství těchto kovů vznikající při výrobním procesu by neměly překročit limitní hodnotu stanovenou výborem.

Obsah mědi nesmí být vyšší než 10 mg/kg.

Pro ostatní těžké kovy nejsou stanoveny žádné limitní hodnoty.

2. **Popis zkoušky odolnosti vůči výbuchu pro hnojiva typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku**

Zkouška se provádí na reprezentativním vzorku hnojiva. Před zkouškou odolnosti vůči výbuchu musí celé množství vzorku projít pěti tepelnými cykly splňujícími ustanovení části 3 oddílu 3 této přílohy.

Zkouška odolnosti hnojiva vůči výbuchu se provádí ve vodorovné ocelové trubce za těchto podmínek:

— bezešvá ocelová trubka,

— délka trubky: nejméně 1 000 mm,

— jmenovitý vnější průměr: nejméně 114 mm,

— nominální tloušťka stěny: nejméně 5 mm,

— rozbuška: typ a množství zvolené rozbušky by měly být takové, aby se maximalizoval detonační tlak na vzorek s cílem stanovit jeho náchylnost k šíření výbuchu,

— zkušební teplota: 15–25 °C,

— olověné válečky pro měření účinků výbuchu: průměr 50 mm a výška 100 mm,

— rozmístěné ve vzdálenosti 150 mm od sebe a podpírající trubku ve vodorovné poloze. Zkouška se provede dvakrát. Výsledek zkoušky se považuje za průkazný, dojdeli při obou zkouškách ke stlačení jednoho nebo více podpírajících olověných válečků o méně než 5 %.

▼B

3. **Metody pro kontrolu dodržení limitů stanovených v přílohách III-1 a III-2**

Metoda 1

Metoda použití termálních cyklů

1. **Předmět a oblast použití**

V tomto dokumentu jsou stanoveny postupy pro používání tepelných cyklů, které předcházejí zkoušce zadržení oleje prováděné u jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku a zkoušce výbušnosti prováděné jak u jednosložkových, tak u vícesložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

Metody uzavřených tepelných cyklů, jak jsou popsány v tomto oddílu, jsou považovány za dostatečné pro simulování podmínek, které je třeba vzít v úvahu v oblasti působnosti hlavy II kapitoly IV, avšak tato metoda nutně nesimuluje všechny možné okolnosti, které mohou nastat při přepravě a skladování.

2. **Tepelné cykly podle přílohy III-1**

2.1. *Oblast použití*

Tento postup slouží pro tepelné cyklování hnojiva před stanovením zadržení oleje.

2.2. *Podstata a definice*

Zkušební vzorek se v Erlenmeyerově baňce zahřeje z teploty okolí na teplotu 50 °C a na této teplotě se udržuje po dobu dvou hodin (fáze při 50 °C). Poté se ochladí až na teplotu 25 °C a na této teplotě se udržuje po dobu dvou hodin (fáze při 25 °C). Tyto dvě po sobě jdoucí fáze při 50 °C a 25 °C tvoří jeden tepelný cyklus. Poté, co zkušební vzorek projde dvěma tepelnými cykly, uchová se při teplotě 20 ± 3 °C pro stanovení hodnoty zadržení oleje.

2.3. *Přístroje a pomůcky*

Standardní laboratorní vybavení, zejména:

— vodní lázně temperované na 25 ± 1 °C a 50 ± 1 °C,

— Erlenmeyerovy baňky o objemu 150 ml.

2.4. *Pracovní postup*

Do každé Erlenmeyerovy baňky se odváží 70 ± 5 g zkušebního vzorku a baňky se uzavřou zátkou.

Každé dvě hodiny se baňky přenesou z lázně o teplotě 50 °C do lázně o teplotě 25 °C a naopak.

V obou lázních se voda udržuje na konstantní teplotě a rychlým mícháním se udržuje v pohybu tak, aby hladina vody v lázni byla nad hladinou vzorku. Kondenzaci na zátce se zabrání čepičkou z pěnové gumy.

3. **Používané tepelné cykly podle přílohy III-2**

3.1. *Oblast použití*

Tento postup slouží pro tepelné cyklování před provedením zkoušky výbušnosti.

3.2. *Podstata a definice*

Zkušební vzorek se ve vodotěsné nádržce zahřeje z teploty okolí na teplotu 50 °C a na této teplotě se udržuje po dobu jedné hodiny (fáze při 50 °C). Poté se ochladí až na teplotu 25 °C a na této teplotě se udržuje po dobu jedné hodiny (fáze při 25 °C). Tyto dvě po sobě jdoucí fáze při 50 °C a 25 °C tvoří jeden tepelný cyklus. Poté, co zkušební vzorek projde dvěma tepelnými cykly, uchová se při teplotě 20 ± 3 °C do provedení zkoušky odolnosti vůči výbuchu.

▼B

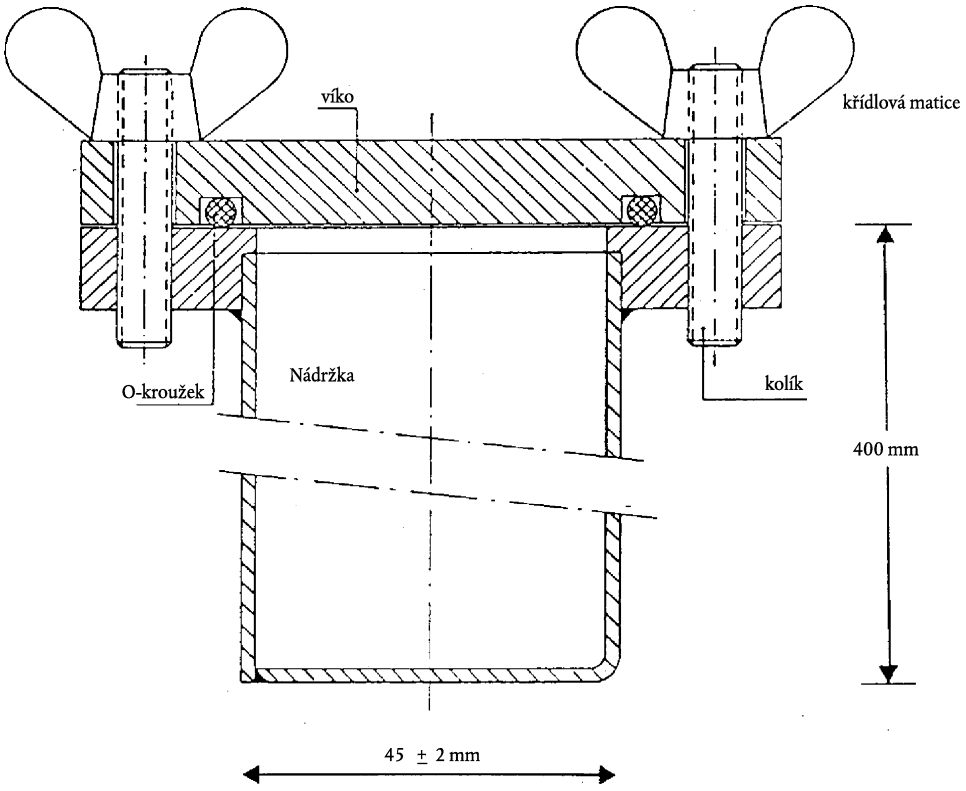
3.3. *Přístroje a pomůcky*

— Vodní lázeň, temperovaná v teplotním rozmezí 20 až 51 °C a s rychlostí ohřevu a chlazení minimálně 10 °C za hodinu, nebo dvě vodní lázně, z nichž jedna je temperovaná na teplotu 20 °C a druhá na 51 °C. Voda v lázni, respektive v lázních, se neustále míchá; objem lázně musí být tak velký, aby zajistil dostatečnou cirkulaci vody.

— Vodotěsná nádržka z korozivzdorné oceli, v jejímž středu je umístěn termočlánek. Vnější šířka nádržky je 45 ± 2 mm a tloušťka stěn je 1,5 mm (obrázek 1). Výšku a délku nádržky lze zvolit tak, aby vyhovovaly rozměrům vodní lázně, např. délka 600 mm, výška 400 mm.

3.4. *Pracovní postup*

Do nádržky se umístí množství hnojiva dostačující pro jeden výbuch a uzavře se víkem. Nádržka se umístí do vodní lázně. Voda se ohřeje na 51 °C a změří se teplota uprostřed hnojiva. Za jednu hodinu poté, co teplota uprostřed dosáhne 50 °C, se voda ochladí. Za jednu hodinu poté, co teplota uprostřed dosáhne 25 °C, se voda zahřeje, aby začal druhý cyklus. Použijíli se dvě vodní lázně, vloží se nádržka do druhé lázně po každém zahřátí/ochlazení.



Obrázek 1

Metoda 2

Stanovení schopnosti zadržet olej

1. **Předmět a oblast použití**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení schopnosti zadržet olej u jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

Tento postup je použitelný jak pro prilovaná, tak pro granulovaná hnojiva, která neobsahují látky rozpustné v oleji.

▼B

2. **Definice**

Schopnost hnojiva zadržet olej: množství oleje zadrženého hnojivem, stanovené za vymezených pracovních podmínek, vyjádřené v hmotnostních procentech.

3. **Podstata metody**

Zkušební vzorek se na určitou dobu zcela ponoří do plynového oleje; poté přebytečný olej odkape za přesně vymezených podmínek. Následuje stanovení nárůstu hmotnosti zkušebního vzorku.

4. **Chemikálie**

Plynový olej

Viskozita: max. 5 mPa.s při 40 °C

Hustota: 0,8 až 0,85 g/ml při 20 °C

Obsah siry: ≤ 1,0 % (m/m)

Popel: ≤ 0,1 % (m/m)

5. **Přístroje a pomůcky**

Standardní laboratorní vybavení a

5.1. Váha s přesností vážení na 0,01 g.

5.2. Kádinky o objemu 500 ml.

5.3. Nálevka z plastu nejlépe s válcovou stěnou při horním okraji, o průměru přibližně 200 mm.

5.4. Z kušební síto s otvory 0,5 mm zasazené do nálevky (5.3).

Poznámka: Velikost nálevky a síta musí být taková, aby na sobě leželo jen několik granulí a aby olej snadno odkapával.

5.5. Filtrační papír pro rychlou filtraci, krepový, měkký, gramáž 150 g/m^2.

5.6. Buničina (laboratorní).

6. **Pracovní postup**

6.1. Dvě jednotlivá stanovení se provedou rychle po sobě na oddělených částech stejného zkušebního vzorku.

6.2. Pomocí zkušebního síta (5.4) se odstraní částice menší než 0,5 mm. S přesností na 0,01 g se do kádinky (5.2) naváží přibližně 50 g vzorku. Přidá se dostatečné množství plynového oleje (4), aby se zcela zakryly všechny částice, a opatrně se promíchá, aby povrch všech částic byl plně smočen. Kádinka se přikryje hodinovým sklíčkem a nechá se stát jednu hodinu při 25 ± 2 °C.

6.3. Celý obsah kádinky se zfiltruje přes nálevku (5.3) se zkušebním sítem (5.4). Sítem zachycená část se zde nechá jednu hodinu, aby mohla odkapat většina přebytečného oleje.

6.4. Na hladkou plochu se na sebe položí dva listy filtračního papíru (5.5) (asi 500 × 500 mm); čtyři okraje obou filtračních papírů se ohnou nahoru v šířce asi 40 mm, aby se zabránilo skutálení částic. Do středu filtračních papírů se umístí dvě vrstvy buničiny (5.6). Veškerý obsah síta (5.4) se vysype na buničinu a částice se rovnoměrně rozprostřou pomocí měkkého plochého štětce. Po dvou minutách se jedna strana buničiny zvedne, aby se částice přesunuly na filtrační papíry pod ní, a rovnoměrně se na nich štětcem rozprostřou. Na vzorek se položí další filtrační papír rovněž s okraji ohnutými nahoru. Částice se mírným tlakem kroužívým pohybem válejí mezi filtračními papíry. Vždy po osmi kroužívých pohybech se ustane, aby se protější okraje filtračních papírů zvedly a aby se částice, které se skutálely na okraj, vrátily do středu. Postupuje se takto: provedou se čtyři úplné kroužívé pohyby, nejprve ve směru hodinových ručiček a poté proti směru hodinových ručiček. Poté se částice odkutálí zpět do středu, jak je popsáno výše. Tento postup se opakuje třikrát (24 kroužívých pohybů, dvakrát zvednuté okraje). Mezi dva spodní listy filtračního papíru se

▼B

opatrně vsune nový list filtračního papíru. Zvednutím okrajů horního listu se částice skutálí na tento nový list filtračního papíru. Částice se přikryjí novým listem filtračního papíru a opakuje se postup popsaný výše. Ihned po vyválení se částice přemístí do vytárované misky a znovu se zváží s přesností na 0,01 g pro stanovení hmotnosti zachyceného plynového oleje.

6.5. *Opakování postupu válení a nové zvážení*

Pokud je stanovené množství plynového oleje zachyceného na vzorku větší než 2 g, umístí se vzorek na čerstvou sadu filtračních papírů a postup válení za zvedání rohů podle odstavce 6.4 se opakuje (dvakrát osm krouživých pohybů, jedno zvednutí). Poté se vzorek znovu zváží.

7. **Vyjádření výsledků**

7.1. *Způsob výpočtu a vzorec*

Schopnost zadržet olej z každého stanovení (6.1), vyjádřená v hmotnostních procentech proseté části zkušebního vzorku, je dána rovnicí:

$$\text{Schopnost zadržet olej} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

kde:

m_1 je hmotnost prosetého zkušebního vzorku (6.2) (g),

m_2 je hmotnost zkušebního vzorku podle bodů 6.4 nebo 6.5 získaná jako výsledek posledního vážení (g).

Jako výsledek se bere aritmetický průměr dvou jednotlivých stanovení.

Metoda 3

Stanovení spalitelných složek

1. **Předmět a oblast použití**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení obsahu spalitelných složek v jednosložkových hnojivech typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

2. **Podstata metody**

Nejdříve se kyselinou odstraní oxid uhličitý vznikající z anorganických plnidel. Organické sloučeniny se oxidují směsí kyseliny chromové a sírové. Vytvořený oxid uhličitý se absorbuje v roztoku hydroxidu barnatého. Sraženina se rozpustí v roztoku kyseliny chlorovodíkové a měří se zpětnou titrací roztokem hydroxidu sodného.

3. **Chemikálie**

3.1. Oxid chromový CrO_3, p.a.

3.2. Kyselina sírová, 60 % obj.: do litrové kádinky se nalije 360 ml vody a opatrně se přidá 640 ml kyseliny sírové (hustota při 20 °C = 1,83 g/ml).

3.3. Dusičnan stříbrný: roztok o koncentraci 0,1 mol/l.

3.4. *Hydroxid barnatý*

Naváží se 15 g hydroxidu barnatého [$Ba(OH)_2.8H_2O$] a dokonale se rozpustí v horké vodě. Nechá se vychladnout a převede se do litrové baňky. Doplní se po značku a promíchá. Zfiltruje se přes skládaný filtrační papír.

3.5. Kyselina chlorovodíková: odměrný roztok o koncentraci 0,1 mol/l.

3.6. Hydroxid sodný: odměrný roztok o koncentraci 0,1 mol/l.

▼B

3.7. Bromfenolová modř: roztok 0,4 g v litru vody.

3.8. Fenolftalein: roztok 2 g v litru 60 % obj. ethanolu.

3.9. Natronové vápno: velikost částic 1,0 až 1,5 mm.

3.10. Demineralizovaná voda, čerstvě převařená, aby se odstranil oxid uhličitý.

4. **Přístroje a pomůcky**

4.1. *Standardní laboratorní vybavení, a zejména:*

— filtrační kelímek s fritovou destičkou o objemu 15 ml; průměr frity: 20 mm; celková výška: 50 mm; hustota frity 4 (průměr póru 5 až 15 μm),

— kádinka o objemu 600 ml.

4.2. Zdroj stlačeného dusíku.

4.3. Aparatura složená z následujících součástí a pokud možno sestavená pomocí kulových zábrusů *(obrázek 2)*.

4.3.1. Absorpční trubice A o délce asi 200 mm a průměru 30 mm naplněná natronovým vápnem (3.9) fixovaným zátkami ze skelné vaty.

4.3.2. Reakční baňka B s postranním hrdlem a kulatým dnem o objemu 500 ml.

4.3.3. Vigreuxova dělící kolona o délce asi 150 mm (C).

4.3.4. Dvouplášťový chladič C o délce 200 mm.

4.3.5. Drechselova láhev D sloužící k zachycení přebytečné kyseliny, která může vydestilovat.

4.3.6. Ledová lázeň E pro chlazení Drechselovy láhve.

4.3.7. Dvě absorpční nádoby F_1 a F_2 o průměru 32 až 35 mm, jejichž rozvod plynu tvoří 10 mm fritový kotouč o nízké hustotě.

4.3.8. Vývěva a vybavení pro regulaci sání G tvořené skleněným Tkusem vloženým do obvodu, jehož volný vývod je připojen krátkou pryžovou hadičkou se šroubovací svorkou k jemné kapiláře.

Pozor: Použití vroucího roztoku kyseliny chromové za sníženého tlaku v aparatuře je nebezpečná operace a vyžaduje odpovídající bezpečnostní opatření.

5. **Pracovní postup**

5.1. *Vzorek pro analýzu*

S přesností na 0,001 g se naváží přibližně 10 g dusičnanu amonného.

5.2. *Odstranění uhličitanů*

Zkušební vzorek se umístí do reakční baňky B. Přidá se 100 ml H_2SO_4 (3.2). Částice se rozpouštějí asi 10 min. při okolní teplotě. Způsobem uvedeným na nákresu se sestaví aparatura: jeden konec absorpční trubice (A) se přes zpětnou záklopku (obsahující 5 až 6 mm rtuti) připojí ke zdroji dusíku (4.2) a druhý konec se připojí k zaváděcí trubičce, která ústí do reakční baňky. Nasadí se Vigreuxova dělící kolona (C) a chladič (C) s připojeným zdrojem chladicí vody. Nastaví se mírný průtok dusíku roztokem, roztok se přivede k varu a zahřívá se dvě minuty. Na konci této doby by již nemělo docházet k šumění. Jeli patrné šumění, pokračuje se v zahřívání po dobu 30 min. Roztok se nechá za průtoku dusíku chladnout po dobu alespoň 20 min.

Sestavení aparatury se dokončí podle nákresu připojením trubice chladiče k Drechselově láhvi (D) a láhve k absorpčním nádobám F_1 a F_2. Při sestavování aparatury musí roztokem ještě stále procházet dusík. Do každé absorpční nádoby (F_1 a F_2) se rychle vlije po 50 ml roztoku hydroxidu barnatého (3.4).

Asi 10 min. se probublává proudem dusíku. V absorberech musí zůstat čirý roztok. Není-li tomu tak, musí se postup odstranění uhličitanů opakovat.

▼B

5.3. *Oxidace a absorpce*

Po vytažení zaváděcí trubičky pro dusík se postranním hrdlem reakční baňky (B) rychle přidá 20 g oxidu chromového (3.1) a 6 ml roztoku dusičnanu stříbrného (3.3). Aparatura se připojí k vývěvě a proud dusíku se nastaví tak, aby fritovými absorbery F_1 a F_2 procházel stálý proud bublinek plynu.

Obsah reakční baňky (B) se zahřeje k varu a udržuje se ve varu jednu a půl hodiny ([1]). Může být zapotřebí nastavit regulaci sacího ventilu (G) pro seřízení proudu dusíku, protože je možné, že uhličitan barnatý, vysrážený během zkoušky, ucpe fritové kotouče. Postup je vyhovující, pokud v absorberu F_2 zůstane čirý roztok hydroxidu barnatého. Neníli tomu tak, zkouška se opakuje. Přestane se zahřívat a aparatura se rozebere. Všechny rozvaděče (3.10) se z vnitřní i vnější strany omyjí, aby se odstranil hydroxid barnatý, a oplachová voda se shromáždí do příslušného absorberu. Rozvaděče se jeden po druhém umístí do kádinky o objemu 600 ml, která bude následně použita pro stanovení.

Filtračním kelímkem s fritou se rychle za sníženého tlaku filtruje nejprve obsah absorberu F_2 a poté obsah absorberu F_1. Sraženina se shromáždí vypláchnutím absorberů vodou (3.10) a kelímek se vymyje 50 ml vody stejné čistoty. Kelímek se umístí do kádinky o objemu 600 ml a přidá se asi 100 ml převařené vody (3.10). Do každého absorberu se dá po 50 ml vařící vody a rozvaděčem se nechá 5 min. procházet dusík. Voda se přidá k vodě z kádinky. Operace se opakuje ještě jednou, aby se zajistilo dokonalé opláchnutí rozvaděčů.

5.4. *Měření uhličitanů pocházejících z organického materiálu*

K obsahu v kádince se přidá pět kapek fenolftaleinu (3.8). Roztok zčervená. Po kapkách se přidává kyselina chlorovodíková (3.5), dokud růžové zbarvení nezmizí. Roztok v kelímku se dokonale promíchá a zkontroluje se, zda se růžové zbarvení neobjeví znovu. Přidá se pět kapek bromfenolové modři (3.7) a titruje se kyselinou chlorovodíkovou (3.5) až do zežloutnutí roztoku. Přidá se dalších 10 ml kyseliny chlorovodíkové.

Roztok se zahřeje k varu a vaří se nejdéle jednu minutu. Pečlivě se zkontroluje, zda v kapalině nezůstala žádná sraženina.

Nechá se vychladnout a provede se zpětná titrace roztokem hydroxidu sodného (3.6).

6. **Slepý pokus**

Stejným postupem a za použití stejného množství všech činidel se provede slepý pokus.

7. **Vyjádření výsledků**

Obsah spalitelných složek (*C*), vyjádřený jako uhlík, v hmotnostních procentech vzorku, je dán vzorcem:

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

kde:

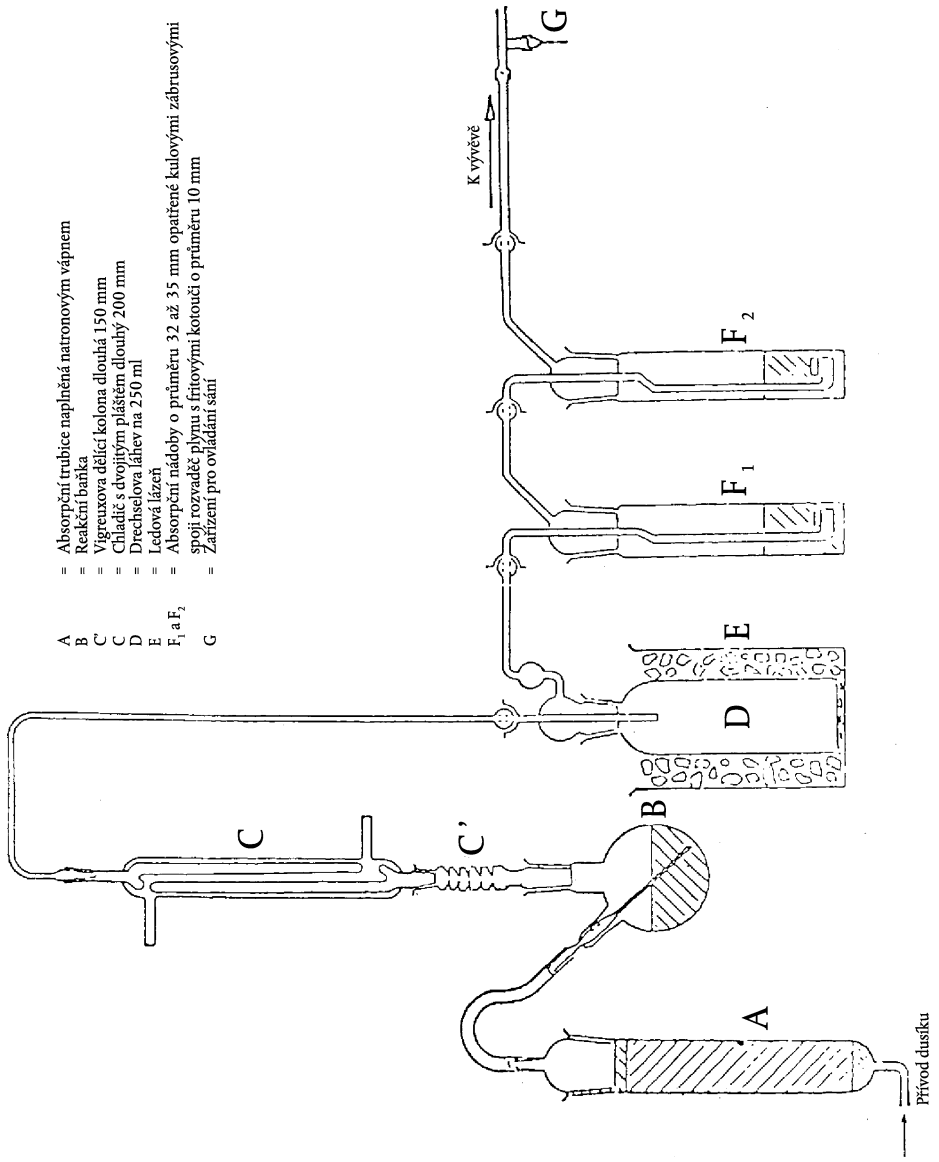
E = hmotnost zkušebního vzorku (g),

V_1 = celkový objem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,1 mol/l přidané po změně zbarvení fenolftaleinu (ml),

V_2 = objem roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l použitého pro zpětnou titraci (ml).

([1]) Reakční doba jedna a půl hodiny je pro většinu organických látek v přítomnosti katalyzátoru dusičnanu stříbrného dostatečná.

▼B



Obrázek 2

Metoda 4

Stanovení hodnoty pH

1. **Předmět a oblast použití**

V tomto dokumentu je určen postup pro měření hodnoty pH roztoků jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

2. **Podstata metody**

Měření pH roztoku dusičnanu amonného pomocí pHmetru.

3. **Chemikálie**

Destilovaná nebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého.

3.1. *Tlumivý roztok, pH 6,88 při 20 °C*

Rozpustí se 3,40 ± 0,01 g dihydrogenfosforečnanu draselného (KH_2PO_4) v přibližně 400 ml vody. Poté se rozpustí 3,55 ± 0,01 g hydrogenfosforečnanu disodného (Na_2HPO_4) v přibližně 400 ml vody. Oba roztoky se beze ztrát převedou do odměrné baňky o objemu 1 000 ml, doplní po značku a promíchají. Tento roztok se uchovává ve vzduchotěsné nádobě.

▼B

3.2. *Tlumivý roztok, pH 4,00 při 20 °C*

Ve vodě se rozpustí 10,21 ± 0,01 g hydrogenftalátu draselného ($KHC_8O_4H_4$), převede se beze ztrát do odměrné baňky o objemu 1 000 ml, doplní po značku a promíchá.

Tento roztok se uchovává ve vzduchotěsné nádobě.

3.3. Lze použít komerčně dostupné roztoky pH standardů.

4. **Přístroje a pomůcky**

pHmetr vybavený skleněnou a kalomelovou elektrodou nebo jejich ekvivalenty, citlivost 0,05 pH.

5. **Pracovní postup**

5.1. *Kalibrace pHmetru*

pHmetr (4) se kalibruje při teplotě 20 ± 1 °C za použití tlumivých roztoků (3.1), (3.2) nebo (3.3). V průběhu zkoušky proudí na povrch roztoku pomalý proud dusíku.

5.2. *Stanovení*

Na 10 ± 0,01 g vzorku v kádince o objemu 250 ml se nalije 100,0 ml vody. Nerozpustné látky se odstraní filtrací, dekantací nebo odstředěním kapaliny. Hodnota pH čirého roztoku při 20 ± 1 °C se měří stejným postupem jako při kalibraci pHmetru.

6. **Vyjádření výsledků**

Výsledky se vyjadřují v pH s přesností na 0,1 a uvede se použitá teplota.

Metoda 5

Stanovení velikosti částic

1. **Předmět a oblast použití**

V tomto dokumentu je určen postup pro prosévání vzorku jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

2. **Podstata metody**

Zkušební vzorek se prosévá sadou tří sít, buď ručně nebo mechanicky. Zaznamená se hmotnost podílu zadrženého na každém ze sít a v procentech se vypočte podíl materiálu, který prošel požadovanými síty.

3. **Přístroje a pomůcky**

3.1. Standardní zkušební síta o průměru 200 mm z drátěného pletiva s velikostí ok 2,0 mm, 1,0 mm a 0,5 mm. Sada sít s jedním víkem a jednou miskou.

3.2. Váhy s přesností vážení na 0,1 g.

3.3. Mechanická třepačka sít (jeli k dispozici), která je schopna pohybovat se zkušebním vzorkem svisle a vodorovně.

4. **Pracovní postup**

4.1. Vzorek se rozdělí na reprezentativní díly o hmotnosti přibližně 100 g.

4.2. Každý z těchto dílů se zváží s přesností na 0,1 g.

4.3. Sada sít se uspořádá ve vzestupném pořadí: miska, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm a na horní síto se umístí zvážený díl. Na horní síto sady se nasadí víko.

4.4. Třepe se ručně nebo třepačkou, vodorovně i svisle. Při ručním třepání se občas poklepe rukou. Tento proces se provádí 10 min. nebo tak dlouho, dokud není množství, které projde každým ze sít za jednu minutu, menší než 0,1 g.

4.5. Sada sít se rozebere a zadržený materiál se shromáždí. V případě potřeby se opačná strana síta jemně setře měkkým štětcem.

▼B

4.6. Materiál zadržený na každém ze sít a v misce se zváží s přesností na 0,1 g.

5. **Vyhodnocení výsledků**

5.1. Hmotnost jednotlivých podílů se přepočítá na procenta celkové hmotnosti podílů (nikoliv původní navážky).

Vypočítá se procentuální podíl v misce (tj. < 0,5 mm): A %

Vypočítá se procentuální podíl zachycený na 0,5 mm sítě: B %

Vypočítá se procentuální podíl prošlý 1,0 mm sítě, tj. (A + B) %

Součet hmotnostních podílů by se neměl lišit od počáteční hmotnosti o více než 2 %.

5.2. Měly by být provedeny alespoň dvě analýzy a jednotlivé výsledky pro A by se neměly lišit o více než ± 1,0 % a výsledky pro B o více než ± 1,5 %. Neníli tomu tak, zkouška se opakuje.

6. **Vyjádření výsledků**

Uvede se střední hodnota obou výsledků pro A a pro A + B.

Metoda 6

Stanovení obsahu chloru (jako chloridového iontu)

1. **Předmět a oblast použití**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení obsahu chloru (jako chloridového iontu) v jednosložkových hnojivech typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

2. **Podstata metody**

Chloridové ionty rozpuštěné ve vodě se stanoví potenciometrickou titrací dusičnanem stříbrným v kyselém prostředí.

3. **Chemikálie**

Destilovaná nebo demineralizovaná voda, bez chloridových iontů.

3.1. Aceton AR

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

3.3. Standardní roztok dusičnanu stříbrného o koncentraci 0,1 mol/l. Tento roztok se uchovává v hnědé skleněné láhvi.

3.4. Standardní roztok dusičnanu stříbrného o koncentraci 0,004 mol/l – tento roztok se připravuje těsně před použitím.

3.5. Standardní referenční roztok chloridu draselného o koncentraci 0,1 mol/l. S přesností na 0,1 mg se naváží 3,7276 g chloridu draselného p.a., který se předtím jednu hodinu sušil v sušárně při 130 °C a poté se nechal vychladnout v exsikátoru na teplotu okolí. Rozpustí se v malém množství vody, roztok se beze ztrát převede do odměrné baňky o objemu 500 ml, doplní po značku a promíchá.

3.6. Standardní referenční roztok chloridu draselného o koncentraci 0,004 mol/l; tento roztok se připravuje těsně před použitím.

4. **Přístroje a pomůcky**

4.1. Potenciometr s měřicí stříbrnou elektrodou a referenční kalomelovou elektrodou, citlivost 2 mV, rozsah od 500 do + 500 mV.

4.2. Můstek obsahující nasycený roztok dusičnanu draselného, spojený s kalomelovou elektrodou (4.1), opatřený na koncích porézními zátkami.

4.3. Magnetická míchačka s míchadlem potaženým teflonem.

4.4. Mikrobyreta s jemně vytaženou špičkou, dělená po 0,01 ml.

▼B

5. **Pracovní postup**

5.1. *Standardizace roztoku dusičnanu stříbrného*

Odebere se 5,00 ml a 10,00 ml standardního referenčního roztoku chloridu draselného (3.6) a umístí se do dvou širokých kádinek vhodného objemu (například 250 ml). Provede se následující titrace obsahu všech kádinek.

Přidá se 5 ml roztoku kyseliny dusičné (3.2), 120 ml acetonu (3.1) a dostatečné množství vody tak, aby celkový objem činil asi 150 ml. Do kádinky se vloží míchadlo magnetické míchačky (4.3) a míchačka se uvede do chodu. Do roztoku se ponoří stříbrná elektroda (4.1) a volný konec můstku (4.2). Elektrody se připojí k potenciometru (4.1) a po ověření nulového bodu přístroje se zaznamená hodnota výchozího potenciálu.

Titruje se za použití mikrobyrety (4.4). Nejprve se přidá podle použitého standardního referenčního roztoku chloridu draselného 4 nebo 9 ml roztoku dusičnanu stříbrného. Pokračuje se v přidávání po 0,1 ml u roztoků o koncentraci 0,004 mol/l a po 0,05 ml u roztoků o koncentraci 0,1 mol/l. Po každém přídavku se počká, až se potenciál ustálí.

Do prvních dvou sloupců tabulky se zaznamenají přidané objemy a odpovídající hodnoty potenciálu.

Do třetího sloupce tabulky se zaznamenají postupné přírůstky (Δ_1 *E*) potenciálu *E*. Do čtvrtého sloupce se zaznamenají kladné nebo záporné rozdíly (Δ_2 *E*) mezi přírůstky potenciálů (Δ_1 *E*). Konec titrace odpovídá přídavku 0,1 nebo 0,05 ml roztoku dusičnanu stříbrného (V_1), který dá maximální hodnotu Δ_1 *E*.

Pro výpočet přesného objemu (V_{eq}) roztoku dusičnanu stříbrného odpovídajícímu konci reakce se použije vzorec:

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

kde:

V_0 je nejbližší nižší celkový objem roztoku dusičnanu stříbrného, než je objem, který dává nejvyšší přírůstek Δ_1 *E* (ml),

V_1 je objem posledního přídavku roztoku dusičnanu stříbrného (0,1 nebo 0,05 ml) (ml),

b je poslední kladná hodnota Δ_2 *E*,

B je součet absolutních hodnot poslední kladné hodnoty Δ_2 *E* a první záporné hodnoty Δ_2 *E* (viz příklad v tabulce 1).

5.2. *Slepý pokus*

Provede se slepý pokus, který se bere v úvahu při výpočtu konečného výsledku.

Výsledek V_4 slepého pokusu s činidly (ml) je dán vzorcem:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

kde:

V_2 je hodnota přesného objemu (V_{eq}) roztoku dusičnanu stříbrného odpovídajícího titraci 10 ml použitého standardního referenčního roztoku chloridu draselného (ml),

V_3 je hodnota přesného objemu (V_{eq}) roztoku dusičnanu stříbrného odpovídajícího titraci 5 ml použitého standardního referenčního roztoku chloridu draselného (ml).

5.3. *Kontrolní zkouška*

Slepý pokus může zároveň sloužit k ověření, zda zařízení správně funguje a zda je přesně dodržován postup zkoušení.

▼B

5.4. *Stanovení*

Odebere se část vzorku v rozmezí 10 až 20 g a zváží se s přesností na 0,01 g. Převede se kvantitativně do kádinky na 250 ml. Přidá se 20 ml vody, 5 ml roztoku kyseliny dusičné (3.2), 120 ml acetonu (3.1) a dostatečné množství vody tak, aby celkový objem činil asi 150 ml.

Do kádinky se vloží míchadlo magnetické míchačky (4.3), kádinka se umístí na míchačku a míchačka se uvede do chodu. Do roztoku se ponoří se stříbrná elektroda (4.1) a volný konec můstku (4.2). Elektrody se připojí k potenciometru (4.1) a po ověření nulového bodu přístroje se zaznamená hodnota výchozího potenciálu.

Titruje se roztokem dusičnanu stříbrného přidávaného z mikrobyrety (4.4) po 0,1 ml. Po každém přídavku se počká, až se potenciál ustálí.

V titraci se pokračuje způsobem uvedeným v bodě 5.1, počínaje čtvrtým odstavcem: „Do prvních dvou sloupců tabulky se zaznamenají přidané objemy a odpovídající hodnoty potenciálu…“.

6. **Vyjádření výsledků**

Výsledky analýzy se vyjádří jako procentuální obsah chloru v původním vzorku odebraném k analýze. Procento chloru (Cl) se vypočítá ze vzorce:

$$\mathrm{Cl}\,\% = \frac{0,3545 \times \mathrm{T} \times (\mathrm{V}_5 - \mathrm{V}_4) \times 100}{\mathrm{m}}$$

kde:

T je koncentrace použitého roztoku dusičnanu stříbrného v mol/l,

V_4 je výsledek slepého pokusu (5.2) (ml),

V_5 je hodnota V_{eq} odpovídající stanovení (5.4) (ml),

m je hmotnost zkušebního vzorku (g).

Tabulka 1: Příklad

Objem roztoku dusičnanu stříbrného 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	

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

Metoda 7

Stanovení mědi

1. **Předmět a oblast použití**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení obsahu mědi v jednosložkových hnojivech typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

▼B

2. **Podstata metody**

Vzorek se rozpustí ve zředěné kyselině chlorovodíkové a měď se stanoví atomovou absorpční spektrofotometrií.

3. **Chemikálie**

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

3.2. Roztok kyseliny chlorovodíkové, 6 mol/l.

3.3. Roztok kyseliny chlorovodíkové, 0,5 mol/l.

3.4. Dusičnan amonný.

3.5. Peroxid vodíku, 30 % m/V.

3.6. Roztok mědi ([1]) (zásobní): s přesností na 0,001 g se naváží 1 g čisté mědi a rozpustí se v 25 ml roztoku HCl o koncentraci 6 mol/l (3.2), po částech se přidá 5 ml peroxidu vodíku (3.5) a zředí se na 1 litr vodou. 1 ml tohoto roztoku obsahuje 1 000 μg mědi (Cu).

3.6.1. Roztok mědi (zředěný): 10 ml zásobního roztoku (3.6) se zředí vodou na 100 ml a poté se 10 ml výsledného roztoku zředí vodou na 100 ml; 1 ml konečného roztoku obsahuje 10 μg mědi (Cu).

Tento roztok se připravuje těsně před použitím.

4. **Přístroje a pomůcky**

Atomový absorpční spektrofotometr s Cu lampou (324,8 nm).

5. **Pracovní postup**

5.1. *Příprava roztoku pro analýzu*

Do kádinky o objemu 400 ml se s přesností na 0,001 g odváží 25 g vzorku a opatrně se přidá 20 ml kyseliny chlorovodíkové (3.1) (vzhledem ke vzniku oxidu uhličitého může dojít k bouřlivé reakci). V případě potřeby se přidá více kyseliny chlorovodíkové. Po ukončení šumění se na parní lázni za občasného míchání skleněnou tyčinkou odpaří do sucha. Přidá se 15 ml roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (3.2) a 120 ml vody. Míchá se skleněnou tyčinkou, která by měla zůstat v kádince, a kádinka se přikryje hodinovým sklíčkem. Roztok se mírně vaří až do úplného rozpuštění a poté se ochladí.

Roztok se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 250 ml tak, že se kádinka vymyje 5 ml roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (3.2) a dvakrát 5 ml vroucí vody; doplní se po značku kyselinou chlorovodíkovou o koncentraci 0,5 mol/l (3.3) a pečlivě se promíchá.

Filtruje se filtračním papírem ([2]) neobsahujícím měď, a prvních 50 ml se odstraní.

5.2. *Roztok pro slepý pokus*

Připraví se roztok pro slepý pokus, v němž je vynechán pouze vzorek. Slepý vzorek se bere v úvahu při výpočtu konečných výsledků.

5.3. *Stanovení*

5.3.1. Příprava roztoku vzorku a roztoku pro slepý pokus

Roztok vzorku (5.1) a roztok slepého vzorku (5.2) se zředí roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (3.3) na koncentraci mědi ležící v optimálním měřicím rozsahu spektrofotometru. Obvykle není ředění potřebné.

5.3.2. Příprava kalibračních roztoků

Ředěním standardního roztoku (3.6.1) roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (3.3) se připraví nejméně pět standardních roztoků odpovídajících optimálnímu měřicímu rozsahu spektrofotometru (0 až 5,0 mg Cu na l). Před doplněním po značku se do

([1]) Lze použít komerčně dostupný standardní roztok mědi.
([2]) Whatman 541 nebo ekvivalentní.

▼B

každého roztoku přidá dusičnan amonný (3.4) tak, aby konečná koncentrace činila 100 mg/ml.

5.4. *Spektrofotometrická měření*

Spektrofotometr (4) se nastaví na vlnovou délku 324,8 nm. Použije se plamen vzduchacetylen. Třikrát za sebou se nastříknou kalibrační roztoky (5.3.2), roztok vzorku a slepý vzorek (5.3.1). Mezi jednotlivým rozprašováním se přístroj dokonale propláchne destilovanou vodou. Vynesením průměrné hodnoty absorbancí všech standardních roztoků na svislou osu a odpovídajících koncentrací mědi v μg/ml na vodorovnou osu se sestrojí kalibrační křivka.

Z kalibrační křivky se určí koncentrace mědi v konečném vzorku a ve slepém vzorku.

6. **Vyjádření výsledků**

Při výpočtu obsahu mědi ve vzorku se bere v úvahu hmotnost analytického vzorku, ředění prováděné v průběhu analýzy a hodnota slepého vzorku. Výsledek se vyjádří v mg Cu na kg.

4. **Zkouška odolnosti vůči výbuchu**

4.1. *Předmět a oblast použití*

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení odolnosti hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku vůči výbuchu.

4.2. *Podstata metody*

Zkušební vzorek se uzavře do ocelové trubky a podrobí se detonačnímu rázu z výbušné náplně rozbušky. Šíření detonace se stanoví ze stupně stlačení olověných válečků, na kterých trubka v průběhu zkoušky leží ve vodorovné poloze.

4.3. *Materiály*

4.3.1. Plastická výbušnina obsahující 83 až 86 % pentritu

Hustota: 1 500 až 1 600 kg/m^3

Rychlost detonace: 7 300 až 7 700 m/s

Hmotnost: 500 ± 1 g.

4.3.2. Sedm kusů ohebné zápalné šňůry s nekovovou návlačkou

Hmotnost náplně: 11 až 13 g/m

Délka každého kusu: 400 ± 2 mm.

4.3.3. Lisované tablety sekundární výbušniny s vybráním pro rozbušku

Výbušnina: hexogen/vosk 95/5 nebo tetryl nebo podobná sekundární výbušnina, s přidaným grafitem nebo bez něj.

Hustota: 1 500 až 1 600 kg/m^3

Průměr: 19 až 21 mm

Výška: 19 až 23 mm

Středové vybrání pro rozbušku: průměr 7 až 7,3 mm, hloubka 12 mm.

4.3.4. Bezešvá ocelová trubka odpovídající specifikacím podle ISO 65 – 1981, *Heavy Series* o jmenovitých rozměrech DN 100 (4)

Vnější průměr: 113,1 až 115,0 mm

Tloušťka stěny: 5,0 až 6,5 mm

Délka: 1 005 ± 2 mm.

4.3.5. Spodní podložka

Materiál: ocel s dobrou svařovatelností

Rozměry: 160 × 160 mm

Tloušťka: 5 až 6 mm

▼B

4.3.6. Šest olověných válečků

Průměr: 50 ± 1 mm

Výška: 100 až 101 mm

Materiály: měkké olovo, o čistotě minimálně 99,5 %.

4.3.7. Ocelový blok

Délka: minimálně 1 000 mm

Šířka: minimálně 150 mm

Výška: minimálně 150 mm

Hmotnost: minimálně 300 kg, pokud není pro ocelový blok žádný pevný základ.

4.3.8. Plastový nebo lepenkový válec pro náplň rozbušky

Tloušťka stěny: 1,5 až 2,5 mm

Průměr: 92 až 96 mm

Výška: 64 až 67 mm

4.3.9. Rozbuška (elektrická nebo neelektrická) s iniciační silou 8 až 10

4.3.10. Dřevěný kotouč

Průměr: 92 až 96 mm. Průměr má odpovídat vnitřnímu průměru plastového nebo lepenkového válce (4.3.8)

Tloušťka: 20 mm

4.3.11. Dřevěná tyčinka stejných rozměrů jako rozbuška (4.3.9)

4.3.12. Krejčovské špendlíky (maximální délka 20 mm)

4.4. *Pracovní postup*

4.4.1. Příprava náplně rozbušky pro vložení do ocelové trubky

V závislosti na dostupnosti zařízení existují dvě metody iniciace výbušniny v náplni rozbušky.

4.4.1.1. Sedmibodová simultánní iniciace

Náplň rozbušky připravená k použití je znázorněna na obrázku 1.

4.4.1.1.1. Do dřevěného kotouče (4.3.10) se paralelně s jeho osou vyvrtají otvory, jeden uprostřed a šest symetricky rozmístěných kolem středu v soustředné kružnici o průměru 55 mm. Průměr otvorů musí být 6 až 7 mm (viz část AB obrázku 1), podle průměru použité zápalné šňůry (4.3.2).

4.4.1.1.2. Odřízne se sedm kusů ohebné zápalné šňůry (4.3.2), každý v délce 400 mm tak, aby se zamezilo jakýmkoli ztrátám výbušniny na koncích; za tímto účelem se provede ostrý řez a konec se ihned oblepí lepicí páskou. Každý ze sedmi kusů se protáhne jedním ze sedmi otvorů v dřevěném kotouči (4.3.10), dokud jejich konce nevyčnívají několik cm na druhé straně kotouče. Poté se do textilní vrstvy kusů zápalných šňůr kolmo napíchají malé krejčovské špendlíky (4.3.12) 5 až 6 mm od konce a vnější strana kusů zápalných šňůr se kolem špendlíků v pruhu širokém 2 cm oblepí lepicí páskou. Nakonec se zatáhne za delší konec každé zápalné šňůry tak, aby se špendlíky dotýkaly dřevěného kotouče.

4.4.1.1.3. Plastická výbušnina (4.3.1) se vytvaruje do tvaru válce o průměru 92 až 96 mm podle průměru válce (4.3.8). Tento válec se postaví zpříma na rovnou plochu a do něj se vloží vytvarovaná výbušnina. Poté se dřevěný kotouč ([1]), kterým vede sedm kusů zápalné šňůry, vloží do horní části válce a zatlačí se dolů na výbušninu. Výška válce (64 až 67 mm) se upraví tak, aby jeho horní hrana nepřesahovala přes plochu dřeva. Nakonec se válec připevní po celém obvodu k dřevěnému kotouči, například pomocí sešívacích svorek nebo malých hřebíčků.

([1]) Průměr kotouče musí vždy odpovídat vnitřnímu průměru válce.

▼B

4.4.1.1.4. Volné konce sedmi kusů zápalné šňůry se spojí okolo obvodu dřevěné tyčinky (4.3.11) tak, aby jejich konce byly v jedné rovině kolmé k tyčince. Kolem tyčinky se zajistí lepicí páskou ([1]).

4.4.1.2. Centrální iniciace lisovanou tabletou

Náplň rozbušky připravená k použití je znázorněna na obrázku 2.

4.4.1.2.1. Příprava lisované tablety

Při dodržení nezbytných bezpečnostních opatření se do formy o vnitřním průměru 19 až 21 mm umístí 10 g sekundární výbušniny (4.3.3) a slisuje se tak, aby měla správný tvar a hustotu.

(Poměr průměru k výšce musí být přibližně 1:1)

Uprostřed dna formy je kolík 12 mm vysoký, o průměru 7,0 až 7,3 mm (v závislosti na průměru použité rozbušky), který ve slisované tabletě vytvoří válcové vybrání pro následné vložení rozbušky.

4.4.1.2.2. Příprava náplně rozbušky

Výbušnina (4.3.1) se umístí do válce (4.3.8) stojícího zpříma na rovné ploše, poté se stlačí dolů dřevěnou raznicí tak, aby dostala válcový tvar se středovým vybráním. Do tohoto vybrání se vloží vylisovaná tableta. Výbušnina válcového tvaru, která obsahuje vylisovanou tabletu, se přikryje dřevěným kotoučem (4.3.10) se středovým otvorem o průměru 7,0 až 7,3 mm pro vložení rozbušky. Dřevěný kotouč se k válci připevní křížem nalepenou lepicí páskou. Vložením dřevěné tyčinky (4.3.11) se zajistí souosost vyvrtaného otvoru v kotouči a vybrání ve vylisované tabletě.

4.4.2. Příprava ocelových trubek pro zkoušky výbušnosti

Na jednom konci ocelové trubky (4.3.4) se vyvrtají dva protilehlé otvory o průměru 4 mm, kolmo skrz stěnu, ve vzdálenosti 4 mm od okraje.

Spodní podložka (4.3.5) se čelně navaří k opačnému konci trubky tak, aby pravý úhel mezi spodní podložkou a stěnou trubky byl kolem celého obvodu trubky zcela zaplněn svařovacím kovem.

4.4.3. Plnění a nabíjení ocelové trubky

Viz obrázky 1 a 2.

4.4.3.1. Zkušební vzorek, ocelová trubka a náplň rozbušky musí být vytemperovány na teplotu 20 ± 5 °C. Pro dvě zkoušky výbušnosti je zapotřebí 16 až 18 kg zkušebního vzorku.

4.4.3.2. Trubka se postaví zpříma spodní čtvercovou podložkou na pevnou rovnou plochu, nejlépe beton. Trubka se naplní zkušebním vzorkem asi do jedné třetiny výšky a pětkrát se z výšky 10 cm upustí kolmo na podlahu, aby se zrnitý materiál v trubce co nejvíce upěchoval. Pro urychlení upěchování se trubka mezi jednotlivými pády celkem desetkrát uvede do vibrace uhozením kladivem o hmotnosti 750 až 1 000 g na boční stěnu.

Tato metoda nabíjení se opakuje s další dávkou zkušebního vzorku. Nakonec se další dávka přidá tak, aby po upěchování desetinásobným zvednutím a upuštěním trubky a celkem dvacetinásobným periodickým poklepáním kladivem vyplňovala náplň trubku do výšky 70 mm od ústí trubky.

Výška náplně vzorku v ocelové trubce musí být upravena tak, aby náplň rozbušky (4.4.1.1 nebo 4.4.1.2), která se vkládá později, byla po celé ploše v těsném kontaktu se vzorkem.

4.4.3.3. Do trubky se vloží náplň rozbušky tak, aby byla v kontaktu se vzorkem; horní plocha dřevěného kotouče musí být 6 mm pod koncem trubky. Přidáním nebo odebráním malého množství vzorku se zajistí nezbytný těsný styk mezi výbušninou a zkušebním vzorkem. Jak je znázorněno na obrázcích 1 a 2, do otvorů u otevřeného konce trubky by se měly vložit závlačky a konce závlaček by se měly rozevřít naplocho k trubce.

([1]) *Poznámka:* Když je po sestavení šest obvodových kusů zápalné šňůry napnutých, musí středová zápalná šňůra zůstat mírně uvolněná.

▼B

4.4.4. Umístění ocelové trubky a olověných válečků (viz obrázek 3)

4.4.4.1. Základny olověných válečků (4.3.6) se očíslují 1 až 6. Na střední linii ocelového bloku (4.3.7) ležícího na horizontální základně se udělá šest značek vzdálených od sebe 150 mm; první značka musí být nejméně 75 mm od hrany bloku. Olověné válečky se postaví zpříma na každou z těchto značek tak, aby značka byla ve středu základny.

4.4.4.2. Ocelová trubka připravená podle 4.4.3. se položí vodorovně na olověné válečky tak, aby osa trubky byla rovnoběžná se středovou linií ocelového bloku a aby navařený konec trubky přesahoval 50 mm za olověný váleček číslo 6. S cílem zabránit otáčení trubky se mezi horní části olověných válečků a stěnu trubky vloží malé dřevěné klíny (jeden na každou stranu), nebo se mezi trubku a ocelový blok umístí dřevěný kříž.

Poznámka: Je třeba dbát na to, aby se trubka dotýkala všech šesti olověných válečků; mírné zakřivení povrchu trubky lze kompenzovat otáčením trubky kolem její podélné osy; jeli některý z olověných válečků příliš vysoký (100 mm), poklepe se dotyčný váleček opatrně kladivem, dokud nezíská požadovanou výšku.

4.4.5. Příprava k provedení výbuchu

4.4.5.1. Zařízení sestavené podle bodu 4.4.4 se umístí v bunkru nebo v podzemních prostorách k tomuto účelu upravených (např. v dole nebo tunelu). Je nezbytné, aby teplota ocelové trubky byla před výbuchem udržována na 20 ± 5 °C.

Poznámka:

Pokud takové odpalovací místo není k dispozici, může být zkouška případně provedena ve vybetonované jámě přikryté dřevěnými trámy. Výbuch může způsobit, že dojde k vystřelení ocelových úlomků o velké kinetické energii, a proto se odpálení musí provádět v dostatečné vzdálenosti od obydlí nebo komunikací.

4.4.5.2. Použijeli se náplň rozbušky se sedmibodovou iniciací, je nutné dbát na to, aby zápalné šňůry byly napnuty tak, jak je uvedeno v poznámce k 4.4.1.1.4, a aby byly uspořádány vodorovně v maximální možné míře.

4.4.5.3. Nakonec se vyjme dřevěná tyčinka a nahradí se rozbuškou. Odpálení se neprovádí, dokud není evakuována nebezpečná zóna a dokud se neuchýlí do úkrytu pracovníci provádějící zkoušku.

4.4.5.4. Výbušnina se odpálí.

4.4.6. Počká se tak dlouho, dokud se nerozptýlí dýmy (plynné a někdy toxické rozkladné produkty, jako jsou nitrosní plyny), poté se posbírají olověné válečky a změří se jejich výška posuvným měřítkem s noniem.

Pro každý označený olověný váleček se zaznamená stupeň stlačení vyjádřený v procentech původní výšky 100 mm. Jsou-li válečky stlačeny šikmo, zaznamená se nejvyšší a nejmenší hodnota a vypočítá se průměr.

4.4.7. Lze použít snímač pro kontinuální měření rychlosti detonace; tento snímač by měl být umístěn podélně s osou trubky nebo podél její boční stěny.

4.4.8. U jednoho vzorku se provádějí dvě detonační zkoušky.

4.5. *Protokol o zkoušce*

V protokolu o zkoušce je nutno pro každou detonační zkoušku uvést hodnoty následujících parametrů:

— skutečně naměřené hodnoty vnějšího průměru ocelové trubky a tloušťky stěny,

— tvrdost ocelové trubky podle Brinella,

— teplota trubky a vzorku krátce před výbuchem,

— hustota stěsnání (kg/m^3) vzorku v ocelové trubce,

▼B

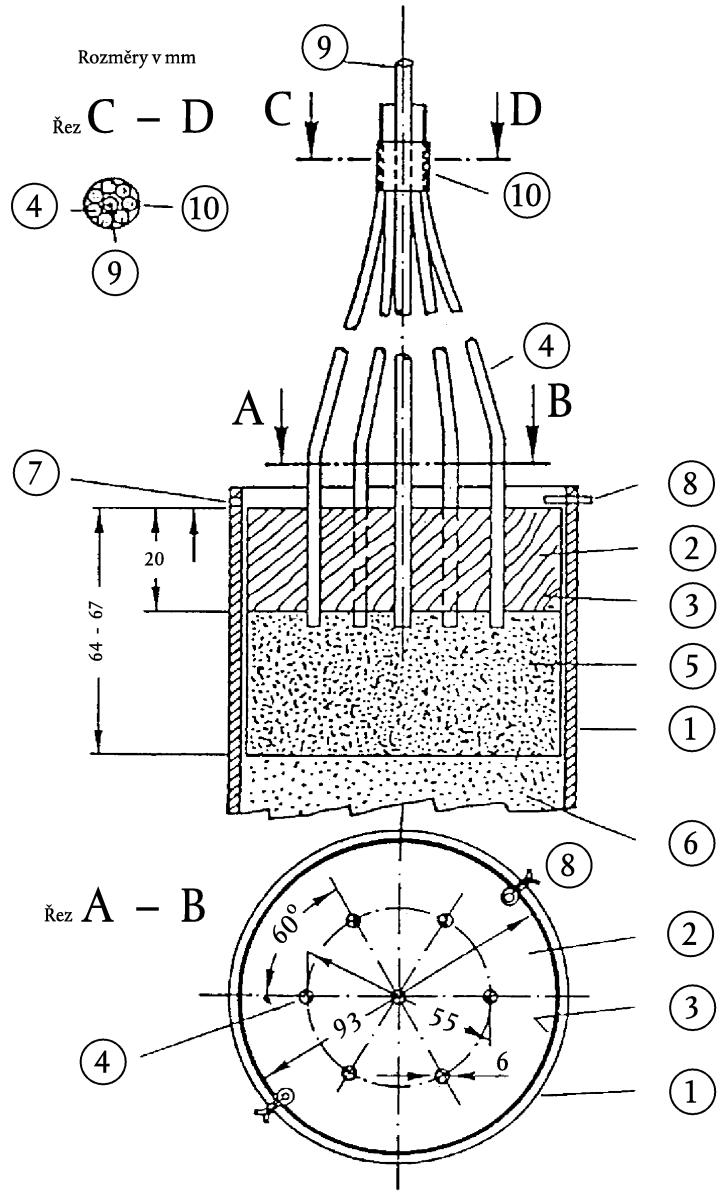
— výška jednotlivých olověných válečků po výbuchu, s uvedením příslušného čísla válečku,

— metoda iniciace použitá pro náplň rozbušky.

4.5.1. Vyhodnocení výsledků zkoušky

Jestliže při každém výbuchu nepřesáhne stlačení alespoň jednoho olověného válečku 5 %, považuje se zkouška za průkaznou, a vzorek tak splňuje požadavky stanovené přílohy III.2.

Náplň rozbušky se sedmibodovou iniciací



① Ocelová trubka

② Dřevěný kotouč se sedmi otvory

③ Plastový nebo lepenkový válec

④ Zápalná šňůra

⑤ Plastická výbušnina

⑥ Analytický vzorek

⑦ Otvor o průměru 4 mm vyvrtaný pro závlačku (8)

⑧ Závlačka

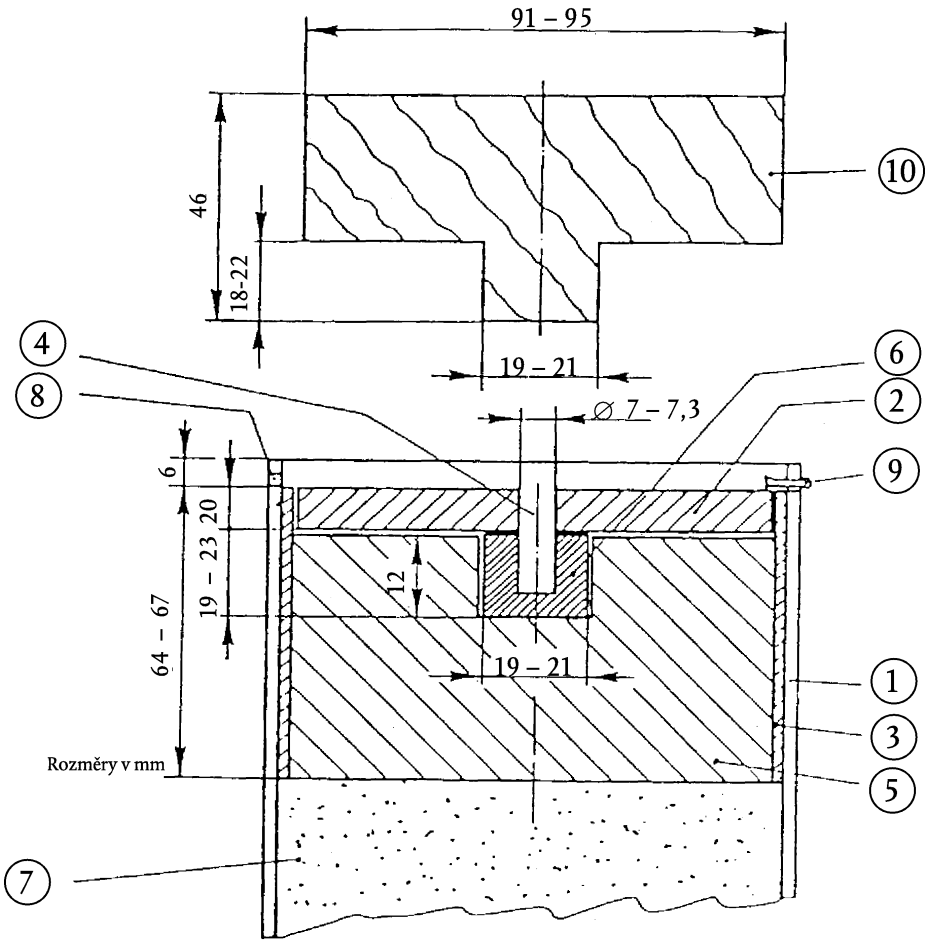
⑨ Dřevěná tyčinka obklopená (4)

⑩ Lepicí páska pro uchycení (4) kolem (9)

Obrázek 1

▼B

Náplň rozbušky se sedmibodovou iniciací



① Ocelová trubka

② Dřevěný kotouč

③ Plastový nebo lepenkový válec

④ Dřevěná tyčinka

⑤ Plastická výbušnina

⑥ Lisovaná tableta

⑦ Zkušební vzorek

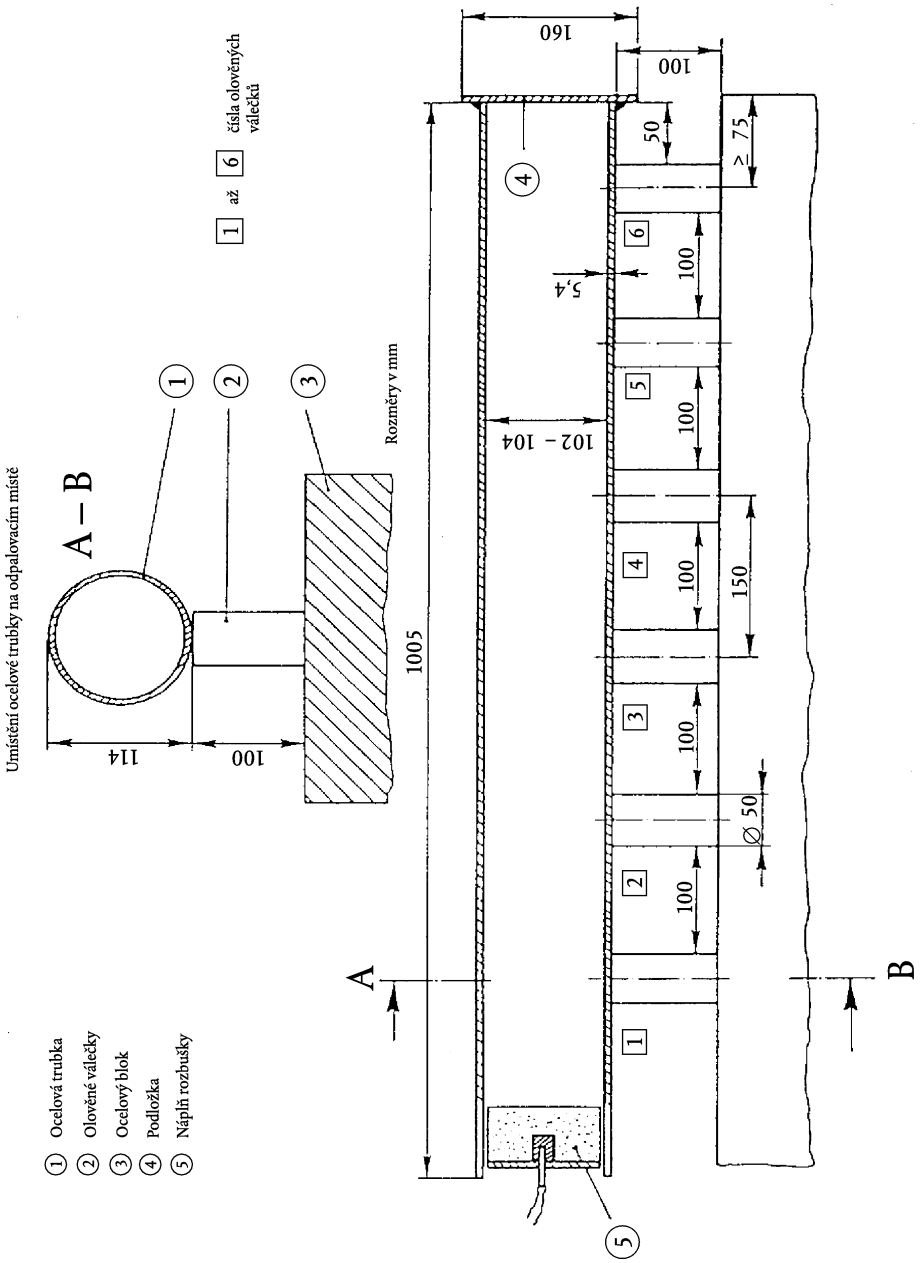
⑧ Otvor o průměru 4 mm vyvrtaný pro závlačku (9)

⑨ Závlačka

⑩ Dřevěná raznice pro (5)

Obrázek 2

▼B


Umístění ocelové trubky na odpalovacím místě
A – B
114
100
Rozměry v mm
1005
102 – 104
160
100
50
≥ 75
5,4
100
150
∅ 50
A
B
čísla olověných válečků
1 až 6
① Ocelová trubka
② Olověné válečky
③ Ocelový blok
④ Podložka
⑤ Náplň rozbušky

Obrázek 3

▼B

PŘÍLOHA IV

METODY ODBĚRU VZORKŮ A ANALÝZY

A. METODY ODBĚRU VZORKŮ PRO KONTROLU HNOJIV

ÚVOD

Správný odběr vzorků je obtížná operace, která vyžaduje nejvyšší pečlivost. Nelze proto nikdy dostatečně zdůraznit, jak je důležité připravit pro úřední kontrolu hnojiv dostatečně reprezentativní vzorek.

Postup odběru vzorků, který je zde popsán, je nutno přesně dodržovat a musí jej provádět odborníci, kteří mají zkušenosti s běžným odběrem vzorků.

1. **Účel a oblast použití**

Vzorky hnojiv určené pro úřední kontrolu jakosti a složení se odebírají podle níže popsaných metod. Takto odebrané vzorky se považují za reprezentativní pro vzorkované partie.

2. **Pracovníci oprávnění k odběru vzorků**

Odběr vzorků provádějí odborní pracovníci pověření k tomuto účelu členskými státy.

3. **Definice**

Vzorkovaná partie: Množství hnojiva tvořící jednotku, o které se předpokládá, že má jednotné znaky.

Dílčí vzorek: Množství odebrané na jednom místě vzorkované partie.

Souhrnný vzorek: Souhrn dílčích vzorků odebraných ze stejné partie.

Redukovaný souhrnný vzorek: Reprezentativní část souhrnného vzorku, která se získá zmenšením jeho množství.

Konečný vzorek: Reprezentativní část redukovaného souhrnného vzorku.

4. **Přístroje a pomůcky**

4.1. Přístroje a pomůcky pro odběr vzorků musí být vyrobeny z materiálů, které nemohou ovlivnit vlastnosti vzorkovaného výrobku. Tyto přístroje a pomůcky mohou být úředně schváleny členskými státy.

4.2. *Pomůcky doporučené pro odběr vzorků tuhých hnojiv*

4.2.1. Ruční odběr vzorků

4.2.1.1. Lopatky s rovným dnem a okraji zdviženými do pravého úhlu.

4.2.1.2. Vzorkovače s dlouhou štěrbinou nebo komorové vzorkovače. Rozměry vzorkovače musí být přiměřené znakům vzorkované partie (hloubce nádoby, rozměrům pytle apod.) a velikosti částic hnojiva.

4.2.2. Mechanický odběr vzorků

Pro odběr vzorků hnojiv v pohybu lze použít schválená mechanická zařízení.

4.2.3. Dělič

Při odběru dílčích vzorků a pro přípravu redukovaných souhrnných a konečných vzorků může být použito zařízení k dělení vzorku na stejné části.

4.3. *Přístroje a pomůcky doporučené pro odběr vzorků kapalných hnojiv*

4.3.1. Ruční odběr vzorků

Otevřená trubice, vzorkovací pumpa, láhev nebo jiné vhodné zařízení umožňující odebírat náhodné vzorky ze vzorkované partie.

4.3.2. Mechanický odběr vzorků

Pro odběr vzorků z kapalných hnojiv v pohybu může být použito schválené mechanické zařízení.

▼B

5. **Požadavky na množství**

5.1. *Vzorkovaná partie*

Velikost vzorkované partie musí být taková, aby bylo možné odebrat vzorky ze všech jejích částí.

5.2. *Dílčí vzorky*

5.2.1. Volně ložená tuhá nebo kapalná hnojiva v nádobách o obsahu větším než 100 kg

5.2.1.1. Vzorkované partie do 2,5 tuny:

Minimální počet dílčích vzorků: sedm

5.2.1.2. Vzorkované partie od 2,5 tuny do 80 tun:

Minimální počet dílčích vzorků:

$\sqrt{\text{20 nás obek hmotnosti vzorkované partie vtunách}}$ ([1])

5.2.1.3. Vzorkované partie nad 80 tun:

Minimální počet dílčích vzorků: 40

5.2.2. Balená tuhá nebo kapalná hnojiva v nádobách (= baleních, jejichž jednotlivá hmotnost nepřesahuje 100 kg)

5.2.2.1. Balení s obsahem větším než 1 kg

5.2.2.1.1. Vzorkované partie méně než 5 balení:

Minimální počet balení, z nichž mají být odebrány vzorky ([2]): všechna balení.

5.2.2.1.2. Vzorkované partie 5 až 16 balení:

Minimální počet balení, z nichž mají být odebrány vzorky ([2]): 4.

5.2.2.1.3. Vzorkované partie 17 až 400 balení:

Minimální počet balení, z nichž mají být odebrány vzorky ([2]):

$\sqrt{\text{20 nás obek hmotnosti vzorkované partie vtunách}}$ ([1])

5.2.2.1.4. Vzorkované partie více než 400 balení:

Minimální počet balení, z nichž mají být odebrány vzorky ([2]): 20.

5.2.2.2. Balení s obsahem do 1 kg:

Minimální počet balení, z nichž mají být odebrány vzorky ([2]): 4.

5.3. *Souhrnný vzorek*

Požaduje se jeden souhrnný vzorek na vzorkovanou partii. Celková hmotnost dílčích vzorků tvořících souhrnný vzorek nesmí být menší než následující množství:

5.3.1. Volně ložená tuhá nebo kapalná hnojiva v nádobách o obsahu větším než 100 kg: 4 kg.

5.3.2. Balená tuhá nebo kapalná hnojiva v nádobách (= baleních), jejichž jednotlivá hmotnost nepřesahuje 100 kg.

5.3.2.1. Balení s obsahem větším než 1 kg: 4 kg

5.3.2.2. Balení s obsahem do 1 kg: hmotnost obsahu čtyř původních balení.

5.3.3. Vzorek dusičnanu amonného (pro použití jako hnojivo) pro zkoušky podle přílohy III.2: 75 kg

([1]) Where the number obtained is a fraction, it should be rounded up to the next whole number.

([2]) V případě balení s obsahem do 1 kg je dílčím vzorkem obsah jednoho původního balení.

▼B

5.4. *Konečné vzorky*

Konečný vzorek se získá ze souhrnného vzorku po případné redukci. Požaduje se analýza alespoň jednoho konečného vzorku. Hmotnost vzorku pro analýzu nesmí být menší než 500 g.

5.4.1. Tuhá a kapalná hnojiva

5.4.2. Vzorek dusičnanu amonného (pro použití jako hnojivo) pro zkoušky

Konečný vzorek pro zkoušky se získá ze souhrnného vzorku po případné redukci.

5.4.2.1. Minimální hmotnost konečného vzorku pro zkoušky podle přílohy III.1: 1 kg

5.4.2.2. Minimální hmotnost konečného vzorku pro zkoušky podle přílohy III.2: 25 kg

6. **Pokyny pro odběr, přípravu a balení vzorků**

6.1. *Obecné*

Vzorky musí být odebírány a připravovány co nejrychleji a zároveň je třeba dbát na to, aby vzorky zůstaly pro vzorkované hnojivo reprezentativní. Pomůcky, pracovní plochy a nádoby určené pro odběr vzorků musí být čisté a suché.

V případě kapalných hnojiv by měla být vzorkovaná partie před odběrem vzorku pokud možno promíchána.

6.2. *Dílčí vzorky*

Dílčí vzorky musí být odebírány náhodně z celé vzorkované partie a musí být přibližně stejně velké.

6.2.1. Volně ložená tuhá nebo kapalná hnojiva v nádobách o obsahu větším než 100 kg

Vzorkovaná partie se symbolicky rozdělí na přibližně stejné díly. Počet dílů se zvolí náhodně tak, aby odpovídal počtu dílčích vzorků stanovených v bodu 5.2., a z každého z těchto dílů se odebere nejméně jeden vzorek. Pokud není možné při odběru vzorků volně ložených hnojiv nebo kapalných hnojiv v nádobách o obsahu větším než 100 kg splnit požadavky uvedené v 5.1., měl by být odběr vzorků proveden, když je partie v pohybu (při nakládce nebo vykládce). V tomto případě musí být náhodně odebírány vzorky z pomyslně vytvářených dílů v pohybu, jak jsou definovány výše.

6.2.2. Balená tuhá nebo kapalná hnojiva v nádobách (= baleních), jejichž jednotlivá hmotnost nepřesahuje 100 kg

Po výběru požadovaného počtu balení k provedení odběru vzorků podle bodu 5.2. se odebere část obsahu každého balení. V případě potřeby se vzorky odeberou poté, co byly obaly odděleně vyprázdněny.

6.3. *Příprava souhrnného vzorku*

Dílčí vzorky se smíchají, aby vytvořily jeden souhrnný vzorek.

6.4. *Příprava konečného vzorku*

Souhrnný vzorek se pečlivě promísí ([1]).

Pokud je to nezbytné, měl by být souhrnný vzorek nejdříve zmenšen na hmotnost 2 kg mechanickým děličem nebo kvartací (redukovaný souhrnný vzorek).

Poté se připraví nejméně tři konečné vzorky o přibližně stejné velikosti, které odpovídají požadavkům na množství podle 5.4. Každý se vloží do vhodné vzduchotěsné nádoby. Je třeba učinit veškerá nezbytná opatření, aby nedošlo ke změně znaků vzorku.

Pro účely zkoušek podle přílohy III oddílů 1 a 2 se konečné vzorky uchovávají při teplotě od 0 do 25 °C.

([1]) Hroudy musí být rozdrceny (v případě potřeby se rozdrtí odděleně a následně se vrátí zpět do vzorku).

▼B

7. **Balení konečných vzorků**

Nádoby nebo balení se zapečetí a označí (etiketa musí být spojena s pečetí) tak, aby nebylo možné je otevřít bez poškození pečeti.

8. **Protokol o odběru vzorku**

O každém odběru vzorku se vyhotoví protokol umožňující jednoznačnou identifikaci vzorkované partie.

9. **Místo určení vzorků**

Z každé vzorkované partie se co nejrychleji odešle nejméně jeden konečný vzorek s údaji nezbytnými pro analýzu nebo zkoušku do schválené analytické laboratoře nebo zkušebny.

B. METODY PRO ANALÝZU HNOJIV

(Viz obsah na straně 2)

Obecné poznámky

Laboratorní vybavení

Běžné laboratorní vybavení není v popisech metod přesně stanoveno. Uvedeny jsou pouze objemy baněk a pipet. Laboratorní přístroje a pomůcky musí být vždy dobře vyčištěné, zejména pokud se mají stanovit malá množství prvků.

Kontrolní zkoušky

Před provedením analýzy je nezbytné zkontrolovat, zda přístroje a pomůcky dobře fungují a zda jsou analytické postupy prováděny správně; za tímto účelem se použijí chemické sloučeniny známého složení (např. síran amonný, dihydrogenfosforečnan draselný atd.). Pokud není analytický postup přísně dodržován, mohou analyzovaná hnojiva vykazovat nesprávné chemické složení. Některá stanovení jsou však čistě empirická a týkají se výrobků ze složitých chemických sloučenin. Doporučuje se, aby laboratoře pokud možno používaly standardní referenční hnojiva s dobře známým složením.

Obecná ustanovení týkající se metod analýzy hnojiv

1. Chemikálie

Nestanoví-li metoda analýzy jinak, musí mít chemikálie čistotu p.a. V případě analýzy stopových živin se musí čistota chemikálií zkontrolovat slepým pokusem. Výsledky pokusu ukáží, zda je nezbytné provést další čištění.

2. Voda

Není-li v metodách analýzy přesně stanoven druh rozpouštědla nebo ředidla, která se mají použít k rozpouštění, ředění, oplachování nebo promývání, použije se voda. Obvykle je nutné použít vodu demineralizovanou nebo destilovanou. Ve zvláštních případech uvedených v dané metodě analýzy musí být voda stanoveným způsobem přečištěna.

3. Laboratorní vybavení

Vzhledem k tomu, že kontrolní laboratoře mají běžné vybavení, metody analýzy popisují pouze speciální přístroje a pomůcky nebo přístroje, které musí vyhovovat zvláštním požadavkům. Toto vybavení musí být naprosto čisté, zejména při stanovení malých množství. Porovnáním s příslušnými metrologickými normami musí laboratoř ověřit přesnost veškerého používaného kalibrovaného skla.

Metoda 1

Příprava vzorků k analýze

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup úpravy vzorku pro analýzu z odebraného konečného vzorku.

▼B

2. **Podstata metody**

Úprava konečného vzorku dodaného do laboratoře se skládá z řady operací, obvykle z prosévání, drcení a míchání, které je třeba provést tak, aby:

— na jedné straně i ta nejmenší navážka stanovená analytickými metodami byla pro laboratorní vzorek reprezentativní,

— na druhé straně nemohla být jemnost mletí hnojiva úpravou změněna do té míry, že by byla výrazně ovlivněna jeho rozpustnost v různých extrakčních činidlech.

3. **Přístroje a pomůcky**

Dělič vzorků (nepovinný)

Síta s oky 0,2 a 0,5 mm.

Vzduchotěsně uzavíratelné baňky o objemu 250 ml.

Třecí miska s porcelánovým tloučkem nebo mlýnek.

4. **Volba zpracování**

Úvodní poznámka

Pokud to výrobek umožňuje, uchovává se pouze reprezentativní část konečného vzorku.

4.1. *Konečné vzorky, které nesmí být mlety*

Ledek vápenatý, ledek vápenatohořečnatý, ledek sodný, chilský ledek, dusíkaté vápno, dusíkaté vápno s obsahem dusičnanů, síran amonný, dusičnany amonné s obsahem N nad 30 %, močovina, Thomasova moučka, částečně rozložený surový fosfát, dikalciumfosfát, kalcinovaný fosfát, fosforečnan vápenatohlinitý, měkký přírodní fosfát.

4.2. *Konečné vzorky, které musí být rozděleny a zčásti rozemlety*

Jedná se o výrobky, u kterých se některá stanovení provádějí bez předchozího mletí (např. jemnost mletí) a jiná stanovení po úpravě mletím. Zahrnují všechna vícesložková hnojiva obsahující následující fosfátové složky: Thomasovu strusku, fosforečnan vápenatohlinitý, kalcinovaný fosfát, měkký přírodní fosfát a částečně rozložený surový fosfát. Konečný vzorek se rozdělí pomocí děliče vzorků nebo kvartací na dvě pokud možno shodné části.

4.3. *Konečné vzorky, které se používají ke všem stanovením v rozemleté formě*

Lze rozemlít pouze reprezentativní část konečného vzorku. Jde o všechna ostatní hnojiva ze seznamu, která nejsou uvedena v bodech 4.1 a 4.2.

5. **Pracovní postup**

Část konečného vzorku získaného podle bodů 4.2 a 4.3 se rychle přeseje přes síto s velikostí ok 0,5 mm. Zbytek se nahrubo pomele, aby vzniklo co nejméně jemných částic, a přeseje se. Mletí je třeba provést tak, aby se při něm látka znatelně nezahřála. Operace se opakuje tak dlouho, až již nezbývá žádný zbytek. Je nezbytné postupovat co nejrychleji, aby nedošlo k přírůstku nebo ztrátě látek (vody, amoniaku). Celkové množství rozemletého a prosetého vzorku se přenese do čisté vzduchotěsně uzavřené baňky.

Před každým odvažováním pro analýzu musí být celý vzorek důkladně promíchán.

6. **Zvláštní případy**

a) Hnojiva obsahující několik kategorií krystalů

V tomto případě dochází často k oddělování. Proto je nezbytně nutné vzorek rozemlít tak, aby prošel sítem s velikostí ok 0,200 mm. Například: směs fosforečnanu amonného a dusičnanu draselného. U těchto hnojiv se doporučuje rozemlít celý konečný vzorek.

▼B

b) Zbytky, které lze obtížně rozemlít a které neobsahují živiny

Zbytek se zváží a jeho hmotnost se zahrne do výpočtu konečného výsledku.

c) Výrobky, které se za tepla rozkládají

Rozemletí musí být provedeno tak, aby se předešlo zahřátí. V tomto případě se přednostně použije k úpravě třecí miska. Například: kombinovaná hnojiva obsahující dusíkaté vápno nebo močovinu.

d) Abnormálně vlhké produkty nebo produkty, které při mletí vytvářejí pastu

K dosažení určité homogenity se zvolí síto s nejmenší velikostí oka, nad kterým lze při prosívání drtit hroudy rukou nebo tloučkem. Může tomu tak být u směsí, jejichž některé složky obsahují krystalovou vodu.

Metody 2

Dusík

Metoda 2.1

Stanovení amonného dusíku

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení amonného dusíku.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na všechna dusíkatá hnojiva včetně vícesložkových hnojiv, v kterých je dusík přítomen výhradně ve formě amonných solí nebo amonných solí a dusičnanů.

Tato metoda není použitelná na hnojiva, která obsahují močovinu, kyanamid nebo jiné organické dusíkaté sloučeniny.

3. **Podstata metody**

Vytěsnění amoniaku přebytkem hydroxidu sodného; destilace, vázání amoniaku ve známém objemu odměrného roztoku kyseliny sírové a titrace přebytku kyseliny roztokem hydroxidu sodného nebo draselného o známém titru.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého a všech dusíkatých sloučenin.

4.1. Zředěná kyselina chlorovodíková: 1 objemový díl HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) a 1 objemový díl vody

▼M4

4.2	Kyselina sírová: 0,05 mol/l	pro variantu a)
4.3	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,1 mol/l	
4.4	Kyselina sírová: 0,1 mol/l	pro variantu b) (viz poznámka 2).
4.5	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,2 mol/l	
4.6	Kyselina sírová: 0,25 mol/l	pro variantu c) (viz poznámka 2).
4.7	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,5 mol/l	

▼B

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

4.9. *Indikátorové roztoky*

4.9.1. Směsný indikátor

Roztok A: v 37 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l se rozpustí 1 g methylčerveně a doplní se vodou na jeden litr.

Roztok B: ve vodě se rozpustí 1 g methylenové modři a doplní na jeden litr.

1 objemový díl roztoku A se smíchá se 2 objemovými díly roztoku B.

Barva tohoto indikátoru je v kyselém roztoku fialová, v neutrálním šedá a v alkalickém zelená. Používá se 0,5 ml (10 kapek) tohoto indikátorového roztoku.

4.9.2. Indikátorový roztok methylčerveně

V 50 ml 95 % ethanolu se rozpustí 0,1 g methylčerveně. Doplní se vodou na 100 ml a v případě potřeby se zfiltruje. Tento indikátor (čtyři až pět kapek) lze použít místo předchozího indikátoru.

4.10. Varné kamínky pemzy promyté kyselinou chlorovodíkovou a vyžíhané

4.11. Síran amonný p.a.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Destilační aparatura sestavená z destilační baňky dostatečného objemu napojené na chladič přes destilační přestupník s účinným lapačem kapek.

Poznámka 1 :

Různé typy aparatur schválené a doporučené pro toto stanovení jsou se všemi svými konstrukčními detaily znázorněny na obrázcích 1, 2, 3 a 4.

5.2. Pipety na 10, 20, 25, 50, 100 a 200 ml

5.3. Odměrná baňka o objemu 500 ml

5.4. Rotační třepačka (35 až 40 otáček za minutu)

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava roztoku*

Nejprve se provede zkouška rozpustnosti vzorku ve vodě při pokojové teplotě a koncentraci 2 % (m/V). Podle údajů v tabulce 1 se do odměrné baňky o objemu 500 ml s přesností na 0,001 g naváží 5, 7 nebo 10 g zkušebního vzorku připraveného k analýze. Podle výsledku zkoušky rozpustnosti se dále postupuje takto:

a) Výrobky zcela rozpustné ve vodě

Do baňky se nalije množství vody potřebné pro rozpuštění vzorku; protřepe se a po úplném rozpuštění se doplní po značku a důkladně se promíchá.

b) Výrobky ne zcela rozpustné ve vodě

Do baňky se odměří 50 ml vody a poté 20 ml kyseliny chlorovodíkové (4.1). Protřepe se. Nechá se stát tak dlouho, dokud se nepřestane vyvíjet oxid uhličitý. Poté se přidá 400 ml vody a třepe se půl hodiny na rotační třepačce (5.4) Doplní se po značku vodou, promíchá se a zfiltruje přes suchý filtr do suché baňky.

▼B

7.2. *Analýza roztoku*

Podle zvolené varianty se do předlohy odměří množství odměrného roztoku kyseliny sírové, které je uvedeno v tabulce 1. Přidá se odpovídající množství indikátorového roztoku (4.9.1 nebo 4.9.2) a v případě potřeby rovněž voda v takovém množství, aby bylo dosaženo objemu alespoň 50 ml. Konec nástavce chladiče musí sahat pod hladinu roztoku.

Podle údajů v tabulce se do destilační baňky aparatury napipetuje poměrná část ([1]) čirého roztoku. Přidá se voda, aby bylo dosaženo objemu asi 350 ml a několik varných kamínků pemzy (4.10) k regulaci varu.

Sestaví se destilační aparatura a poté se velmi opatrně, aby nedošlo k žádným ztrátám amoniaku, přidá k obsahu destilační baňky 10 ml koncentrovaného roztoku hydroxidu sodného (4.8) nebo 20 ml činidla v případech, kdy bylo k rozpuštění vzorku použito 20 ml kyseliny chlorovodíkové (4.1). Baňka se zvolna zahřívá, aby nedošlo k příliš bouřlivému varu. Jakmile dojde k varu, destiluje se rychlostí asi 100 ml za 10 až 15 min.; celkový objem destilátu musí činit asi 250 ml ([2]). Jakmile již není pravděpodobné, že se bude vyvíjet další amoniak, sníží se předloha tak, aby se konec chladiče dostal nad hladinu kapaliny.

Následně se pomocí vhodného činidla ověří, zda veškerý amoniak je zcela vydestilován. Nástavec chladiče se poté omyje malým množstvím vody a přebytečná kyselina se titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného nebo draselného předepsaným pro zvolenou variantu (viz poznámka 2).

Poznámka 2 :

Pro zpětnou titraci je možno použít odměrných roztoků různé koncentrace za předpokladu, že objemy použité pro titraci nepřekračují 40 až 45 ml.

7.3. *Slepý pokus*

Za stejných podmínek se provede slepý pokus a jeho výsledek se zohlední ve výpočtu konečného výsledku.

7.4. *Kontrolní zkouška*

Před provedením analýz je nutné zkontrolovat, zda je destilační aparatura v pořádku a zda je postup prováděn správně; k tomuto účelu se použije poměrná část čerstvě připraveného roztoku síranu amonného (4.11), která obsahuje maximální množství dusíku předepsané pro zvolenou variantu.

8. **Vyjádření výsledku**

Výsledek analýzy se vyjádří jako procentuální obsah amonného dusíku v hnojivu přijatém k analýze.

9. **Přílohy**

Jak je uvedeno v poznámce 1 k bodu 5.1 „Přístroje a pomůcky“, na obrázcích 1, 2, 3, a 4 jsou znázorněny konstrukční detaily různých druhů zařízení uvedených v tomto dokumentu.

([1]) Množství amonného dusíku obsažené v poměrné části odebrané dle tabulky 1 činí přibližně:

— 0,05 g pro variantu a),

— 0,010 g pro variantu b),

— 0,20 g pro variantu c).

([2]) Chladič musí být nastaven tak, aby byl zaručen plynulý odtok kondenzátu. Destilace by měla být ukončena do 30 až 40 minut.

▼B

Tabulka 1

Stanovení amonného dusíku a amonného a dusičnanového dusíku v hnojivech

Tabulka navážek, ředění a výpočty pro každou z variant a), b) a c) této metody

Varianta a)

Přibližné množství dusíku, které má být destilováno: 50 mg.

▼M4

Kyselina sírová o koncentraci 0,05 mol/l v předloze: 50 ml.

▼B

Zpětná titrace s NaOH nebo KOH o koncentraci 0,1 mol/l.

Deklarovaný obsah (% N)	Navážka (g)	Ředění (ml)	Roztok vzorku k destilaci (ml)	Vyjádření 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

(a) Význam členů ve vzorci pro vyjádření výsledku:

— 50 nebo 35 = počet mililitrů odměrného roztoku kyseliny sírové v předloze;
— A = počet mililitrů hydroxidu sodného nebo draselného použitých pro zpětnou titraci;
— F = faktor, který zahrnuje navážku, ředění, alikvotní podíl odebraný pro destilaci a volumetrický ekvivalent.

Varianta b)

Přibližné množství dusíku, které má být destilováno: 100 mg.

▼M4

Kyselina sírová o koncentraci 0,1 mol/l v předloze: 50 ml.

▼B

Zpětná titrace s NaOH nebo KOH o koncentraci 0,2 mol/l.

Deklarovaný obsah (% N)	Navážka (g)	Ředění (ml)	Roztok vzorku k destilaci (ml)	Vyjádření 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) Význam členů ve vzorci pro vyjádření výsledku:

— 50 nebo 35 = počet mililitrů odměrného roztoku kyseliny sírové v předloze;
— A = počet mililitrů hydroxidu sodného nebo draselného použitých pro zpětnou titraci;
— F = faktor, který zahrnuje navážku, ředění, alikvotní podíl odebraný pro destilaci a volumetrický ekvivalent.

▼B

Varianta c)

Přibližné množství dusíku, které má být destilováno: 200 mg.

▼M4

Kyselina sírová o koncentraci 0,25 mol/l v předloze: 35 ml.

▼B

Zpětná titrace s NaOH nebo KOH o koncentraci 0,5 mol/l.

Deklarovaný obsah (% N)	Navážka (g)	Ředění (ml)	Roztok vzorku k destilaci (ml)	Vyjádření výsledku (a) (% N = (35 – 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	5	500	50	(35 – A) × 1,400

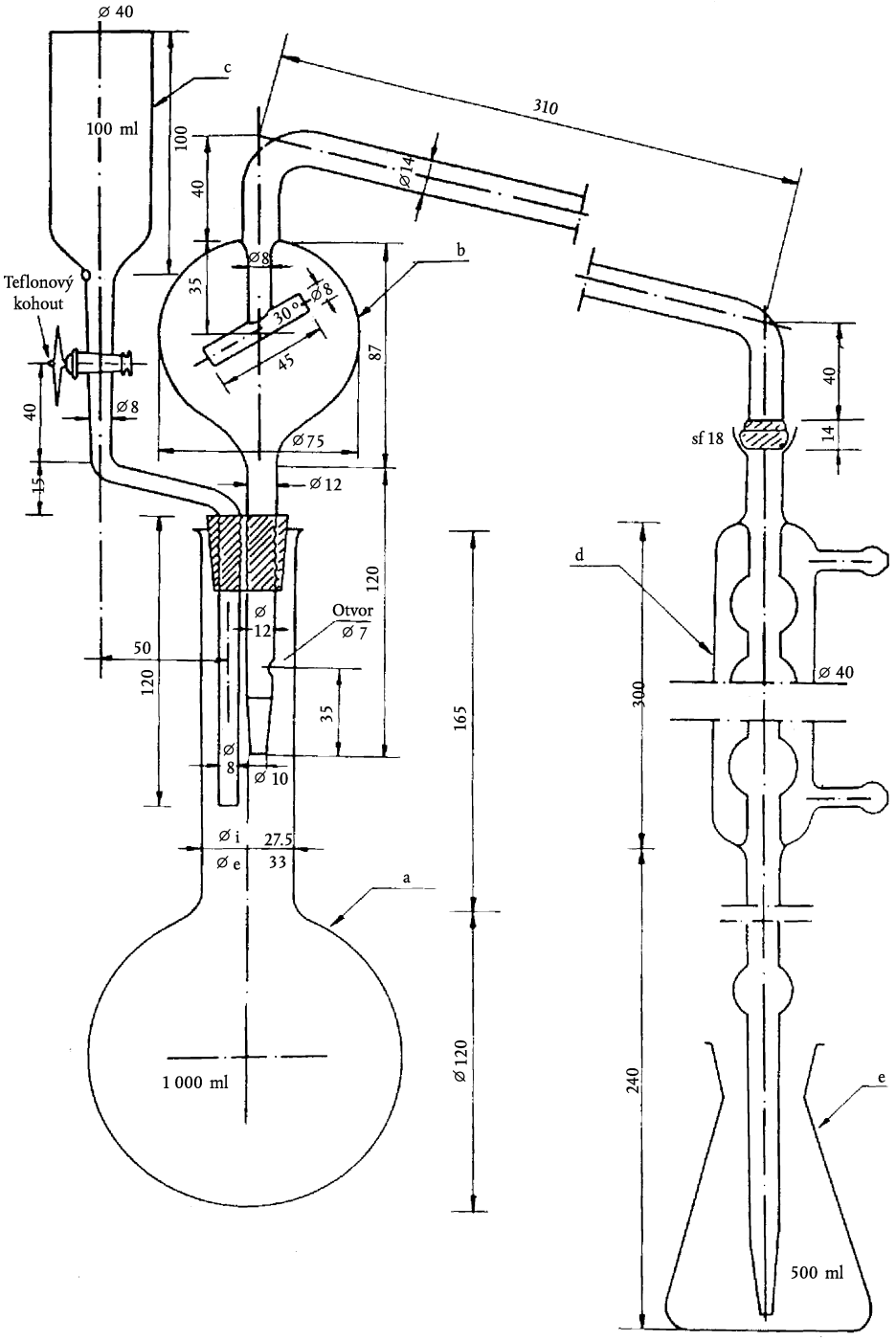
(a) Význam členů ve vzorci pro vyjádření výsledku:

— 50 nebo 35 = počet mililitrů odměrného roztoku kyseliny sírové v předloze;

— A = počet mililitrů hydroxidu sodného nebo draselného použitých pro zpětnou titraci;

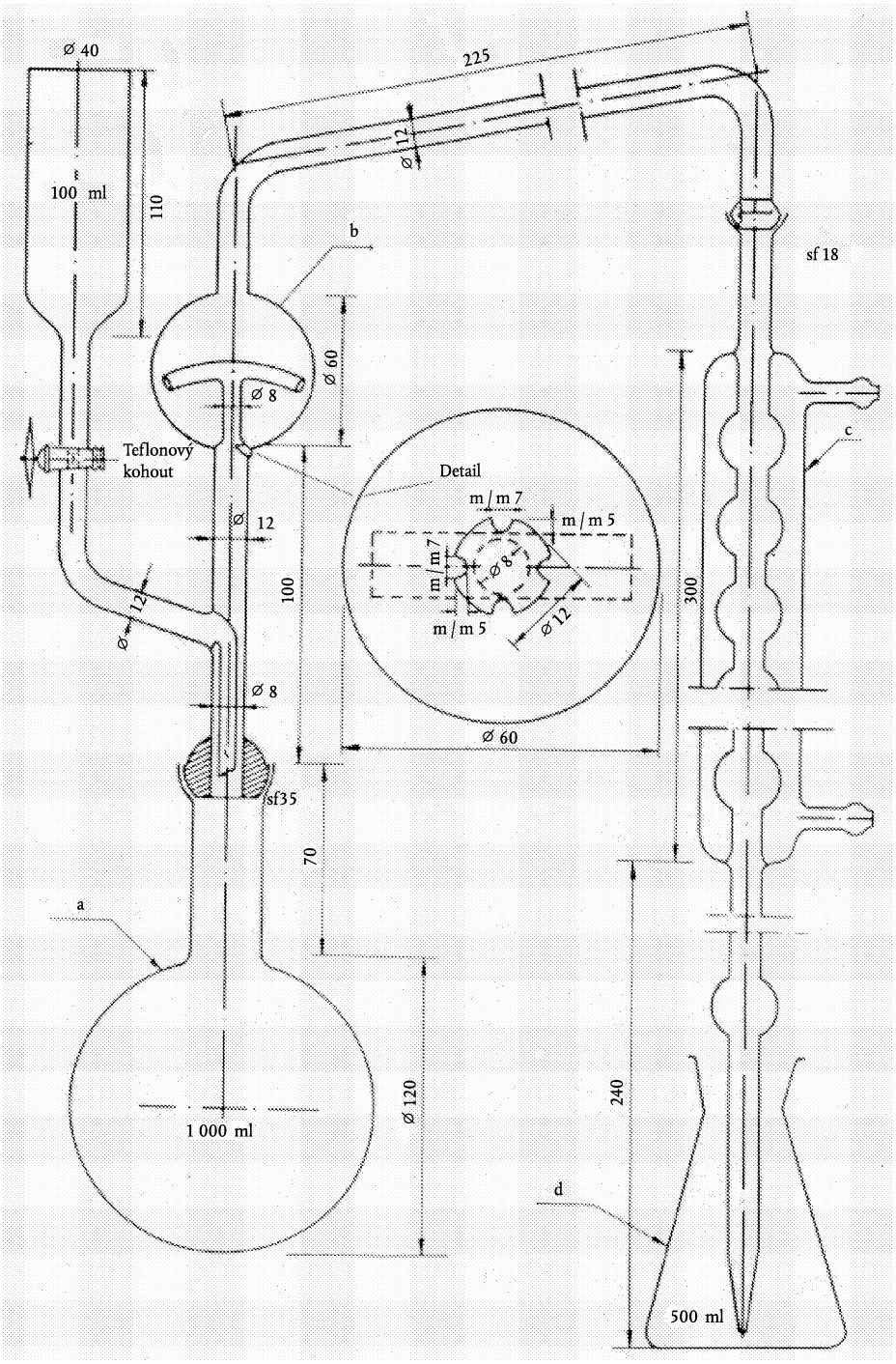
— F = faktor, který zahrnuje navážku, ředění, alikvotní podíl odebraný pro destilaci a volumetrický ekvivalent.

▼B


ø 40
c
100 ml
100
40
310
ø14
b
Teflonový
kohout
ø8
35
30°
45
87
40
ø8
ø75
sf 18
40
14
15
ø12
d
120
Otvor
ø 7
ø
12
50
120
35
165
ø
8
ø 10
ø i
27.5
ø e
33
a
300
ø 40
1 000 ml
ø 120
240
e
500 ml

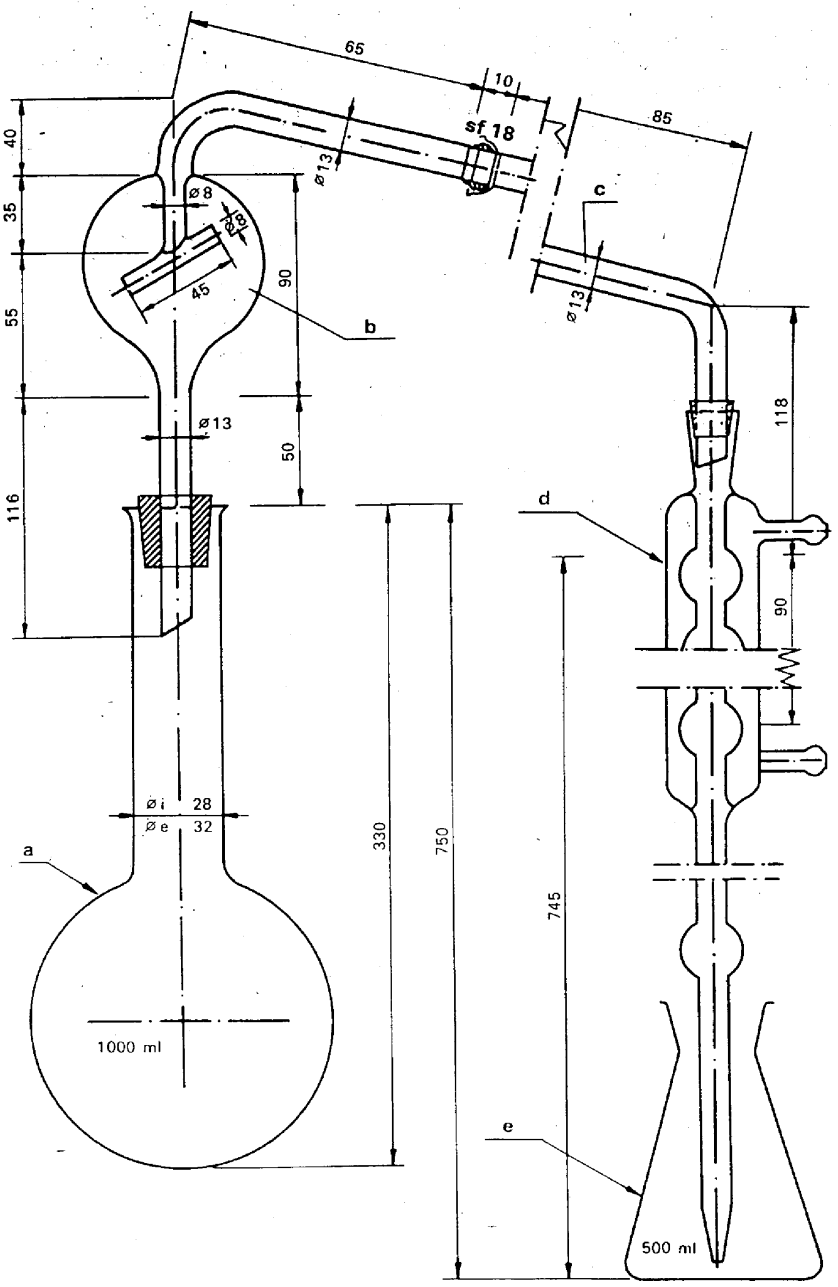
Obrázek 1

▼B


Ø 40
225
Ø 12
100 ml
110
b
sf 18
Ø 60
Ø 8
Teflonový kohout
Detail
m / m 7
m / m 5
Ø 12
100
300
Ø 8
Ø 60
sf35
70
a
1 000 ml
Ø 120
240
d
500 ml
c

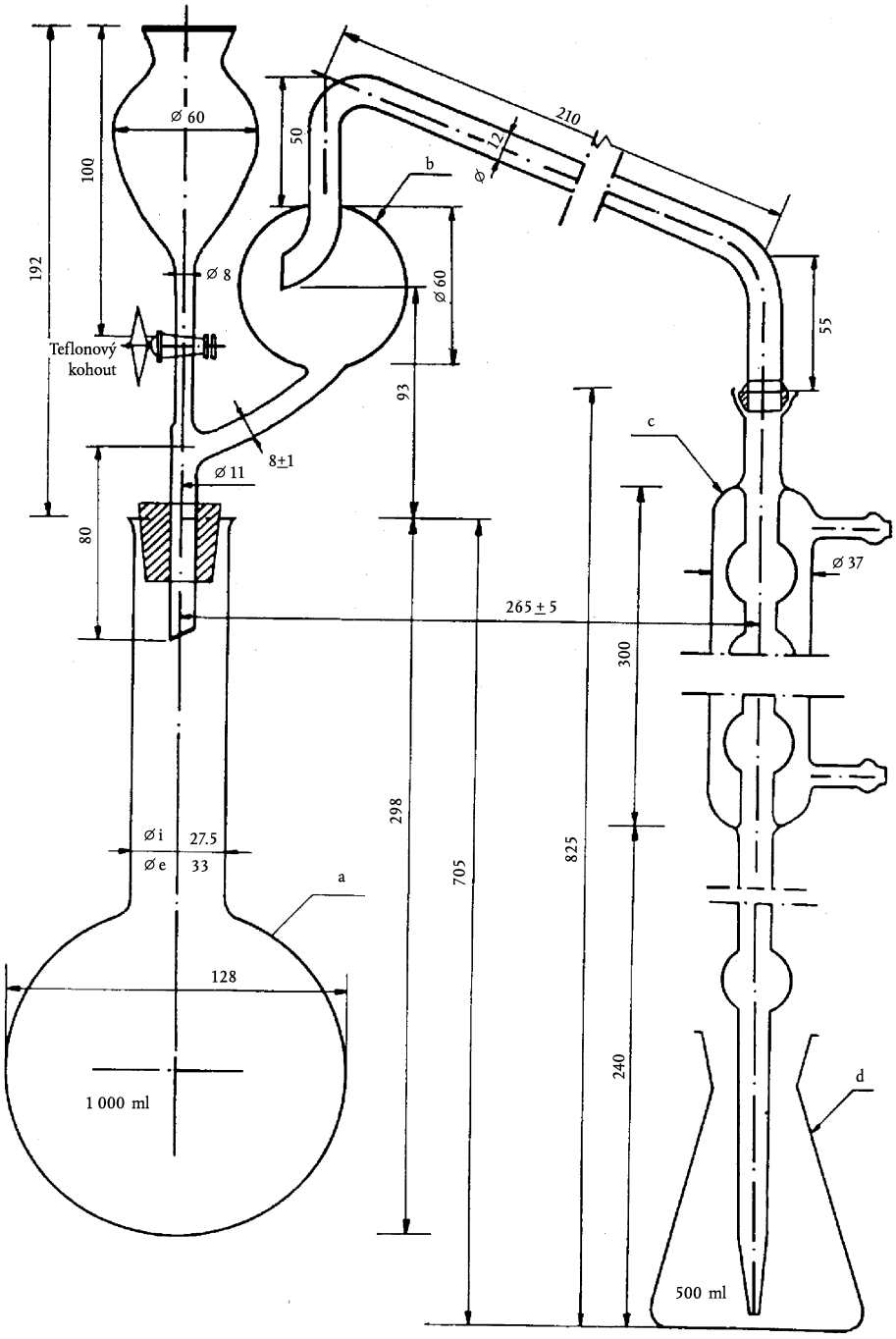
Obrázek 2

▼B


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

Obrázek 3

▼B


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

Obrázek 4

▼B

Vysvětlivky k obrázkům 1, 2, 3 a 4

Obrázek 1

a) Destilační baňka s kulatým dnem a dlouhým hrdlem oobjemu 1 000 ml.

b) Destilační nástavec destilační baňky s lapačem kapek, napojený k chladiči pomocí kulového zábrusu č. 18 (kulový zábrus pro připojení k chladiči lze nahradit vhodným pryžovým spojem).

c) Nálevka pro přidávání hydroxidu sodného s teflonovým kohoutem (kohout lze rovněž nahradit pryžovým spojem s Hofmannovou svorkou).

d) Šestikuličkový chladič s kulovým zábrusem č. 18 na přítoku, na odtoku spojený pryžovým spojem se skleněným nástavcem. (Pokud je napojení na destilační nástavec provedeno pryžovým spojem, může být kulový zábrus nahrazen nástavcem o odpovídajícím průměru s obrubou okraje).

e) Předloha o objemu 500 ml.

Aparatura je zhotovena ze skla, které při používání nevnáší do destilátu žádné alkalické látky.

Obrázek 2

a) Destilační baňka o objemu 1 000 ml s kulatým dnem a krátkým hrdlem s kulovým zábrusem (č. 35).

b) Destilační nástavec s lapačem kapek a kulovým zábrusem (č. 35) na přítoku a kulovým zábrusem (č. 18) na odtoku, po straně připojen k nálevce pro přidávání hydroxidu sodného s teflonovým kohoutem.

c) Šestikuličkový chladič s kulovým zábrusem (č. 18) na přítoku a na odtoku, připojený pryžovým spojem ke skleněnému nástavci.

d) Předloha o objemu 500 ml.

Aparatura je zhotovena ze skla, které při používání nevnáší do destilátu žádné alkalické látky.

Obrázek 3

a) Destilační baňka o objemu 750 nebo 1 000 ml s kulatým dnem a dlouhým hrdlem s obrubou okraje.

b) Destilační nástavec s lapačem kapek a kulovým zábrusem (č. 18) na odtoku.

c) Spojovací nástavec s kulovým zábrusem (č. 18) na přítoku a odkapávací kužel na odtoku (připojení k destilačnímu nástavci lze provést místo kulovým zábrusem také pryžovým spojem).

d) Šestikuličkový chladič na odtoku připojený ke skleněnému nástavci pryžovým spojem.

e) Předloha o objemu 500 ml.

Aparatura je zhotovena ze skla, které při používání nevnáší do destilátu žádné alkalické látky.

Obrázek 4

a) Destilační baňka o objemu 1 000 ml s kulatým dnem a dlouhým hrdlem s obrubou okraje.

b) Destilační nástavec s lapačem kapek a kulovým zábrusem (č. 18) na odtoku, po straně připojen k nálevce pro přidávání hydroxidu sodného s teflonovým kohoutem (kulový zábrus může být nahrazen vhodným pryžovým spojem; kohout může být nahrazen pryžovým spojem s Hofmannovou svorkou).

c) Šestikuličkový chladič s kulovým zábrusem (č. 18) na přítoku, na odtoku připojený ke skleněnému nástavci pryžovým spojem. (Pokud je napojení na destilační nástavec provedeno pryžovým spojem, může být kulový zábrus nahrazen nástavcem o odpovídajícím průměru s obrubou okraje).

d) Předloha o objemu 500 ml.

Aparatura je zhotovena ze skla, které při používání nevnáší do destilátu žádné alkalické látky.

▼B

Metody 2.2

Stanovení dusičnanového a amonného dusíku

Metoda 2.2.1

Stanovení dusičnanového a amonného dusíku podle Ulsche

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení dusičnanového a amonného dusíku redukcí podle Ulsche.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na všechna dusíkatá hnojiva včetně vícesložkových hnojiv, ve kterých je dusík přítomen výhradně jako dusičnanový nebo jako dusičnanový a amonný.

3. **Podstata metody**

Redukce dusičnanů a dusitanů kovovým železem v kyselém prostředí na amoniak a vytěsnění amoniaku přidáním nadbytku hydroxidu sodného: destilace amoniaku a jeho vázání ve známém objemu odměrného roztoku kyseliny sírové. Titrace přebytku kyseliny sírové roztokem hydroxidu sodného nebo draselného o známém titru.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého a všech dusíkatých sloučenin.

4.1. Zředěná kyselina chlorovodíková: 1 objemový díl HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) a 1 objemový díl vody

▼M4

4.2. Kyselina sírová: 0,05 mol/l

▼B

4.3. Hydroxid sodný nebo draselný bez uhličitanů: 0,1 mol/l

4.4. Roztok kyseliny sírové bez amoniaku, přibližně 30 % H_2SO_4 (*m/V*)

4.5. Práškové železo redukované vodíkem (předepsané množství železa musí být schopno zredukovat nejméně 0,05 g dusičnanového dusíku)

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

4.7. *Indikátorové roztoky*

4.7.1. Směsný indikátor

Roztok A: v 37 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l se rozpustí 1 g methylčerveně a doplní se vodou na jeden litr.

Roztok B: ve vodě se rozpustí 1 g methylenové modři a doplní na jeden litr.

1 objemový díl roztoku A se smíchá se 2 objemovými díly roztoku B.

Barva tohoto indikátoru je v kyselém roztoku fialová, v neutrálním šedá a v alkalickém zelená. Používá se 0,5 ml (10 kapek).

4.7.2. Indikátorový roztok methylčerveně

V 50 ml 95 % ethanolu se rozpustí 0,1 g methylčerveně. Doplní se vodou na 100 ml a v případě potřeby se zfiltruje.

Tento indikátor (čtyři až pět kapek) lze použít místo předchozího indikátoru.

4.8. Varné kamínky pemzy promyté kyselinou chlorovodíkovou a vyžíhané

4.9. Dusičnan sodný p.a.

▼B

5. **Přístroje a pomůcky**

Viz metoda 2.1 „Stanovení amonného dusíku“.

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1 „Příprava vzorku“.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava roztoku*

Viz metoda 2.1 „Stanovení amonného dusíku“.

7.2. *Pracovní postup*

Do předlohy se podle údajů v tabulce 1 metody 2.1 (varianta a)) přesně odměří 50 ml odměrného roztoku kyseliny sírové a přidá se odpovídající množství indikátorového roztoku 4.7.1 nebo 4.7.2 Konec nástavce chladiče musí být pod hladinou odměrného roztoku.

Do destilační baňky se napipetuje poměrná část čirého roztoku podle údajů v tabulce 1 metody 2.1 (varianta a)). Podstatné množství dusíku je amonný a dusičnanový dusík. Přidá se 350 ml vody a 20 ml 30 % roztoku kyseliny sírové (4.4), protřepe se a přidá se 5 g redukovaného železa (4.5). Hrdlo baňky se pomocí střičky opláchne několika mililitry vody a nasadí se na něj malá skleněná nálevka s dlouhým stonkem. Roztok se jednu hodinu zahřívá ve vroucí vodní lázni a poté se stonek nálevky opláchne několika mililitry vody.

Velmi opatrně, aby nedošlo ke ztrátám amoniaku, se k obsahu destilační baňky přidá 50 ml koncentrovaného roztoku hydroxidu sodného (4.6), nebo 60 ml koncentrovaného roztoku hydroxidu sodného (4.6), pokud bylo k rozpuštění vzorku použito 20 ml kyseliny chlorovodíkové (4.1). Sestaví se destilační aparatura. Amoniak se vydestiluje podle pokynů v metodě 2.1.

7.3. *Slepý pokus*

Za stejných podmínek se provede slepý pokus (s vynecháním vzorku) a jeho výsledek se zohlední při výpočtu konečného výsledku.

7.4. *Kontrolní zkouška*

Před provedením analýz se zkontroluje, zda je destilační aparatura v pořádku a zda je postup prováděn správně; za tímto účelem se použije poměrná část čerstvě připraveného roztoku dusičnanu sodného (4.9) obsahujícího 0,045 až 0,050 g dusíku a stanoví se obsah dusíku v této části.

8. **Vyjádření výsledku**

Výsledek analýzy se vyjádří jako procentuální obsah dusičnanového dusíku nebo dusičnanového a amonného dusíku v hnojivu přijatém k analýze.

Metoda 2.2.2

Stanovení dusičnanového a amonného dusíku podle Arnda

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení dusičnanového a amonného dusíku redukcí podle Arnda (upravený pro každou z variant a), b) a c)).

2. **Oblast použití**

Viz metoda 2.2.1.

3. **Podstata metody**

Redukce dusičnanů a dusitanů na amoniak v neutrálním vodném roztoku pomocí slitiny kovů složené z 60 % Cu a 40 % Mg (Arndova slitina) za přítomnosti chloridu hořečnatého ($MgCl_2$).

▼B

Destilace amoniaku a jeho vázání ve známém objemu odměrného roztoku kyseliny sírové. Titrace přebytku kyseliny roztokem hydroxidu sodného nebo draselného o známém titru.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého a všech dusíkatých sloučenin.

4.1. Zředěná kyselina chlorovodíková: 1 objemový díl HCl (d = 1,18) a 1 objemový díl vody.

▼M4

4.2	Kyselina sírová: 0,05 mol/l	pro variantu a)
4.3	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,1 mol/l	
4.4	Kyselina sírová: 0,1 mol/l	pro variantu b) (viz poznámka 2, metoda 2.1).
4.5	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,2 mol/l	
4.6	Kyselina sírová: 0,25 mol/l	pro variantu c) (viz poznámka 2, metoda 2.1).
4.7	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,5 mol/l	

▼B

4.8. Roztok hydroxidu sodného: přibližně 2 mol/l

4.9. Arndova slitina pro analýzu: velikost zrna menší než 1 mm

4.10. *20 % roztok chloridu hořečnatého*

200 g chloridu hořečnatého ($MgCl_2.6H_2O$) se rozpustí v přibližně 600 až 700 ml vody v baňce na jeden litr s rovným dnem. Aby se zabránilo pěnění, přidá se 15 g síranu hořečnatého $MgSO_4.7H_2O$).

Po rozpuštění se přidají 2 g oxidu hořečnatého a několik varných kamínků a suspenze se varem zkoncentruje na 200 ml, čímž se z reagenčních činidel odstraní případné stopy amoniaku. Po vychladnutí se doplní na jeden litr a zfiltruje.

4.11. *Indikátorové roztoky*

4.11.1. Směsný indikátor

Roztok A: v 37 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l se rozpustí 1 g methylčerveně a doplní se vodou na jeden litr.

Roztok B: ve vodě se rozpustí 1 g methylenové modři a doplní na jeden litr.

1 objemový díl roztoku A se smíchá se 2 objemovými díly roztoku B.

Barva tohoto indikátoru je v kyselém roztoku fialová, v neutrálním šedá a v alkalickém zelená. Používá se 0,5 ml (10 kapek).

4.11.2. Indikátorový roztok methylčerveně

V 50 ml 95 % ethanolu se rozpustí 0,1 g methylčerveně. Doplní se vodou na 100 ml a v případě potřeby se zfiltruje. Tento indikátor (čtyři nebo pět kapek) lze použít místo předchozího indikátoru.

4.11.3. Indikátorový roztok kongočerveně

V jednom litru teplé vody se rozpustí 3 g kongočerveně a po vychladnutí se v případě potřeby zfiltruje. Tento indikátor lze použít místo obou předchozích indikátorů při neutralizaci kyselých výluhů před destilací tak, že se použije 0,5 ml indikátoru na 100 ml neutralizované kapaliny.

4.12. Varné kamínky pemzy promyté kyselinou chlorovodíkovou a vyžíhané

4.13. Dusičnan sodný p.a.

▼B

5. **Přístroje a pomůcky**

Viz metoda 2.1 „Stanovení amonného dusíku“.

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava roztoku pro analýzu*

Viz metoda 2.1 „Stanovení amonného dusíku“.

7.2. *Analýza roztoku*

Do předlohy destilační aparatury se podle zvolené varianty přesně odměří množství odměrného roztoku kyseliny sírové podle tabulky 1 v metodě 2.1. Přidá se odpovídající množství zvoleného indikátorového roztoku (4.11.1 nebo 4.11.2) a podle potřeby tolik vody, aby bylo dosaženo objemu nejméně 50 ml. Konec nástavce chladiče musí sahat pod hladinu roztoku.

Podle údajů v tabulce k metodě 2.1 se pipetou odebere poměrná část čirého roztoku vzorku a vpraví se do destilační baňky.

Přidá se tolik vody, aby se získal konečný objem asi 350 ml (viz poznámka 1), dále se přidá 10 g Arndovy slitiny (4.9), 50 ml roztoku chloridu hořečnatého (4.10) a několik kousků pemzy (4.12). Baňka se rychle připojí k destilační aparatuře. Asi 30 minut se opatrně zahřívá. Poté se zahřívání zesílí a vydestiluje se amoniak. Destilace trvá asi hodinu. Po uplynutí této doby musí mít zbytek v baňce sirupovitou formu. Po skončení destilace se přebytek kyseliny v předloze ztitruje podle postupu uvedeného v metodě 2.1.

Poznámka 1

Pokud je analyzovaný roztok kyselý (po přídavku 20 ml HCl (4.1) pro rozpuštění vzorku), zneutralizuje se poměrná část odebraná k analýze takto: do destilační baňky, která obsahuje odebranou poměrnou část, se přidá asi 250 ml vody a potřebné množství jednoho z indikátorů (4.11.1, 4.11.2, 4.11.3) a pečlivě se protřepe.

Zneutralizuje se roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 2 mol/l (4.8) a opět okyselí jednou kapkou kyseliny chlorovodíkové (4.1). Dále se postupuje podle bodu 7.2 (druhý řádek).

7.3. *Slepý pokus*

Za stejných podmínek se provede slepý pokus (s vynecháním vzorku) a jeho výsledek se zohlední při výpočtu konečného výsledku.

▼M4

7.4 *Kontrolní zkouška*

Před provedením analýz se zkontroluje, zda je destilační aparatura v pořádku a zda je postup prováděn správně, a to stanovením obsahu dusíku v poměrné části čerstvě připraveného roztoku dusičnanu sodného (4.13) obsahujícího podle zvolené varianty 0,050 až 0,150 g dusičnanového dusíku.

▼B

8. **Vyjádření výsledku**

Viz metoda 2.2.1.

Metoda 2.2.3

Stanovení dusičnanového a amonného dusíku podle Devardy

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení dusičnanového a amonného dusíku redukcí podle Devardy (upravený pro každou z variant a), b) a c)).

▼B

2. **Oblast použití**

Viz metoda 2.2.1.

3. **Podstata metody**

Redukce dusičnanů a dusitanů na amoniak v silně alkalickém prostředí pomocí slitiny kovů složené ze 45 % hliníku (Al), 5 % zinku (Zn) a 50 % mědi (Cu) (Devardova slitina). Destilace amoniaku a jeho vázání ve známém objemu odměrného roztoku kyseliny sírové; titrace přebytku kyseliny roztokem hydroxidu sodného nebo draselného o známém titru.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého a všech dusíkatých sloučenin.

4.1. Zředěná kyselina chlorovodíková: 1 objemový díl HCl (d = 1,18) a 1 objemový díl vody

▼M4

4.2	Kyselina sírová: 0,05 mol/l	pro variantu a)
4.3	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,1 mol/l	
4.4	Kyselina sírová: 0,1 mol/l	pro variantu b) (viz poznámka 2, metoda 2.1).
4.5	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,2 mol/l	
4.6	Kyselina sírová: 0,25 mol/l	pro variantu c) (viz poznámka 2, metoda 2.1).
4.7	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,5 mol/l	

▼B

4.8. *Devardova slitina pro analýzu*

Rozdrcená tak, aby 90 až 100 % prošlo přes síto o velikosti ok menší než 0,25 mm^2, 50 až 75 % prošlo přes síto o velikosti ok menší než 0,075 mm^2.

Doporučují se předem naplněné lahvičky o obsahu nejvýše 100 g.

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

4.10. *Indikátorové roztoky*

4.10.1. Směsný indikátor

Roztok A: v 37 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l se rozpustí 1 g methylčerveně a doplní se vodou na jeden litr.

Roztok B: ve vodě se rozpustí 1 g methylenové modři a doplní na jeden litr.

1 objemový díl roztoku A se smíchá se 2 objemovými díly roztoku B.

Barva tohoto indikátoru je v kyselém roztoku fialová, v neutrálním šedá a v alkalickém zelená. Používá se 0,5 ml (10 kapek).

4.10.2. Indikátorový roztok methylčerveně

V 50 ml 95 % ethanolu se rozpustí 0,1 g methylčerveně. Doplní se vodou na 100 ml a v případě potřeby se zfiltruje.

Tento indikátor (4 až 5 kapek) lze použít místo předchozího indikátoru.

4.11. Ethanol, 95 až 96 %

4.12. Dusičnan sodný pro analýzu

▼B

5. **Přístroje a pomůcky**

Viz metoda 2.1.

5.1. Destilační aparatura sestavená z destilační baňky o dostatečném objemu, destilačního přestupníku s účinným lapačem kapek, chladiče a předlohou s vodním uzávěrem, aby nedošlo k žádným ztrátám amoniaku.

Aparatura doporučená pro toto stanovení je se všemi konstrukčními detaily znázorněna na obrázku 5.

5.2. Pipety o objemu 10, 20, 25, 50, 100 a 200 ml.

5.3. Odměrná baňka o objemu 500 ml

5.4. Rotační třepačka (35 až 40 otáček za minutu)

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava roztoku pro analýzu*

Viz metoda 2.1 „Stanovení amonného dusíku“.

7.2. *Analýza roztoku*

Množství dusičnanového dusíku obsažené v poměrné části roztoku nesmí překročit maximální množství uvedené v tabulce 1.

Do předlohy destilační aparatury se podle zvolené varianty přesně odměří množství odměrného roztoku kyseliny sírové podle tabulky 1. Přidá se odpovídající množství zvoleného indikátorového roztoku (4.10.1 nebo 4.10.2) a podle potřeby tolik vody, aby bylo dosaženo objemu nejméně 50 ml. Konec nástavce chladiče musí sahat pod hladinu roztoku. Vodní uzávěr musí být naplněn vodou.

Přesnou pipetou se odebere poměrná část čirého roztoku vzorku podle údajů v tabulce 1 k metodě 2.1 a vpraví se do destilační baňky.

Do destilační baňky se přidá tolik vody, aby se získal objem 250 až 300 ml, a dále 5 ml ethanolu (4.11) a 4 g Devardovy slitiny (4.8) (viz poznámka 2).

Při dodržení nezbytných opatření, jejichž účelem je zabránit ztrátám amoniaku, se do destilační baňky přidá asi 30 ml 30 % roztoku hydroxidu sodného (4.9). V případě rozkladu vzorku v kyselině se toto množství zvýší tak, aby se neutralizovala kyselina chlorovodíková (4.1) přítomná v poměrné části roztoku vzorku. Destilační baňka se připojí k aparatuře a zajistí se těsnost spojení. Baňka se opatrně protřepe, aby se obsah promíchal.

Zahřívá se na malém plameni tak, aby se vývoj vodíku po půl hodině zřetelně snížil a kapalina začala vřít. Zahřívání se zesílí, aby se během 30 min. předestilovalo nejméně 200 ml kapaliny. (Destilace nemá trvat déle než 45 minut).

Po ukončení destilace se předloha oddělí od aparatury a do předlohy se pečlivě opláchne nástavec chladiče a přidá se celý obsah vodního uzávěru. Poté se přebytek kyseliny se titruje postupem uvedeným v metodě 2.1.

Poznámka 2

Za přítomnosti vápenatých solí, jako je dusičnan vápenatý nebo dusičnan vápenato-amonný, je nezbytné před destilací přidat na každý gram vzorku hnojiva v poměrné části 0,700 g hydrogenfosforečnanu sodného ($Na_2HPO_4.2H_2O$), aby nedošlo k vytvoření $Ca(OH)_2$.

▼B

7.3. *Slepý pokus*

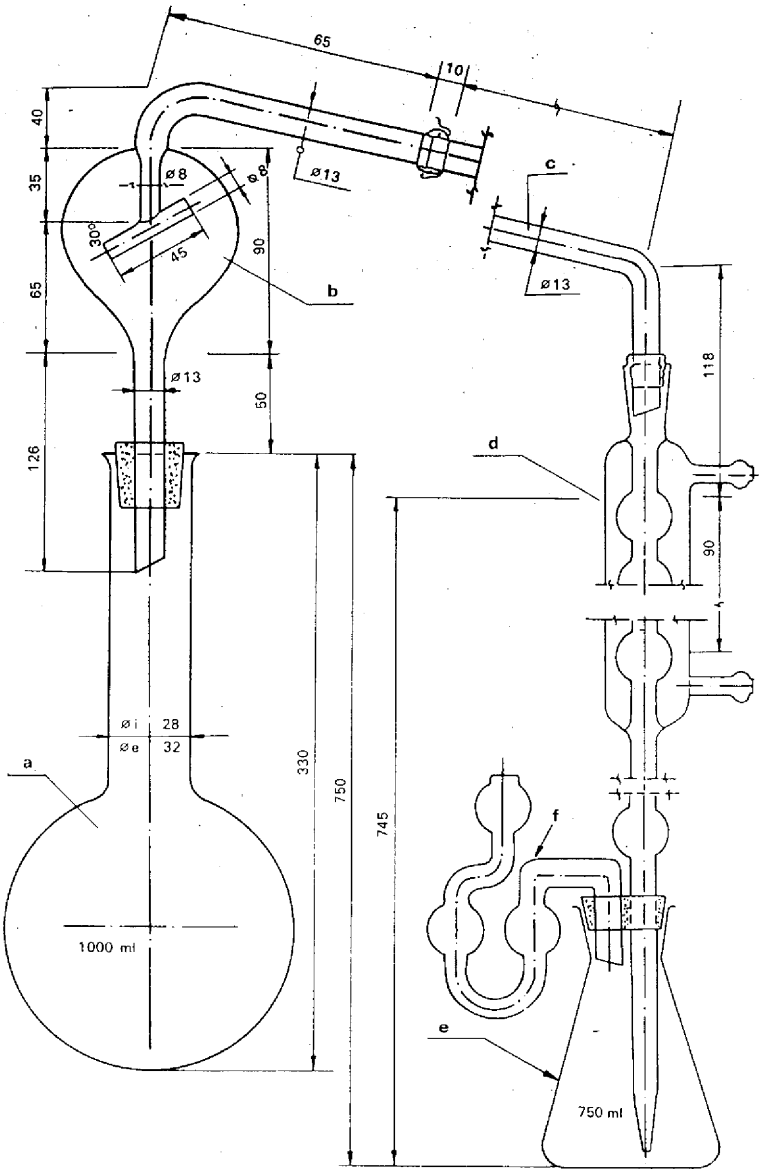
Za stejných podmínek se provede slepý pokus (s vynecháním vzorku) a jeho výsledek se zohlední při výpočtu konečných výsledků.

7.4. *Kontrolní zkouška*

Před provedením analýz se zkontroluje, zda je destilační aparatura v pořádku a zda je postup prováděn správně, a to stanovením obsahu dusíku v poměrné části čerstvě připraveného roztoku dusičnanu sodného (4.12) obsahujícího podle zvolené varianty 0,050 až 0,150 g dusičnanového dusíku.

8. **Vyjádření výsledku**

Viz metoda 2.2.1.



Obrázek 5

Vysvětlivky k obrázku 5

a) Destilační baňka o objemu 750 ml (1 000 ml) s kulatým dnem a dlouhým hrdlem s obrubou okraje.

b) Destilační nástavec s lapačem kapek a kulovým zábrusem č. 18 na odtoku.

▼B

c) Spojovací nástavec s kulovým zábrusem č. 18 na přítoku a odkapávacím kuželem na odtoku (připojení k destilačnímu nástavci lze provést namísto kulovým zábrusem také pryžovým spojem).

d) Šestikuličkový chladič na odtoku připojený pryžovým spojem ke skleněnému nástavci, který je společně s vodním uzávěrem f) vsazen do zátky.

e) Předloha o objemu 750 ml.

f) Vodní uzávěr, který zabraňuje ztrátám amoniaku.

Aparatura je zhotovena ze skla, které při používání nevnáší do destilátu žádné alkalické látky.

Metoda 2.3

Stanovení celkového dusíku

Metoda 2.3.1

Stanovení celkového dusíku v dusíkatém vápnu bez dusičnanů

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení celkového dusíku v dusíkatém vápnu bez dusičnanů.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná výhradně na dusíkaté vápno (bez dusičnanů).

3. **Podstata metody**

Po rozkladu podle Kjeldahla se vzniklý amonný dusík vytěsní hydroxidem sodným a zachytí se a stanoví v odměrném roztoku kyseliny sírové.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého a všech dusíkatých sloučenin.

4.1. Zředěná kyselina sírová (d_{20} = 1,54 g/ml): 1 objemový díl kyseliny sírové (d_{20} = 1,84 g/ml) a 1 objemový díl vody

4.2. Síran draselný p.a.

4.3. Oxid měďnatý (CuO): 0,3 až 0,4 g pro každé stanovení, nebo ekvivalentní množství pentahydrátu síranu měďnatého ($CuSO_4.5H_2O$), 0,95 až 1,25 g pro každé stanovení

4.4. Roztok hydroxidu sodného, přibližně 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), bez amoniaku

▼M4

4.5	Kyselina sírová: 0,05 mol/l	pro variantu a) (viz metoda 2.1).
4.6	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,1 mol/l	
4.7	Kyselina sírová: 0,1 mol/l	pro variantu b) (viz poznámka 2, metoda 2.1).
4.8	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,2 mol/l	
4.9	Kyselina sírová: 0,25 mol/l	pro variantu c) (viz poznámka 2, metoda 2.1).
4.10	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,5 mol/l	

▼B

4.11. *Indikátorové roztoky*

4.11.1. Směsný indikátor

Roztok A: v 37 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l se rozpustí 1 g methylčerveně a doplní se vodou na jeden litr.

Roztok B: ve vodě se rozpustí 1 g methylenové modři a doplní se na jeden litr.

1 objemový díl roztoku A se smíchá se 2 objemovými díly roztoku B.

Barva tohoto indikátoru je v kyselém roztoku fialová, v neutrálním šedá a v alkalickém zelená. Používá se 0,5 ml (10 kapek).

4.11.2. Indikátorový roztok methylčerveně

V 50 ml 95 % ethanolu se rozpustí 0,1 g methylčerveně a doplní se vodou na 100 ml. V případě potřeby se zfiltruje přes skládaný filtrační papír. Tento indikátor (4 až 5 kapek) lze použít místo předchozího indikátoru.

4.12. Varné kamínky pemzy promyté kyselinou chlorovodíkovou a vyžíhané

4.13. Thiokyanatan draselný p.a.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Destilační aparatura, viz metoda 2.1 „Stanovení amonného dusíku“

5.2. Kjeldahlova baňka s dlouhým hrdlem o vhodném objemu

5.3. Pipety o objemu 50, 100 a 200 ml

5.4. Odměrná baňka o objemu 250 ml

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava roztoku pro analýzu*

Do Kjeldahlovy baňky se s přesností na 0,001 g naváží 1 g zkušebního vzorku. Přidá se 50 ml zředěné kyseliny sírové (4.1), 10 až 15 g síranu draselného (4.2) a katalyzátor (4.3). Zahřívá se k varu, aby se odpařila voda, opatrně se vaří 2 hodiny, nechá se vychladnout a zředí se 100 až 150 ml vody. Znovu se ochladí, suspenze se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 250 ml, objem se doplní po značku vodou, protřepe se a zfiltruje přes suchý filtr do suché baňky.

7.2. *Analýza roztoku*

Podle zvolené varianty (viz metoda 2.1) se pipetou odebere 50, 100 nebo 200 ml takto získaného roztoku. Po přidání přebytku hydroxidu sodného (4.4) se vydestiluje a stanoví amoniak postupem popsaným v metodě 2.1.

7.3. *Slepý pokus*

Za stejných podmínek se provede slepý pokus (s vynecháním vzorku) a jeho výsledek se zohlední při výpočtu konečného výsledku.

7.4. *Kontrolní zkouška*

Před provedením analýz se zkontroluje, zda je destilační aparatura v pořádku a zda je postup prováděn správně, a to stanovením obsahu dusíku v poměrné části roztoku thiokyanatanu draselného (4.13). Poměrná část má obsahovat takové množství dusíku, jaké obsahuje zkušební vzorek použitý k přípravě analyzovaného roztoku.

▼B

8. **Vyjádření výsledku**

Výsledek analýzy se vyjádří jako procentuální obsah dusíku v hnojivu přijatém k analýze.

Varianta a): % N = (50 – A) × 0,7

Varianta b): % N = (50 – A) × 0,7

Varianta c): % N = (35 – A) × 0,875

Metoda 2.3.2

Stanovení celkového dusíku v dusíkatém vápnu obsahujícím dusičnany

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení celkového dusíku v dusíkatém vápnu.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná výhradně na dusíkaté vápno obsahující dusičnany.

3. **Podstata metody**

Přímý rozklad Kjeldahlovou metodou nelze v případě dusíkatého vápna s obsahem dusičnanů použít. Proto je dusičnanový dusík před rozkladem podle Kjeldahla zredukován kovovým železem a chloridem cínatým na amoniak.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého a všech dusíkatých sloučenin.

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

4.2. Práškové železo redukované vodíkem

4.3. Síran draselný p.a., jemně mletý

▼M4

4.4	Kyselina sírová: 0,05 mol/l	pro variantu a) (viz metoda 2.1).
4.5	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,1 mol/l	
4.6	Kyselina sírová: 0,1 mol/l	pro variantu b) (viz poznámka 2, metoda 2.1).
4.7	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,2 mol/l	
4.8	Kyselina sírová: 0,25 mol/l	pro variantu c) (viz poznámka 2, metoda 2.1).
4.9	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,5 mol/l	

▼B

4.10. *Indikátorové roztoky*

4.10.1. Směsný indikátor

Roztok A: v 37 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l se rozpustí 1 g methylčerveně a doplní se vodou na jeden litr.

Roztok B: ve vodě se rozpustí 1 g methylenové modři a doplní se na jeden litr.

1 objemový díl roztoku A se smíchá se 2 objemovými díly roztoku B.

Barva tohoto indikátoru je v kyselém roztoku fialová, v neutrálním šedá a v alkalickém zelená. Používá se 0,5 ml (10 kapek) tohoto indikátorového roztoku.

▼B

4.10.2. Indikátorový roztok methylčerveně

V 50 ml 95 % ethanolu se rozpustí 0,1 g methylčerveně, doplní se vodou na 100 ml a v případě potřeby se zfiltruje. Tento indikátor (4 až 5 kapek) lze použít místo předchozího indikátoru.

4.11. *Roztok chloridu cínatého*

Ve 400 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) se rozpustí 120 g $SnCl_2.2H_2O$ a doplní se na jeden litr vodou. Roztok musí být dokonale čirý a měl by být připraven bezprostředně před použitím. Je nezbytné zkontrolovat redukční schopnost chloridu cínatého.

Poznámka

Ve 2 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) se rozpustí 0,5 g $SnCl_2.2H_2O$ a doplní se vodou na 50 ml. Poté se přidá 5 g Seignettovy soli (vinanu sodno-draselného) a tolik hydrogenuhličitanu sodného, aby lakmusový papírek vykázal alkalickou reakci.

▼M5

Titruje se roztokem jodu (I_2) o koncentraci 0,05 mol/l za přítomnosti škrobového roztoku jako indikátoru.

1 ml roztoku jodu (I_2) o koncentraci 0,05 mol/l odpovídá 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

V takto připraveném roztoku musí být nejméně 80 % celkového cínu ve dvojmocné formě. Při titraci se musí spotřebovat nejméně 35 ml roztoku jodu (I_2) o koncentraci 0,05 mol/l.

▼B

4.12. Roztok hydroxidu sodného s obsahem asi 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/l) bez amoniaku

4.13. *Standardní roztok dusičnanového a amonného dusíku*

Do odměrné baňky o objemu 250 ml se naváží 2,5 g dusičnanu draselného p.a. a 10,16 g síranu amonného p.a. Rozpustí se ve vodě a doplní se vodou na 250 ml. 1 ml tohoto roztoku obsahuje 0,01 g dusíku.

4.14. Varné kamínky pemzy promyté kyselinou chlorovodíkovou a vyžíhané

5. **Přístroje a pomůcky**

Viz metoda 2.3.1.

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava roztoku*

Do Kjeldahlovy baňky se s přesností na 0,001 g naváží 1 g zkušebního vzorku. Přidá se 0,5 g práškového železa (4.2) a 50 ml roztoku chloridu cínatého (4.11), protřepe se a nechá se půl hodiny stát. Během stání se po 10 a 20 minutách znovu protřepe. Poté se přidá 10 g síranu draselného (4.3) a 30 ml kyseliny sírové (4.1). Zahřeje se k varu a poté, co se objeví bílé páry, se pokračuje ještě hodinu. Nechá se vychladnout a zředí se 100 až 150 ml vody. Suspenze se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 250 ml, nechá se opět vychladnout a objem se doplní po značku vodou. Protřepe se a zfiltruje přes suchý filtr do suché nádoby. (Namísto toho, aby byla suspenze v odměrné baňce převedena k provedení variant a), b) nebo c) metody 2.1, může být amonný dusík ze zředěného roztoku po rozkladu oddestilován a stanoven přímo po přidání velkého přebytku hydroxidu sodného (4.12).

7.2. *Analýza roztoku*

Podle zvolené varianty a), b) nebo c) (viz metoda 2.1) se pipetou odebere 50, 100 nebo 200 ml takto získaného roztoku. Po přidání přebytku hydroxidu sodného (4.12) se vydestiluje a stanoví amoniak postupem popsaným v metodě 2.1.

▼B

7.3. *Slepý pokus*

Za stejných podmínek se provede slepý pokus (s vynecháním vzorku) a jeho výsledek se zohlední při výpočtu konečného výsledku.

7.4. *Kontrolní zkouška*

Před provedením analýz se zkontroluje, zda je destilační aparatura v pořádku a zda je postup prováděn správně, a to stanovením obsahu dusíku v poměrné části čerstvě připraveného standardního roztoku (4.13). Obsah amonného a dusičnanového dusíku v této poměrné části má být srovnatelný s množstvím kyanamidového a dusičnanového dusíku obsaženého v dusíkatém vápně obsahujícím dusičnany.

Za tímto účelem se do Kjeldahlovy baňky odměří 20 ml standardního roztoku (4.13).

Analýza se provede podle postupu popsaného v bodech 7.1 a 7.2.

8. **Vyjádření výsledku**

Výsledek analýzy se vyjádří jako procentuální obsah celkového dusíku (N) v hnojivu přijatém k analýze.

Varianta a): % N = (50 – A) × 0,7

Varianta b): % N = (50 – A) × 0,7

Varianta c): % N = (35 – A) × 0,875

Metoda 2.3.3

Stanovení celkového dusíku v močovině

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení celkového dusíku v močovině.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná výhradně na hnojiva na bázi močoviny bez dusičnanů.

3. **Podstata metody**

Močovinový dusík se kvantitativně varem za přítomnosti kyseliny sírové převede na amoniak. Takto získaný amoniak se vydestiluje z alkalického prostředí a váže se v přebytku odměrného roztoku kyseliny sírové. Přebytek kyseliny se titruje roztokem hydroxidu sodného nebo draselného o známém titru.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého a všech dusíkatých sloučenin.

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

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

▼M4

4.3	Kyselina sírová: 0,05 mol/l	pro variantu a) (viz metoda 2.1).
4.4	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,1 mol/l	
4.5	Kyselina sírová: 0,1 mol/l	pro variantu b) (viz poznámka 2, metoda 2.1).
4.6	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,2 mol/l	
4.7	Kyselina sírová: 0,25 mol/l	pro variantu c) (viz poznámka 2, metoda 2.1).
4.8	Roztok hydroxidu sodného nebo draselného bez uhličitanů: 0,5 mol/l	

▼B

4.9. *Indikátorové roztoky*

4.9.1. Směsný indikátor

Roztok A: v 37 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l se rozpustí 1 g methylčerveně a doplní se vodou na jeden litr.

Roztok B: ve vodě se rozpustí 1 g methylenové modři a doplní na jeden litr.

1 objemový díl roztoku A se smíchá se 2 objemovými díly roztoku B.

Barva tohoto indikátoru je v kyselém roztoku fialová, v neutrálním šedá a v alkalickém zelená. Používá se 0,5 ml (10 kapek).

4.9.2. Indikátorový roztok methylčerveně

V 50 ml 95 % ethanolu se rozpustí 0,1 g methylčerveně a doplní se vodou na 100 ml. V případě potřeby se zfiltruje přes skládaný filtrační papír. Tento indikátor (4 až 5 kapek) lze použít místo předchozího indikátoru.

4.10. Varné kamínky pemzy promyté kyselinou chlorovodíkovou a vyžíhané

4.11. Močovina p.a.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Destilační aparatura, viz metoda 2.1 „Stanovení amonného dusíku“.

5.2. Odměrná baňka o objemu 500 ml

5.3. Pipety o objemu 25, 50 a 100 ml

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava roztoku*

Do Kjeldahlovy baňky o objemu 300 ml se s přesností na 0,001 g naváží 2,5 g zkušebního vzorku a ovlhčí se 20 ml vody. Za protřepávání se přidá 20 ml koncentrované kyseliny sírové (4.1) a několik skleněných kuliček, aby se zabránilo bouřlivému varu. Na hrdlo baňky se nasadí nálevka s dlouhým stonkem, aby se zabránilo rozstříknutí roztoku. Zahřívá se nejdříve na malém plameni a poté silněji do vývinu bílých par (30 až 40 minut).

Ochladí se a zředí 100 až 150 ml vody. Roztok se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 500 ml a jakákoli sedlina se odstraní. Nechá se vychladnout na pokojovou teplotu. Objem se doplní vodou, protřepe se a v případě potřeby se zfiltruje přes suchý filtr do suché nádoby.

7.2. *Analýza roztoku*

Podle zvolené varianty (viz metoda 2.1) se pipetou odebere 25, 50, nebo 100 ml takto získaného roztoku a amoniak se vydestiluje postupem popsaným v metodě 2.1. Dbá se na to, aby bylo do destilační baňky přidáno dostatečné množství roztoku NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml) (4.2), aby byl zajištěn velký přebytek hydroxidu sodného.

7.3. *Slepý pokus*

Za stejných podmínek se provede slepý pokus (s vynecháním vzorku) a jeho výsledek se zohlední při výpočtu konečného výsledku.

7.4. *Kontrolní zkouška*

Před provedením analýz se zkontroluje, zda je destilační aparatura v pořádku a zda je postup prováděn správně, a to stanovením obsahu dusíku v poměrné části čerstvě připraveného roztoku močoviny (4.11).

▼B

8. **Vyjádření výsledku**

Výsledek analýzy se vyjádří jako procentuální obsah dusíku v hnojivu přijatém k analýze.

Varianta a): % N = (50 – A) × 1,12

Varianta b): % N = (50 – A) × 1,12

Varianta c): % N = (35 – A) × 1,40

Metoda 2.4

Stanovení kyanamidového dusíku

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení kyanamidového dusíku.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na dusíkaté vápno a dusíkaté vápno s dusičnanem.

3. **Podstata metody**

Kyanamidový dusík se vysráží jako sloučenina stříbra a ve sraženině se stanoví Kjeldahlovou metodou.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého a všech dusíkatých sloučenin.

4.1. Ledová kyselina octová

4.2. Roztok amoniaku, 10 % (d_{20} = 0,96 g/l)

4.3. *Amoniakální roztok stříbrné soli podle Tollense*

500 ml 10 % roztoku dusičnanu stříbrného ($AgNO_3$) se smíchá ve vodě s 500 ml 10 % amoniaku (4.2).

Tento roztok se nemá zbytečně vystavovat působení světla, tepla nebo vzduchu. Roztok se dá obvykle uchovat několik let. Činidlo je použitelné, dokud je roztok čirý.

4.4. Koncentrovaná kyselina sírová (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.5. Síran draselný p.a.

4.6. Oxid měďnatý (CuO): 0,3 až 0,4 g na jedno stanovení, nebo ekvivalentní množství pentahydrátu síranu měďnatého ($CuSO_4.5H_2O$), 0,95 až 1,25 g na jedno stanovení.

4.7. Roztok hydroxidu sodného, přibližně 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), bez amoniaku

▼M4

4.8. Kyselina sírová: 0,05 mol/l

▼B

4.9. Hydroxid sodný nebo draselný: 0,1 mol/l

4.10. *Indikátorové roztoky*

4.10.1. Směsný indikátor

Roztok A: v 37 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l se rozpustí 1 g methylčerveně a doplní se vodou na jeden litr.

Roztok B: ve vodě se rozpustí 1 g methylenové modři a doplní na jeden litr.

1 objemový díl roztoku A se smíchá se 2 objemovými díly roztoku B.

Barva tohoto indikátoru je v kyselém roztoku fialová, v neutrálním šedá a v alkalickém zelená. Používá se 0,5 ml (10 kapek).

▼B

4.10.2. Indikátorový roztok methylčerveně

V 50 ml 95 % ethanolu se rozpustí 0,1 g methylčerveně a doplní se vodou na 100 ml. V případě potřeby se zfiltruje. Tento indikátor (4 až 5 kapek) lze použít místo předchozího indikátoru.

4.11. Varné kamínky pemzy promyté kyselinou chlorovodíkovou a vyžíhané

4.12. Thiokyanatan draselný p.a.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Destilační aparatura, viz metoda 2.1 „Stanovení amonného dusíku".

5.2. Odměrná baňka o objemu 500 ml (např. Stohmannova)

5.3. Kjeldahlova baňka s dlouhým hrdlem o dostatečném objemu (300 až 500 ml)

5.4. Pipeta o objemu 50 ml

5.5 Rotační třepačka (35 až 40 otáček za minutu)

6. **Příprava**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Bezpečnostní opatření*

Při manipulaci s jakýmkoli amoniakálním roztokem stříbrné soli se musí používat ochranné brýle. Jakmile se na povrchu kapaliny vytvoří tenký film, může při míchání dojít k explozi. Proto se vyžaduje nejvyšší opatrnost.

7.2. *Příprava roztoku pro analýzu*

S přesností na 0,001 g se do malé skleněné třecí misky naváží 2,5 g vzorku. Vzorek se třikrát rozetře s vodou a po každém rozetření se voda slije do Stohmannovy odměrné baňky o objemu 500 ml (5.2). Třecí miska, tlouček a nálevka se pomocí střičky opláchnou tak, aby byl vzorek převeden do odměrné baňky kvantitativně. Baňka se doplní vodou na přibližně 400 ml. Dále se přidá 15 ml ledové kyseliny octové (4.14). Třepe se dvě hodiny na rotační třepačce (5.5).

Doplní se vodou na 500 ml, promíchá se a zfiltruje.

Analýza se provede co nejrychleji.

7.3. *Analýza roztoku*

Do kádinky o objemu 250 ml se pipetou převede 50 ml filtrátu.

Roztok se slabě zalkalizuje roztokem amoniaku (4.2) a za protřepávání se přidá 30 ml horkého roztoku amonné stříbrné soli podle Tollense (4.3), aby se vysrážel žlutý kyanamid stříbrný.

Sraženina se nechá stát do příštího dne, poté se zfiltruje a sraženina se promyje studenou vodou, dokud neobsahuje žádný amoniak.

Ještě vlhký filtr se sraženinou se přenese do Kjeldahlovy baňky, přidá se 10 až 15 g síranu draselného (4.5), jeden z katalyzátorů (4.6) v předepsaném množství a poté 50 ml vody a 25 ml koncentrované kyseliny sírové (4.4).

Baňka se za mírného třepání zvolna zahřívá k varu. Poté se zahřívání zesílí a obsah se vaří, dokud není bezbarvý nebo světlezelený.

Vaří se ještě jednu hodinu, poté se nechá vychladnout.

Kapalina se z Kjeldahlovy baňky kvantitativně převede do destilační baňky, přidá se několik varných kamínků pemzy (4.11) a opatrně se zředí vodou na celkový objem asi 350 ml. Promíchá se a nechá vychladnout.

Amoniak se vydestiluje podle varianty a) metody 2.1 po přidání nadbytku hydroxidu sodného NaOH (4.7.).

▼B

7.4. *Slepý pokus*

Za stejných podmínek se provede slepý pokus (s vynecháním vzorku) a jeho výsledek se zohlední při výpočtu konečného výsledku.

7.5. *Kontrolní zkouška*

Před provedením analýz se zkontroluje, zda je destilační aparatura v pořádku a zda je postup prováděn správně, a to stanovením obsahu dusíku v poměrné části čerstvě připraveného roztoku thiokyanatanu draselného (4.12), která obsahuje 0,05 g dusíku.

8. **Vyjádření výsledku**

Výsledek analýzy se vyjádří jako procentuální obsah kyanamidového celkového dusíku v hnojivu přijatém k analýze.

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

Metoda 2.5

Spektrofotometrické stanovení biuretu v močovině

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení biuretu v močovině.

2. **Oblast použití**

Metoda je použitelná výhradně na močovinu.

3. **Podstata metody**

V alkalickém prostředí za přítomnosti vinanu sodno-draselného tvoří biuret s dvojmocnou mědí fialový měďnatý komplex. Absorbance roztoku se změří při vlnové délce asi 546 nm (nanometrů).

4. **Chemikálie**

Destilovaná nebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého a amoniaku. Kvalita této vody je při tomto stanovení zvláště důležitá.

4.1. Methanol

▼M4

4.2. Roztok kyseliny sírové, asi 0,05 mol/l

▼B

4.3. Roztok hydroxidu sodného, asi 0,1 mol/l

4.4. *Alkalický roztok vinanu sodno-draselného*

V jednolitrové odměrné baňce se v 500 ml vody rozpustí 40 g čistého hydroxidu sodného a nechá se vychladnout. Přidá se 50 g vinanu sodno-draselného ($NaKC_4H_4O_6.4H_2O$) a doplní se po značku. Roztok se před použitím nechá 24 hodin stát.

4.5. *Roztok síranu měďnatého*

V jednolitrové odměrné baňce se v 500 ml vody rozpustí 15 g síranu měďnatého pentahydrátu ($CuSO_4.5H_2O$) a doplní se po značku.

4.6. *Čerstvě připravený odměrný roztok biuretu*

V odměrné baňce o objemu 250 ml se ve vodě rozpustí 0,250 g čistého biuretu ([1]) a doplní se na 250 ml. 1 ml tohoto roztoku obsahuje 0,001 g biuretu.

([1]) Biuret je možno předem přečistit promytím vodným roztokem amoniaku (10 %), poté acetonem a vysušením ve vakuu.

▼B

4.7. *Indikátorový roztok*

V odměrné baňce o objemu 100 ml se rozpustí 0,1 g methylčerveně v 50 ml 95 % ethanolu a doplní se vodou na 100 ml. Pokud v baňce zůstává nerozpustný zbytek, roztok se zfiltruje.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Spektrofotometr nebo fotometr s filtry, o dostatečné citlivosti a přesnosti umožňující opakovaně měřit nejméně 0,5 % T ([1]).

5.2. Odměrné baňky o objemu 100, 250 a 1 000 ml

5.3. Pipety o objemu 2, 5, 10, 20, 25 a 50 ml nebo byreta na 25 ml s dělením po 0,05 ml

5.4. Kádinka na 250 ml

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Sestrojení kalibrační křivky*

Do sedmi odměrných baněk o objemu 100 ml se napipetuje 0, 2, 5, 10, 20, 25 a 50 ml odměrného roztoku biuretu (4.6). ►M4 Doplní se vodou přibližně na 50 ml, přidá se kapka indikátorového roztoku (4.7) a v případě potřeby se zneutralizuje kyselinou sírovou o koncentraci 0,05 mol/l (4.2). ◄ Za protřepávání se přidá 20 ml alkalického roztoku vinanu (4.4) a poté 20 ml roztoku síranu měďnatého (4.5).

Poznámka

Tyto roztoky (4.4 a 4.5) se musí odměřit a přidat dvěma byretami nebo ještě lépe pipetami.

Doplní se destilovanou vodou na 100 ml, promíchá se a nechá se 15 minut stát při teplotě 30 ± 2 °C.

Absorbance každého roztoku se měří v kyvetách dostatečné tloušťky proti nulovému roztoku biuretu při vlnové délce přibližně 546 nm.

Kalibrační křivka se sestrojí tak, že se na svislou osu vynesou hodnoty absorbance a na vodorovnou osu odpovídající množství biuretu v mg.

7.2. *Příprava roztoku pro analýzu*

S přesností na 0,001 g se naváží 10 g připraveného vzorku; v odměrné baňce o objemu 250 ml se rozpustí ve 150 ml vody a po rozpuštění se roztok doplní po značku. V případě potřeby se zfiltruje.

Poznámka 1

Obsahujeli analyzovaný vzorek více než 0,015 g amonného dusíku, rozpustí se v kádince o objemu 250 ml v 50 ml methanolu (4.1). Objem se odpařením sníží asi na 25 ml. Kvantitativně se převede do odměrné baňky o objemu 250 ml. Doplní se vodou po značku. V případě potřeby se zfiltruje přes suchý skládaný filtr do suché nádoby.

Poznámka 2

Odstranění opalescence: přítomnost jakékoli koloidní látky může způsobit potíže při filtraci. Roztok k analýze se v takovém případě připraví takto: Zkušební vzorek se rozpustí ve 150 ml vody, přidají se 2 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,1 mol/l a roztok se zfiltruje přes dva husté filtry do odměrné baňky o objemu 250 ml. Filtry se promyjí vodou a filtrát v odměrné baňce se doplní po značku. Dále se postupuje podle metody popsané v bodě 7.3.

([1]) Viz bod 9 „Dodatek“.

▼B

7.3. *Stanovení*

▼M4

Podle předpokládaného obsahu biuretu se do odměrné baňky o objemu 100 ml napipetuje 25 nebo 50 ml roztoku uvedeného v bodu 7.2 a v případě potřeby se zneutralizuje činidlem o koncentraci 0,05 mol/l nebo 0,1 mol/l (4.2 nebo 4.3) podle potřeby s použitím methylčerveně jako indikátoru a se stejnou přesností jako při sestrojení kalibrační křivky se přidá 20 ml zásaditého roztoku vinanu sodno-draselného (4.4) a 20 ml roztoku mědi (4.5). Doplní se po značku, pečlivě se protřepe a nechá se 15 minut stát při teplotě 30 ± 2 °C.

▼B

Poté se provedou fotometrická měření a vypočte se množství biuretu přítomné v močovině.

8. **Vyjádření výsledku**

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

kde

„*C*“ je hmotnost biuretu odečtená z kalibrační křivky (mg),

„*V*“ je objem poměrné části.

9. **Dodatek**

Je-li „J_0“ intenzita svazku monochromatických paprsků (určité vlnové délky) před průchodem transparentním tělesem a je-li „*J*“ intenzita tohoto svazku po průchodu; pak:

— faktor propustnosti: $T = \frac{J}{Jo}$

— opacita: $O = \frac{Jo}{J}$

— absorbance: $E = \log O$

— absorbance na jednotku optické dráhy: $k = \frac{E}{s}$

— koeficient specifické absorbance: $K = \frac{E}{C \times S}$

kde

S = tloušťka vrstvy v centimetrech

C = koncentrace v mg na litr

k = specifický faktor pro každou látku podle LambertBeerova zákona.

Metody 2.6

Stanovení různých forem dusíku přítomných vedle sebe

Metoda 2.6.1

Stanovení různých forem dusíku přítomných vedle sebe v hnojivech obsahujících dusík ve formě dusičnanové, amonné, močovinové a kyanamidové

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení obsahu každé z forem dusíku v přítomnosti ostatních.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na všechna hnojiva podle přílohy I obsahující dusík v různých formách.

▼B

3. **Podstata metody**

3.1. *Celkový rozpustný a nerozpustný dusík*

Podle seznamu typů standardních hnojiv (příloha I) je toto stanovení použitelné na výrobky obsahující kyanamid vápenatý.

3.1.1. Nejsou-li přítomny dusičnany, mineralizuje se vzorek přímým rozkladem podle Kjeldahla.

3.1.2. Jsouli přítomny dusičnany, mineralizuje se vzorek rozkladem podle Kjeldahla po redukci kovovým železem a chloridem cínatým.

V obou případech se amoniak stanoví podle metody 2.1.

Poznámka

Pokud analýza prokazuje obsah nerozpustného dusíku vyšší než 0,5 % (hmot.), má se za to, že hnojivo obsahuje jiné formy nerozpustného dusíku, které nejsou zahrnuty v seznamu v příloze I.

3.2. *Rozpustné formy dusíku*

V různých poměrných částech odebraných z téhož roztoku vzorku se stanoví následující formy dusíku:

3.2.1. celkový rozpustný dusík:

3.2.1.1. pokud nejsou přítomny dusičnany, přímým rozkladem podle Kjeldahla;

3.2.1.2. jsou-li přítomny dusičnany, rozkladem podle Kjeldahla v poměrné části roztoku po redukci podle Ulsche; amoniak se v obou případech stanoví podle metody 2.1;

3.2.2. celkový rozpustný dusík s výjimkou dusičnanového dusíku rozkladem podle Kjeldahla po odstranění dusičnanového dusíku síranem železnatým v kyselém prostředí; amoniak se stanoví podle metody 2.1;

3.2.3. dusičnanový dusík jako rozdíl:

3.2.3.1. není-li přítomen kyanamid vápenatý, jako rozdíl mezi (3.2.1.2) a (3.2.2) nebo mezi celkovým rozpustným dusíkem (3.2.1.2) a součtem amonného dusíku a močovinového organického dusíku (3.2.4 + 3.2.5);

3.2.3.2. je-li přítomen kyanamid vápenatý, jako rozdíl mezi (3.2.1.2) a (3.2.2) nebo mezi (3.2.1.2) a součtem (3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6)

3.2.4. amonný dusík:

3.2.4.1. pouze za přítomnosti amonného dusíku a amonného a dusičnanového dusíku podle postupu popsaného v metodě 1.

3.2.4.2. za přítomnosti močovinového dusíku nebo kyanamidového dusíku studenou destilací po mírné alkalizaci; amoniak se zachytí v odměrném roztoku kyseliny sírové a stanoví podle metody 2.1;

3.2.5. močovinový dusík:

3.2.5.1. přeměnou pomocí ureázy na amoniak, který se titruje odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové,

nebo

3.2.5.2. gravimetricky s xanthydrolem: biuret, který se při tom také vysráží, je možno bez velké chyby započítat spolu s močovinovým dusíkem, protože jeho celkový obsah ve vícesložkových hnojivech bývá obecně nízký,

nebo

▼B

3.2.5.3. jako rozdíl podle následující tabulky:

Případ	Dusičnanový dusík	Amonný dusík	Kyanamidový dusík	Rozdíl
1	Nepřítomen	Přítomen	Přítomen	(3.2.1.1) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
2	Přítomen	Přítomen	Přítomen	(3.2.2) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
3	Nepřítomen	Přítomen	Nepřítomen	(3.2.1.1) – (3.2.4.2)
4	Přítomen	Přítomen	Nepřítomen	(3.2.2) – (3.2.4.2)

3.2.6. kyanamidový dusík vysrážením jako sloučenina se stříbrem, dusík se stanoví ve sraženině Kjeldahlovou metodou.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda

4.1. Síran draselný p.a.

4.2. Práškové železo redukované vodíkem p.a. (předepsané množství železa musí být schopno zredukovat nejméně 50 mg dusičnanového dusíku)

4.3. Thiokyanatan draselný p.a.

4.4. Dusičnan draselný p.a.

4.5. Síran amonný p.a.

4.6. Močovina p.a.

4.7. Kyselina sírová, zředěná 1:1 (obj.) 1 objemový díl kyseliny sírové (d_{20} = 1,84 g/ml) a 1 objemový díl vody.

▼M4

4.8. Odměrný roztok kyseliny sírové: 0,1 mol/l

▼B

4.9. Koncentrovaný roztok hydroxidu sodného. Vodný roztok NaOH, asi 30 % (m/V), bez amoniaku.

4.10. Hydroxid sodný nebo draselný: 0,2 mol/l, bez uhličitanů

4.11. *Roztok chloridu cínatého*

120 g $SnCl_2.2H_2O$ se rozpustí ve 400 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) a doplní se na jeden litr vodou. Roztok musí být dokonale čirý a je třeba jej připravit bezprostředně před použitím.

Poznámka

Je bezpodmínečně nutné zkontrolovat redukční schopnost chloridu cínatého. 0,5 g $SnCl_2.2H_2O$ se rozpustí ve 2 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) a doplní se na 50 ml vodou. Poté se přidá 5 g Seignettovy soli (vinanu sodnodraselného) a tolik hydrogenuhličitanu sodného, aby lakmusový papírek vykázal alkalickou reakci.

▼M5

Titruje se roztokem jodu (I_2) o koncentraci 0,05 mol/l za přítomnosti škrobového roztoku jako indikátoru.

1 ml roztoku jodu (I_2) o koncentraci 0,05 mol/l odpovídá 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

V takto připraveném roztoku musí být nejméně 80 % celkového cínu ve dvojmocné formě. Při titraci se musí spotřebovat nejméně 35 ml roztoku jodu (I_2) o koncentraci 0,05 mol/l.

▼B

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

4.13. Zředěná kyselina chlorovodíková: 1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) a 1 objemový díl vody

4.14. Kyselina octová: 96 až 100 %

4.15. Roztok kyseliny sírové obsahující přibližně 30 % (m/V) H_2SO_4

4.16. Síran železnatý: krystalický, $FeSO_4.7H_2O$

▼M4

4.17. Odměrný roztok kyseliny sírové: 0,05 mol/l

▼B

4.18. Oktanol

4.19. Nasycený roztok uhličitanu draselného

4.20. Hydroxid sodný nebo draselný: 0,1 mol/l (bez uhličitanů)

4.21. Nasycený roztok hydroxidu barnatého

4.22. Roztok uhličitanu sodného: 10 % (m/V)

4.23. Kyselina chlorovodíková: 2 mol/l

4.24. Odměrný roztok kyseliny chlorovodíkové: 0,1 mol/l

4.25. *Roztok ureázy*

0,5 g aktivní ureázy se suspenduje ve 100 ml destilované vody. Pomocí kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,1 mol/l (4.24) se upraví pH na 5,4 (měří se pHmetrem).

4.26. *Xanthydrol*

5 % roztok v ethanolu nebo methanolu (4.31) (nepoužívají se výrobky vykazující velký nerozpustný podíl). Roztok vydrží v dobře uzavřené láhvi, chráněný před světlem, asi 3 měsíce.

4.27. Oxid měďnatý (CuO): 0,3 až 0,4 g na jedno stanovení, nebo ekvivalentní množství pentahydrátu síranu měďnatého ($CuSO_4.5H_2O$), 0,95 až 1,25 g na jedno stanovení.

4.28. Varné kamínky pemzy promyté kyselinou chlorovodíkovou a vyžíhané

4.29. *Indikátorové roztoky*

4.29.1. Roztok A: v 37 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l se rozpustí 1 g methylčerveně a doplní se vodou na jeden litr.

Roztok B: ve vodě se rozpustí 1 g methylenové modři a doplní se na jeden litr.

1 objemový díl roztoku A se smíchá se 2 objemovými díly roztoku B.

Barva tohoto indikátoru je v kyselém roztoku fialová, v neutrálním šedá a v alkalickém zelená. Používá se 0,5 ml (10 kapek) tohoto indikátorového roztoku.

4.29.2. Indikátorový roztok methylčerveně

V 50 ml 95 % ethanolu se rozpustí 0,1 g methylčerveně. Doplní se vodou na 100 ml a v případě potřeby se zfiltruje. Tento indikátor (4 až 5 kapek) lze použít místo předchozího indikátoru.

4.30. *Indikátorové papírky*

Lakmusové, s bromthymolovou modří (nebo jiné papírky, které jsou citlivé na pH v oblasti 6 až 8).

4.31. Ethanol nebo methanol: 95 % roztok

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. *Destilační aparatura*

Viz metoda 2.1.

▼B

5.2. *Aparatura pro stanovení amonného dusíku analytickým postupem 7.2.5.3 (viz obrázek 6).*

Aparatura je sestavena z nádoby speciálního tvaru se zábrusem a s uzavíratelným postranním hrdlem, spojovací trubicí s lapačem kapek a svislou trubicí pro přívod vzduchu. Trubice mohou být napojeny na reakční nádobu jednoduchou provrtanou pryžovou zátkou. Zvláštní význam má tvar zakončení trubic, které slouží k přivedení a rozvedení plynu, neboť musí zajistit dobré rozvedení bublin plynu v reakční nádobě, jakož i v absorbční nádobě. Jako nejvhodnější se jeví hřibovité zakončení o vnějším průměru 20 mm se šesti otvory o průměru 1 mm po obvodu.

5.3. *Aparatura pro stanovení močovinového dusíku pomocí ureázy (7.2.6.1)*

Skládá se z Erlenmeyerovy baňky o objemu 300 ml s dělicí nálevkou a malou absorbční nádobou (viz obrázek 7).

5.4. Rotační třepačka (35 až 40 otáček za minutu)

5.5. pHmetr

5.6. Regulovatelná sušárna

5.7. *Laboratorní sklo:*

pipety o objemu 2, 5, 10, 20, 25, 50 a 100 ml,

Kjeldahlova baňka s dlouhým hrdlem o objemu 300 ml a 500 ml,

odměrné baňky o objemu 100, 250, 500 a 1 000 ml,

skleněné filtrační kelímky, velikost pórů 5 až 15 μm,

třecí misky.

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Analytický postup**

7.1. *Celkový rozpustný a nerozpustný dusík*

7.1.1. Za nepřítomnosti dusičnanů

7.1.1.1. Rozklad

S přesností na 0,001 g se naváží takové množství vzorku, které obsahuje nejvýše 100 mg dusíku. Vpraví se do baňky destilační aparatury (5.1). Přidá se 10 až 15 g síranu draselného (4.1), jeden z katalyzátorů (4.27) a několik varných kamínků (4.28). Poté se přidá 50 ml zředěné kyseliny sírové (4.7) a opatrně se promíchá. Zahřívá se nejprve zvolna a přitom se občas promíchá, dokud se nepřestane tvořit pěna. Poté se zahřívá silněji, až kapalina stejnoměrně vře, a nechá se vařit ještě hodinu poté, co se roztok vyčeří. Přitom je třeba dbát na to, aby na stěnách baňky neulpěly žádné organické podíly. Poté se nechá vychladnout. Za stálého míchání se opatrně přidá asi 350 ml vody. Je třeba zajistit co nejdokonalejší rozpuštění. Po ochlazení se baňka připojí k destilační aparatuře (5.1).

7.1.1.2. Destilace amoniaku

►M4 Do předlohy aparatury se přesnou pipetou napipetuje 50 ml odměrného roztoku kyseliny sírové o koncentraci 0,1 mol/l (4.8). ◄ Přidá se indikátor (4.29.1 nebo 4.29.2). Je třeba zajistit, aby konec chladiče sahal nejméně 1 cm pod hladinu roztoku.

Za nezbytných opatření pro zabránění ztrát amoniaku se k obsahu destilační baňky opatrně přidá dostatečné množství koncentrovaného roztoku hydroxidu sodného (4.9), aby se kapalina silně zalkalizovala (zpravidla stačí 120 ml; zkontroluje se přidáním několika kapek fenolftaleinu. Na konci destilace musí být roztok v baňce ještě zřetelně alkalický). Ohřev baňky se nastaví tak, aby se během půl hodiny předestilovalo 150 ml. Lakmusovým papírkem (4.30) se zkontroluje, zda destilace proběhla kompletně. Neníli tomu tak,

▼B

předestiluje se dalších 50 ml a kontrola se opakuje, dokud další podíl nevykazuje na lakmusovém papírku (4.30) neutrální reakci. Poté se předloha sníží, předestiluje se ještě několik mililitrů a konec chladiče se opláchne. Přebytek kyseliny se titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného nebo draselného o koncentraci 0,2 mol/l (4.10), dokud nedojde ke změně barvy indikátoru.

7.1.1.3. Slepý pokus

Za stejných podmínek se provede slepý pokus (s vynecháním vzorku) a jeho výsledek se zohlední při výpočtu konečného výsledku.

7.1.1.4. Vyjádření výsledku

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

kde:

▼M4

a = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného o koncentraci 0,2 mol/l použitého při slepém pokusu provedeném tak, že se do předlohy aparatury (5.1) napipetuje 50 ml odměrného roztoku kyseliny sírové o koncentraci 0,1 mol/l (4.8),

▼B

A = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného o koncentraci 0,2 mol/l použitého při analýze,

M = hmotnost zkušebního vzorku v gramech.

7.1.2. Za přítomnosti dusičnanů

7.1.2.1. Zkušební vzorek

S přesností na 0,001 g se naváží takové množství vzorku, které obsahuje nejvýše 40 mg dusičnanového dusíku.

7.1.2.2. Redukce dusičnanů

Vzorek se v malé třecí misce smíchá s 50 ml vody. Převede se co nejmenším množstvím destilované vody do Kjeldahlovy baňky o objemu 500 ml. Přidá se 5 g redukovaného železa (4.2) a 50 ml roztoku chloridu cínatého (4.11). Protřepe se a nechá se půl hodiny stát. Během této doby se po 10 a 20 minutách promíchá.

7.1.2.3. Rozklad podle Kjeldahla

Přidá se 30 ml kyseliny sírové (4.12), 5 g síranu draselného (4.1), jeden z katalyzátorů (4.27) a několik varných kamínků (4.28). Mírně nakloněná baňka se zvolna zahřívá. Ohřev se pomalu zesiluje a roztok se často protřepává, aby směs zůstala suspendovaná: kapalina nejdříve ztmavne a poté se vyčeří a vytvoří se žlutozelená suspenze bezvodého síranu železnatého. Po vyčeření se roztok zahřívá ještě hodinu, udržuje se mírný var. Nechá se vychladnout. Obsah baňky se opatrně vyjme pomocí malého množství vody a do baňky se po troškách přidá 100 ml vody. Promíchá se a obsah baňky se převede do odměrné baňky o objemu 500 ml. Objem se doplní vodou, promíchá se a zfiltruje přes suchý filtr do suché nádoby.

7.1.2.4. Analýza roztoku

Do baňky destilační aparatury (5.1) se napipetuje poměrná část, která obsahuje nejvýše 100 mg dusíku. Destilovanou vodou se zředí asi na 350 ml a přidá se několik varných kamínků (4.28), baňka se připojí k destilační aparatuře a stanovení pokračuje tak, jak je popsáno v 7.1.1.2.

7.1.2.5. Slepý pokus

Viz bod 7.1.1.3.

▼B

7.1.2.6. Vyjádření výsledku

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

kde:

▼M4

a = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného o koncentraci 0,2 mol/l použitého při slepém pokusu provedeném tak, že se do předlohy aparatury (5.1) napipetuje 50 ml odměrného roztoku kyseliny sírové o koncentraci 0,1 mol/l (4.8),

▼B

A = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného o koncentraci 0,2 mol/l použitého při analýze,

M = hmotnost vzorku (v gramech), který je obsažen v poměrné části odebrané podle 7.1.2.4.

7.2. *Rozpustné formy dusíku*

7.2.1. Příprava roztoku pro analýzu

Do odměrné baňky o objemu 500 ml se s přesností na 0,001 g naváží 10 g vzorku.

7.2.1.1. Hnojiva neobsahující kyanamidový dusík

Do baňky se odměří 50 ml vody a poté 20 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové (4.13). Protřepe se a nechá se stát, dokud se nepřestane vyvíjet oxid uhličitý. Poté se přidá 400 ml vody a půl hodiny se třepe na rotační třepačce (5.4). Objem se doplní vodou, promíchá se a zfiltruje přes suchý filtr do suché nádoby.

7.2.1.2. Hnojiva obsahující kyanamidový dusík

Do baňky se odměří 400 ml vody a několik kapek methylčerveně (4.29.2). V případě potřeby se roztok okyselí kyselinou octovou (4.14). Přidá se navíc 15 ml kyseliny octové (4.14). Třepe se 2 hodiny na rotační třepačce (5.4). V případě potřeby se během této operace roztok znovu okyselí kyselinou octovou (4.14). Objem se doplní vodou, promíchá se, ihned se zfiltruje přes suchý filtr do suché nádoby a okamžitě se provede stanovení kyanamidového dusíku.

V obou případech se jednotlivé rozpustné formy dusíku stanoví v den, kdy byl roztok připraven. Začíná se stanovením kyanamidového dusíku a močovinového dusíku, pokud jsou přítomny.

7.2.2. Celkový rozpustný dusík

7.2.2.1. Za nepřítomnosti dusičnanů

Do Kjeldahlovy baňky o objemu 300 ml se napipetuje poměrná část filtrátu (7.2.1.1 nebo 7.2.1.2) s obsahem dusíku nejvýše 100 mg. Přidá se 15 ml koncentrované kyseliny sírové (4.12), 0,4 g oxidu měďnatého nebo 1,25 g síranu měďnatého (4.27) a několik varných kamínků (4.28). Zpočátku se zahřívá zvolna, aby začal rozklad, a poté silněji, až se kapalina odbarví nebo je slabě nazelenalá a zřetelně vystupují bílé páry. Po ochlazení se roztok kvantitativně převede do destilační baňky, zředí se vodou na asi 500 ml a přidá se několik varných kamínků (4.28). Baňka se připojí k destilační aparatuře (5.1) a ve stanovení se pokračuje podle postupu popsaného v bodu 7.1.1.2.

7.2.2.2. Za přítomnosti dusičnanů

Do Erlenmeyerovy baňky o objemu 500 ml se napipetuje poměrná část filtrátu (7.2.1.1 nebo 7.2.1.2), která neobsahuje více než 40 mg dusičnanového dusíku. V tomto stadiu analýzy není množství celkového dusíku podstatné. Přidá se 10 ml 30 % kyseliny sírové (4.15), 5 g zredukovaného železa (4.2) a Erlenmeyerova baňka se ihned přikryje hodinovým sklíčkem. Zvolna se zahřívá do stálé, nikoliv však prudké reakce. V tomto okamžiku se zahřívání ukončí a baňka se nechá stát nejméně tři hodiny při teplotě okolí. Kapalina se kvantitativně převede pomocí vody do odměrné baňky o objemu 250 ml bez ohledu na nerozpuštěné železo. Doplní se vodou po značku

▼B

a pečlivě se promíchá. Do Kjeldahlovy baňky o objemu 300 ml se napipetuje poměrná část obsahující nejvýše 100 mg dusíku. Přidá se 15 ml koncentrované kyseliny sírové (4.12), 0,4 g oxidu měďnatého nebo 1,25 g síranu měďnatého (4.27) a několik varných kamínků (4.28). Zahřívá se nejprve zvolna, aby začal rozklad, a poté silněji, až je kapalina bezbarvá nebo slabě nazelenalá a zřetelně vystupují bílé páry. Po vychladnutí se roztok kvantitativně převede do destilační baňky, zředí se vodou přibližně na 500 ml a přidá se několik varných kamínků (4.28). Baňka se připojí k destilační aparatuře (5.1) a ve stanovení se pokračuje podle postupu popsaného v 7.1.1.2.

7.2.2.3. Slepý pokus

Viz bod 7.1.1.3.

7.2.2.4. Vyjádření výsledku

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

kde:

▼M4

a = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného o koncentraci 0,2 mol/l použitého při slepém pokusu provedeném tak, že se do předlohy aparatury (5.1) napipetuje 50 ml odměrného roztoku kyseliny sírové o koncentraci 0,1 mol/l (4.8),

▼B

A = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného o koncentraci 0,2 mol/l použitého při analýze,

M = hmotnost vzorku (v gramech), který je obsažen v poměrné části odebrané podle 7.2.2.1 nebo 7.2.2.2.

7.2.3. Celkový rozpustný dusík bez dusičnanového dusíku

Do Kjeldahlovy baňky o objemu 300 ml se napipetuje poměrná část filtrátu (7.2.1.1 nebo 7.2.1.2) neobsahující více než 50 mg stanovovaného dusíku. Zředí se vodou na 100 ml, přidá se 5 g síranu železnatého (4.16), 20 ml koncentrované kyseliny sírové (4.12) a několik varných kamínků (4.28). Zpočátku se zahřívá zvolna, poté se ohřev zesílí, až se objeví bílé páry. V rozkladu se pokračuje 15 minut. Poté se zahřívání ukončí, přidá se jeden z katalyzátorů (4.27) a dalších 10 až 15 minut se udržuje taková teplota, při které se vyvíjejí bílé páry. Po vychladnutí se obsah Kjeldahlovy baňky kvantitativně převede do destilační baňky aparatury (5.1). Zředí se vodou asi na 500 ml a přidá se několik varných kamínků (4.28). Baňka se připojí k destilační aparatuře (5.1) a stanovení pokračuje podle postupu popsaného v 7.1.1.2.

7.2.3.1. Slepý pokus

Viz bod 7.1.1.3.

7.2.3.2. Vyjádření výsledku

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

kde:

▼M4

a = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného o koncentraci 0,2 mol/l použitého při slepém pokusu provedeném tak, že se do předlohy aparatury (5.1) napipetuje 50 ml odměrného roztoku kyseliny sírové o koncentraci 0,1 mol/l (4.8),

▼B

A = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného o koncentraci 0,2 mol/l použitého při analýze,

▼B

M = hmotnost vzorku (v gramech), který je obsažen v poměrné části odebrané pro stanovení.

7.2.4. Dusičnanový dusík

7.2.4.1. Za nepřítomnosti kyanamidu vápenatého

Vypočte se jako rozdíl mezi výsledky získanými v 7.2.2.4 a 7.2.3.2 nebo mezi výsledkem získaným v 7.2.2.4 a součtem výsledků získaných v (7.2.5.2 nebo 7.2.5.5) a (7.2.6.3 nebo 7.2.6.5 nebo 7.2.6.6).

7.2.4.2. Za přítomnosti kyanamidu vápenatého

Vypočte se jako rozdíl mezi výsledky získanými v 7.2.2.4 a 7.2.3.2 nebo mezi výsledkem získaným v 7.2.2.4 a součtem výsledků získaných v (7.2.5.5), (7.2.6.3 nebo 7.2.6.5 nebo 7.2.6.6) a (7.2.7).

7.2.5. Amonný dusík

7.2.5.1. Pouze za přítomnosti amonného dusíku nebo amonného plus dusičnanového dusíku

Do baňky destilační aparatury (5.1) se napipetuje poměrná část filtrátu (7.2.1.1) obsahující nejvýše 100 mg amonného dusíku. Přidá se voda, aby se získal celkový objem asi 350 ml, a pro usnadnění varu několik varných kamínků (4.28). Baňka se připojí k destilační aparatuře (5.1), přidá se 20 ml roztoku hydroxidu sodného (4.9) a destiluje se postupem popsaným v bodu 7.1.1.2.

7.2.5.2. Vyjádření výsledku

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

kde:

▼M4

a = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného o koncentraci 0,2 mol/l použitého při slepém pokusu provedeném tak, že se do předlohy aparatury (5.1) napipetuje 50 ml odměrného roztoku kyseliny sírové o koncentraci 0,1 mol/l (4.8),

▼B

A = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného o koncentraci 0,2 mol/l použitého při analýze,

M = hmotnost vzorku (v gramech), který je obsažen v poměrné části odebrané pro stanovení.

7.2.5.3. Za přítomnosti močovinového nebo kyanamidového dusíku

►M4 Do suché reakční nádoby aparatury (5.2) se napipetuje poměrná část filtrátu (7.2.1.1 nebo 7.2.1.2) obsahující nejvýše 20 mg amonného dusíku. Poté se sestaví aparatura. Do Erlenmeyerovy baňky o objemu 300 ml se napipetuje 50 ml odměrného roztoku kyseliny sírové o koncentraci 0,05 mol/l (4.17) a tolik destilované vody, aby hladina kapaliny byla asi 5 cm nad otvorem výstupní trubice. ◄ Postranním hrdlem reakční nádoby se přidá tolik destilované vody, aby objem činil asi 50 ml. Promíchá se. Přidá se několik kapek oktanolu (4.18), aby se během vytěsňování zabránilo pěnění. Poté se roztok zalkalizuje pomocí 50 ml nasyceného roztoku uhličitanu draselného (4.19) a takto uvolněný amoniak se okamžitě začne vytěsňovat z chladné suspenze. Silný proud vzduchu, který je k tomu třeba (průtok asi tři litry za minutu), musí již být pročištěn průchodem přes promývačky obsahující zředěnou kyselinu sírovou a zředěný hydroxid sodný. Pokud je přívodní trubice připojena k předloze dostatečně vzduchotěsně, místo tlakového vzduchu lze pracovat s podtlakem (připojení k vodní vývěvě). Amoniak se zcela vytěsní zpravidla za tři hodiny. Přesto je dobré se o tom přesvědčit výměnou předlohy. Když je proces vytěsňování ukončen, Erlenmeyerova baňka se od aparatury oddělí a konec trubice a stěny baňky se opláchnou malým množstvím destilované vody. Přebytek kyseliny se titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l (4.20) do šedého zbarvení indikátoru (4.29.1).

▼B

7.2.5.4. Slepý pokus

Viz bod 7.1.1.3.

7.2.5.5. Vyjádření výsledku

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

kde:

▼M4

a = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného o koncentraci 0,1 mol/l použitého při slepém pokusu provedeném tak, že se do Erlenmeyerovy baňky o objemu 300 ml aparatury (5.2) napipetuje 50 ml odměrného roztoku kyseliny sírové o koncentraci 0,05 mol/l (4.17),

▼B

A = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného o koncentraci 0,1 mol/l použitého při analýze,

M = hmotnost vzorku (v gramech), který je obsažen v poměrné části odebrané pro analýzu.

7.2.6. Močovinový dusík

7.2.6.1. Stanovení pomocí ureázy

Do odměrné baňky o objemu 500 ml se přesnou pipetou napipetuje poměrná část filtrátu (7.2.1.1 nebo 7.2.1.2), která obsahuje nejvýše 250 mg močovinového dusíku. Pro vysrážení fosfátů se přidává nasycený roztok hydroxidu barnatého (4.21) tak dlouho, dokud již nevzniká další sraženina. Poté se přídavkem 10 % roztoku uhličitanu sodného (4.22) odstraní přebytek barnatých iontů a případné rozpuštěné vápenaté ionty.

Nechá se usadit a prověří se, zda vysrážení bylo úplné. Doplní se po značku, promíchá se a zfiltruje přes skládaný filtr. 50 ml filtrátu se napipetuje do Erlenmeyerovy baňky o objemu 300 ml aparatury (5.3). Filtrát se okyselí kyselinou chlorovodíkovou o koncentraci 2 mol/l (4.23) tak, aby pH měřené pHmetrem (5.5) bylo 3,0. Poté se pH nastaví odměrným roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l (4.20) na hodnotu 5,4.

S cílem předejít ztrátám amoniaku při rozkladu ureázou se Erlenmeyerova baňka uzavře zátkou s dělicí nálevkou a malým jímačem naplněným přesně 2 ml odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,1 mol/l (4.24). Dělicí nálevkou se přidá 20 ml roztoku ureázy (4.25) a nechá se stát jednu hodinu při teplotě 20 až 25 °C. Poté se do dělicí nálevky napipetuje 25 ml odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,1 mol/l (4.24), nechá se natéci do roztoku a poté se opláchne malým množstvím vody. Do roztoku v Erlenmeyerově baňce se také kvantitativně převede obsah jímače. Přebytek kyseliny se titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l (4.20), dokud se nedosáhne hodnoty pH 5,4, měřeno pHmetrem.

7.2.6.2. Slepý pokus

Viz bod 7.1.1.3.

7.2.6.3. Vyjádření výsledku

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

kde:

a = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo draselného o koncentraci 0,1 mol/l použitého při slepém pokusu provedeném za zcela stejných podmínek jako analýza,

▼B

A = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného o koncentraci 0,1 mol/l použitého při analýze,

M = hmotnost vzorku (v gramech), který je obsažen v poměrné části odebrané pro analýzu.

Poznámka:

(1) Po srážení roztokem hydroxidu barnatého a uhličitanu sodného se obsah co nejrychleji doplní po značku, zfiltruje se a zneutralizuje.

(2) Titraci lze provést také s indikátorem (4.29.2), v tomto případě je však obtížnější určit konec titrace.

7.2.6.4. Gravimetrická metoda s xanthydrolem

Do kádinky o objemu 250 ml se přesnou pipetou napipetuje poměrná část filtrátu (7.2.1.1 nebo 7.2.1.2), která obsahuje nejvýše 20 mg močoviny. Přidá se navíc 40 ml kyseliny octové (4.14). Míchá se jednu minutu skleněnou tyčinkou a případná sraženina se poté nechá 5 minut usadit. Zfiltruje se přes kruhový filtr do kádinky o objemu 100 ml, propláchne několika mililitry kyseliny octové (4.14) a poté se k filtrátu za stálého míchání skleněnou tyčinkou přidá po kapkách 10 ml xanthydrolu (4.26). Nechá se usadit, dokud se neobjeví sraženina, a v tomto okamžiku se opět jednu až dvě minuty míchá. Nechá se stát jednu a půl hodiny. Zfiltruje se za podtlaku přes předem vysušený a zvážený skleněný filtrační kelímek; poté se sraženina třikrát promyje 5 ml ethanolu (4.31), aniž by bylo cílem odstranit veškerou kyselinu octovou. Umístí se na do sušárny a nechá se jednu hodinu sušit při teplotě 130 °C (teplota nesmí překročit 145 °C). Nechá se vychladnout v exsikátoru a zváží se.

7.2.6.5. Vyjádření výsledku

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

kde:

m_1 = hmotnost sraženiny v gramech,

M_2 = hmotnost vzorku (v gramech), který je obsažen v poměrné části odebrané pro stanovení.

Provedou se korekce na slepý pokus. Biuret může být zpravidla bez velké chyby započítán spolu s močovinovým dusíkem, protože jeho absolutní obsah je ve vícesložkových hnojivech malý.

7.2.6.6. Metoda výpočtu z rozdílů

Obsah močovinového dusíku lze také vypočítat podle následující tabulky:

Případ	Dusičnanový N	Amonný N	Kyanamidový N	Močovinový N
1	Nepřítomen	Přítomen	Přítomen	(7.2.2.4) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
2	Přítomen	Přítomen	Přítomen	(7.2.3.2) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
3	Nepřítomen	Přítomen	Nepřítomen	(7.2.2.4) – (7.2.5.5)
4	Přítomen	Přítomen	Nepřítomen	(7.2.3.2) – (7.2.5.5)

7.2.7. Kyanamidový dusík

Odebere se poměrná část filtrátu (7.2.1.2) obsahující 10 až 30 mg kyanamidového dusíku a převede se do kádinky o objemu 250 ml. V analýze se pokračuje podle metody 2.4.

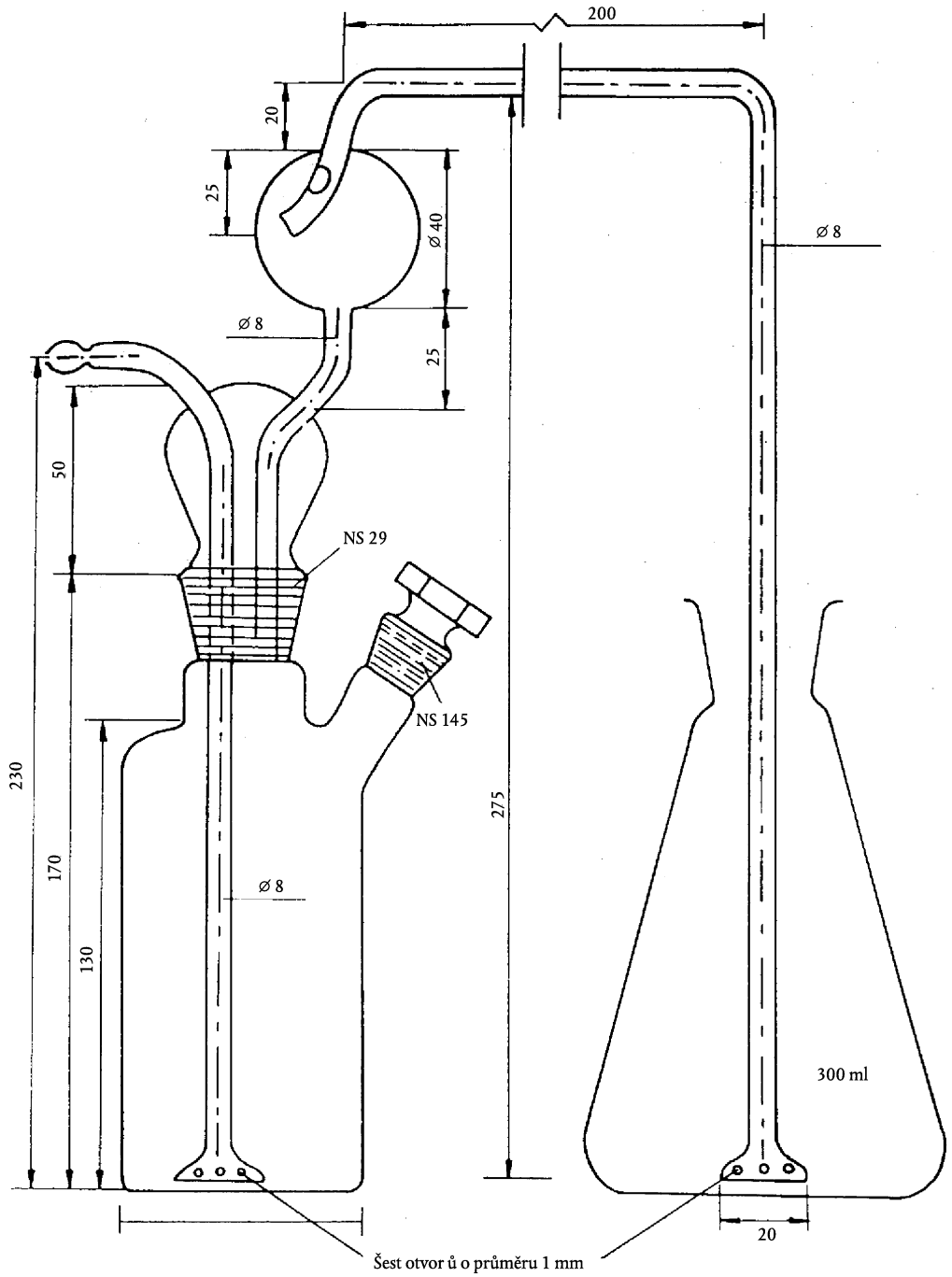
▼B

8. **Ověření výsledků**

8.1. V některých případech může být zjištěn rozdíl mezi obsahem celkového dusíku získaným bezprostředně z navážky vzorku podle (7.1) a celkovým rozpustným dusíkem podle (7.2.2). Rozdíl by však neměl být větší než 0,5 %. Neníli tomu tak, obsahuje hnojivo formy nerozpustného dusíku, které nejsou uvedeny v seznamu v příloze I.

8.2. Před každým provedením analýzy se za použití odměrného roztoku obsahujícího různé formy dusíku v poměrech podobných poměrům v analyzovaném vzorku zkontroluje, zda je aparatura v pořádku a zda je postup prováděn správně. Tento odměrný roztok se připraví ze standardních roztoků thiokyanatanu draselného (4.3), dusičnanu draselného (4.4), síranu amonného (4.5) a močoviny (4.6).

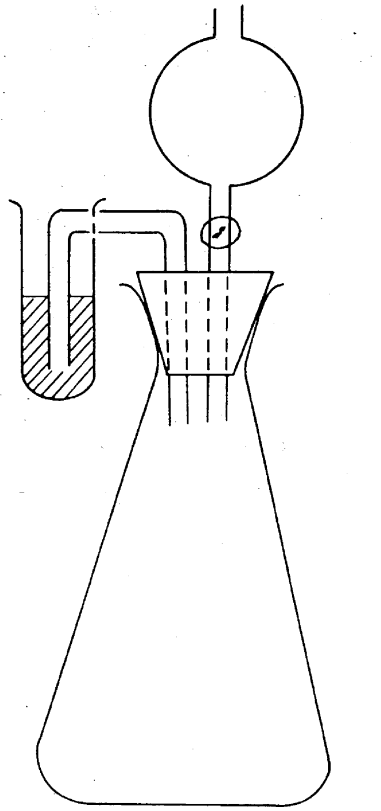
▼B



Obrázek 6

Aparatura pro stanovení amonného dusíku (7.2.5.3)

▼B



Obrázek 7

Aparatura pro stanovení močovinového dusíku (7.2.6.1)

▼B

Metoda 2.6.2

Stanovení různých forem dusíku přítomných vedle sebe v hnojivech obsahujících dusík pouze ve formě amonné, dusičnanové a močovinové

1. **Předmět**

Účelem tohoto dokumentu je stanovit zjednodušenou metodu pro stanovení různých forem dusíku v hnojivech obsahujících dusík pouze ve formě amonné, dusičnanové a močovinové.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná pro všechna hnojiva uvedená v příloze I, která obsahují výhradně amonný, dusičnanový nebo močovinový dusík.

3. **Podstata metody**

Níže uvedená stanovení se provádějí v různých podílech jednoho roztoku vzorku:

3.1. *Celkový rozpustný dusík:*

3.1.1. pokud nejsou přítomny dusičnany, v roztoku, přímým rozkladem podle Kjeldahla;

3.1.2. pokud jsou přítomny dusičnany, rozkladem podle Kjeldahla v části roztoku, po redukci metodou podle Ulsche; amoniak se v obou případech stanoví podle metody 2.1;

3.2. celkový rozpustný dusík kromě dusičnanového dusíku, rozkladem podle Kjeldahla, po odstranění dusičnanového dusíku síranem železnatým v kyselém prostředí; amoniak se stanoví podle metody 2.1;

3.3. dusičnanový dusík, z rozdílu mezi (3.1.2) a (3.2) nebo z rozdílu mezi celkovým rozpustným dusíkem (3.1.2) a součtem amonného a močovinového dusíku (3.4 + 3.5);

3.4. amonný dusík, studenou destilací po mírné alkalizaci, amoniak se zachytí v odměrném roztoku kyseliny sírové a stanoví podle metody 2.1;

3.5. *močovinový dusík:*

3.5.1. buď převedením pomocí ureázy na amoniak, který se stanoví titrací odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové, nebo

3.5.2. gravimetricky s xanthydrolem: biuret, který se při tom také vysráží, je možno bez velké chyby započítat spolu s močovinovým dusíkem, protože jeho celkový obsah ve vícesložkových hnojivech bývá obecně nízký, nebo

3.5.3. jako rozdíl podle následující tabulky:

Případ	Dusičnanový dusík	Amonný dusík	Rozdíl
1	Nepřítomen	Přítomen	(3.1.1) – (3.4)
2	Přítomen	Přítomen	(3.2) – (3.4)

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda.

4.1. Síran draselný p.a.

4.2. Železo p.a., redukované vodíkem (specifikované množství železa musí být schopno zredukovat nejméně 50 mg dusičnanového dusíku)

4.3. Dusičnan draselný p.a.

4.4. Síran amonný p.a.

4.5. Močovina p.a.

▼M4

4.6. Roztok kyseliny sírové: 0,1 mol/l

▼B

4.7. Koncentrovaný roztok hydroxidu sodného: přibližně 30 % (m/V) vodný roztok NaOH, bez amoniaku

4.8. Hydroxid sodný nebo draselný: 0,2 mol/l, bez uhličitanů

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

4.10. Zředěná kyselina chlorovodíková: 1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) a 1 objemový díl vody

4.11. Kyselina octová: 96 až 100 %

4.12. Roztok kyseliny sírové obsahující přibližně 30 % (m/V) H_2SO_4, bez amoniaku

4.13. Síran železnatý: krystalický, $FeSO_4.7H_2O$

▼M4

4.14. Kyselina sírová: odměrný roztok: 0,05 mol/l

▼B

4.15. Oktanol

4.16. Nasycený roztok uhličitanu draselného

4.17. Hydroxid sodný nebo draselný: 0,1 mol/l

4.18. Nasycený roztok hydroxidu barnatého

4.19. Roztok uhličitanu sodného: 10 % (m/V)

4.20. Kyselina chlorovodíková: 2 mol/l

4.21. Roztok kyseliny chlorovodíkové: 0,1 mol/l

4.22. *Roztok ureázy*

0,5 g aktivní ureasy se suspenduje ve 100 ml destilované vody; pomocí kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,1 mol/l (4.21) se upraví pH na 5,4, měří se pHmetrem (5.5).

4.23. *Xanthydrol*

5 % roztok v ethanolu nebo methanolu (4.28) (nepoužívají se výrobky vykazující velký nerozpustný podíl). Roztok vydrží v dobře uzavřené láhvi, chráněný před světlem, asi 3 měsíce.

4.24. *Katalyzátory*

Oxid měďnatý (CuO): 0,3 až 0,4 g pro každé stanovení, nebo ekvivalentní množství pentahydrátu síranu měďnatého ($CuSO_4.5H_2O$), 0,95 až 1,25 g na jedno stanovení.

4.25. Varné kamínky pemzy promyté kyselinou chlorovodíkovou a vyžíhané

4.26. *Indikátorové roztoky*

4.26.1. Směsný indikátor

Roztok A: v 37 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l se rozpustí 1 g methylčerveně a doplní se vodou na jeden litr.

Roztok B: ve vodě se rozpustí 1 g methylenové modři a doplní na jeden litr.

1 objemový díl roztoku A se smíchá se 2 objemovými díly roztoku B.

Barva tohoto indikátoru je v kyselém roztoku fialová, v neutrálním šedá a v alkalickém zelená. Používá se 0,5 ml (10 kapek) tohoto indikátorového roztoku.

4.26.2. Indikátorový roztok methylčerveně

V 50 ml 95 % ethanolu se rozpustí 0,1 g methylčerveně. Doplní se vodou na 100 ml a v případě potřeby se zfiltruje. Tento indikátor (4 až 5 kapek) lze použít místo předchozího indikátoru.

▼B

4.27. *Indikátorové papírky*

Lakmusové, s bromthymolovou modří (nebo jiné papírky, které jsou citlivé na pH v oblasti 6 až 8).

4.28. Ethanol nebo methanol: 95 % (m/V)

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. *Destilační aparatura*

Viz metoda 2.1.

5.2. *Aparatura pro stanovení amonného dusíku (7.5.1)*

Viz metoda 2.6.1 a obrázek 6.

5.3. *Aparatura pro stanovení močovinového dusíku metodou za použití ureázy (7.6.1)*

Viz metoda 2.6.1 a obrázek 7.

5.4. Rotační třepačka (35 až 40 otáček za minutu)

5.5. pHmetr

5.6. *Laboratorní sklo:*

přesné pipety o objemu 2, 5, 10, 20, 25, 50 a 100 ml,

Kjeldahlova baňka s dlouhým hrdlem o objemu 300 ml a 500 ml,

odměrné baňky o objemu 100, 250, 500 a 1 000 ml,

skleněné filtrační kelímky, velikost pórů 5 až 15 μm,

třecí miska.

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava roztoku pro analýzu*

S přesností na 1 mg se naváží 10 g vzorku a přenese se do odměrné baňky o objemu 500 ml. Přidá se 50 ml vody a poté 20 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové (4.10). Protřepe se. Nechá se stát, dokud neskončí vyvíjení CO_2. Přidá se 400 ml vody; třepe se půl hodiny na třepačce (5.4); doplní se vodou, zhomogenizuje a zfiltruje přes suchý filtr do suché nádoby.

7.2. *Celkový dusík*

7.2.1. Za nepřítomnosti dusičnanů

Do Kjeldahlovy baňky o objemu 300 ml se napipetuje poměrná část filtrátu (7.1) s obsahem nejvýše 100 mg dusíku. Přidá se 15 ml koncentrované kyseliny sírové (4.9), 0,4 g oxidu měďnatého nebo 1,25 g síranu měďnatého (4.24) a několik skleněných kuliček pro regulaci varu. Nejdříve se zahřívá zvolna, aby započala reakce, poté silněji, dokud není kapalina bezbarvá nebo slabě nazelenalá a dokud se zřetelně neobjeví bílé páry. Po ochlazení se roztok kvantitativně převede do destilační baňky, zředí se vodou přibližně na 500 ml a přidá se několik varných kamínků (4.25). Baňka se připojí k destilační aparatuře (5.1) a provede se stanovení podle metody 2.6.1 bodu 7.1.1.2.

7.2.2. Za přítomnosti dusičnanů

Do Erlenmeyerovy baňky o objemu 500 ml se napipetuje poměrná část filtrátu (7.1), který neobsahuje více než 40 mg dusičnanového dusíku. V tomto stadiu analýzy není množství celkového dusíku podstatné. Přidá se 10 ml 30 % kyseliny sírové (4.12), 5 g zredukovaného železa (4.2) a Erlenmeyerova baňka se ihned přikryje hodinovým sklíčkem. Zvolna se zahřívá do ustálené, ale nikoliv prudké reakce. V tomto okamžiku se zahřívání přeruší a baňka se nechá stát nejméně tři hodiny při teplotě okolí. Kapalina se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 250 ml bez ohledu na nerozpuštěné železo. Doplní se vodou po značku. Důkladně se zhomogenizuje.

▼B

Do Kjeldahlovy baňky o objemu 300 ml se napipetuje část obsahující nejvýše 100 mg dusíku. Přidá se 15 ml koncentrované kyseliny sírové (4.9), 0,4 g oxidu měďnatého nebo 1,25 g síranu měďnatého (4.24) a několik skleněných kuliček pro regulaci varu. Nejdříve se zahřívá zvolna, aby započala reakce, poté silněji, dokud není kapalina bezbarvá nebo slabě nazelenalá a dokud se zřetelně neobjeví bílé páry. Po ochlazení se roztok kvantitativně převede do destilační baňky, zředí se vodou asi na 500 ml a přidá se několik varných kamínků (4.25). Baňka se připojí k destilační aparatuře (5.1) a provede se stanovení podle metody 2.6.1 bodu 7.1.1.2.

7.2.3. Slepý pokus

Za stejných podmínek se provede slepý pokus (s vynecháním vzorku) a jeho výsledek se zohlední při výpočtu konečného výsledku.

7.2.4. Vyjádření výsledku

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

kde:

▼M4

a = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo draselného o koncentraci 0,2 mol/l (4.8) použitého při slepém pokusu provedeném tak, že se do předlohy aparatury napipetuje 50 ml roztoku kyseliny sírové o koncentraci 0,1 mol/l (4.6),

▼B

A = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo draselného o koncentraci 0,2 mol/l (4.8) použitého při analýze,

M = hmotnost vzorku (v gramech), který je obsažen v poměrné části odebrané podle 7.2.1 nebo 7.2.2.

7.3. *Celkový dusík kromě dusičnanového dusíku*

7.3.1. Analýza

Do Kjeldahlovy baňky o objemu 300 ml se napipetuje poměrná část filtrátu (7.1) neobsahující více než 50 mg stanovovaného dusíku. Zředí se vodou na 100 ml. Přidá se 5 g síranu železnatého (4.13), 20 ml koncentrované kyseliny sírové (4.9) a několik skleněných kuliček pro kontrolu varu. Nejdříve se zahřívá zvolna, poté silněji, dokud nevystupují bílé páry. V reakci se pokračuje 15 minut. Zahřívání se přeruší, přidá se 0,4 g oxidu měďnatého nebo 1,25 g síranu měďnatého (4.24) jako katalyzátoru. Poté se zahřívání obnoví a ve vyvíjení bílých par se pokračuje 10 až 15 minut. Po ochlazení se obsah Kjeldahlovy baňky kvantitativně převede do destilační baňky aparatury (5.1). Zředí se vodou asi na 500 ml a přidá se několik varných kamínků (4.25). Baňka se připojí k destilační aparatuře a pokračuje se podle postupu popsaného v metodě 2.6.1 bodě 7.1.1.2.

7.3.2. Slepý pokus

Viz bod 7.2.3.

7.3.3. Vyjádření výsledku

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

kde:

▼M4

a = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo draselného o koncentraci 0,2 mol/l (4.8) použitého při slepém pokusu provedeném tak, že se do předlohy aparatury napipetuje 50 ml roztoku kyseliny sírové o koncentraci 0,1 mol/l (4.6),

▼B

A = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo draselného o koncentraci 0,2 mol/l použitého při analýze,

▼B

M = hmotnost vzorku (v gramech), který je obsažen v poměrné části použité pro stanovení.

7.4. *Dusičnanový dusík*

Vypočte se jako rozdíl výsledků následujících bodů:

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.3)

nebo

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.5)

nebo

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.6)

7.5. *Amonný dusík*

7.5.1. Analýza

Do suché reakční nádoby aparatury (5.2) se napipetuje poměrná část filtrátu (7.1) obsahující nejvýše 20 mg amonného dusíku. Sestaví se aparatura. ►M4 Do Erlenmeyerovy baňky o objemu 300 ml se napipetuje přesně 50 ml odměrného roztoku kyseliny sírové o koncentraci 0,05 mol/l (4.14) a tolik destilované vody, aby hladina kapaliny byla asi 5 cm nad otvorem výstupní trubice. ◄ Postranním hrdlem reakční nádoby se přidá tolik destilované vody, aby objem činil asi 50 ml a protřepe se. Přidá se několik kapek oktanolu (4.15), aby se během vytěsňování zabránilo pěnění. Přidá se 50 ml nasyceného roztoku uhličitanu draselného (4.16) a takto uvolněný amoniak se okamžitě začne z chladné suspenze vytěsňovat. Silný proud vzduchu, který je k tomu třeba (průtok asi tři litry za minutu), musí již být vyčištěn průchodem přes promývačky obsahující zředěnou kyselinu sírovou a zředěný hydroxid sodný. Pokud je přívodní trubice k předloze připojena dostatečně vzduchotěsně, lze místo tlakového vzduchu pracovat s podtlakem (připojení k vodní vývěvě).

Amoniak se zcela vytěsní zpravidla za tři hodiny.

Přesto je dobré se o tom přesvědčit výměnou předlohy. Když je proces ukončen, Erlenmeyerova baňka se od aparatury oddělí a konec trubice a stěny baňky se opláchnou malým množstvím destilované vody. Přebytek kyseliny se titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l (4.17).

7.5.2. Slepý pokus

Viz bod 7.2.3.

7.5.3. Vyjádření výsledku

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

kde:

▼M4

a = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo draselného o koncentraci 0,1 mol/l (4.17) použitého při slepém pokusu provedeném tak, že se do Erlenmeyerovy baňky o objemu 300 ml aparatury (5.2) napipetuje 50 ml odměrného roztoku kyseliny sírové o koncentraci 0,05 mol/l (4.14),

▼B

A = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo draselného o koncentraci 0,1 mol/l (4.17) použitého při analýze,

M = hmotnost vzorku (v gramech), který je obsažen v poměrné části odebrané pro analýzu.

7.6. *Močovinový dusík*

7.6.1. Stanovení pomocí ureázy

Do odměrné baňky o objemu 500 ml se napipetuje odměrná část filtrátu (7.1), která neobsahuje více než 250 mg močovinového dusíku. Pro vysrážení fosfátů se přidává přiměřené množství nasyce-

▼B

ného roztoku hydroxidu barnatého (4.18), dokud již nevzniká další sraženina. Přebytek barnatých iontů a (všech rozpuštěných vápenatých iontů) se odstraní přídavkem 10 % roztoku uhličitanu sodného (4.19). Nechá se usadit a zkontroluje se, zda je vysrážení úplné. Doplní se po značku, zhomogenizuje se a zfiltruje přes skládaný filtr. Do Erlenmeyerovy baňky o objemu 300 ml aparatury (5.3) se napipetuje 50 ml filtrátu. Okyselí se kyselinou chlorovodíkovou o koncentraci 0,2 mol/l (4.20) na pH 3,0, měřeno pHmetrem. Poté se roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l (4.17) upraví pH na hodnotu 5,4. Aby se při rozkladu ureázou předešlo ztrátám amoniaku, uzavře se Erlenmeyerova baňka zátkou s dělicí nálevkou a malým jímačem obsahujícím přesně 2 ml roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,1 mol/l (4.21). Dělicí nálevkou se přidá 20 ml roztoku ureázy (4.22). Nechá se stát jednu hodinu při teplotě 20 až 25 °C. Do dělicí nálevky se napipetuje 25 ml odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,1 mol/l (4.21), nechá se natéci do roztoku a poté se spláchne malým množstvím vody. Do roztoku v Erlenmeyerově baňce se také kvantitativně převede obsah jímače. Přebytek kyseliny se titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l (4.17), dokud se nedosáhne hodnoty pH 5,4, měřeno pHmetrem.

Poznámky

1. Po vysrážení roztokem hydroxidu barnatého a uhličitanu sodného se obsah co nejrychleji doplní po značku, zfiltruje se a zneutralizuje.

2. Titraci lze provést také s indikátorem (4.26), v tomto případě je však obtížnější určit konec titrace.

7.6.2. Slepý pokus

Viz bod 7.2.3.

7.6.3. Vyjádření výsledku

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

kde:

a = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo draselného o koncentraci 0,1 mol/l (4.17) použitého při slepém pokusu provedeném za zcela stejných podmínek jako analýza,

A = počet mililitrů odměrného roztoku hydroxidu sodného nebo draselného o koncentraci 0,1 mol/l (4.17) použitého při analýze,

M = hmotnost vzorku (v gramech), který je obsažen v poměrné části použité pro stanovení.

7.6.4. Gravimetrická metoda s xanthydrolem

Do kádinky o objemu 100 ml se napipetuje část filtrátu (7.1), která neobsahuje více než 20 mg močoviny, a přidá se 40 ml kyseliny octové (4.11). Míchá se jednu minutu skleněnou tyčinkou. Případná sraženina se poté nechá 5 minut usadit. Zfiltruje se a promyje se několika mililitry kyseliny octové (4.11). K filtrátu se za stálého míchání skleněnou tyčinkou přidá po kapkách 10 ml xanthydrolu (4.23). Nechá se usadit, dokud se neobjeví sraženina, a v tomto okamžiku se opět jednu až dvě minuty míchá. Nechá se stát jednu a půl hodiny. Slabým podtlakem se zfiltruje přes předem vysušený a zvážený skleněný filtrační kelímek; poté se třikrát promyje 5 ml ethanolu (4.28), aniž by bylo cílem odstranit veškerou kyselinu octovou. Přenese se do sušárny a nechá se sušit hodinu při teplotě 130 °C (nesmí se překročit 145 °C). Nechá se vychladnout v exsikátoru a zváží se.

▼B

7.6.5. Vyjádření výsledku

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

kde:

m = hmotnost sraženiny v gramech,

M = hmotnost vzorku (v gramech), který je obsažen v poměrné části použité pro stanovení.

Provedou se korekce na slepý pokus. Biuret může být zpravidla bez velké chyby započítán spolu s močovinovým dusíkem, protože jeho absolutní obsah je ve vícesložkových hnojivech malý.

7.6.6. Metoda výpočtu z rozdílů

Obsah močovinového dusíku lze také vypočítat podle následující tabulky:

Případ	Dusičnanový N	Amonný N	Močovinový N
1	Nepřítomen	Přítomen	(7.2.4) — (7.5.3)
2	Přítomen	Přítomen	(7.3.3) — (7.5.3)

8. **Ověření výsledku**

Před každým provedením analýz se za použití odměrného roztoku obsahujícího různé formy dusíku v poměrech podobných poměrům v analyzovaném vzorku zkontroluje funkčnost aparatury a správnost provádění použitých postupů. Tento odměrný roztok se připraví ze standardních roztoků dusičnanu draselného (4.3), síranu amonného (4.4) a močoviny (4.5).

Metody 3

Fosfor

Metody 3.1

Vyluhování

Metoda 3.1.1

Vyluhování fosforu rozpustného v minerálních kyselinách

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro vyluhování fosforu rozpustného v minerálních kyselinách.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná pouze na fosforečná hnojiva uvedená v příloze I.

3. **Podstata metody**

Vyluhování fosforu v hnojivu směsí kyseliny dusičné a kyseliny sírové.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda.

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

4.2. Kyselina dusičná (d_{20} = 1,40 g/ml)

▼B

5. **Přístroje a pomůcky**

Standardní laboratorní vybavení.

5.1. Kjeldahlova baňka o objemu nejméně 500 ml nebo baňka s kulatým dnem o objemu 250 ml se skleněnou trubicí tvořící zpětný chladič.

5.2. Odměrná baňka o objemu 500 ml.

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Vzorek*

S přesností na 0,001 g se naváží 2,5 g připraveného vzorku a přenese se do suché Kjeldahlovy baňky.

7.2. *Vyluhování*

Přidá se 15 ml vody a promíchá se, aby se látka suspendovala. Přidá se 20 ml kyseliny dusičné (4.2) a opatrně 30 ml kyseliny sírové (4.1).

Po skončení počáteční prudké reakce se obsah baňky pomalu přivede k varu a vaří se 30 minut. Nechá se vychladnout a poté se za míchání opatrně přidá asi 150 ml vody. Znovu se povaří 15 minut.

Obsah se zcela ochladí a kapalina se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 500 ml. Doplní se po značku, promíchá se a zfiltruje přes suchý skládaný filtr bez fosfátů, první podíl filtrátu se odstraní.

7.3. *Stanovení*

Stanovení fosforu se provede metodou 3.2 v poměrné části takto získaného roztoku.

Metoda 3.1.2

Vyluhování fosforu rozpustného ve 2 % kyselině mravenčí (20 g na litr)

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro vyluhování fosforu rozpustného ve 2 % kyselině mravenčí (20 g na litr).

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná pouze na měkké přírodní fosfority.

3. **Podstata metody**

Pro rozlišení mezi tvrdými přírodními fosfáty a měkkými přírodními fosfority se za určitých podmínek vyluhuje fosfor rozpustný ve 2 % kyselině mravenčí.

4. **Chemikálie**

4.1. *Kyselina mravenčí, 2 % (20 g na litr)*

Poznámka

82 ml kyseliny mravenčí (o koncentraci 98 až 100 %; d_{20} = 1,22 g/ml) se doplní destilovanou vodou na pět litrů.

5. **Přístroje a pomůcky**

Standardní laboratorní vybavení.

5.1. Odměrná baňka o objemu 500 ml (např. Stohmannova)

5.2. Rotační třepačka (35 až 40 otáček za minutu)

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

▼B

7. **Pracovní postup**

7.1. *Vzorek*

S přesností na 0,001 g se naváží 5 g připraveného vzorku a přenese se do suché Stohmannovy odměrné baňky o objemu 500 ml (5.1) s širokým hrdlem.

7.2. *Vyluhování*

Za stálého ručního kroužení baňkou se přidává 2 % kyselina mravenčí (4.1) při teplotě 20 ± 1 °C, dokud není přibližně 1 cm pod kalibrační značkou, a objem se doplní se po značku. Baňka se uzavře pryžovou zátkou a třepe se na třepačce 30 minut (5.2) při teplotě 20 ± 2 °C.

Roztok se zfiltruje přes suchý skládaný filtr bez fosfátů do suché skleněné nádoby. První podíl filtrátu se odstraní.

7.3. *Stanovení*

Stanovení fosforu se provede podle metody 3.2 v poměrné části dokonale čirého filtrátu.

Metoda 3.1.3

Vyluhování fosforu rozpustného ve 2 % kyselině citronové (20 g na litr)

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro vyluhování fosforu rozpustného ve 2 % kyselině mravenčí (20 g na litr).

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná pouze na Thomasovu moučku (příloha I A).

3. **Podstata metody**

Vyluhování fosforu z hnojiva 2 % roztokem kyseliny citronové za určitých podmínek.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda.

4.1. *2 % roztok kyseliny citronové (20 g na litr) připravený z krystalické, nezvětrané kyseliny citronové ($C_6H_8O_7.H_2O$)*

Poznámka

Koncentrace tohoto roztoku kyseliny citronové se ověří titrací 10 ml této kyseliny odměrným roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l, jako indikátor se použije fenolftalein.

Pokud je roztok připraven správně, mělo by být použito 28,55 ml odměrného roztoku.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. *Rotační třepačka (35 až 40 otáček za minutu)*

6. **Příprava vzorku**

Analýza se provádí na původním výrobku. Homogenita se zajistí pečlivým promícháním. Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Vzorek*

S přesností na 0,001 g se naváží 5 g připraveného vzorku a přenese se do suché baňky o objemu 600 ml s dostatečně širokým hrdlem, které umožňuje důkladné protřepání kapaliny.

▼B

7.2. *Vyluhování*

Přidá se 500 ± 1 ml roztoku kyseliny citronové při teplotě 20 ± 1 °C. První mililitry činidla se přidávají za intenzivního ručního třepání, aby se zabránilo tvorbě shluků a předešlo se ulpívání látky na stěnách. Baňka se uzavře pryžovou zátkou a třepe se na rotační třepačce (5.1) přesně 30 minut při teplotě 20 ± 2 °C.

Ihned se zfiltruje přes suchý skládaný filtr bez fosfátů do suché skleněné nádoby a prvních 20 ml filtrátu se odstraní. Ve filtrování se pokračuje, dokud se nezíská dostatečné množství filtrátu pro stanovení fosforu.

7.3. *Stanovení*

Stanovení vyluhovaného fosforu se provede v poměrné části takto získaného roztoku podle metody 3.2.

Metoda 3.1.4

Vyluhování fosforu rozpustného v neutrálním citronanu amonném

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro vyluhování fosforu rozpustného v neutrálním citronanu amonném.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na všechna hnojiva, pro která byly stanoveny požadavky na jejich rozpustnost v neutrálním citronanu amonném (viz příloha I)

3. **Podstata metody**

Vyluhování fosforu se provede při 65 °C neutrálním roztokem citronanu amonného (pH = 7,0) za určitých podmínek.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda.

4.1. *Neutrální roztok citronanu amonného (pH = 7,0)*

Tento roztok musí obsahovat 185 g krystalické kyseliny citronové na litr a musí mít při 20 °C hustotu 1,09 a pH = 7,0.

Chemikálie se připraví následujícím způsobem:

Rozpustí se 370 g krystalické kyseliny citronové ($C_6H_8O_7.H_2O$) přibližně v 1,5 litru vody a zhruba se zneutralizuje přidáním 345 ml roztoku hydroxidu amonného (28 až 29 % NH_3). Pokud je koncentrace NH_3 nižší než 28 %, přidá se úměrně větší množství roztoku hydroxidu amonného a kyselina citronová se rozpustí v úměrně menším množství vody.

Ochladí se a přesně se zneutralizuje tak, že při ponořených elektrodách pHmetru se za stálého míchání (mechanickou míchačkou) po kapkách přidává amoniak, 28 až 29 % NH_3, dokud se při teplotě 20 °C nedosáhne pH přesně 7. V tomto okamžiku se objem doplní na dva litry a znovu se zkontroluje pH. Chemikálie se uchovává v uzavřené nádobě a pH se pravidelně kontroluje.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Dvoulitrová kádinka

5.2. pHmetr

5.3. Erlenmeyerova baňka o objemu 200 nebo 250 ml

5.4. Odměrné baňky o objemu 500 ml a odměrná baňka o objemu 2 000 ml

5.5. Vodní lázeň s termostatem, nastavitelná na 65 °C, vybavená vhodnou míchačkou (viz obrázek 8).

▼B

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Vzorek*

Do Erlenmeyerovy baňky o objemu 200 nebo 250 ml obsahující 100 ml citronanu amonného (4.1) předem zahřátého na 65 °C se převede 1 nebo 3 g hnojiva určeného k analýze (viz příloha IA a B nařízení).

7.2. *Analýza roztoku*

Erlenmeyerova baňka se vzduchotěsně uzavře a protřepe, aby hnojivo vytvořilo suspenzi bez shluků. Zátka se na okamžik vyjme, aby se vyrovnal tlak, a Erlenmeyerova baňka se znovu uzavře. Baňka se umístí do vodní lázně nastavené tak, aby se obsah baňky udržoval přesně na 65 °C, a připevní se k míchačce (viz obrázek 8). Během míchání musí hladina suspenze v baňce zůstat trvale pod hladinou vody ve vodní lázni ([1]). Mechanické míchání se reguluje tak, aby se zajistilo dokonalé suspendování.

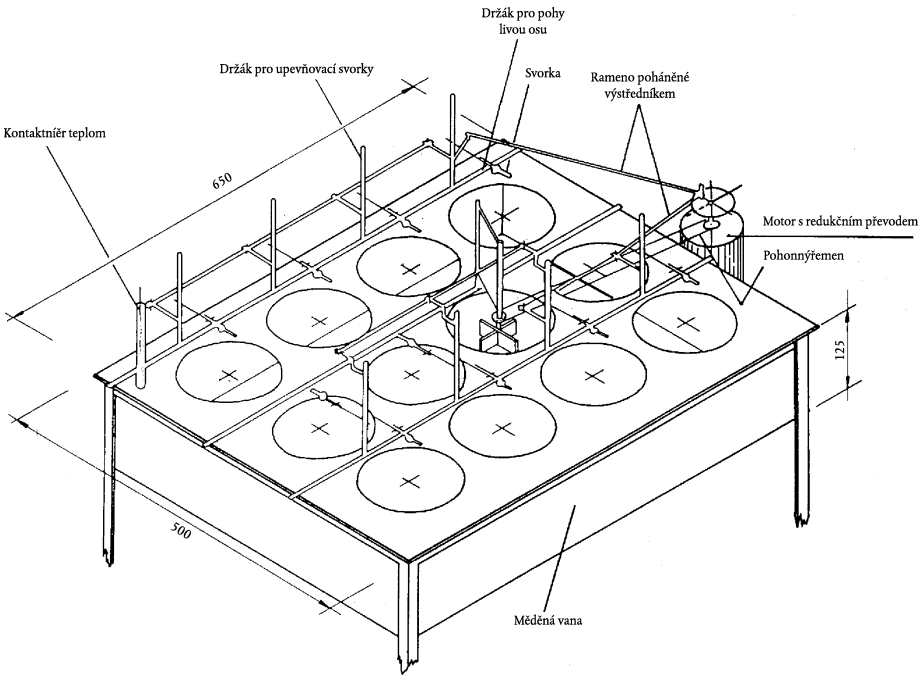
Přesně po hodině míchání se Erlenmeyerova baňka z vodní lázně vyjme.

Ihned se ochladí pod tekoucí vodou na teplotu okolí a její obsah se proudem vody ze střičky ihned kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 500 ml. Objem se doplní vodou po značku. Důkladně se promíchá. Ihned se zfiltruje přes suchý skládaný filtr (střední rychlost filtrace, bez fosfátů) do suché nádoby, první podíl filtrátu se odstraní (asi 50 ml).

Poté se zachytí asi 100 ml čirého filtrátu.

7.3. *Stanovení*

Stanovení fosforu v takto získaném výluhu se provede podle metody 3.2.



Obrázek 8

([1]) Pokud není k dispozici mechanická míchačka, může se baňkou každých pět minut zatřást ručně.

▼B

Metody 3.1.5

Vyluhování alkalickým citronanem amonným

Metoda 3.1.5.1

Vyluhování rozpustného fosforu podle Petermanna při 65 °C

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro vyluhování fosforu rozpustného v alkalickém citronanu amonném za horka.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná výhradně na hydrogenfosforečnan vápenatý dihydrát ($CaHPO_4.2H_2O$).

3. **Podstata metody**

Vyluhování fosforu se provádí při 65 °C alkalickým roztokem citronanu amonného podle Petermanna za stanovených podmínek.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda stejného stupně čistoty jako destilovaná voda.

4.1. Petermannův roztok.

4.2. *Složení*

▼M4

Kyselina citronová ($C_6H_8O_7.H_2O$): 173 g na litr.

Amoniak: 42 g amonného dusíku na litr.

Kyselina sírová: 0,25 mol/l

pH mezi 9,4 a 9,7.

▼B

Příprava z citronanu diamonného

V odměrné baňce o objemu 5 litrů se rozpustí 931 g citrionanu diamonného (molekulová hmotnost 226,19) v asi 3 500 ml vody. Postaví se do lázně s tekoucí vodou, míchá se a chladí a po malých dávkách se přidává odpovídající množství amoniaku. Například pro roztok amoniaku o hustotě d_{20} = 0,906, která odpovídá 20,81 % hmot. amonného dusíku, se použije 502 ml roztoku amoniaku. Teplota se upraví na 20 °C, objem se doplní destilovanou vodou. Promíchá se.

Příprava z kyseliny citronové a amoniaku

V nádobě o objemu asi pět litrů se rozpustí 865 g monohydrátu kyseliny citronové přibližně v 2 500 ml destilované vody. Nádoba se umístí do ledové lázně a za stálého protřepávání se po malých dávkách přidává nálevkou, jejíž stonek je ponořen do roztoku kyseliny citronové, roztok amoniaku. Například pro roztok amoniaku o hustotě d_{20} = 906 g/ml, která odpovídá 20,81 % hmot. amonného dusíku, je třeba přidat 1 114 ml roztoku amoniaku. Teplota roztoku se upraví na 20 °C, obsah se kvantitativně převede do pětilitrové odměrné baňky, doplní se destilovanou vodou po značku a promíchá se.

Obsah amonného dusíku se zkontroluje takto:

25 ml roztoku se převede do odměrné baňky o objemu 250 ml a doplní se po značku destilovanou vodou. Promíchá se. V 25 ml tohoto roztoku se stanoví obsah amonného dusíku podle metody 2.1. Pokud je roztok připraven správně, musí se použít 15 ml H_2SO_4 o koncentraci 0,5 mol/l.

Pokud Petermannův roztok obsahuje více než 42 g amonného dusíku na litr, může být NH_3 vypuzen proudem inertního plynu nebo mírným ohřátím tak, aby se pH vrátilo na hodnotu 9,7. Poté se provede druhé stanovení.

▼B

Pokud Petermannův roztok obsahuje méně než 42 g amonného dusíku na litr, bude nutné přidat určité množství roztoku amoniaku (*M* nebo *V*):

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

$$V = \frac{M}{0,906}$$

nebo objem při 20°C.

Pokud je *V* menší než 25 ml, přidá se přímo do pětilitrové baňky množství $V \times 0,173$ g práškové kyseliny citronové.

Pokud je *V* větší než 25 ml, bude vhodné připravit následujícím způsobem nový 1 litr činidla.

Naváží se 173 g kyseliny citronové. Rozpustí se v odměrné baňce o objemu 1 litr v 500 ml vody. Při zachování uvedených opatření se přidá ne více než $225 + V \times 1,206$ ml roztoku amoniaku, který byl použit pro přípravu pěti litrů činidla. Objem se doplní vodou po značku. Promíchá se.

Litr tohoto roztoku se smíchá s dříve připravenými 4 975 ml.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Vodní lázeň, která může být udržována při teplotě 65 ± 1 °C

5.2. Odměrná baňka o objemu 500 ml (např. Stohmannova)

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Vzorek*

Naváží se 1 g vzorku s přesností na 0,001 g a převede se do odměrné baňky o objemu 500 ml (5.2).

7.2. *Vyluhování*

Přidá se 200 ml alkalického roztoku citronanu amonného (4.1). Baňka se zazátkuje a ručně se intenzivně protřepe, aby se zabránilo tvorbě shluků a předešlo se ulpívání látky na stěnách.

Baňka se umístí do vodní lázně (5.1) nastavené na 65 °C a během první půlhodiny se každých 5 minut protřepává. Po každém protřepání se zátka nadzvedne, aby se vyrovnal tlak. Hladina vody ve vodní lázni by měla být nad hladinou roztoku v baňce. Baňka se ponechá ve vodní lázni při 65 °C další hodinu a protřepává se každých 10 minut. Baňka se vyjme, ochladí se na teplotu asi 20 °C, objem se doplní vodou na 500 ml. Promíchá se a zfiltruje přes suchý skládaný filtr bez fosfátů, první podíl filtrátu se odstraní.

7.3. *Stanovení*

V poměrné části takto získaného roztoku se provede stanovení vyluhovaného fosforu metodou 3.2.

Metoda 3.1.5.2

Vyluhování rozpustného fosforu podle Petermanna při teplotě okolí

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro vyluhování fosforu rozpustného v alkalickém citronanu amonném za studena.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná výhradně na kalcinované fosfáty.

▼B

3. **Podstata metody**

Vyluhování fosforu se provádí při teplotě kolem 20 °C alkalickým roztokem citronanu amonného (podle Petermanna) za určitých podmínek.

4. **Chemikálie**

Viz metoda 3.1.5.1.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Standardní laboratorní vybavení a odměrná baňka o objemu 250 ml (např. Stohmannova)

5.2. Rotační třepačka (35 až 40 otáček za minutu)

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Vzorek*

S přesností na 0,001 g se naváží 2,5 g připraveného vzorku a přenese se do odměrné baňky o objemu 250 ml (5.1).

7.2. *Vyluhování*

Přidá se trochu Petermannova roztoku o teplotě 20 °C, velmi důkladně se protřepe, aby se zamezilo tvorbě shluků a předešlo se ulpívání jakékoli látky na stěnách baňky. Doplní se Petermannovým roztokem po značku a baňka se uzavře pryžovou zátkou.

Třepe se dvě hodiny na rotační třepačce (5.2). Ihned se zfiltruje přes suchý skládaný filtr bez fosfátů do suché nádoby, první podíl filtrátu se odstraní.

7.3. *Stanovení*

V poměrné části takto získaného roztoku se provede stanovení fosforu metodou 3.2.

Metoda 3.1.5.3

Vyluhování rozpustného fosforu v Joulieově alkalickém citronanu amonném

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro vyluhování fosforu rozpustného v alkalickém citronanu amonném (Joulieově citronanu).

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na všechna jednosložková a vícesložková hnojiva, v kterých se vyskytuje fosfor ve formě fosforečnanu vápenatohlinitého.

3. **Podstata metody**

Vyluhování fosforu se provádí při teplotě asi 20 °C, případně za přítomnosti oxinu, intenzivním třepáním s alkalickým roztokem citronanu amonného definovaného složení za určitých podmínek.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda.

4.1. *Alkalický roztok citronanu amonného podle Jouliea.*

Tento roztok obsahuje 400 g kyseliny citronové a 153 g NH_3 na litr. Obsah volného amoniaku v tomto roztoku je přibližně 55 g na litr. Může být připraven jednou z následujících metod:

4.1.1. V odměrné baňce se zátkou o objemu 1 litr se rozpustí 400 g kyseliny citronové ($C_6H_8O_7.H_2O$) v přibližně 600 ml amoniaku (d_{20} = 0,925 g/ml, tj. 200 g NH_3 na litr). Kyselina citronová se přidává postupně v množstvích od 50 do 80 g, přitom se roztok chladí, aby nedošlo k překročení nejvyšší teploty 50 °C. Objem se doplní amoniakem na jeden litr.

▼B

4.1.2. V odměrné baňce o objemu 1 litr se rozpustí 432 g čistého citronanu diamonného ($C_6H_{14}N_2O_7$) ve 300 ml vody. Přidá se 440 ml amoniaku (d_{20} = 0,925 g/ml). Objem se doplní vodou na jeden litr.

Poznámka

Ověření celkového obsahu amoniaku.

Odebere se 10 ml vzorku roztoku citronanu a přenese se do odměrné baňky o objemu 250 ml. Objem se doplní destilovanou vodou po značku. Odebere se 25 ml a amonný dusík se stanoví podle metody 2.1.

▼M4

1 ml H_2SO_4 0.25 mol/l = 0,008516 g NH_3

▼B

Za těchto podmínek se činidlo považuje za správně připravené, pokud počet ml spotřebovaných při titraci leží mezi 17,7 a 18 ml.

Není-li tomu tak, přidá se 4,25 ml amoniaku (d_{20} = 0,925) na každých 0,1 ml zbývajících do 18 ml.

4.2. Práškový 8-hydroxychinolin (oxin)

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Standardní laboratorní vybavení a malá skleněná nebo porcelánová třecí miska s tloučkem

5.2. Odměrné baňky o objemu 500 ml

5.3. Odměrná baňka o objemu 1 000 ml

5.4. Rotační třepačka (35 až 40 otáček za minutu)

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Vzorek*

Naváží se 1 g připraveného hnojiva s přesností na 0,0005 g a přenese se do malé třecí misky. Ovlhčí se přidáním asi 10 kapek citronanu (4.1) a velmi opatrně se rozetře tloučkem.

7.2. *Vyluhování*

Přidá se 20 ml citronanu amonného (4.1) a míchá se do pasty. Nechá se asi jednu minutu ustálit.

Kapalina se dekantuje do odměrné baňky o objemu 500 ml tak, aby nebyly spláchnuty žádné nerozetřené podíly. Ke zbytku se přidá 20 ml roztoku citronanu (4.2), zbytek se výše uvedeným způsobem rozetře a kapalina se dekantuje do odměrné baňky. Tento postup se provede čtyřikrát, aby nakonec – popáté – mohl být do odměrné baňky převeden celý vzorek. Celkové množství citronanu použitého pro tento postup musí být přibližně 100 ml.

Třecí miska a tlouček se opláchnou 40 ml destilované vody do odměrné baňky.

Zazátkovaná baňka se třepe 3 hodiny na rotační třepačce (5.4).

Odměrná baňka se nechá stát patnáct až šestnáct hodin. Poté se opět třepe tři hodiny za stejných podmínek. Teplota se během celého procesu udržuje na 20 ± 2 °C.

Doplní se po značku destilovanou vodou. Filtruje se přes suchý filtr, první podíl filtrátu se odstraní a čirý filtrát se shromáždí v suché baňce.

7.3. *Stanovení*

V poměrné části takto získaného roztoku se provede stanovení vyluhovaného fosforu metodou 3.2.

▼B

8. **Dodatek**

Použití oxinu umožňuje použít tuto metodu pro fosforečná hnojiva obsahující hořčík. Použití oxinu se doporučuje, pokud je poměr obsahu hořčíku k obsahu oxidu fosforečného vyšší než 0,03 ($Mg/P_2O_5 > 0,03$). V takovém případě se k navlhčenému vzorku přidají 3 g oxinu. Použití oxinu při nepřítomnosti hořčíku navíc stanovení neruší. Pokud je však známo, že hořčík není přítomen, není nutné oxin použít.

Metoda 3.1.6

Vyluhování vodorozpustného fosforu

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro vyluhování vodorozpustného fosforu.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na všechna hnojiva včetně vícesložkových hnojiv, u kterých se předpokládá stanovení vodorozpustného fosforu.

3. **Podstata metody**

Vyluhování fosforu se provádí třepáním ve vodě za specifických podmínek pomocí třepačky.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Odměrná baňka o objemu 500 ml (např. Stohmannova)

5.2. Rotační třepačka (35 až 40 otáček za minutu)

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Vzorek*

S přesností na 0,001 g se naváží 5 g vzorku a přenese se do odměrné baňky o objemu 500 ml (5.1).

7.2 *Vyluhování*

Do baňky se přidá 450 ml vody, jejíž teplota musí být mezi 20 a 25 °C.

Roztok se poté třepe 30 minut na třepačce (5.2).

Poté se doplní po značku vodou, promíchá se a zfiltruje se přes suchý skládaný filtr bez fosfátů do suché nádoby.

7.3. *Stanovení*

V poměrné části takto získaného roztoku se provede stanovení fosforu metodou 3.2.

Metoda 3.2

Stanovení fosforu ve výluzích

(gravimetrická metoda užívající fosfomolybdenan chinolinu)

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení fosforu ve výluzích hnojiv.

▼B

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na všechny výluhy hnojiv ([1]) určené pro stanovení různých forem fosforu.

3. **Podstata metody**

Po případné hydrolýze různých forem fosforu kromě fosforečnanů se fosforečnanové ionty vysráží v kyselém prostředí jako fosfomolybdenan chinolinu.

Po filtraci a promytí se sraženina vysuší při 250 °C a zváží se.

Za shora uvedených podmínek nedochází k žádnému rušení sloučeninami, které jsou případně v roztoku přítomné (minerální a organické kyseliny, amonné ionty, rozpustné křemičitany atd.), jestliže se pro srážení použije činidlo obsahující molybdenan sodný nebo molybdenan amonný.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda.

4.1. Koncentrovaná kyselina dusičná (d_{20} = 1,40 g/ml)

4.2. *Příprava srážecího činidla*

4.2.1. Příprava činidla na bázi molybdenanu sodného

Roztok A: ve 100 ml destilované vody se rozpustí 70 g dihydrátu molybdenanu sodného p.a.

Roztok B: ve 100 ml destilované vody se rozpustí 60 g monohydrátu kyseliny citronové p.a. a přidá se 85 ml koncentrované kyseliny dusičné (4.1).

Roztok C: za míchání se roztok A přidá k roztoku B a získá se roztok C.

Roztok D: do 50 ml destilované vody se přidá 35 ml koncentrované kyseliny dusičné (4.1), poté 5 ml čerstvě předestilovaného chinolinu. Tento roztok se přidá do roztoku C, důkladně se promíchá a nechá se stát přes noc v temnu. Poté se doplní destilovanou vodou na 500 ml, opět se promíchá a zfiltruje se přes skleněnou fritu (5.6).

4.2.2. Příprava činidla na bázi molybdenanu amonného

Roztok A: v 300 ml destilované vody se za mírného zahřívání a občasného míchání rozpustí 100 g molybdenanu amonného p.a.

Roztok B: ve 200 ml destilované vody se rozpustí 120 g monohydrátu kyseliny citronové p.a., přidá se 170 ml koncentrované kyseliny dusičné (4.1).

Roztok C: 70 ml koncentrované kyseliny dusičné (4.1) se smíchá s 10 ml čerstvě předestilovaného chinolinu

Roztok D: za důkladného míchání se roztok A pomalu nalije do roztoku B. Po důkladné homogenizaci se k této směsi přidá roztok C a doplní se na jeden litr. Nechá se stát dva dny v temnu a zfiltruje se přes skleněnou fritu (5.6).

Činidla 4.2.1 a 4.2.2 mohou být použita stejným způsobem; obě se musí uchovávat v temnu ve vzduchotěsných polyethylenových lahvích.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Standardní laboratorní vybavení a Erlenmeyerova baňka o objemu 500 ml s širokým hrdlem

5.2. Dělené pipety o objemu 10, 25 a 50 ml

([1]) Fosfor rozpustný v minerálních kyselinách, vodorozpustný fosfor, fosfor rozpustný v roztocích citronanu amonného o různých koncentracích, fosfor rozpustný ve 2 % kyselině citronové a fosfor rozpustný ve 2 % kyselině mravenčí.

▼B

5.3. Filtrační kelímek s porozitou 5 až 20 μm

5.4. Odsávačka pro filtraci za vakua

5.5. Sušárna, nastavitelná na 250 ± 10 °C

5.6. Skleněná filtrační nuč o porozitě 5 až 20 μm.

6. **Pracovní postup**

6.1. *Odebrání roztoku*

Pipetou se odebere poměrná část výluhu hnojiva (tabulka 2) obsahující asi 0,01 g P_2O_5, a přenese se do Erlenmeyerovy baňky o objemu 500 ml. Přidá se 15 ml koncentrované kyseliny dusičné ([1]) (4.1) a zředí se vodou asi na 100 ml.

Tabulka 2

Stanovení poměrných částí roztoků fosfátů

% P_2O_5 v hnojivu	% P v hnojivu	Navážka (g)	Zředění (na ml)	Vzorek (ml)	Zředění (na ml)	Vzorek ke srážení (ml)	Faktor (F) pro přepočet počtu gramů fosfomolybdenanu chinolinu na % P_2O_5	Faktor (F „) pro přepočet počtu gramů fosfomolybdenanu chinolinu na % 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*

Pokud se předpokládá přítomnost metafosforečnanů, difosforečnanů nebo polyfosforečnanů, provádí se hydrolýza následujícím způsobem.

Obsah Erlenmeyerovy baňky se pomalu přivede k varu a udržuje se při této teplotě, dokud není hydrolýza ukončena (obvykle jednu hodinu). Je třeba zajistit např. připojením zpětného chladiče, aby nedocházelo ke ztrátám vystřikováním a nadbytečným odpařováním, které by snížilo původní objem o více než polovinu. Po hydrolýze se obsah doplní destilovanou vodou na počáteční objem.

6.3. *Vážení kelímku*

Filtrační kelímek (5.3) se suší minimálně 15 minut v sušárně nastavené na 250 ± 10 °C. Po vychladnutí v exsikátoru se zváží.

6.4. *Srážení*

Kyselý roztok obsažený v Erlenmeyerově baňce se zahřeje k varu a vysrážení fosfomolybdenanu chinolinu se dosáhne přidáváním 40 ml srážecího činidla (4.2.1 nebo 4.2.2) ([2]) po kapkách za stálého míchání. Erlenmeyerova baňka se umístí do parní lázně a nechá se tam za občasného protřepání stát 15 minut. Roztok se může filtrovat ihned nebo po vychladnutí.

([1]) 21 ml, když roztok ke srážení obsahuje více než 15 ml roztoku kyseliny citronové (neutrálního citronanu, Petermannova nebo Joulieova alkalického citronanu).

([2]) Pro srážení roztoků fosforu, které obsahují více než 15 ml roztoku citronanu (neutrálního, Petermannova nebo Joulieova) a které byly okyseleny 21 ml koncentrované kyseliny dusičné (viz poznámka pod čarou k bodu 6.1), se použije 80 ml srážecího činidla.

▼B

6.5. *Filtrace a promývání*

Roztok se filtruje dekantací za vakua. Sraženina se v Erlenmeyerově baňce promyje 30 ml vody, znovu se dekantuje a roztok se zfiltruje. Tento postup se pětkrát opakuje. Zbytek sraženiny se převede vodou kvantitativně do kelímku. Promyje se čtyřikrát 20 ml vody. Nový podíl vody se přidává až poté, co z kelímku odteče předchozí podíl. Sraženina se důkladně vysuší.

6.6. *Sušení a vážení*

Vnější stěna kelímku se vysuší filtračním papírem. Kelímek se suší do konstantní hmotnosti v sušárně o teplotě 250 °C (5.5) (obvykle 15 minut); nechá se vychladnout v exsikátoru na teplotu okolí a rychle se zváží.

6.7. *Slepý pokus*

Pro každou sérii stanovení se provede slepý pokus. Použijí se pouze chemikálie a rozpouštědla v poměrech použitých při vyluhování (roztok citronanu atd.). Výsledek se vezme v úvahu při výpočtu konečného výsledku.

6.8. *Ověření*

Kontrolní analýza se provede v poměrné části roztoku dihydrogenfosforečnanu draselného p.a. obsahujícího 0,01 g P_2O_5.

7. **Vyjádření výsledku**

Pokud se použijí navážky a ředění uvedené v tabulce 2, platí následující vzorec:

$$\% \text{ Pv hnojivu} = (A - a)F'$$

nebo

$$\% \text{ } P_2O_5 \text{ vhnojivu} = (A - a)F$$

kde:

A = hmotnost fosfomolybdenanu chinolinu (g),

a = hmotnost fosfomolybdenanu chinolinu získaného při slepém pokusu (g),

F a F' faktory uvedené v posledních dvou sloupcích tabulky 2.

Při použití jiných navážek a ředění, než jaké jsou uvedeny v tabulce 2, platí následující vzorec:

$$\% \text{ P v hnojivu} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

nebo

$$\% \text{ } P_2O_5 \text{ v hnojivu} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

kde:

f a f' = faktory pro přepočet z fosfomolybdenanu chinolinu na P_2O_5 (f = 0,032074) nebo na P (f' = 0,013984).

D = ředicí faktor

M = hmotnost analyzovaného vzorku (g).

▼B

Metoda 4

Draslík

Metoda 4.1

Stanovení obsahu vodorozpustného draslíku

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup stanovení vodorozpustného draslíku.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na všechna draselná hnojiva uvedená v příloze I.

3. **Podstata metody**

Draslík obsažený v analyzovaném vzorku se rozpustí ve vodě. Po odstranění nebo vázání látek, které by mohly rušit kvantitativní stanovení, se draslík sráží ve slabě alkalickém prostředí jako tetrafenylboritan draselný.

4. **Chemikálie**

Destilovaná voda nebo demineralizovaná voda.

4.1. *Formaldehyd*

Čirý 25 – 35 % roztok formaldehydu.

4.2. Chlorid draselný p.a.

4.3. *Roztok hydroxidu sodného: 10 mol/l*

Je třeba dbát na to, aby byl k analýze použit pouze hydroxid sodný bez draslíku.

4.4. *Indikátorový roztok*

0,5 g fenolftaleinu se rozpustí v 90 % ethanolu a objem se doplní na 100 ml.

4.5. *Roztok EDTA*

V odměrné baňce o objemu 100 ml se ve vodě rozpustí 4 g dihydrátu disodné soli ethylendiamintetraoctové kyseliny. Doplní se po značku a promíchá se.

Toto činidlo se uchovává v nádobě z plastu.

4.6. *Roztok TFBS*

V 480 ml vody se rozpustí 32,5 g tetrafenylboritanu sodného, přidají se 2 ml roztoku hydroxidu sodného (4.3) a 20 ml roztoku chloridu hořečnatého (100 g $MgCl_2.6H_2O$ na litr).

Míchá se 15 minut a filtruje se přes hustý bezpopelový filtr.

Toto činidlo se uchovává v nádobě z plastu.

4.7. *Promývací kapalina*

20 ml roztoku TFBS (4.6) se zředí vodou na 1 000 ml.

4.8. *Bromová voda*

Nasycený roztok bromu ve vodě.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Odměrné baňky o objemu 1 000 ml

5.2. Kádinka o objemu 250 ml

5.3. Filtrační kelímek s porozitou 5 až 20 μm

5.4. Sušárna, nastavitelná na 120 ± 10 °C

▼B

5.5. Exsikátor

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

V případě draselných solí se musí vzorek dostatečně jemně namlít, aby se pro analýzu získala reprezentativní navážka. Pro tyto výrobky je doporučena jemnost mletí 0,2 mm (metoda 1 bod 6 písm. a)).

7. **Pracovní postup**

7.1. *Vzorek*

S přesností na 0,001 g se naváží 10 g připraveného vzorku (5 g v případě draselných solí obsahujících více než 50 % oxidu draselného). Tento zkušební vzorek se přenese do kádinky o objemu 600 ml s přibližně 400 ml vody.

Přivede se k varu a nechá se vařit 30 minut. Ochladí se, kvantitativně se převede do odměrné baňky o objemu 1 000 ml; doplní se po značku, promíchá se a filtruje do suché nádoby. Prvních 50 ml filtrátu se odstraní (viz bod 7.6., poznámka k postupu).

7.2. *Příprava poměrné části ke srážení*

Do kádinky o objemu 250 ml se pipetou převede poměrná část filtrátu obsahující 25 až 50 mg draslíku (viz tabulka 3). V případě potřeby se doplní vodou na 50 ml.

Pro odstranění rušivých příměsí se přidá 10 ml roztoku EDTA (4.5), několik kapek roztoku fenolftaleinu (4.4) a po kapkách se přimíchává roztok hydroxidu sodného (4.3), dokud roztok nezčervená, a nakonec se přidá ještě několik kapek roztoku hydroxidu sodného, aby se zajistil přebytek (k neutralizaci vzorku a zajištění přebytku obvykle stačí 1 ml hydroxidu sodného).

Pro odstranění většiny amoniaku (viz bod 7.6 písm. b)), poznámka k postupu) se 15 minut opatrně vaří.

V případě potřeby se přidá voda, aby se objem doplnil na 60 ml.

Roztok se přivede k varu, kádinka se odstraní z plamene a přidá se 10 ml roztoku formaldehydu (4.1). Přidá se několik kapek fenolftaleinu a případně ještě trochu hydroxidu sodného, dokud se neobjeví zřetelné červené zbarvení. Kádinka se přikryje hodinovým sklem a umístí se na 15 minut do parní lázně.

7.3. *Vážení kelímku*

Filtrační kelímek (viz bod 5 „Přístroje a pomůcky“) se vysuší v sušárně při 120 °C (5.4) do konstantní hmotnosti (asi 15 minut).

Kelímek se nechá vychladnout v exsikátoru a poté se zváží.

7.4. *Srážení*

Kádinka se vyjme z parní lázně, po kapkách se vmíchá 10 ml roztoku TFBS (4.6). Toto přidávání trvá asi 2 minuty. Před filtrací se vyčká alespoň 10 minut.

7.5. *Filtrace a promývání*

Filtruje se za vakua do zváženého kelímku, kádinka se vypláchne promývací kapalinou (4.7), sraženina se třikrát promyje promývací kapalinou (celkem asi 60 ml promývací kapaliny) a dvakrát 5 až 10 ml vody.

Sraženina se důkladně vysuší.

7.6. *Sušení a vážení*

Vnější stěna kelímku se vysuší filtračním papírem. Kelímek s obsahem se umístí na jednu a půl hodiny do sušárny o teplotě 120 °C. Kelímek se nechá vychladnout v exsikátoru na teplotu okolí a rychle se zváží.

▼B

Poznámky k postupu

a) Pokud je filtrát tmavě zabarven, převede se poměrná část obsahující nejvýše 100 mg K_2O pipetou do odměrné baňky o objemu 100 ml, přidá se bromová voda a přivede se k varu, aby se odstranil přebytek bromu. Po vychladnutí se doplní po značku, zfiltruje a draslík se kvantitativně stanoví v poměrné části filtrátu.

b) Pokud je přítomno pouze trochu amonného dusíku nebo není přítomen žádný amonný dusík, není třeba vařit 15 minut.

7.7. *Odebírané poměrné části a přepočítávací faktory*

Tabulka 3

Pro metodu 4

% K_2O v hnojivu	% K v hnojivu	Navážka (g)	Poměrná část výluhu odebraná k ředění (ml)	Ředění (na ml)	Poměrná část odebraná pro srážení (ml)	Faktor F pro přepočet počtu gramů TPBK na obsah $\frac{K_2O}{v\ \%}$	Faktor F pro přepočet počtu gramů TPBK na obsah $\frac{K}{v\ \%}$
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 –		10	131,400	109,060
			nebo 50	250	50	131,400	109,060
více než 50	více než 41,5	5	buď –	–	10	262,800	218,120
			nebo 50	250	50	262,800	218,120

7.8. *Slepý pokus*

Pro každou sérii stanovení se provede slepý pokus, při kterém se použijí pouze chemikálie v poměrech použitých při analýze. Výsledek se vezme v úvahu při výpočtu konečného výsledku.

7.9. *Kontrolní zkouška*

Pro kontrolu techniky analýzy se provede stanovení draslíku v poměrné části vodného roztoku chloridu draselného obsahujícího nejvýše 40 mg K_2O.

8. **Vyjádření výsledku**

Pokud se použijí navážky a ředění uvedené v tabulce 3, platí následující vzorec:

$$\%\ K_2\ O \text{ v hnojivu} = (A - a)\ F$$

nebo

$$\%\ K \text{ v hnojivu} = (A - a)\ F'$$

kde:

A = hmotnost sraženiny tetrafenylboritanu draselného (g),

a = hmotnost sraženiny tetrafenylboritanu draselného ze slepého pokusu (g),

F a F' = faktory (viz tabulka 3).

▼B

Při použití jiných navážek a ředění, než jaké jsou uvedeny v tabulce 3, platí následující vzorec:

$$\text{K2O v hnojivu} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

nebo

$$\text{K v hnojivu} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

kde:

f = faktor pro přepočet tetrafenylboritanu draselného na K_2O (f = 0,1314),

f' = faktor pro přepočet tetrafenylboritanu draselného na K (f = 0,109)

D = ředicí faktor,

M = hmotnost vzorku pro analýzu (g).

Metoda 5

Žádná položka

Metoda 6

Chlor

Metoda 6.1

Stanovení chloridů v nepřítomnosti organických látek

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení chloru ve formě chloridů v nepřítomnosti organických látek.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na všechna hnojiva, která neobsahují organické látky.

3. **Podstata metody**

Chloridy rozpuštěné ve vodě se srážejí v kyselém prostředí přebytkem odměrného roztoku dusičnanu stříbrného. Přebytek se titruje roztokem thiokyanatanu amonného za přítomnosti síranu amonno-železitého (Volhardova metoda).

4. **Chemikálie**

Destilovaná nebo demineralizovaná voda neobsahující chloridy

4.1. Nitrobenzen nebo diethylether

4.2. Kyselina dusičná: 10 mol/l

4.3. *Indikátorový roztok*

40 g síranu amonnoželezitého $Fe_2(SO_4)_3.(NH_4)_2SO_4.4H_2O$ se rozpustí ve vodě a doplní se na jeden litr.

4.4. *Odměrný roztok dusičnanu stříbrného: 0,1 mol/l*

Příprava:

Vzhledem k tomu, že tato sůl je hygroskopická a nelze ji sušit bez rizika rozložení, doporučuje se navážit asi 9 g, rozpustit ve vodě a objem doplnit na 1 000 ml. Titrací $AgNO_3$ o koncentraci 0,1 mol/l se titr upraví na 0,1 mol/l.

▼B

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Rotační třepačka (35 až 40 otáček za minutu)

5.2. Byrety

5.3. Odměrná baňka o objemu 500 ml

5.4. Kónická (Erlenmeyerova) baňka o objemu 250 ml

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Zkušební vzorek a příprava zkušebního roztoku*

5 g vzorku naváženého s přesností na 0,001 g se přenese do odměrné baňky o objemu 500 ml a přidá se 450 ml vody. Půl hodiny se protřepává na třepačce (5.1); doplní se destilovanou vodou na 500 ml; promíchá se a zfiltruje do kádinky.

7.2. *Stanovení*

Odebere se poměrná část filtrátu, která neobsahuje více než 0,150 g chloridu. Např. 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) nebo 100 ml (1 g). Pokud je odebraný vzorek menší než 50 ml, je třeba objem doplnit destilovanou vodou na 50 ml.

Přidá se 5 ml kyseliny dusičné o koncentraci 10 mol/l (4.2), 20 ml roztoku indikátoru (4.3) a 2 kapky odměrného roztoku thiokyanatanu amonného (vzorek thiokyanatanu se odebere z byrety nastavené za tímto účelem na nulový bod).

Poté se z byrety přidá odměrný roztok dusičnanu stříbrného (4.4) až do přebytku 2 až 5 ml. Přidá se 5 ml nitrobenzenu nebo 5 ml diethyletheru (4.1) a dobře se protřepe, aby se sraženina shlukla. Přebytek dusičnanu stříbrného se titruje thiokyanatanem amonným o koncentraci 0,1 mol/l (4.5), dokud se neobjeví červenohnědé zabarvení, které po mírném potřepání baňkou přetrvává.

Poznámka

Nitrobenzen nebo diethylether (zvláště však nitrobenzen) chrání chlorid stříbrný před reakcí s thiokyanatanovými ionty. Tak se dosáhne ostré změny barvy.

7.3. *Slepý pokus*

Za stejných podmínek se provede slepý pokus (s vynecháním vzorku) a jeho výsledek se zohlední při výpočtu konečného výsledku.

7.4. *Kontrolní zkouška*

Před analýzou je třeba zkontrolovat správnost postupu tak, že se provede stanovení obsahu chloridů v poměrné části čerstvě připraveného roztoku chloridu draselného, která obsahuje známé množství chloridů, přibližně 0,1 g.

8. **Vyjádření výsledku**

Výsledek analýzy se vyjádří jako procentuální obsah chloru ve vzorku přijatém k analýze.

Procento chloru (Cl) se vypočítá ze vzorce:

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

kde

V_z = počet mililitrů dusičnanu stříbrného o koncentraci 0,1 mol/l,

V_{cz} = počet mililitrů dusičnanu stříbrného o koncentraci 0,1 mol/l použitého při slepém pokusu,

▼B

V_a = počet mililitrů thiokyanatanu amonného o koncentraci 0,1 mol/l,

V_{ca} = počet mililitrů thiokyanatanu amonného o koncentraci 0,1 mol/l použitého při slepém pokusu,

M = hmotnost zkušebního vzorku (g) obsaženého v poměrné části použité při titraci (7.2).

Metody 7

Jemnost mletí

Metoda 7.1

Stanovení jemnosti mletí

(suchý postup)

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen suchý postup pro stanovení jemnosti mletí suchým postupem.

2. **Oblast použití**

Všechna hnojiva ES, pro která jsou z hlediska jemnosti mletí stanoveny požadavky na propad sítem 0,63 mm a 0,160 mm.

3. **Podstata metody**

Mechanickým prosíváním se stanoví množství výrobku s velikostí zrn větší než 0,630 mm a množství výrobku s velikostí zrn mezi 0,160 a 0,630 mm a vypočte se jejich procentuální podíl na celkovém množství.

4. **Přístroje a pomůcky**

4.1. Prosévací stroj

4.2. Síta s velikostí otvorů 0,160 a 0,630 mm ze standardní sady (průměr 20 cm a výška 5 cm) a odpovídajícím dnem

5. **Pracovní postup**

S přesností na 0,05 g se naváží 50 g materiálu. Obě síta a dno se nasadí na prosévací stroj (4.1), síto s většími oky se umístí nahoru. Vzorek pro analýzu se umístí na horní síto. Prosévá se 10 minut a odstraní se podíl nashromážděný na dně. Prosévá se znovu jednu minutu a zkontroluje se, zda je množství nashromážděné během této doby větší než 250 mg. Pokud je tomu tak, postup se opakuje (pokaždé jednu minutu), dokud nashromážděné množství není menší než 250 mg. Zbylý materiál z obou sít se zváží zvlášť.

6. **Vyjádření výsledku**

$$\text{Propad sítem sotvory } 0,630\text{mm} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\text{Propad sítem sotvory } 0,160\text{mm} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

kde:

M_1 = hmotnost zbytku na sítě s otvory 0,630 mm (g),

M_2 = hmotnost zbytku na sítě s otvory 0,160 mm (g).

Materiál vyřazený sítem s otvory 0,630 mm je již oddělen.

Vypočtené výsledky se zaokrouhlí nahoru na celá čísla.

▼B

Metoda 7.2

Stanovení jemnosti mletí měkkých přírodních fosforitů

1. **Předmět**

Tato metoda slouží ke stanovení jemnosti mletí měkkých přírodních fosforitů.

2. **Oblast použití**

Měkké přírodní fosfority.

3. **Podstata metody**

U vzorků s malou velikostí částic může docházet ke shlukování, což ztěžuje suché prosévání. Z tohoto důvodu se obvykle používá prosévání za mokra.

4. **Chemikálie**

Roztok hexametafosforečnanu sodného: 1 %.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Síta s otvory 0,063 mm a 0,125 mm ze standardní sady (průměr 20 cm, výška 5 cm) s odpovídajícím dnem

5.2. Skleněná nálevka o průměru 20 cm se stojanem

5.3. Kádinky o objemu 250 ml

5.4. Sušárna

6. **Pracovní postup**

6.1. *V zorek*

S přesností na 0,05 g se naváží 50 g materiálu. Obě strany síta se omyjí vodou a síto s otvory 0,125 mm se umístí nad síto s otvory 0,063 mm.

6.2. *Pracovní postup*

Zkušební vzorek se umístí na horní síto. Prosévá se pod slabým proudem studené vody (může se použít voda z vodovodu), dokud není protékající voda prakticky čistá. Je třeba dbát na to, aby se spodní síto nikdy nenaplnilo vodou.

Zůstává-li zbytek na horním sítu víceméně neměnný, síto se odstraní a přechodně se umístí na dno.

V prosévání za mokra přes spodní síto se pokračuje několik minut, dokud není protékající voda téměř čistá.

0,125mm síto se umístí nad 0,063mm síto. Případný zbytek ze dna se přemístí na horní síto a opět se začne pod slabým proudem vody prosévat, dokud není voda opět téměř čistá.

Každý zbytek se nálevkou kvantitativně převede do jiné kádinky. Kádinky se naplní vodou a zbytky se suspendují. Nechá se stát asi jednu minutu a poté se co nejvíce vody dekantuje.

Kádinky se umístí na dvě hodiny do sušárny při 150 °C.

Nechají se vychladnout, zbytky se vymetou štětečkem a zváží se.

7. **Vyjádření výsledku**

Vypočtené výsledky se zaokrouhlí nahoru na celá čísla.

$$\text{Propad sítem sotvory } 0,125\text{mm} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\text{Propad sítem sotvory } 0,063\text{mm} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

kde:

M_1 = hmotnost zbytku na sítu s otvory 0,125 mm (g),

▼B

M_2 = hmotnost zbytku na sítu s otvory 0,063 mm (g),

8. **Poznámky**

Pokud se zjistí, že na jednom ze sít zůstaly shluky, provede se analýza znovu následujícím způsobem:

Za neustálého míchání se pomalu vlije 50 g vzorku do jednolitrové baňky, která obsahuje 500 ml roztoku hexametafosforečnanu sodného. Baňka se vzduchotěsně uzavře a intenzivně se ručně protřepe, aby se shluky rozložily. Veškerá suspenze se převede na horní síto a baňka se důkladně vymyje. V analýze se pokračuje podle bodu 6.2.

Metody 8

Druhotné živiny

Metoda 8.1

Příprava výluhu celkového vápníku, celkového hořčíku, celkového sodíku a celkové síry ve formě síranů

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup přípravy výluhu celkového vápníku, celkového hořčíku a celkového sodíku, jakož i výluhu celkové síry přítomné ve formě síranů tak, aby se jeden výluh dal použít ke stanovení všech výše uvedených živin.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na hnojiva ES, pro která je v tomto nařízení stanovena deklarace obsahu celkového vápníku, celkového hořčíku, celkového sodíku a celkové síry ve formě síranů.

3. **Podstata metody**

Vyluhování vařením ve zředěné kyselině chlorovodíkové.

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěná kyselina chlorovodíková*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) a 1 objemový díl vody.

5. **Přístroje a pomůcky**

Elektrická topná deska s regulovatelnou teplotou.

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Zkušební vzorek*

Vápník, hořčík, sodík a síra ve formě síranů se vyluhují z pětigramového zkušebního vzorku naváženého s přesností na jeden miligram.

Obsahuje-li však hnojivo více než 15 % síry (S), tj. 37,5 % SO_3, a více než 18,8 % vápníku (Ca), tj. 26,3 % CaO, připraví se výluh vápníku a síry ze zkušebního vzorku o hmotnosti 1 g, naváženého s přesností na jeden miligram. Zkušební vzorek se vloží do kádinky o objemu 600 ml.

7.2. *Příprava roztoku*

Ke vzorku se přidá přibližně 400 ml vody a 50 mililitrů zředěné kyseliny chlorovodíkové (4.1); pokud vzorek obsahuje významné množství uhličitanů, kyselinu chlorovodíkovou je nutné přidávat opatrně a po malých množstvích. Přivede se k varu a vaří se 30 minut. Za občasného míchání se nechá vychladnout. Kvantitativně

▼B

se převede do odměrné baňky o objemu 500 ml. Doplní se po značku vodou a promíchá. Zfiltruje se přes suchý filtr do suché nádoby a první část se odstraní. Výluh musí být naprosto čirý. Pokud se filtrát ihned nepoužije, nádoba se zazátkuje.

Metoda 8.2

Vyluhování celkové síry přítomné v různých formách

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup přípravy výluhu celkové síry obsažené v hnojivech v elementární formě nebo v jiných chemických sloučeninách.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na hnojiva ES, pro která je v tomto nařízení stanovena deklarace obsahu celkové síry přítomné v různých formách (elementární síra, thiosíran, siřičitan, síran).

3. **Podstata metody**

Elementární síra se v alkalickém prostředí převede na polysulfidy a thiosíran; ty se společně s ostatními sulfidy, které mohu být přítomny, oxidují peroxidem vodíku. Různé formy síry se tak převedou na síran, který se stanoví ze sraženiny jako síran barnatý (metoda 8.9).

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěná kyselina chlorovodíková:*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d = 1,18) a 1 objemový díl vody.

4.2. Roztok hydroxidu sodného, NaOH, minimálně 30 % (d = 1,33).

4.3. Roztok peroxidu vodíku, 30 % hmot.

4.4. Vodný roztok chloridu barnatého $BaCl_2.2H_2O$, 122 g v jednom litru.

5. **Přístroje a pomůcky**

Elektrická topná deska s regulovatelnou teplotou.

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Zkušební vzorek*

S přesností na 1 mg se naváží takové množství hnojiva, aby obsahovalo od 80 do 350 mg síry (S) nebo od 200 do 875 mg SO_3.

Zpravidla (kdy S < 15 %) se naváží 2,5 g. Zkušební vzorek se vloží do kádinky o objemu 400 ml.

7.2. *Oxidace*

Přidá se 20 ml roztoku hydroxidu sodného (4.2) a 20 ml vody. Přikryje se hodinovým sklíčkem. Povaří se pět minut na topné desce (5.1). Sejme se z topné desky. Síra ulpívající na stěnách kádinky se opláchne proudem horké vody a znovu se 20 minut povaří. Nechá se vychladnout.

Po 2 ml se přidává peroxid vodíku (4.3) do vymizení reakce. Obvykle je potřeba šest až osm mililitrů peroxidu vodíku. Nechá se oxidovat ještě jednu hodinu. Poté se přivede k varu a půl hodiny se povaří. Nechá se vychladnout.

▼B

7.3. *Příprava roztoku k analýze*

Ke vzorku se přidá přibližně 50 ml vody a 50 ml roztoku kyseliny chlorovodíkové (4.1).

— Je-li množství síry (S) menší než 5 %:

Roztok se zfiltruje do kádinky o objemu 600 ml. Zbytek na filtru se několikrát promyje studenou vodou. Po promytí se na posledních kapkách filtrátu ověří nepřítomnost síranů pomocí roztoku chloridu barnatého (4.4). Filtrát musí být zcela čirý. Sírany se stanoví v celém filtrátu podle metody 8.9.

— Je-li množství síry (S) nejméně 5 %:

Roztok se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 250 ml, doplní se po značku vodou a promíchá se. Filtruje se přes suchý filtr do suché nádoby; filtrát musí být naprosto čirý. Pokud se filtrát ihned nepoužije, nádoba se zazátkuje. Sírany se stanoví srážením jako síran barnatý (metoda 8.9) v poměrné části tohoto roztoku.

Metoda 8.3

Vyluhování vodorozpustného vápníku, hořčíku, sodíku a vodorozpustné síry (ve formě síranů)

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup přípravy výluhu vodorozpustného vápníku, hořčíku, sodíku a vodorozpustné síry (ve formě síranů) tak, aby se jeden výluh dal použít ke stanovení všech výše uvedených živin.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná výhradně na hnojiva, pro která je v příloze I stanovena deklarace vodorozpustného vápníku, hořčíku, sodíku a vodorozpustné síry (ve formě síranů).

3. **Podstata metody**

Živiny jsou ve vroucí vodě převedeny do roztoku.

4. **Chemikálie**

Destilovaná nebo demineralizovaná voda stejné kvality.

5. **Přístroje a pomůcky**

Elektrická topná deska s regulovatelnou teplotou.

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Zkušební vzorek*

a) Neobsahují-li hnojiva žádnou síru nebo obsahujíli hnojiva současně nejvýše 3 % síry (S), tj. 7,5 % SO_3, a nejvýše 4 % vápníku (Ca), tj. 5,6 % CaO, naváží se 5 g hnojiva s přesností na jeden miligram.

b) Obsahují-li hnojiva více než 3 % síry (S) a více než 4 % vápníku (Ca), naváží se 1 g hnojiva s přesností na jeden miligram.

Zkušební vzorek se vloží do kádinky o objemu 600 ml.

7.2. *Příprava roztoku*

Ke vzorku se přidá přibližně 400 ml vody, přivede se k varu a vaří se 30 minut. Za občasného míchání se nechá vychladnout. Kvantitativně se převede do odměrné baňky o objemu 500 ml. Doplní se po značku vodou a promíchá se.

▼B

Filtruje se přes suchý filtr do suché nádoby. První část filtrátu se odstraní. Filtrát musí být zcela čirý.

Pokud se filtrát ihned nepoužije, nádoba se zazátkuje.

Metoda 8.4

Vyluhování vodorozpustné síry tam, kde je síra v různých formách

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup přípravy výluhu vodorozpustné síry obsažené v hnojivech v různých formách.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na hnojiva, pro která je v příloze I stanovena deklarace obsahu vodorozpustného oxidu sírového.

3. **Podstata metody**

Síra se rozpustí ve studené vodě a oxidací peroxidem vodíku v alkalickém prostředí se převede na síran.

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěná kyselina chlorovodíková*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) a 1 objemový díl vody.

4.2. Roztok hydroxidu sodného obsahující minimálně 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml).

4.3. Roztok peroxidu vodíku, 30 % hmot.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Stohmannova odměrná baňka o objemu 500 ml

5.2. Rotační třepačka (30 až 40 otáček za minutu)

5.3. Elektrická topná deska s regulovatelnou teplotou

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Zkušební vzorek*

a) Obsahují-li hnojiva současně nejvýše 3 % síry (S), tj. 7,5 % SO_3 a nejvýše 4 % vápníku (Ca), tj. 5,6 % CaO, naváží se 5 g hnojiva s přesností na jeden miligram.

b) Obsahují-li hnojiva více než 3 % síry (S) a více než 4 % vápníku (Ca), naváží se 1 g hnojiva s přesností na jeden miligram.

Zkušební vzorek se vloží do baňky o objemu 500 ml (5.1).

7.2. *Příprava roztoku*

Ke zkušebnímu vzorku se přidá přibližně 400 ml vody a nádoba se uzavře. Protřepává se (5.2) 30 minut. Doplní se po značku vodou a promíchá se. Filtruje se přes suchý filtr do suché nádoby. Pokud se filtrát ihned nepoužije, nádoba se zazátkuje.

7.3. *Oxidace poměrné části roztoku k analýze*

Odebere se poměrná část výluhu o objemu nejvýše 50 ml a pokud možno obsahující od 20 do 100 mg síry (S).

V případě potřeby se objem doplní vodou na 50 ml. Přidají se 3 ml roztoku hydroxidu sodného (4.2) a 2 ml roztoku peroxidu vodíku (4.3). Přikryje se hodinovým sklíčkem a na varné desce (5.3) se jednu hodinu mírně povaří. Po 1 ml se přidává roztok peroxidu vodíku tak dlouho, dokud probíhá oxidace (maximální množství je pět mililitrů).

▼B

Nechá se vychladnout. Hodinové sklíčko se odstraní a jeho spodní plocha se omyje do kádinky. Přidá se přibližně 20 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové (4.1). Doplní se vodou na objem přibližně 300 ml.

Obsah síranů v celém oxidovaném roztoku se stanoví podle metody 8.9.

Metoda 8.5

Vyluhování a stanovení elementární síry

Upozornění

Při této metodě analýzy se používá sirouhlík (CS_2). Musí být proto dodržena zvláštní bezpečnostní opatření, zejména pokud jde o:

— skladování CS_2,

— osobní ochranné pomůcky,

— pracovní hygienu,

— požární prevenci a prevenci výbuchů,

— likvidaci chemikálie.

Tato metoda vyžaduje vysoce kvalifikovaný personál a vhodně vybavenou laboratoř.

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup přípravy výluhu a stanovení elementární síry obsažené v hnojivech.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na hnojiva ES, pro která je v příloze I stanovena deklarace obsahu celkové síry v elementární formě.

3. **Podstata metody**

Po odstranění rozpustných sloučenin se elementární síra vyluhuje sirouhlíkem. Vyluhovaná síra se následně stanoví gravimetricky.

4. **Chemikálie**

Sirouhlík.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Extrakční baňka o objemu 100 ml se zabroušenou skleněnou zátkou

5.2. Soxhletův přístroj s odpovídající filtrační patronou

5.3. Rotační vakuová odparka

5.4. Elektrická sušárna vybavená větrákem, nastavená na 90 ± 2 °C.

5.5. Porcelánové Petriho misky o průměru pět až sedm centimetrů, s výškou do 5 cm

5.6. Elektrická topná deska s regulovatelnou teplotou

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Zkušební vzorek*

S přesností na jeden miligram se naváží 5 až 10 g vzorku a vloží se do filtrační patrony Soxhletova přístroje (5.2).

7.2. *Vyluhování síry*

Z obsahu filtrační patrony se odstraní všechny rozpustné sloučeniny důkladným promytím horkou vodou. Vysuší se v sušárně (5.4)

▼B

alespoň jednu hodinu při 90 °C. Filtrační patrona se vloží do Soxhletova přístroje (5.2).

Do baňky přístroje (5.1) se vloží několik varných kamínků a zváží se (P_0), poté se přidá 50 ml sirouhlíku (4.1).

Přístroj se zapojí a elementární síra se nechá vyluhovat šest hodin. Vypne se přívod tepla a po vychladnutí se baňka odpojí. Baňka se připojí na rotační vakuovou odparku (5.3); odpařování se vypne až v okamžiku, kdy obsah baňky ztuhne na houbovitou hmotu.

Baňka se suší v sušárně (5.4) při teplotě 90 °C, dokud není dosažena konstantní hmotnost (P_1) (obvykle je třeba jedna hodina).

7.3. *Stanovení čistoty elementární síry*

Současně s elementární sírou se mohly sirouhlíkem vyloužit určité látky. Čistota elementární síry se stanoví tímto způsobem:

Obsah baňky se co nejdůkladněji zhomogenizuje. Odeberou se 2 až 3 g látky a zváží se s přesností na jeden miligram (n). Umístí se na Petriho misku (5.5). Miska a obsah (P_2) se společně zváží. Umístí se na topnou desku (5.6) nastavenou na teplotu nejvýše 220 °C, aby se síra nevzňala. V sublimaci se pokračuje po tři až čtyři hodiny, dokud se nedosáhne konstantní hmotnosti (P_3).

Poznámka

U některých hnojiv není nutné stanovovat čistotu síry. V tom případě se vynechá bod 7.2.

8. **Vyjádření výsledků**

Procentuální obsah elementární síry (S) v hnojivu je:

$$\text{Nečištěná Sv hnojivu (\%)} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

▼M4

$$\text{Čistota vyluhované síry (\%)} = \frac{P_2 - P_3}{n} \times 100$$

▼B

$$\text{Čistá Sv hnojivu (\%)} = \frac{P_2 - P_1}{n} \times 100$$

Kde

m = hmotnost zkušebního vzorku hnojiva (g),

P_0 = hmotnost Soxhletovy baňky (g),

P_1 = hmotnost Soxhletovy baňky a nečištěné síry po sušení (g),

n = hmotnost nečištěné síry k čištění (g),

P_2 = hmotnost Petriho misky (g),

P_3 = hmotnost Petriho misky po sublimaci síry (g).

Metoda 8.6

Manganometrické stanovení vyluhovaného vápníku po srážení jako šťavelan

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení vápníku ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na hnojiva ES, pro která je v příloze I stanovena deklarace obsahu celkového nebo vodorozpustného vápníku.

▼M4

3. **Podstata metody**

Srážení vápníku obsaženého v poměrné části výluhu ve formě šťavelanu, po separaci a rozpuštění šťavelanu, titrací kyseliny šťavelové za použití manganistanu draselného.

▼B

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěná kyselina chlorovodíková*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) a 1 objemový díl vody.

4.2. *Kyselina sírová zředěná 1:10*

1 objemový díl kyseliny sírové (d_{20} = 1,84) v 10 objemových dílech vody.

4.3. *Roztok amoniaku zředěný 1:1*

1 objemový díl amoniaku (d_{20} = 0,88) a 1 objemový díl vody.

4.4. Roztok šťavelanu amonného [$(NH_4)_2C_2O_4.H_2O$] nasycený za teploty okolí (přibližně 40 g na litr).

4.5. Roztok kyseliny citronové, 30 % (*m/V*)

4.6. Roztok chloridu amonného, 5 % (*m/V*)

4.7. Roztok bromthymolové modři v 95 % ethanolu, 0,1 % (*m/V*)

4.8. Roztok bromkresolové zeleně v 95 % ethanolu, 0,04 % (*m/V*)

4.9. Odměrný roztok manganistanu draselného, 0,02 mol/l

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Filtrační kelímek se skleněnou fritou o porozitě 5 až 20 μm.

5.2. Horká vodní lázeň

6. **Příprava poměrné části k analýze**

Do kádinky o objemu 400 ml se napipetuje poměrná část výluhu získaného metodou 8.1 nebo 8.3 obsahující od 15 do 50 mg Ca (= 21 až 70 mg CaO). Objem poměrné části se označí v_2. Převede se do kádinky o objemu 400 ml. V případě potřeby se neutralizuje (změna barvy indikátoru (4.7) ze žluté na modrou) několika kapkami roztoku amoniaku (4.3).

Přidá se 1 ml roztoku kyseliny citronové (4.5) a 5 ml roztoku chloridu amonného (4.6).

7. **Srážení šťavelanu vápenatého**

Přidá se přibližně 100 ml vody. Přivede se k varu, přidá se 8 až 10 kapek roztoku indikátoru (4.8) a po kapkách 50 ml horkého roztoku šťavelanu amonného (4.4). Pokud se vytváří sraženina, rozpustí se přidáním několika kapek kyseliny chlorovodíkové (4.1). Velmi pomalu se za stálého míchání neutralizuje roztokem amoniaku (4.3) na pH 4,4 až 4,6 (změna barvy indikátoru (4.8) ze zelené na modrou). Kádinka se vloží přibližně na 30 minut do vroucí vodní lázně (5.2).

Kádinka se vyjme z lázně, nechá se jednu hodinu stát a zfiltruje se přes kelímek (5.1).

8. **Titrace sraženiny šťavelanu**

Kádinka a kelímek se promývají, dokud není zcela odstraněn přebytek šťavelanu amonného (to lze ověřit nepřítomností chloridů v promývací vodě). Kelímek se umístí do kádinky o objemu 400 ml a sraženina se rozpustí v 50 ml horké kyseliny sírové (4.2). Obsah kádinky se doplní vodou přibližně na 100 ml. Zahřeje se na teplotu 70 až 80 °C a po kapkách se titruje roztokem manganistanu draselného (4.9), dokud růžové zabarvení nepřetrvá jednu minutu. Tento objem se označí *n*.

▼B

9. **Vyjádření výsledků**

Obsah vápníku (Ca) v hnojivu je:

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

kde:

n = počet mililitrů použitého manganistanu,

m = hmotnost zkušebního vzorku (g),

v_2 = objem poměrné části (ml),

v_1 = objem výluhu (ml),

t = koncentrace roztoku manganistanu draselného (mol/l).

CaO (%) = Ca (%) × 1,400

Metoda 8.7

Stanovení hořčíku atomovou absorpční spektrofotometrií

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení hořčíku ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na hnojiva ES, pro která se vyžaduje deklarace obsahu celkového hořčíku nebo vodorozpustného hořčíku, jejichž výluhy jsou získány metodami 8.1 a 8.3, s výjimkou následujících hnojiv uvedených v příloze I D o sekundárních živinách:

— typ 4 (kieserit),

— typ 5 (síran hořečnatý) a typ 5.1 (síran hořečnatý – roztok),

— a s výjimkou následujících hnojiv uvedených v příloze I A 3 týkající se draselných hnojiv:

— typ 7 (kieserit se síranem hořečnatým),

— na něž se vztahuje metoda 8.8.

Níže uvedená metoda se vztahuje na všechny výluhy hnojiv obsahující prvky v množstvích, které by mohly rušit komplexometrické stanovení hořčíku.

3. **Podstata metody**

Stanovení hořčíku atomovou absorpční spektrofotometrií po vhodném zředění výluhu.

4. **Chemikálie**

4.1. Roztok kyseliny chlorovodíkové, 1 mol/l

4.2. Roztok kyseliny chlorovodíkové, 0,5 mol/l

4.3. *Standardní roztok hořčíku, 1,00 mg/ml*

4.3.1. 1,013 g síranu hořečnatého ($MgSO_4.7H_2O$) se rozpustí v roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a doplní se tímto roztokem kyseliny do 100 ml.

4.3.2. Naváží se 1,658 g oxidu hořečnatého (MgO), předem zbaveného všech stop oxidu uhličitého žíháním. Vloží se do kádinky se 100 ml vody a 120 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 1 mol/l (4.1). Po rozpuštění se kvantitativně dekantuje do odměrné baňky o objemu 1 000 ml. Doplní se po značku vodou a promíchá se.

nebo

▼B

4.3.3. Komerční standardní roztok

Za přezkoušení takovýchto roztoků je odpovědna laboratoř.

4.4. *Roztok chloridu strontnatého*

75 g chloridu strontnatého ($SrCl_2.6H_2O$) se rozpustí v roztoku kyseliny chlorovodíkové (4.2) a doplní se stejným roztokem kyseliny na 500 ml.

5. **Přístroje a pomůcky**

Atomový absorpční spektrofotometr s hořčíkovou lampou nastavený na 285,2 nm.

Plamen vzduch-acetylen.

6. **Příprava vzorku**

Viz metody 8.1 a 8.3.

7. **Pracovní postup**

7.1. Pokud je u hnojiva udán obsah hořčíku (Mg) vyšší než 6 % (tj. 10 % jako MgO), odebere se pipetou 25 ml (V_1) roztoku výluhu (6). Převede se do odměrné baňky o objemu 100 ml, doplní po značku vodou a promíchá se. Zřeďovací faktor je $D_1 = 100/V_1$.

7.2. Pipetou se odebere 10 ml roztoku výluhu (6) nebo roztoku (7.1). Převede se do odměrné baňky o objemu 200 ml. Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá. Zřeďovací faktor je 200/10.

7.3. Roztok (7.2) se zředí roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) tak, aby získaná koncentrace byla v optimálním pracovním rozsahu spektrofotometru (5.1). V_2 je objem vzorku ve 100 ml. Zřeďovací faktor je $D_2 = 100/V_2$.

Konečný roztok by měl obsahovat 10 % v/v roztoku chloridu strontnatého (4.4).

7.4. *Příprava slepého roztoku*

Roztok pro slepý pokus se připraví opakováním celého postupu od fáze přípravy vzorku (metoda 8.1 nebo 8.3), vynechá se pouze navážka hnojiva.

7.5. *Příprava kalibračních roztoků*

Ředěním standardního roztoku (4.3) kyselinou chlorovodíkovou o koncentraci 0,5 mol/l se připraví nejméně pět kalibračních roztoků o vzrůstající koncentraci v optimálním měřícím rozsahu přístroje (5.1).

Tyto roztoky by měly obsahovat 10 % v/v roztoku chloridu strontnatého (4.4).

7.6. *Spektrofotometrická měření*

Spektrofotometr se nastaví na vlnovou délku 285,2 nm.

Postupně se zavedou kalibrační roztoky (7.5), roztok vzorku (7.3) a slepý roztok (7.4), přístroj se promývá roztokem, který se bude následně měřit. Tento postup se třikrát opakuje. Sestrojí se kalibrační křivka tak, že na svislou osu se vynášejí průměrné absorbance pro každý kalibrační roztok (7.5) a na vodorovnou osu odpovídající koncentrace hořčíku v μg/ml. Koncentrace hořčíku ve zkušebním vzorku X_s (7.3) a slepém roztoku X_b (7.4) se stanoví odečtením z kalibrační křivky.

8. **Vyjádření výsledků**

Množství hořčíku (Mg) nebo oxidu hořečnatého (MgO) ve vzorku se vypočte porovnáním s kalibračními roztoky a v úvahu se vezme i slepý pokus.

▼B

Procentuální obsah hořčíku (Mg) v hnojivu se rovná:

$$\text{Mg}\ (\%) = \frac{(X_s - X_b)\ D_1(200/10)\ D_2\ 500,100}{1000.1000\ M}$$

kde:

X_s = koncentrace analyzovaného roztoku odečtená z kalibrační křivky μg/ml),

X_b = koncentrace slepého roztoku odečtená z kalibrační křivky (μg/ml),

D_1 = zřeďovací faktor, pokud je roztok zředěn (7.1).

— Pokud bylo odebráno 25 ml, rovná se čtyřem.

— Pokud se roztok neředil, rovná se jedné.

— D_2 = zřeďovací faktor v 7.3.

— M = hmotnost zkušebního vzorku v době vyluhování.

— MgO (%) = Mg (%)/0,6.

Metoda 8.8

Stanovení hořčíku komplexometricky

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení obsahu hořčíku ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na níže uvedené výluhy hnojiv ES, pro které je stanoven celkový nebo vodorozpustný hořčík:

— hnojiva uvedená v příloze I: jednosložková dusíkatá hnojiva, typ 1b + 1c (dusičnan vápenatohořečnatý a dusičnan hořečnatý), typ 7 (dusičnan amonný se síranem amonným a síranem hořečnatým), typ 8 (dusíkatá hnojiva s hořčíkem) a jednosložková draselná hnojiva typu 2 (obohacený kainit), typ 4 (chlorid draselný obsahující hořčík), typ 6 (síran draselný s hořečnatými solemi),

— hnojiva uvedená v příloze I D o sekundárních živinách.

3. **Podstata metody**

Hořčík se převede do roztoku metodou 8.1 nebo 8.3. První titrace: Ca a Mg se titruje EDTA za přítomnosti eriochromové černi T. Druhá titrace: Ca se titruje EDTA za přítomnosti kalceinu nebo kalkonalidu I. Hořčík se stanoví z rozdílu.

4. **Chemikálie**

4.1. *Standardní roztok hořčíku, 0,05 mol/l:*

4.1.1. Rozpustí se 1,232 g síranu hořečnatého ($MgSO_4.7H_2O$) v roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.11) a doplní se stejnou kyselinou na 100 ml.

nebo

4.1.2. Naváží se 2,016 g oxidu hořečnatého, předem zbaveného všech stop oxidu uhličitého žíháním (MgO, 2 h při 600 °C). Přenese se do kádinky se 100 ml vody.

Přimíchá se přibližně 120 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 1 mol/l (4.12).

Po rozpuštění se kvantitativně převede do odměrné baňky na 1 000 ml. Doplní se po značku vodou a promíchá se.

Jeden mililitr těchto roztoků by měl obsahovat 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO).

▼B

Za přezkoušení koncentrace tohoto standardního roztoku je odpovědná laboratoř.

4.2. *Roztok EDTA, 0,05 mol/l*

Naváží se 18,61 g dihydrátu disodné soli ethylendiamintetraoctové kyseliny ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8.2H_2O$), převede se do kádinky na 1 000 ml a rozpustí se v 600 až 800 ml vody. Roztok se kvantitativně převede do baňky o objemu 1 000 ml. Doplní se po značku a promíchá se. Roztok se zkontroluje pomocí standardního roztoku (4.1) tak, že se 20 ml výše uvedeného standardního roztoku titruje podle analytického postupu popsaného v bodě 7.2.

Jeden mililitr roztoku EDTA by měl odpovídat 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO) a 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) (viz poznámky 10.1 a 10.6).

4.3. *Standardní roztok vápníku, 0,05 mol/l*

Naváží se 5,004 g suchého uhličitanu vápenatého. Přenese se do kádinky se 100 ml vody. Postupně se vmíchá 120 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci přibližně 1 mol/l (4.12).

Přivede se k varu, aby se odstranil oxid uhličitý, ochladí se, kvantitativně se převede do jednolitrové odměrné baňky, doplní se po značku vodou a promíchá. Tento roztok se zkontroluje roztokem EDTA (4.2) podle analytického postupu (7.3). Jeden mililitr tohoto roztoku by měl obsahovat 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) a měl by odpovídat jednomu mililitru roztoku EDTA o koncentraci 0,05 mol/l (4.2).

4.4. *Indikátor kalcein*

Ve třecí misce se pečlivě rozetře jeden gram kalceinu se 100 g chloridu sodného. Použije se 10 mg této směsi. Barva indikátoru se mění ze zelené na oranžovou. Titrace musí pokračovat, dokud se nezíská oranžová barva bez zeleného tónu.

4.5. *Indikátor kalkonalid I*

400 mg kalkonalidu I se rozpustí ve 100 ml methanolu. Tento roztok se může uchovávat přibližně pouze čtyři týdny. Používají se tři kapky tohoto roztoku. Barva indikátoru se mění z červené na modrou. Titrace musí pokračovat, dokud se nezíská modrá barva bez červeného tónu.

4.6. *Indikátor eriochromová čerň T*

300 mg eriochromové černi T se rozpustí ve směsi 25 ml propan1olu a 15 ml triethanolaminu. Tento roztok se může uchovávat přibližně pouze čtyři týdny. Používají se tři kapky tohoto roztoku. Barva tohoto indikátoru se mění z červené na modrou a titrace musí pokračovat, dokud se nedosáhne modré barvy bez červeného tónu. Barva se mění pouze v případě, že je přítomen hořčík. V případě potřeby se přidá jeden mililitr standardního roztoku (4.1).

Je-li přítomen vápník i hořčík, EDTA tvoří komplex nejprve s vápníkem a poté s hořčíkem. V tomto případě se tyto dva prvky stanovují současně.

4.7. *Roztok kyanidu draselného*

Vodný roztok KCN, 2 %. (Nepipetuje se ústy a viz poznámka 10.7).

4.8. *Roztok hydroxidu draselného a kyanidu draselného*

Rozpustí se 280 g KOH a 66 g KCN ve vodě, objem se doplní do jednoho litru a promíchá se.

4.9. *Tlumivý roztok o pH 10,5*

V odměrné baňce o objemu 500 ml se rozpustí 33 g chloridu amonného ve 200 ml vody, přidá se 250 ml amoniaku (d_{20} = 0,91 g/ml), doplní se po značku vodou a promíchá se. Pravidelně se kontroluje pH roztoku.

4.10. Zředěná kyselina chlorovodíková: 1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) a 1 objemový díl vody

4.11. Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 0,5 mol/l

▼B

4.12. Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 1 mol/l

4.13. Roztok hydroxidu sodného 5 mol/l

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Magnetická nebo mechanická míchačka

5.2. pHmetr

6. **Kontrolní zkouška**

Provede se stanovení na takových poměrných částech roztoků (4.1 a 4.3), aby se poměr Ca/Mg přibližně rovnal poměru v roztoku k analýze. K tomuto účelu se odebere (*a*) standardního roztoku (4.3) a (*b*–*a*) standardního roztoku (4.1), kde (*a*) a (*b*) jsou ml roztoku EDTA použité na dvě titrace provedené na roztoku k analýze. Tento postup je správný pouze tehdy, pokud jsou roztoky EDTA, vápníku a hořčíku přesně ekvivalentní. Pokud tomu tak není, je potřeba provést opravy.

7. **Příprava roztoku k analýze**

Viz metody 8.1 a 8.3.

8. **Stanovení**

8.1. *Poměrné části vzorku*

Pokud je to možné, měla by poměrná část obsahovat 9 až 18 mg hořčíku (= 15 až 30 mg MgO).

8.2. *Titrace za přítomnosti eriochromové černi T*

Poměrná část (8.1) roztoku k analýze se odpipetuje do kádinky na 400 ml. Přebytečná kyselina se za pomoci pHmetru neutralizuje roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 5 mol/l (4.13). Zředí se vodou na přibližně 100 ml. Přidá se 5 ml tlumivého roztoku (4.9). Hodnota pH naměřená pHmetrem musí být 10,5 ± 0,1. Přidají se 2 ml roztoku kyanidu draselného (4.7) a tři kapky indikátoru eriochromové černi T (4.6). Titruje se roztokem EDTA (4.2). Mírně se míchá magnetickou míchačkou (5.1) (viz 10.2, 10.3 a 10.4). Počet mililitrů roztoku EDTA o koncentraci 0,05 mol/l se označí „*b*“.

8.3. *Titrace za přítomnosti kalceinu nebo kalkonalidu I*

Odpipetuje se stejná poměrná část roztoku k analýze, jaká byla odebrána pro výše zmíněnou titraci, a přenese se do kádinky o objemu 400 ml. Přebytečná kyselina se za pomoci pHmetru neutralizuje roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 5 mol/l (4.13). Zředí se vodou na přibližně 100 ml. Přidá se 10 ml roztoku KOH/KCN (4.8) a indikátor (4.4) nebo (4.5). Titruje se roztokem EDTA (4.2) za mírného míchání magnetickou míchačkou (5.1) (viz 10.2, 10.3 a 10.4). Počet mililitrů roztoku EDTA o koncentraci 0,05 mol/l se označí „*a*“.

9. **Vyjádření výsledků**

Pro hnojiva ES, pro která je metoda použitelná (5 g hnojiva v 500 ml výluhu), je procentuální obsah hořčíku v hnojivu:

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

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

kde:

a = počet mililitrů roztoku EDTA o koncentraci 0,05 mol/l použitého pro titraci za přítomnosti kalceinu nebo kalkonalidu I,

b = počet mililitrů roztoku EDTA o koncentraci 0,05 mol/l použitého pro titraci za přítomnosti eriochromové černi T,

M = hmotnost vzorku přítomného v odebrané poměrné části (g),

▼B

T = 0,2016 × molární koncentrace roztoku EDTA/0,05 (viz 4.2),

T′ = 0,1216 × molární koncentrace roztoku EDTA/0,05 (viz 4.2).

10. **Poznámky**

10.1. Stechiometrický poměr EDTAkov je při komplexometrických analýzách vždy 1:1, ať je valence kovu jakákoli, a bez ohledu na skutečnost, že EDTA je čtyřvalentní. Titrační roztok EDTA a standardní roztoky budou proto molární a nikoliv normální.

10.2. Komplexometrické indikátory jsou často citlivé na působení vzduchu. Roztok může během titrace ztrácet svou barvu. V takovém případě se musí přidat jedna nebo dvě kapky indikátoru. To platí zejména v případě eriochromové černi a kalkonalidu I.

10.3. Komplexy kovindikátor jsou často relativně stabilní a může trvat nějakou dobu, než se barva změní. Proto se musí poslední kapky EDTA přidávat pomalu a přidáním kapky roztoku hořčíku (4.1) nebo vápníku (4.3) o koncentraci 0,05 mol/l je nutné ověřit, zda již nedošlo ke změně barvy. To platí zejména v případě komplexu eriochromhořčík.

10.4. Změna barvy indikátoru se nesmí pozorovat ve vertikální rovině, ale horizontálně s hladinou roztoku. Kádinka musí být umístěna proti bílému pozadí v dobře osvětlené poloze. Změna barvy indikátoru se také může snadno pozorovat tak, že se kádinka umístí na matované sklo zespoda mírně osvětlené (25wattovou žárovkou).

10.5. Tato analýza vyžaduje určitou dávku zkušenosti. Úloha spočívá mimo jiné ve sledování změn barev standardních roztoků 4.1 a 4.3. Doporučuje se, aby stanovení prováděl stejný laboratorní pracovník.

10.6. Jestliže se použije roztok EDTA zaručené síly (například Titrisol, Normex), může to zjednodušit kontrolu ekvivalence standardních roztoků 4.1, 4.2 a 4.3.

10.7. Roztok obsahující kyanid draselný se nesmí vylít do výlevky, dokud se kyanid nepřevede na neškodnou sloučeninu, například alkalizací a následnou oxidací chlornanem sodným.

Metoda 8.9

Stanovení síranů

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení síry přítomné ve výluzích hnojiv ve formě síranů.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná pro stanovení síranů přítomných ve výluzích provedených metodami 8.1, 8.2, 8.3 a 8.4.

3. **Podstata metody**

Gravimetrické stanovení jako síran barnatý.

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěná kyselina chlorovodíková*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) a 1 objemový díl vody.

4.2. Roztok chloridu barnatého $BaCl_2.2H_2O$: 122 g na litr.

4.3. Roztok dusičnanu stříbrného: 5 g na litr.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Porcelánové kelímky na spalování

5.2. Horká vodní lázeň

5.3. Sušárna nastavená na 105 ± 1 °C.

▼B

5.4. Elektrická pícka nastavená na 800 ± 50 °C.

6. **Pracovní postup**

6.1. *Odběr vzorku roztoku*

Odpipetuje se poměrná část jednoho z výluhů podle bodu 2., obsahující od 20 do 100 mg S nebo od 50 do 250 mg SO_3.

Tato poměrná část se umístí do kádinky o vhodném objemu. Přidá se 20 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové (4.1). Doplní se vodou asi na 300 ml.

6.2. *Příprava sraženiny*

Roztok se přivede k varu. Za intenzivního míchání roztoku v kádince se po kapkách přidá asi 20 ml roztoku chloridu barnatého (4.2). Vaří se několik minut.

Kádinka přikrytá hodinovým sklíčkem se na hodinu umístí do vroucí vodní lázně (5.2). Poté se nechá stát (při teplotě asi 60 °C), dokud kapalina nad sraženinou není čirá. Čirý roztok se dekantuje přes hustý bezpopelový filtr. Sraženina se několikrát promyje horkou vodou. Sraženina na filtru se promývá, dokud není filtrát zbaven chloridů. Přítomnost chloridů lze ověřit roztokem dusičnanu stříbrného (4.3).

6.3. *Spálení a vážení sraženiny*

Filtrační papír se sraženinou se vloží do porcelánového kelímku (5.1), předem zváženého s přesností na 0,1 mg. Předsuší se v sušárně (5.3) a spaluje se půl hodiny při přibližně 800 °C v elektrické pícce (5.4). Nechá se vychladnout v exsikátoru a zváží se s přesností na 0,1 mg.

7. **Vyjádření výsledků**

Jeden miligram síranu barnatého odpovídá 0,137 mg S nebo 0,343 mg SO_3.

Procentuální obsah S v hnojivu je:

$$S\ (\%) = w \times 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3\ (\%) = S(\%) \times 2,5$$

kde:

w = hmotnost sraženiny síranu barnatého (mg),

v_1 = objem výluhu (ml),

v_2 = objem poměrné části (ml),

m = hmotnost zkušebního vzorku (g).

Metoda 8.10

Stanovení vyluhovaného sodíku

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení sodíku ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tato metoda je použitelná na hnojiva ES, pro která je v příloze I stanovena deklarace obsahu sodíku.

3. **Podstata metody**

Po odpovídajícím zředění výluhu získaného metodou 8.1 nebo 8.3 se obsah sodíku v roztoku stanoví plamenovou emisní spektrofotometrií.

▼B

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěná kyselina chlorovodíková*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18) a 1 objemový díl vody.

4.2. Dusičnan hlinitý $Al(NO_3)_3.9H_2O$

4.3. Chlorid cesný CsCl.

4.4. Bezvodý chlorid sodný, NaCl.

4.5. *Roztok chloridu cesného a dusičnanu hlinitého*

V odměrné baňce o objemu 1 000 ml se rozpustí ve vodě 50 g chloridu cesného (4.3) a 250 g dusičnanu hlinitého (4.2). Doplní se po značku vodou a promíchá se.

4.6. *Standardní roztok sodíku: jeden miligram Na na mililitr*

V odměrné baňce o objemu 1 000 ml se rozpustí ve vodě 2,542 g chloridu sodného (4.4). Přidá se 10 ml kyseliny chlorovodíkové (4.1). Doplní se po značku vodou a promíchá se.

5. **Přístroje a pomůcky**

Spektrofotometr vybavený pro plamenovou emisi nastavený na 589,3 nm.

6. **Kalibrační roztoky**

6.1. Do odměrné baňky o objemu 250 ml se odměří 10 mililitrů standardního roztoku (4.6). Doplní se po značku vodou a promíchá se. Koncentrace roztoku: 40 µg Na na ml.

6.2. 0, 5, 10, 15, 20, 25 ml pomocného roztoku (6.1) se odměří do odměrných baněk o objemu 100 ml. Přidá se 10 ml roztoku (4.5). Doplní se po značku vodou a promíchá se. Koncentrace roztoků: 0, 2, 4, 6, 8, 10 µg Na na ml.

7. **Příprava roztoků k měření**

Výluh připravený podle metody 8.1 nebo 8.3 se v závislosti na předpokládaném obsahu sodíku (5 g hnojiva v 500 ml) zředí podle této tabulky:

Na_2O (%)	Na (%)	Pomocné ředění		Final dilution		Stupeň zředění
		Vzorek (ml) (v_2)	Zředění na ml (v_3)	Vzorek (ml) (v_4)	Zředění na ml	
35	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

K pomocném ředění se použije voda. Při konečném ředění se přidá 10 ml roztoku (4.5). Odměrná baňka na 100 ml se doplní po značku vodou.

Pro jednogramový zkušební vzorek se konečné zředění (v_4) vynásobí pěti.

8. **Stanovení**

Spektrofotometr (5.1) se nastaví na měření při 589,3 nm. Přístroj se zkalibruje proměřením intenzity záření kalibračních roztoků (6.2). Citlivost přístroje se upraví tak, aby se pro nejvíce koncentrovaný kalibrační roztok použil celý rozsah. Změří se intenzita záření roztoku vzorku k analýze (7). Tento postup se opakuje třikrát.

▼B

9. **Vyjádření výsledků**

Sestrojí se kalibrační křivka tak, že na svislou osu se vynášejí průměrné naměřené hodnoty pro každý kalibrační roztok a na vodorovnou osu odpovídající koncentrace vyjádřené v μg/ml. Koncentrace sodíku ve zkušebním vzorku se stanoví odečtem z této křivky. Množství sodíku se vypočítá na základě standardních roztoků s přihlédnutím ke stupni zředění. Výsledky se vyjádří v procentech vzorku.

Procentuální obsah sodíku (Na) v hnojivu je:

$$\text{Na}\,\% = x \cdot \frac{v_3}{v_4}\,\frac{v_1}{v_2}\,\frac{10^{-2}}{m}$$

$$\text{Na}_2\text{O}\,(\%) = \text{Na}\,(\%) \times 1,348$$

kde:

x = koncentrace roztoku vneseného do spektrofotometru (μg/ml),

v_1 = objem výluhu (ml),

v_2 = objem poměrné části výluhu při pomocném ředění (ml),

v_3 = výsledný objem při pomocném ředění (ml),

v_4 = objem poměrné části při výsledném ředění v ml (ve 100 ml),

m = hmotnost zkušebního vzorku (g).

Metody 9

Stopové živiny o koncentraci větší než 10 %

Metoda 9.1

Vyluhování celkových stopových živin

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro přípravu výluhu těchto stopových živin: celkového boru, celkového kobaltu, celkové mědi, celkového železa, celkového manganu, celkového molybdenu a celkového zinku. Cílem je snížit počet výluhů na minimum tak, aby se pro stanovení celkového množství každé z výše uvedených stopových živin používal pokud možno stále stejný výluh.

2. **Oblast použití**

Tento postup se týká hnojiv ES zahrnutých do přílohy I E, která obsahují jednu nebo více z těchto stopových živin: bor, kobalt, měď, železo, mangan, molybden a zinek. Je použitelný pro stanovení každé stopové živiny, jejíž deklarovaný obsah je nejvýše 10 %.

3. **Podstata metody**

Vyluhování ve vroucí zředěné kyselině chlorovodíkové.

Poznámka

Vyluhování je empirické a v závislosti na výrobku nebo ostatních složkách hnojiva může být více či méně úplné. Zejména u některých oxidů manganu může být vyluhované množství podstatně menší než celkové množství manganu obsažené ve výrobku. Je povinností výrobce hnojiva, aby zajistil, že deklarovaný obsah skutečně odpovídá množství vyluhovanému za podmínek stanovených v této metodě.

▼B

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěný roztok kyseliny chlorovodíkové (HCl), asi 6 mol/l*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) se smíchá s 1 objemovým dílem vody.

4.2. Koncentrovaný roztok amoniaku (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml)

5. **Přístroje a pomůcky**

Elektrická topná deska s regulací teploty.

Poznámka

Máli být stanoven bor ve výluhu, nesmí se používat borosilikátové sklo. Při vyluhování varem se doporučuje používat teflon nebo křemenné sklo. Pokud byly při mytí skla použity mycí prostředky obsahující bor, sklo se důkladně opláchne.

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1 *Zkušební vzorek*

Naváží se od 2 do 10 g hnojiva podle toho, jaký je deklarovaný obsah prvku ve výrobku. Pro přípravu konečného roztoku, který se po vhodném zředění bude nacházet v rozsahu měření každé metody, se použije níže uvedená tabulka. Vzorky by měly být naváženy s přesností na 1 mg.

Deklarovaný obsah stopové živiny v hnojivu (%)	< 0,01	0,01 až < 5	≥ 5 až 10
Hmotnost zkušebního vzorku (g)	10	5	2
Hmotnost prvku ve vzorku (mg)	1	0,5 – 250	100 – 200
Objem výluhu *V* (ml)	250	500	500
Koncentrace prvku ve výluhu (mg/l)	4	1 – 500	200 – 400

Vzorek se naváží do kádinky na 250 ml.

7.2. *Příprava roztoku*

Vzorek se v případě potřeby ovlhčí malým množstvím vody, po malých dávkách se opatrně přidá 10 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové (4.1) na 1 g hnojiva, poté se přidá asi 50 ml vody. Kádinka se přikryje hodinovým sklíčkem a obsah se promíchá. Na topné desce se uvede k varu a vaří se 30 minut. Za občasného míchání se nechá vychladnout. Obsah se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 250 nebo 500 ml (viz tabulka). Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá. Filtruje se přes suchý filtr do suché nádoby. První podíl filtrátu se odstraní. Výluh musí být dokonale čirý.

Doporučuje se, aby se stanovení provedlo neprodleně na poměrných částech čirého filtrátu; pokud k tomu nedojde, nádoby by se měly zazátkovat.

Poznámka

U výluhů, u nichž musí být stanoven obsah boru: koncentrovaným roztokem amoniaku (4.2) se upraví pH na 4 až 6.

8. **Stanovení**

Stanovení každé stopové živiny se provede v poměrných částech uvedených u postupu pro každou jednotlivou stopovou živinu.

Chelátotvorné nebo komplexotvorné látky se podle potřeby odstraní z poměrné části výluhu metodou 9.3. V případě stanovení atomovou absorpční spektrometrií není tato operace nezbytná.

▼B

Metoda 9.2

Vyluhování vodorozpustných stopových živin

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro přípravu výluhu vodorozpustných forem těchto stopových živin: bor, kobalt, měď, železo, mangan, molybden a zinek. Cílem je snížit počet výluhů na minimum tak, že se pro stanovení celkového množství každého z výše uvedených stopových prvků použije pokud možno stále stejný výluh.

2. **Oblast použití**

Tento postup se týká hnojiv ES, na která se vztahuje příloha I a která obsahují jednu nebo více z těchto stopových živin: bor, kobalt, měď, železo, mangan, molybden a zinek. Je použitelný pro stanovení každé stopové živiny, jejíž deklarovaný obsah je nejvýše 10 %.

3. **Podstata metody**

Stopové živiny jsou vyluhovány třepáním hnojiva ve vodě při teplotě 20 °C ± 2 °C.

Poznámka

Vyluhování je empirické a může být více či méně úplné.

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěný roztok kyseliny chlorovodíkové (HCl), asi 6 mol/l*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) se smíchá s 1 objemovým dílem vody.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Třepačka nastavená přibližně na 35 až 40 ot./min

5.2. pHmetr

Poznámka

Má-li být stanoven bor ve výluhu, nesmí se používat borosilikátové sklo. Při vyluhování varem se doporučuje používat teflon nebo křemenné sklo. Pokud byly při mytí skla použity mycí prostředky obsahující bor, sklo se důkladně opláchne.

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Zkušební vzorek*

Naváží se od 2 do 10 g hnojiva podle toho, jaký je udán obsah prvku ve výrobku. Pro přípravu konečného roztoku, který se po vhodném zředění bude nacházet v rozsahu měření každé metody, se použije následující tabulka. Vzorky by měly být naváženy s přesností na 1 mg.

Deklarovaný obsah stopové živiny v hnojivu (%)	< 0,01	0,01 až < 5	≥ 5 až 10
Hmotnost zkušebního vzorku (g)	10	5	2
Hmotnost prvku ve vzorku (mg)	1	0,5 – 250	100 – 200
Objem výluhu *V* (ml)	250	500	500
Koncentrace prvku ve výluhu (mg/l)	4	1 – 500	200 – 400

Vzorek se naváží do baňky o objemu 250 nebo 500 ml (podle tabulky).

▼B

7.2. *Příprava roztoku*

Do baňky o objemu 250 ml se přidá přibližně 200 ml vody nebo se do baňky o objemu 500 ml přidá 400 ml vody.

Baňka se dobře zazátkuje. Důkladně se ručně protřepe, aby se vzorek rozptýlil, poté se baňka umístí do třepačky (5.1) a třepe se 30 minut.

Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá.

7.3. *Příprava zkušebního roztoku*

Roztok se okamžitě zfiltruje do čisté suché baňky. Baňka se zazátkuje. Ihned po filtraci se provede stanovení.

Poznámka

Jestliže se filtrát postupně zakaluje, provede se další vyluhování podle bodů 7.1 a 7.2 v baňce o objemu V_e. Zfiltruje se do předem vysušené odměrné baňky o objemu W, do které bylo přidáno 5,00 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové (4.1). Filtrace se ukončí přesně v okamžiku, kdy výluh dosáhne kalibrační značky. Důkladně se promíchá.

Za těchto podmínek se hodnota V při výpočtu výsledků rovná:

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Při výpočtu výsledků se ředění odvozují od této hodnoty V.

8. **Stanovení**

Stanovení každé stopové živiny se provede v poměrných částech uvedených u postupu pro každou jednotlivou stopovou živinu.

Chelátotvorné nebo komplexotvorné látky se podle potřeby odstraní z poměrné části výluhu metodou 9.3. V případě stanovení atomovou absorpční spektrometrií není tato operace nezbytná.

Metoda 9.3

Odstranění organických sloučenin z výluhů hnojiv

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro odstraňování organických sloučenin z výluhů hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro analýzu vzorků hnojiv vyluhovaných metodami 9.1 a 9.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu celkových prvků nebo vodorozpustných prvků.

Poznámka

Přítomnost malých množství organické látky obvykle nemá vliv na stanovení atomovou absorpční spektrometrií.

3. **Podstata metody**

Organické sloučeniny se v poměrné části výluhu oxidují peroxidem vodíku.

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěný roztok kyseliny chlorovodíkové (HCl), asi 0,5 mol/l*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) se smíchá s 20 objemovými díly vody.

4.2. Roztok peroxidu vodíku (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), bez stopových prvků.

5. **Přístroje a pomůcky**

Elektrická topná deska s regulací teploty.

▼B

6. **Pracovní postup**

Odebere se 25 ml výluhu získaného metodou 9.1 nebo 9.2 a pipetuje se do kádinky o objemu 100 ml. Při použití metody 9.2 se přidá 5 ml zředěného roztoku kyseliny chlorovodíkové (4.1). Poté se přidá 5 ml roztoku peroxidu vodíku (4.2). Přikryje se hodinovým sklíčkem. Nechá se zoxidovat při teplotě místnosti asi jednu hodinu. Roztok se postupně přivede k varu a vaří se půl hodiny. Podle potřeby se po vychladnutí přidá do roztoku dalších 5 ml peroxidu vodíku a znovu se povaří, aby se odstranil přebytečný peroxid vodíku. Nechá se vychladnout a poté se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 50 ml. Doplní se po značku vodou a protřepe. V případě potřeby se zfiltruje.

Popsané 50 % ředění se bere v úvahu při odběru poměrných částí a při výpočtu procentuálního obsahu stopové živiny v hnojivu.

Metoda 9.4

Stanovení stopových živin ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií

(obecný postup)

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen obecný postup pro stanovení množství některých stopových živin ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro analýzu vzorků hnojiv vyluhovaných metodami 9.1 a 9.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu celkových stopových živin nebo vodorozpustných stopových živin.

Použití této metody pro různé stopové živiny je zvlášť popsáno pro každý prvek.

Poznámka

Přítomnost malých množství organické látky obvykle nemá vliv na stanovení atomovou absorpční spektrometrií.

3. **Podstata metody**

Po případném omezení nebo odstranění rušivých chemických látek je výluh zředěn tak, aby koncentrace byla v optimální měřicí oblasti spektrometru při vlnové délce vhodné pro stanovovanou stopovou živinu.

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěný roztok kyseliny chlorovodíkové (HCl), asi 6 mol/l*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) se smíchá s 1 objemovým dílem vody.

4.2. *Zředěný roztok kyseliny chlorovodíkové (HCl), asi 0,5 mol/l*

Smíchá se jeden kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) s 20 objemy vody.

4.3. *Roztoky lanthanitých solí (10 g La na litr)*

Toto činidlo se používá při stanovení kobaltu, železa, manganu a zinku. Může být připraveno jedním z níže uvedených postupů:

a) z oxidu lanthanitého rozpuštěného v kyselině chlorovodíkové (4.1). Do jednolitrové odměrné baňky se naváží 11,73 g oxidu lanthanitého (La_2O_3), přidá se 150 ml vody a 120 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1). Po rozpuštění se doplní do 1 litru vodou a důkladně se promíchá. Tento roztok odpovídá přibližně roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l;

▼B

b) nebo z roztoku chloridu, síranu nebo dusičnanu lanthanitého. Ve 150 ml vody se rozpustí 26,7 g heptahydrátu chloridu lanthanitého ($LaCl_3.7H_2O$) nebo 31,2 g hexahydrátu dusičnanu lanthanitého [$La(NO_3)_3.6H_2O$] nebo 26,2 g nonahydrátu síranu lanthanitého [$La_2(SO_4)_3.9H_2O$], poté se přidá 85 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1). Po rozpuštění se doplní do 1 litru vodou. Důkladně se promíchá. Tento roztok odpovídá přibližně roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l.

4.4. *Kalibrační roztoky*

Příprava těchto roztoků je uvedena u jednotlivých metod pro stanovení každé stopové živiny.

5. **Přístroje a pomůcky**

Atomový absorpční spektrometr vybavený zdroji emitujícími záření charakteristické pro stanovované stopové živiny.

Chemik obsluhující přístroj musí postupovat podle pokynů výrobce a musí být s přístrojem obeznámen. Přístroj musí umožňovat korekci na pozadí, aby mohla být použita, kdykoli je to nezbytné (např. Co a Zn). Používají se plyny vzduch a acetylen.

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Příprava výluhů obsahujících stanovované stopové živiny*

Viz metody 9.1 nebo 9.2, popřípadě 9.3.

6.2. *Příprava zkušebního roztoku*

Poměrná část výluhu získaného metodou 9.1, 9.2 nebo 9.3 se zředí vodou nebo kyselinou chlorovodíkovou (4.1) nebo (4.2) tak, aby v konečném roztoku pro měření byla dosažena koncentrace stanovovaného prvku odpovídající rozpětí kalibrační křivky (7.2) a aby koncentrace kyseliny chlorovodíkové byla minimálně 0,5 mol/l a nebyla vyšší než 2,5 mol/l. Tato operace může vyžadovat, aby bylo provedeno jedno nebo více zředění za sebou.

Odebere se poměrná část konečného roztoku získaného zředěním výluhu, jejíž objem v ml se označí jako (*a*), a napipetuje se do odměrné baňky o objemu 100 ml. Při stanovení obsahu kobaltu, železa, manganu nebo zinku se přidá 10 ml roztoku lanthanité soli (4.3). Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá. Toto je konečný roztok pro měření. Ředicí faktor se označí *D*.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava slepého roztoku*

Roztok pro slepý pokus se připraví opakováním celého postupu od fáze přípravy vzorku, vynechá se pouze navážka hnojiva.

7.2. *Příprava kalibračních roztoků*

Z pracovního kalibračního roztoku připraveného podle metody dané pro každou jednotlivou stopovou živinu se v odměrných baňkách o objemu 100 ml připraví řada minimálně pěti kalibračních roztoků o vzrůstající koncentraci ležící v optimálním měřicím rozsahu spektrometru. V případě potřeby se koncentrace kyseliny chlorovodíkové upraví tak, aby byla co nejblíže koncentraci ve zředěném zkušebním roztoku (6.2). Při stanovení kobaltu, železa, manganu nebo zinku se přidá 10 ml stejného roztoku lanthanité soli (4.3), jaký byl použit v 6.2. Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá.

7.3. *Stanovení*

Spektrometr (5) se připraví k měření při vlnové délce uvedené v metodě pro stanovení dané stopové živiny.

Třikrát za sebou se zavedou kalibrační roztoky (7.2), zkušební roztok (6.2) a slepý roztok (7.1), všechny výsledky se zaznamenají a mezi jednotlivými zavedeními se přístroj propláchne destilovanou vodou.

Kalibrační křivka se sestrojí tak, že na svislou osu se vynesou průměrné hodnoty odečtu ze spektrometru pro každý kalibrační roztok

▼B

(7.2) a na vodorovnou osu odpovídající koncentrace prvku vyjádřené v μg/ml.

Z této křivky se určí koncentrace příslušné stopové živiny ve zkušebním roztoku x_s (6.2) a ve slepém roztoku x_b (7.1), vyjádřené v μg na ml.

8. **Vyjádření výsledků**

Procentuální obsah stopové živiny (*E*) v hnojivu je dán vzorcem:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Při použití metody 9.3:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

kde:

E je množství stanovené stopové živiny v hnojivu (%),

x_s je koncentrace prvku ve zkušebním roztoku (6.2) (μg/ml),

x_b je koncentrace prvku ve slepém roztoku (7.1) (μg/ml),

V je objem výluhu získaného metodou 9.1 nebo 9.2 (ml),

D je ředicí faktor odpovídající zředění provedenému v 6.2,

M je hmotnost zkušebního vzorku odebraného metodou 9.1 nebo 9.2 (g).

Výpočet ředicího faktoru *D*:

Jsou-li (a_1), (a_2), (a_3), …, (a_i) a (*a*) poměrné části a jsouli (v_1), (v_2), (v_3),…, (v_i) a (100) odpovídající objemy v ml po příslušných ředicích krocích, pak ředicí faktor *D* se rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 9.5

Spektrofotometrické stanovení boru ve výluzích hnojiv za použití azomethinuH

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup při stanovení boru ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný na vzorky hnojiv vyluhovaných metodami 9.1 a 9.2, pro která se v příloze I tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu celkového nebo vodorozpustného boru.

3. **Podstata metody**

Boritanové ionty tvoří v roztoku azomethinuH žlutý komplex, jehož koncentrace se stanoví absorpční molekulovou spektrometrií při 410 nm. Interferující ionty se maskují pomocí EDTA.

4. **Chemikálie**

4.1. *Tlumivý roztok EDTA*

Do odměrné baňky o objemu 500 ml obsahující 300 ml vody se naváží nebo odměří:

— 75 g octanu amonného ($C_2H_3O_2.NH_4$);

— 10 g disodné soli ethylendiamintetraoctové kyseliny (Na_2EDTA);

— 40 ml kyseliny octové ($C_2H_4O_2$, d_{20} = 1,05 g/ml).

▼B

Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá. pH roztoku, měřeno skleněnou elektrodou, musí být 4,8 ± 0,1.

4.2. *Roztok azomethinuH*

Do odměrné baňky o objemu 200 ml se odměří nebo naváží:

— 10 ml tlumivého roztoku (4.1);

— 400 mg azomethinuH ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$);

— 2 g kyseliny askorbové ($C_6H_8O_6$).

— Doplní se po značku a důkladně se promíchá. Nepřipravuje se velké množství tohoto činidla, protože je stálé pouze několik dnů.

4.3. *Kalibrační roztoky boru*

4.3.1. Zásobní roztok boru (100 μg/ml)

V odměrné baňce o objemu 1 000 ml se ve vodě rozpustí 0,5719 g kyseliny borité (H_3BO_3), navážené s přesností na 0,1 mg. Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá. Roztok se uchovává v chladničce v láhvi z plastu.

4.3.2. Pracovní roztok boru (10 μg/ml)

Do odměrné baňky o objemu 500 ml se napipetuje 50 ml zásobního roztoku (4.3.1). Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá.

5. **Přístroje a pomůcky**

Spektrofotometr vhodný pro molekulovou absorpci s kyvetou o optické délce 10 mm, nastavený na vlnovou délku 410 nm.

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Příprava roztoku boru*

Viz metody 9.1 nebo 9.2, popřípadě 9.3.

6.2. *Příprava zkušebního roztoku*

Poměrná část výluhu (6.1) se zředí vodou tak, aby se získala koncentrace boru uvedená v 7.2. Může být zapotřebí provést zředění dvakrát za sebou. Ředicí faktor se označí *D*.

6.3. *Příprava korekčního roztoku*

Je-li zkušební roztok (6.2) zbarven, připraví se odpovídající korekční roztok tak, že se do plastové nádoby odměří 5 ml zkušebního roztoku (6.2), 5 ml tlumivého roztoku EDTA (4.1) a 5 ml vody a důkladně se promíchá.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava roztoku pro slepý pokus*

Roztok pro slepý pokus se připraví opakováním celého postupu od fáze přípravy vzorku, vynechá se pouze navážka hnojiva.

7.2. *Příprava kalibračních roztoků*

Do řady odměrných baněk o objemu 100 ml se přenese 0, 5, 10, 15, 20 a 25 ml pracovního standardního roztoku (4.3.3). Doplní se po značku vodou a důkladně se protřepe. Tyto roztoky obsahují 0 až 2,5 μg boru na 1 ml.

7.3. *Vybarvování*

Do řady polyethylenových lahviček se odpipetuje po 5 ml kalibračních roztoků (7.2), zkušebních roztoků (6.2) a slepý roztok (7.1). Přidá se 5 ml tlumivého roztoku EDTA (4.1). Přidá se 5 ml roztoku azomethinuH (4.2).

Důkladně se promíchá a nechá se vybarvovat ve tmě po dobu 2,5 až 3 hodin.

▼B

7.4. *Stanovení*

Měří se absorbance roztoků získaných podle 7.3 a případně korekčního roztoku (6.3) proti vodě při vlnové délce 410 nm. Před každým novým odečtem se kyvety propláchnou vodou.

8. **Vyjádření výsledků**

Kalibrační křivka se sestrojí tak, že na vodorovnou osu se vynese koncentrace kalibračních roztoků (7.2) a na svislou osu odpovídající hodnoty absorbance (7.4) odečtené na spektrofotometru.

Z této kalibrační křivky se odečte koncentrace boru ve slepém roztoku (7.1), koncentrace boru ve zkušebním roztoku (6.2), a pokud je zkušební roztok zbarvený, korigovaná koncentrace zkušebního roztoku. Při výpočtu korigované koncentrace zkušebního roztoku se odečte hodnota absorbance korekčního roztoku (6.3) od hodnoty absorbance zkušebního roztoku (6.2) a stanoví se korigovaná koncentrace zkušebního roztoku. Zaznamená se koncentrace zkušebního roztoku (6.2) s korekcí nebo bez korekce (x_s) a slepého roztoku (x_b).

Procentuální obsah boru v hnojivu je dán vzorcem:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Při použití metody 9.3:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kde:

B je množství boru v hnojivu (%),

x_s je koncentrace boru ve zkušebním roztoku (6.2) (μg/ml), s korekcí nebo bez korekce,

x_b je koncentrace boru ve slepém roztoku (7.1) (μg/ml),

V je objem výluhu získaného podle metody 9.1 nebo 9.2 (ml),

D je ředicí faktor odpovídající zředění provedenému v 6.2,

M je hmotnost zkušebního vzorku odebraného podle metody 9.1 nebo 9.2 (g).

Výpočet ředicího faktoru D: Jsouli (a_1) a (a_2) po sobě následující poměrné části a jsouli (v_1) a (v_2) odpovídající objemy v ml po příslušných ředicích krocích, pak ředicí faktor D se rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Metoda 9.6

Stanovení kobaltu ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup při stanovení kobaltu ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro analýzu vzorků hnojiv vyluhovaných metodami 9.1 a 9.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu celkového nebo vodorozpustného kobaltu.

3. **Podstata metody**

Po vhodné úpravě a zředění výluhů se obsah kobaltu stanoví atomovou absorpční spektrometrií.

▼B

4. **Chemikálie**

4.1. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 6 mol/l*

Viz metoda 9.4 (4.1).

4.2. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 0,5 mol/l*

Viz metoda 9.4 (4.2).

4.3. *Roztoky lanthanitých solí (10 g La na litr)*

Viz metoda 9.4 (4.3).

4.4. *Kalibrační roztoky kobaltu*

4.4.1. Zásobní roztok kobaltu (1 000 μg/ml)

Do kádinky o objemu 250 ml se s přesností na 0,1 mg naváží 1 g kobaltu, přidá se 25 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1) a zahřívá se na topné desce do úplného rozpuštění kobaltu. Po vychladnutí se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 1 000 ml. Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá.

4.4.2. Pracovní roztok kobaltu (100 μg/ml)

Do odměrné baňky o objemu 100 ml se odměří 10 ml základního zásobního roztoku (4.4.1). Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá.

5. **Přístroje a pomůcky**

Atomový absorpční spektrometr: viz metoda 9.4 (5). Přístroj musí být vybaven zdrojem záření charakteristického pro kobalt (240,7 nm). Spektrometr musí umožňovat provedení korekce na pozadí.

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Výluh kobaltu*

Viz metody 9.1 nebo 9.2, popřípadě 9.3.

6.2. *Příprava zkušebního roztoku*

Viz metoda 9.4 (6.2). Zkušební roztok musí obsahovat 10 % (v/v) roztoku lanthanité soli (4.3).

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava roztoku pro slepý pokus*

Viz metoda 9.4 (7.1). Roztok pro slepý pokus musí obsahovat 10 % (v/v) roztoku lanthanité soli použité v 6.2.

7.2. *Příprava kalibračních roztoků*

Viz metoda 9.4 (7.2).

Pro optimální rozpětí stanovení od 0 do 5 μg Co na ml se do sady odměrných baněk o objemu 100 ml napipetuje 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 a 5 ml pracovního roztoku (4.4.2). V případě potřeby se koncentrace kyseliny chlorovodíkové upraví tak, aby byla co nejblíže koncentraci ve zkušebním roztoku. Do každé baňky se přidá 10 ml roztoku lanthanité soli použité v 6.2. Doplní se do 100 ml roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá. Tyto roztoky obsahují 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 a 5 μg kobaltu na ml.

7.3. *Stanovení*

Viz metoda 9.4 (7.3). Spektrometr (5) se připraví na měření při vlnové délce 240,7 nm.

8. **Vyjádření výsledků**

Viz metoda 9.4 (8).

▼B

Procentuální obsah kobaltu v hnojivu je dán vzorcem:

$$Co\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Při použití metody 9.3:

$$Co\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kde:

Co je množství kobaltu v hnojivu (%),

x_s je koncentrace v μg/ml ve zkušebním roztoku (6.2),

x_b je koncentrace v μg/ml ve slepém roztoku (7.1),

V je objem výluhu získaného podle metody 9.1 nebo 9.2 (ml),

D je ředicí faktor odpovídající zředění provedenému v 6.2,

M je hmotnost zkušebního vzorku odebraného podle metody 9.1 nebo 9.2 (g).

Výpočet ředicího faktoru D: Jsou-li (a_1), (a_2), (a_3), …, (a_i) a (a) poměrné části a jsouli (v_1), (v_2), (v_3),…, (v_i) a (100) odpovídající objemy v ml po příslušných ředicích krocích, pak ředicí faktor D se rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 9.7

Stanovení mědi ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení mědi ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro analýzu vzorků hnojiv vyluhovaných metodami 9.1 a 9.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu celkové nebo vodorozpustné mědi.

3. **Podstata metody**

Po vhodné úpravě a zředění výluhů se obsah mědi stanoví atomovou absorpční spektrometrií.

4. **Chemikálie**

4.1. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 6 mol/l*

Viz metoda 9.4 (4.1).

4.2. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 0,5 mol/l*

Viz metoda 9.4 (4.2).

4.3. Roztok peroxidu vodíku (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), bez stopových prvků.

4.4. *Kalibrační roztoky mědi*

4.4.1. Zásobní roztok mědi (1 000 μg/ml)

Do kádinky o objemu 250 ml se s přesností na 0,1 mg naváží 1 g mědi, přidá se 25 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1) a 5 ml roztoku peroxidu vodíku (4.3) a zahřívá se na topné desce do úplného rozpuštění mědi. Obsah se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 1 000 ml. Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá.

▼B

4.4.2. Pracovní roztok mědi (100 μg/ml)

Do odměrné baňky o objemu 200 ml se odměří 20 ml základního zásobního roztoku (4.4.1). Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá.

5. **Přístroje a pomůcky**

Atomový absorpční spektrometr: viz metoda 9.4 (5). Přístroj musí být vybaven zdrojem záření charakteristického pro měď (324,8 nm).

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Výluh mědi*

Viz metody 9.1 nebo 9.2, popřípadě 9.3.

6.2. *Příprava zkušebního roztoku*

Viz metoda 9.4 (6.2).

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava slepého roztoku*

Viz metoda 9.4 (7.1).

7.2. *Příprava kalibračních roztoků*

Viz metoda 9.4 (7.2).

Pro optimální rozpětí stanovení od 0 do 5 μg Cu na ml se do sady odměrných baněk o objemu 100 ml napipetuje 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 a 5 ml pracovního roztoku (4.4.2). V případě potřeby se koncentrace kyseliny chlorovodíkové upraví tak, aby byla co nejblíže koncentraci ve zkušebním roztoku (6.2). Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá. Tyto roztoky obsahují 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 a 5 μg mědi na ml.

7.3. *Stanovení*

Viz metoda 9.4 (7.3). Spektrometr (5) se připraví na měření při vlnové délce 324,8 nm.

8. **Vyjádření výsledků**

Viz metoda 9.4 (8).

Procentuální obsah mědi v hnojivu je dán vzorcem:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Při použití metody 9.3:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kde:

Cu je množství mědi v hnojivu (%),

x_s je koncentrace v μg/ml ve zkušebním roztoku (6.2),

x_b je koncentrace v μg/ml ve slepém roztoku (7.1),

V je objem výluhu získaného podle metody 9.1 nebo 9.2 (ml),

D je ředicí faktor odpovídající zředění provedenému v 6.2,

M je hmotnost zkušebního vzorku odebraného podle metody 9.1 nebo 9.2 (g).

Výpočet ředicího faktoru D: Jsou-li (a_1), (a_2), (a_3), …, (a_i) a (a) poměrné části a jsouli (v_1), (v_2), (v_3),…, (v_i) a (100) odpovídající objemy v ml po příslušných ředicích krocích, pak ředicí faktor D se rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

Metoda 9.8

Stanovení železa ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení železa ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro analýzu vzorků hnojiv vyluhovaných metodami 9.1 a 9.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu celkového nebo vodorozpustného železa.

3. **Podstata metody**

Po vhodné úpravě a zředění výluhů se obsah železa stanoví atomovou absorpční spektrometrií.

4. **Chemikálie**

4.1. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 6 mol/l*

Viz metoda 9.4 (4.1).

4.2. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 0,5 mol/l*

Viz metoda 9.4 (4.2).

4.3. Roztok peroxidu vodíku (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), bez stopových prvků

4.4. *Roztoky lanthanitých solí (10 g La na litr)*

Viz metoda 9.4 (4.3).

4.5. *Kalibrační roztoky železa*

4.5.1. Zásobní roztok železa (1 000 μg/ml)

Do kádinky o objemu 500 ml se s přesností na 0,1 mg naváží 1 g drátu z čistého železa, přidá se 200 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1) a 15 ml roztoku peroxidu vodíku (4.3). Zahřívá se na topné desce do úplného rozpuštění železa. Po vychladnutí se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 1 000 ml. Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá.

4.5.2. Pracovní roztok železa (100 μg/ml)

Do odměrné baňky o objemu 200 ml se odměří 20 ml zásobního roztoku (4.5.1). Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá.

5. **Přístroje a pomůcky**

Atomový absorpční spektrometr: viz metoda 9.4 (5). Přístroj musí být vybaven zdrojem záření charakteristického pro železo (248,3 nm).

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Výluh železa*

Viz metody 9.1 nebo 9.2, popřípadě 9.3.

6.2. *Příprava zkušebního roztoku*

Viz metoda 9.4 (6.2). Zkušební roztok musí obsahovat 10 % (v/v) roztoku lanthanité soli.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava roztoku pro slepý pokus*

Viz metoda 9.4 (7.1). Zkušební roztok musí obsahovat 10 % (v/v) roztoku lanthanité soli použité v 6.2.

7.2. *Příprava kalibračních roztoků*

Viz metoda 9.4 (7.2).

▼B

Pro optimální rozsah stanovení od 0 do 10 μg/ml železa se do sady odměrných baněk o objemu 100 ml napipetuje 0, 2, 4, 6, 8 a 10 ml pracovního roztoku (4.5.2). V případě potřeby se koncentrace kyseliny chlorovodíkové upraví tak, aby byla co nejblíže koncentraci ve zkušebním roztoku. Přidá se 10 ml roztoku lanthanité soli použité v 6.2. Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá. Tyto roztoky obsahují 0, 2, 4, 6, 8 a 10 μg železa na ml.

7.3. *Stanovení*

Viz metoda 9.4 (7.3). Spektrometr (5) se připraví na měření při vlnové délce 248,3 nm.

8. **Vyjádření výsledků**

Viz metoda 9.4 (8).

Procentuální obsah železa v hnojivu je dán vzorcem:

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Při použití metody 9.3:

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kde:

Fe je množství železa v hnojivu (%),

x_s je koncentrace v μg/ml ve zkušebním roztoku (6.2),

x_b je koncentrace v μg/ml ve slepém roztoku (7.1),

V je objem výluhu získaného podle metody 9.1 nebo 9.2 (ml),

D je ředicí faktor odpovídající zředění provedenému v 6.2,

M je hmotnost zkušebního vzorku odebraného podle metody 9.1 nebo 9.2 (g).

Výpočet ředicího faktoru D: Jsou-li (a_1), (a_2), (a_3), …, (a_i) a (a) poměrné části a jsouli (v_1), (v_2), (v_3),…, (v_i) a (100) odpovídající objemy v ml po příslušných ředicích krocích, pak ředicí faktor D se rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 9.9

Stanovení manganu ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení manganu ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro analýzu vzorků hnojiv vyluhovaných metodami 9.1 a 9.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu celkového nebo vodorozpustného manganu.

3. **Podstata metody**

Po vhodné úpravě a zředění výluhů se obsah manganu stanoví atomovou absorpční spektrometrií.

4. **Chemikálie**

4.1. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 6 mol/l*

Viz metoda 9.4 (4.1).

▼B

4.2. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 0,5 mol/l*

Viz metoda 9.4 (4.2).

4.3. *Roztoky lanthanitých solí (10 g La na litr)*

Viz metoda 9.4 (4.3).

4.4. *Kalibrační roztoky manganu*

4.4.1. Zásobní roztok manganu (1 000 μg/ml)

Do kádinky o objemu 250 ml se s přesností na 0,1 mg naváží 1 g manganu, přidá se 25 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1). Zahřívá se na topné desce do úplného rozpuštění manganu. Po vychladnutí se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 1 000 ml. Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá.

4.4.2. Pracovní roztok manganu (100 μg/ml)

V odměrné baňce o objemu 200 ml se 20 ml zásobního roztoku (4.4.1) zředí roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2). Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá.

5. **Přístroje a pomůcky**

Atomový absorpční spektrometr: viz metoda 9.4 (5). Přístroj musí být vybaven zdrojem záření charakteristického pro mangan (279,6 nm).

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Výluh manganu*

Viz metody 9.1 nebo 9.2, popřípadě 9.3.

6.2. *Příprava zkušebního roztoku*

Viz metoda 9.4 (6.2). Zkušební roztok musí obsahovat 10 % obj. roztoku lanthanité soli (4.3).

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava slepého roztoku*

Viz metoda 9.4 (7.1). Roztok pro slepý pokus musí obsahovat 10 % obj. roztoku lanthanité soli použité v 6.2.

7.2. *Příprava kalibračních roztoků*

Viz metoda 9.4 (7.2).

Pro optimální rozpětí stanovení od 0 do 5 μg manganu na ml se do sady odměrných baněk o objemu 100 ml napipetuje 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 a 5 ml pracovního roztoku (4.4.2). V případě potřeby se koncentrace kyseliny chlorovodíkové upraví tak, aby byla co nejblíže koncentraci ve zkušebním roztoku. Do každé baňky se přidá 10 ml roztoku lanthanité soli použité v 6.2. Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá. Tyto roztoky obsahují 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 a 5 μg manganu na ml.

7.3. *Stanovení*

Viz metoda 9.4 (7.3). Spektrometr (5) se připraví na měření při vlnové délce 279,6 nm.

8. **Vyjádření výsledků**

Viz metoda 9.4 (8).

Procentuální obsah manganu v hnojivu je dán vzorcem:

$$\text{Mn } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

▼B

Při použití metody 9.3:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kde:

Mn je množství manganu v hnojivu (%),

x_s je koncentrace v μg/ml ve zkušebním roztoku (6.2),

x_b je koncentrace v μg/ml ve slepém roztoku (7.1),

V je objem výluhu získaného podle metody 9.1 nebo 9.2 (ml),

D je ředicí faktor odpovídající zředění provedenému v 6.2,

M je hmotnost zkušebního vzorku odebraného podle metody 9.1 nebo 9.2 (g).

Výpočet ředicího faktoru *D*: Jsouli (a_1), (a_2), (a_3), …, (a_i) a (*a*) poměrné části a jsouli (v_1), (v_2), (v_3),…, (v_i) a (100) odpovídající objemy v ml po příslušných ředicích krocích, pak ředicí faktor *D* se rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 9.10

Spektrofotometrické stanovení molybdenu ve výluzích hnojiv jako komplexu s thiokyanatanem amonným

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení molybdenu ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro analýzu vzorků hnojiv vyluhovaných metodami 9.1 a 9.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu celkového nebo vodorozpustného molybdenu.

3. **Podstata metody**

V kyselém prostředí tvoří molybden (pětimocný) s ionty SCN^- komplex $[MoO(SCN)_5]^{2-}$.

Komplex se extrahuje butylacetátem. Rušivé ionty, jako je železo, zůstanou ve vodné fázi. Žlutooranžové zbarvení se stanoví molekulovou absorpční spektrometrií při 470 nm.

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěný roztok kyseliny chlorovodíkové (HCl), asi 6 mol/l.*

Viz metoda 9.4 (4.1).

4.2. *Roztok mědi (70 mg/l) v kyselině chlorovodíkové o koncentraci 1,5 mol/l*

V odměrné baňce o objemu 1 000 ml se ve 250 ml roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1) rozpustí 275 mg síranu měďnatého ($CuSO_4.5H_2O$) naváženého s přesností na 0,1 mg. Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá.

4.3. *Roztok kyseliny askorbové (50 g/l)*

V odměrné baňce o objemu 1 000 ml se rozpustí ve vodě 50 g kyseliny askorbové ($C_6H_8O_6$). Doplní se po značku vodou, důkladně se promíchá a uchovává se v chladničce.

▼B

4.4. Butylacetát

4.5. *Roztok thiokyanatanu amonného, 0,2 mol/l*

V odměrné baňce o objemu 1 000 ml se ve vodě rozpustí 15,224 g NH_4SCN. Doplní se po značku vodou, důkladně se promíchá a uchovává se v tmavé láhvi.

4.6. *Roztok chloridu cínatého (50 g/l) v kyselině chlorovodíkové o koncentraci 2 mol/l*

Tento roztok musí být dokonale čirý a musí být připraven těsně před použitím. Je třeba použít velmi čistý chlorid cínatý, jinak roztok nebude čirý.

Pro přípravu 100 ml roztoku se rozpustí 5 g $SnCl_2.2H_2O$ ve 35 ml HCl o koncentraci 6 mol/l (4.1). Přidá se 10 ml roztoku mědi (4.2). Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá.

4.7. *Kalibrační roztoky molybdenu*

4.7.1. Zásobní roztok molybdenu (500 μg/ml)

V odměrné baňce o objemu 1 000 ml se rozpustí 0,920 g molybdenanu amonného $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O]$ zváženého s přesností na 0,1 mg v kyselině chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1). Doplní se po značku tímto roztokem a důkladně se promíchá.

4.7.2. Pomocný roztok molybdenu (25 μg/ml)

Do odměrné baňky o objemu 500 ml se odměří 25 ml zásobního roztoku (4.7.1). Doplní se po značku kyselinou chlorovodíkovou o koncentraci 6 mol/l (4.1) a důkladně se promíchá.

4.7.3. Pracovní roztok molybdenu (2,5 μg/ml)

Do odměrné baňky o objemu 100 ml se odměří 10 ml pomocného roztoku (4.7.2). Doplní se po značku kyselinou chlorovodíkovou o koncentraci 6 mol/l (4.1) a důkladně se promíchá.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Spektrometr vybavený pro molekulovou absorpci s kyvetami o optické délce 20 mm, nastavený na vlnovou délku 470 nm.

5.2. Dělicí nálevky o objemu 200 nebo 250 ml.

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Výluh molybdenu*

Viz metody 9.1 nebo 9.2, popřípadě 9.3.

6.2. *Příprava zkušebního roztoku*

Poměrná část výluhu (6.1) se zředí roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l tak, aby se získala vhodná koncentrace molybdenu. Ředicí faktor se označí *D*.

Z posledního výluhu obsahujícího od 1 do 12 μg molybdenu se odebere poměrná část (*a*) a převede se do dělicí nálevky (5.2). Doplní se na 50 ml roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1).

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava roztoku pro slepý pokus*

Roztok pro slepý pokus se připraví opakováním celého postupu od fáze přípravy vzorku, vynechá se pouze navážka hnojiva.

7.2. *Příprava řady kalibračních roztoků*

Připraví se řada nejméně šesti kalibračních roztoků o rostoucí koncentraci, která odpovídá rozsahu optimální odezvy spektrometru.

Pro rozpětí od 0 do 12,5 μg molybdenu se do dělicích nálevek (5.2) napipetuje 0, 1, 2, 3, 4 a 5 ml pracovního roztoku (4.7.3). Doplní se na 50 ml kyselinou chlorovodíkovou o koncentraci 6 mol/l (4.1). Nálevky obsahují 0, 2,5, 5, 7,5, 10 a 12,5 μg molybdenu.

▼B

7.3. *Vznik a oddělení komplexu*

Do každé dělicí nálevky (6.2, 7.1 a 7.2) se přidá v tomto pořadí:

— 10 ml roztoku mědi (4.2);

— 20 ml roztoku kyseliny askorbové (4.3);

důkladně se promíchá a počká se dvě nebo tři minuty. Poté se přidá:

— 10 ml butylacetátu (4.4) za použití přesné pipety;

— 20 ml roztoku thiokyanatanu (4.5).

Protřepává se jednu minutu, aby se komplex vyextrahoval do organické fáze; nechá se usadit; po oddělení dvou fází se veškerá vodní fáze odpustí a odstraní. Poté se organická fáze promyje:

— 10 ml roztoku chloridu cínatého (4.6).

Protřepává se jednu minutu. Nechá se usadit a poté se odpustí veškerá vodní fáze. Organická fáze se shromáždí ve zkumavce; tak bude možné shromáždit vodní kapky ze suspenze.

7.4. *Stanovení*

Při vlnové délce 470 nm a za použití kalibračního roztoku molybdenu (7.2) o koncentraci 0 μg/ml jako referenčního roztoku se změří absorbance roztoků získaných v 7.3.

8. **Vyjádření výsledků**

Kalibrační křivka se sestrojí tak, že na vodorovnou osu se vynesou odpovídající hmotnosti molybdenu v kalibračních roztocích (7.2) vyjádřených v μg a na svislou osu odpovídající hodnoty absorbancí odečtených na spektrometru (7.4).

Z této křivky se určí hmotnost molybdenu ve zkušebním roztoku (6.2) a ve slepém roztoku (7.1). Tyto hmotnosti se označí (x_s) a (x_b).

Procentuální obsah molybdenu v hnojivu je:

$$\text{Mo \%} = [(x_s - x_b) \times V/a \times D]/(M \times 10^4)$$

Při použití metody 9.3:

$$\text{Mo \%} = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kde:

Mo je množství molybdenu v hnojivu (%),

a je objem poměrné části odebrané z naposledy zředěného vzorku (ml),

x_s je hmotnost molybdenu ve zkušebním roztoku (6.2) (μg),

x_b je hmotnost molybdenu ve slepém roztoku (7.1) (μg), jehož objem odpovídá objemu (*a*) poměrné části zkušebního roztoku (6.2),

V je objem výluhu získaného podle metody 9.1 nebo 9.2 (ml),

D je ředicí faktor odpovídající zředění provedenému v 6.2,

M je hmotnost zkušebního vzorku odebraného podle metody 9.1 nebo 9.2 (g).

Výpočet ředicího faktoru *D*: Jsou-li (a_1) a (a_2) po sobě následující poměrné části a jsouli (v_1) a (v_2) objemy odpovídající jejich příslušným zředěním, pak ředicí faktor *D* se rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

▼B

Metoda 9.11

Stanovení zinku ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení zinku ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro analýzu vzorků hnojiv vyluhovaných metodami 9.1 a 9.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu celkového nebo vodorozpustného zinku.

3. **Podstata metody**

Po vhodné úpravě a zředění výluhů se obsah zinku stanoví atomovou absorpční spektrometrií.

4. **Chemikálie**

4.1. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 6 mol/l*

Viz metoda 9.4 (4.1).

4.2. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 0,5 mol/l*

Viz metoda 9.4 (4.2).

4.3. *Roztoky lanthanitých solí (10 g La na litr)*

Viz metoda 9.4 (4.3).

4.4. *Kalibrační roztoky zinku*

4.4.1. Zásobní roztok zinku (1 000 μg/ml)

V odměrné baňce o objemu 1 000 ml se v 25 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1) rozpustí 1 g zinkového prachu nebo šupinek odvážených s přesností na 0,1 mg. Po úplném rozpuštění se doplní po značku vodou a důkladně se promíchá.

4.4.2. Pracovní roztok zinku (100 μg/ml)

V odměrné baňce o objemu 200 ml se 20 ml zásobního roztoku (4.4.1) zředí roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2). Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá.

5. **Přístroje a pomůcky**

Atomový absorpční spektrometr: viz metoda 9.4 (5). Přístroj musí být vybaven zdrojem záření charakteristického pro zinek (213,8 nm). Spektrometr musí umožňovat provedení korekce na pozadí.

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Výluh zinku*

Viz metody 9.1 nebo 9.2, popřípadě 9.3.

6.2. *Příprava zkušebního roztoku*

Viz metoda 9.4 (6.2). Zkušební roztok musí obsahovat 10 % obj. roztoku lanthanité soli (4.3).

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava slepého roztoku*

Viz metoda 9.4 (7.1). Slepý roztok musí obsahovat 10 % obj. roztoku lanthanité soli použité v 6.2.

7.2. *Příprava kalibračních roztoků*

Viz metoda 9.4 (7.2).

Pro optimální rozpětí stanovení od 0 do 5 μg zinku na ml se do sady odměrných baněk o objemu 100 ml napipetuje 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 a 5 ml pracovního roztoku (4.4.2). V případě potřeby se koncentrace kyseliny

▼B

chlorovodíkové upraví tak, aby byla co nejblíže koncentraci ve zkušebním roztoku. Do každé baňky se přidá 10 ml roztoku lanthanité soli použité v 6.2. Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá. Tyto roztoky obsahují 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 a 5 μg zinku na ml.

7.3. *Stanovení*

Viz metoda 9.4 (7.3). Spektrometr (5) se připraví na měření při vlnové délce 213,8 nm.

8. **Vyjádření výsledků**

Viz metoda 9.4 (8).

Procentuální obsah zinku v hnojivu je dán vzorcem:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Při použití metody 9.3:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kde:

Zn je množství zinku v hnojivu (%),

x_s je koncentrace v μg/ml ve zkušebním roztoku (6.2),

x_b je koncentrace v μg/ml ve slepém roztoku (7.1),

V je objem výluhu získaného podle metody 9.1 nebo 9.2 (ml),

D je ředicí faktor odpovídající zředění provedenému v 6.2,

M je hmotnost zkušebního vzorku odebraného podle metody 9.1 nebo 9.2 (g).

Výpočet ředicího faktoru D: Jsouli (a_1), (a_2), (a_3), …, (a_i) a (a) poměrné části a jsouli (v_1), (v_2), (v_3),…, (v_i) a (100) odpovídající objemy v ml po příslušných ředicích krocích, pak ředicí faktor D se rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metody 10

Stopové živiny o koncentraci větší než 10 %

Metoda 10.1

Vyluhování celkových stopových živin

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro přípravu výluhu těchto stopových živin: celkového boru, celkového kobaltu, celkové mědi, celkového železa, celkového manganu, celkového molybdenu a celkového zinku. Cílem je snížit počet výluhů na minimum tak, aby se pro stanovení celkového množství každé z výše uvedených stopových živin používal pokud možno stále stejný výluh.

2. **Oblast použití**

Tento postup se týká hnojiv ES zahrnutých do přílohy I E, která obsahují jednu nebo více z těchto stopových živin: bor, kobalt, měď, železo, mangan, molybden a zinek. Je použitelný pro stanovení každé stopové živiny, jejíž deklarovaný obsah je vyšší než 10 %.

▼B

3. **Podstata metody**

Vyluhování ve vroucí zředěné kyselině chlorovodíkové.

Poznámka

Vyluhování je empirické a v závislosti na výrobku nebo ostatních složkách hnojiva může být více či méně úplné. Zejména u některých oxidů manganu může být vyluhované množství podstatně menší než celkové množství manganu obsažené ve výrobku. Je povinností výrobce hnojiva, aby zajistil, že deklarovaný obsah skutečně odpovídá množství vyluhovanému za podmínek stanovených v této metodě.

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěný roztok kyseliny chlorovodíkové (HCl), asi 6 mol/l*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) se smíchá s 1 objemovým dílem vody.

4.2. Koncentrovaný roztok amoniaku (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml)

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Elektrická topná deska s regulací teploty

5.2. pHmetr

Poznámka

Má-li být stanoven bor ve výluhu, nesmí se používat borosilikátové sklo. Při vyluhování varem se doporučuje používat teflon nebo křemenné sklo. Pokud byly při mytí skla použity mycí prostředky obsahující bor, sklo se důkladně opláchne.

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Zkušební vzorek*

Naváží se 1 nebo 2 g v závislosti na deklarovaném obsahu prvku ve výrobku. Pro přípravu konečného roztoku, který se po vhodném zředění bude nacházet v rozsahu měření každé metody, se použije níže uvedená tabulka. Vzorky by měly být naváženy s přesností na 1 mg.

Deklarovaný obsah stopové živiny v hnojivu (%)	> 10 < 25	≥ 25
Hmotnost zkušebního vzorku (g)	2	1
Hmotnost prvku ve vzorku (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Objem výluhu *V* (ml)	500	500
Koncentrace prvku ve výluhu (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Vzorek se naváží do kádinky o objemu 250 ml.

7.2. *Příprava roztoku*

Vzorek se v případě potřeby ovlhčí malým množstvím vody, po malých dávkách se opatrně přidá 10 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové (4.1) na 1 g hnojiva, poté se přidá asi 50 ml vody. Kádinka se přikryje hodinovým sklíčkem a obsah se promíchá. Na topné desce se uvede k varu a vaří se 30 minut. Za občasného míchání se nechá vychladnout. Obsah se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 500 ml. Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá. Filtruje se přes suchý filtr do suché nádoby. První podíl filtrátu se odstraní. Výluh musí být dokonale čirý.

▼B

Doporučuje se, aby se stanovení provedlo neprodleně na poměrných částech čirého filtrátu. Pokud k tomu nedojde, nádoby by se měly zazátkovat.

Poznámka

U výluhů, u nichž musí být stanoven obsah boru: koncentrovaným roztokem amoniaku (4.2) se upraví pH na 4 až 6.

8. **Stanovení**

Stanovení každé stopové živiny se provede v poměrných částech uvedených u postupu pro každou jednotlivou stopovou živinu.

Metody 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 a 10.10 nemohou být použity pro stanovení prvků vázaných jako chelát nebo komplex. V těchto případech musí být před stanovením použita metoda 10.3.

V případě stanovení AAS (metody 10.8 a 10.11) není tato operace zpravidla nutná.

Metoda 10.2

Vyluhování vodorozpustných stopových živin

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro přípravu výluhu vodorozpustných forem těchto stopových živin: bor, kobalt, měď, železo, mangan, molybden a zinek. Cílem je snížit počet výluhů tak, že se pro stanovení celkového množství každé z výše uvedených stopových živin použije pokud možno stále stejný výluh.

2. **Oblast použití**

Tento postup se týká hnojiv ES zahrnutých do přílohy I E, která obsahují jednu nebo více z těchto stopových živin: bor, kobalt, měď, železo, mangan, molybden a zinek. Je použitelný pro stanovení každé stopové živiny, jejíž deklarovaný obsah je vyšší než 10 %.

3. **Podstata metody**

Stopové živiny jsou vyluhovány třepáním hnojiva ve vodě při teplotě 20 ± 2 °C.

Poznámka

Vyluhování je empirické a může být více či méně úplné.

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěný roztok kyseliny chlorovodíkové (HCl), asi 6 mol/l*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) se smíchá s 1 objemovým dílem vody.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Třepačka nastavená přibližně na 35 až 40 ot./min

Poznámka

Má-li být stanoven bor ve výluhu, nesmí se používat borosilikátové sklo. Při vyluhování varem se doporučuje používat teflon nebo křemenné sklo. Pokud byly při mytí skla použity mycí prostředky obsahující bor, sklo se důkladně opláchne.

6. **Příprava vzorku**

Viz metoda 1.

▼B

7. **Pracovní postup**

7.1. *Zkušební vzorek*

Naváží se 1 nebo 2 g v závislosti na deklarovaném obsahu prvku ve výrobku. Pro přípravu konečného roztoku, který se po vhodném zředění bude nacházet v rozsahu měření každé metody, se použije níže uvedená tabulka. Vzorky by měly být naváženy s přesností na 1 mg.

Deklarovaný obsah stopové živiny v hnojivu (%)	> 10 < 25	≥ 25
Hmotnost zkušebního vzorku (g)	2	1
Hmotnost prvku ve vzorku (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Objem výluhu *V* (ml)	500	500
Koncentrace prvku ve výluhu (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Vzorek se naváží do baňky o objemu 500 ml.

7.2. *Příprava roztoku*

Přidá se asi 400 ml vody.

Baňka se dobře zazátkuje. Důkladně se ručně protřepe, aby se vzorek rozptýlil, poté se baňka umístí do třepačky (5.1) a třepe se 30 minut.

Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá.

7.3. *Příprava zkušebního roztoku*

Roztok se okamžitě přefiltruje do čisté suché baňky. Baňka se zazátkuje. Ihned po filtraci se provede stanovení.

Poznámka

Jestliže se filtrát postupně zakaluje, provede se další vyluhování podle 7.1 a 7.2 v baňce o objemu V_e. Zfiltruje se do předem vysušené odměrné baňky o objemu *W*, do které bylo přidáno 5 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové (4.1). Filtrace se ukončí přesně v okamžiku, kdy výluh dosáhne kalibrační značky. Důkladně se promíchá.

Za těchto podmínek se hodnota *V* při výpočtu výsledků rovná:

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Při výpočtu výsledků se ředění odvozují od této hodnoty *V*.

8. **Stanovení**

Stanovení každé stopové živiny se provede v poměrných částech uvedených u postupu pro každou jednotlivou stopovou živinu.

Metody 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 a 10.10 nemohou být použity pro stanovení prvků vázaných jako chelát nebo komplex. V těchto případech musí být před stanovením použita metoda 10.3.

V případě stanovení AAS (metody 10.8 a 10.11) není tato operace zpravidla nutná.

Metoda 10.3

Odstranění organických sloučenin z výluhů hnojiv

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro odstraňování organických sloučenin z výluhů hnojiv.

▼B

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro analýzu vzorků hnojiv vyluhovaných metodami 10.1 a 10.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu celkových prvků nebo vodorozpustných prvků.

Poznámka

Přítomnost malých množství organické látky obvykle nemá vliv na stanovení atomovou absorpční spektrometrií.

3. **Podstata metody**

Organické sloučeniny se v poměrné části výluhu oxidují peroxidem vodíku.

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěný roztok kyseliny chlorovodíkové (HCl), asi 0,5 mol/l*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) se smíchá s 20 objemovými díly vody.

4.2. Roztok peroxidu vodíku (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), bez stopových prvků.

5. **Přístroje a pomůcky**

Elektrická topná deska s regulací teploty.

6. **Pracovní postup**

Odebere se 25 ml výluhu získaného metodou 10.1 nebo 10.2 a pipetuje se do kádinky o objemu 100 ml. Při použití metody 10.2 se přidá 5 ml zředěného roztoku kyseliny chlorovodíkové (4.1). Poté se přidá 5 ml roztoku peroxidu vodíku (4.2). Přikryje se hodinovým sklíčkem. Nechá se zoxidovat při teplotě místnosti asi jednu hodinu. Roztok se postupně přivede k varu a vaří se půl hodiny. Podle potřeby se po vychladnutí přidá do roztoku dalších 5 ml peroxidu vodíku a znovu se povaří, aby se odstranil přebytečný peroxid vodíku. Nechá se vychladnout a poté se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 50 ml. Doplní se po značku vodou a protřepe. V případě potřeby se zfiltruje.

Popsané 50 % ředění se bere v úvahu při odběru poměrných částí a při výpočtu procentuálního obsahu stopové živiny v hnojivu.

Metoda 10.4

Stanovení stopových živin ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií

(obecný postup)

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen obecný postup pro stanovení množství železa a zinku ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro analýzu vzorků hnojiv vyluhovaných metodami 10.1 a 10.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu celkového nebo vodorozpustného železa nebo zinku.

Použití této metody pro různé stopové živiny je zvlášť popsáno pro každý prvek.

Poznámka

Přítomnost malých množství organické látky obvykle nemá vliv na stanovení atomovou absorpční spektrometrií.

▼B

3. **Podstata metody**

Po případném omezení nebo odstranění rušivých chemických látek je výluh zředěn tak, aby koncentrace byla v optimální měřicí oblasti spektrometru při vlnové délce vhodné pro stanovovanou stopovou živinu.

4. **Chemikálie**

4.1. *Zředěný roztok kyseliny chlorovodíkové (HCl), asi 6 mol/l*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) se smíchá s 1 objemovým dílem vody.

4.2. *Zředěný roztok kyseliny chlorovodíkové (HCl), asi 0,5 mol/l*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) se smíchá s 20 objemovými díly vody.

4.3. *Roztoky lanthanitých solí (10 g La na litr)*

Toto činidlo se používá při stanovení železa a zinku. Může být připraveno jedním z níže uvedených postupů:

a) z oxidu lanthanitého rozpuštěného v kyselině chlorovodíkové (4.1). Do jednolitrové odměrné baňky se naváží 11,73 g oxidu lanthanitého (La_2O_3), přidá se 150 ml vody a 120 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1). Po rozpuštění se doplní do 1 litru vodou a důkladně se promíchá. Tento roztok odpovídá přibližně roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l; nebo

b) z roztoku chloridu, síranu nebo dusičnanu lanthanitého. Ve 150 ml vody se rozpustí 26,7 g heptahydrátu chloridu lanthanitého ($LaCl_3.7H_2O$) nebo 31,2 g hexahydrátu dusičnanu lanthanitého [$La(NO_3)_3.6H_2O$] nebo 26,2 g nonahydrátu síranu lanthanitého [$La_2(SO_4)_3.9H_2O$], poté se přidá 85 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1). Po rozpuštění se doplní do 1 litru vodou. Důkladně se promíchá. Tento roztok odpovídá přibližně roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l.

4.4. *Kalibrační roztoky*

Příprava těchto roztoků je uvedena u jednotlivých metod pro stanovení každé stopové živiny.

5. **Přístroje a pomůcky**

Atomový absorpční spektrometr vybavený zdroji emitujícími záření charakteristické pro stanovované stopové živiny.

Chemik obsluhující přístroj musí postupovat podle pokynů výrobce a musí být s přístrojem obeznámen. Přístroj musí umožňovat korekci na pozadí, aby mohla být použita, kdykoli je to nezbytné (např. Zn). Používají se plyny vzduch a acetylen.

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Příprava výluhů obsahujících stanovované prvky*

Viz metody 10.1 nebo 10.2, popřípadě 10.3.

6.2. *Příprava zkušebního roztoku*

Poměrná část výluhu získaného metodou 10.1, 10.2 nebo 10.3 se zředí vodou nebo kyselinou chlorovodíkovou (4.1) nebo (4.2) tak, aby v konečném roztoku pro měření byla dosažena koncentrace stanovovaného prvku odpovídající rozpětí kalibrační křivky (7.2) a aby koncentrace kyseliny chlorovodíkové byla minimálně 0,5 mol/l a nebyla vyšší než 2,5 mol/l. Tato operace může vyžadovat, aby bylo provedeno jedno nebo více zředění za sebou.

Konečný roztok se získá odpipetováním poměrné části zředěného výluhu do odměrné baňky o objemu 100 ml. Objem této poměrné části v ml se označí jako (*a*). Přidá se 10 ml roztoku lanthanité soli (4.3). Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá. Ředicí faktor se označí *D*.

▼B

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava roztoku pro slepý pokus*

Roztok pro slepý pokus se připraví opakováním celého postupu od fáze přípravy vzorku, vynechá se pouze navážka hnojiva.

7.2. *Příprava kalibračních roztoků*

Z pracovního kalibračního roztoku připraveného podle metody dané pro každou jednotlivou stopovou živinu se v odměrných baňkách o objemu 100 ml připraví řada minimálně pěti kalibračních roztoků o vzrůstající koncentraci ležící v optimálním měřicím rozsahu spektrometru. V případě potřeby se koncentrace kyseliny chlorovodíkové upraví tak, aby byla co nejblíže koncentraci ve zředěném zkušebním roztoku (6.2). Při stanovení železa nebo zinku se přidá 10 ml stejného roztoku lanthanité soli (4.3), jaký byl použit v 6.2. Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá.

7.3. *Stanovení*

Spektrometr (5) se připraví k měření při vlnové délce uvedené v metodě pro stanovení dané stopové živiny.

Třikrát za sebou se zavedou kalibrační roztoky (7.2), zkušební roztok (6.2) a slepý roztok (7.1), všechny výsledky se zaznamenají a mezi jednotlivými zavedeními se přístroj propláchne destilovanou vodou.

Kalibrační křivka se sestrojí tak, že na svislou osu se vynesou průměrné hodnoty odečtu ze spektrometru pro každý kalibrační roztok (7.2) a na vodorovnou osu odpovídající koncentrace prvku vyjádřené v μg/ml.

Z této křivky se určí koncentrace příslušné stopové živiny ve zkušebním roztoku x_s (6.2) a ve slepém roztoku x_b (7.1), vyjádřené v μg na ml.

8. **Vyjádření výsledků**

Procentuální obsah stopové živiny (E) v hnojivu je dán vzorcem:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Při použití metody 10.3:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kde:

E je množství stanovené stopové živiny v hnojivu (%),

x_s je koncentrace prvku ve zkušebním roztoku (6.2) (μg/ml),

x_b je koncentrace prvku ve slepém roztoku (7.1) (μg/ml),

V je objem výluhu získaného metodou 10.1 nebo 10.2 (ml),

D je ředicí faktor odpovídající zředění provedenému v 6.2,

M je hmotnost zkušebního vzorku odebraného metodou 10.1 nebo 10.2 (g).

Výpočet ředicího faktoru D:

Jsou-li (a_1), (a_2), (a_3), …, (a_i) a (a) poměrné části a jsouli (v_1), (v_2), (v_3),…, (v_i) a (100) odpovídající objemy v ml po příslušných ředicích krocích, pak ředicí faktor D se rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

Metoda 10.5

Stanovení boru ve výluzích hnojiv acidometrickou titrací

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení obsahu boru ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro vzorky hnojiv vyluhovaných metodami 10.1 nebo 10.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu celkového nebo vodorozpustného boru.

3. **Podstata metody**

Manitoborový komplex vzniká touto reakcí boritanu s mannitolem:

$$C_6H_8(OH)_6 + H_3BO_3\ C_6H_{15}O_8B + H_2O$$

Komplex se titruje roztokem hydroxidu sodného do pH 6,3.

4. **Chemikálie**

4.1. *Indikátorový roztok methylčerveně*

V odměrné baňce o objemu 100 ml se rozpustí 0,1 g methylové červeně ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) v 50 ml ethanolu (95 %). Objem se doplní vodou na 100 ml. Důkladně se promíchá.

4.2. *Zředěný roztok kyseliny chlorovodíkové (HCl), asi 0,5 mol/l*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) se smíchá s 20 objemovými díly vody.

4.3. *Roztok hydroxidu sodného, asi 0,5 mol/l*

Roztok nesmí obsahovat oxid uhličitý. V jednolitrové odměrné baňce obsahující asi 800 ml vroucí vody se rozpustí 20 g hydroxidu sodného (NaOH) ve formě peciček. Když roztok vychladne, doplní se na 1 000 ml převařenou vodou a důkladně se promíchá.

4.4. *Odměrný roztok hydroxidu sodného, asi 0,025 mol/l*

Roztok nesmí obsahovat oxid uhličitý. Roztok hydroxidu sodného o koncentraci 0,5 mol/l (4.3) se 20krát zředí převařenou vodou a důkladně se promíchá. Je třeba stanovit ekvivalent roztoku vyjádřeného jako bor (B) (viz odstavec 9).

4.5. *Kalibrační roztok boru (100 μg B na ml)*

V odměrné baňce o objemu 1 000 ml se ve vodě rozpustí 0,5719 g kyseliny borité, navážené s přesností na 0,1 mg. Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá. Roztok se uchovává v chladničce v plastové láhvi.

4.6. Práškový Dmannitol ($C_6H_{14}O_6$)

4.7. Chlorid sodný (NaCl)

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. pHmetr se skleněnou elektrodou

5.2. Magnetická míchačka

5.3. Kádinka o objemu 400 ml s teflonovým míchadlem

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Příprava roztoku boru*

Viz metody 10.1, 10.2, popřípadě 10.3.

▼B

7. **Pracovní postup**

7.1. *Zkouška*

Do kádinky o objemu 400 ml (5.3) se umístí poměrná část (*a*) výluhu (6.1) obsahující 2 až 4 mg B. Přidá se 150 ml vody.

Přidá se několik kapek methylčerveně (4.1).

V případě přípravy výluhu metodou 10.2 se obsah okyselí přidáváním kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) až do okamžiku změny barvy roztoku indikátoru, poté se přidá další 0,5 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2).

Po přidání 3 g chloridu sodného (4.7) se roztok povaří, aby se odstranil oxid uhličitý. Poté se nechá vychladnout. Kádinka se umístí na magnetickou míchačku (5.2) a vloží se elektrody předem kalibrovaného pHmetru (5.1).

pH se upraví na přesně 6,3, nejprve roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,5 mol/l (4.3) a na závěr roztokem o koncentraci 0,025 mol/l (4.4).

Přidá se 20 g Dmannitolu (4.6), dokonale se rozpustí a důkladně promíchá. Titruje se roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,025 mol/l (4.4) na pH 6,3 (stabilita alespoň 1 minuta). Potřebný objem se označí X_1.

8. **Roztok pro slepý pokus**

Roztok pro slepý pokus se připraví opakováním celého postupu od fáze přípravy vzorku, vynechá se pouze navážka hnojiva. Potřebný objem se označí X_0.

9. **Stanovení ekvivalentu boru roztoku hydroxidu sodného (4.4)**

Do kádinky o objemu 400 ml se odpipetuje 20 ml (2,0 mg B) standardního roztoku (4.5) a přidá se několik kapek roztoku methylčerveně (4.1). Přidají se 3 g chloridu sodného (4.7) a roztok kyseliny chlorovodíkové (4.2) až do bodu změny barvy roztoku indikátoru (4.1).

Objem se doplní vodou na asi 150 ml a povaří se, aby se odstranil oxid uhličitý. Poté se nechá vychladnout. Kádinka se umístí na magnetickou míchačku (5.2) a vloží se elektrody předem kalibrovaného pHmetru (5.1). pH se upraví na přesně 6,3, nejprve roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,5 mol/l (4.3) a na závěr roztokem o koncentraci 0,025 mol/l (4.4).

Přidá se 20 g Dmannitolu (4.6), dokonale se rozpustí a důkladně promíchá. Titruje se roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,025 mol/l (4.4) na pH 6,3 (stabilita alespoň 1 min.). Potřebný objem se označí V_1.

Stejným způsobem se připraví slepý roztok, kalibrační roztok se nahradí 20 ml vody. Potřebný objem se označí V_0.

Ekvivalent boru (F) odměrného roztoku NaOH (4.4) v mg/ml je:

$$F\ (\text{in mg/ml}) = 2/(V_1 - V_0)$$

1 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci přesně 0,025 mol/l odpovídá 0,27025 mg B.

10. **Vyjádření výsledků**

Procentuální obsah boru v hnojivu je dán vzorcem:

$$B\ (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

kde:

B (%) je množství boru v hnojivu (%),

X_1 je objem roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,025 mol/l (4.4) při vlastním stanovení vzorku (7.1) (ml),

▼B

X_0 je objem roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,025 mol/l (4.4) při slepém pokusu (ml),

F je ekvivalent boru (B) roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,025 mol/l (4.4) (mg/ml),

V je objem výluhu získaného podle metody 10.1 nebo 10.2 (ml),

a je objem poměrné části (7.1) odebrané z výluhu (6.1) (ml),

M je hmotnost zkušebního vzorku odebraného podle metody 10.1 nebo 10.2 (g).

Metoda 10.6

Stanovení kobaltu ve výluhu hnojiv vážkovou metodou s 1nitroso2naftolem

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení kobaltu ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro výluhy vzorků hnojiv získaných metodami 10.1 nebo 10.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu kobaltu.

3. **Podstata metody**

Kobalt (trojmocný) vytváří reakcí s 1nitroso2naftolem červenou sraženinu $Co(C_{10}H_6NO_2)_3.2H_2O$. Po převedení kobaltu přítomného ve výluhu na kobalt trojmocný se v kyselém prostředí kobalt sráží roztokem 1nitroso2naftolu. Po zfiltrování se sraženina promyje a suší do konstantní hmotnosti a poté se váží jako $Co(C_{10}H_6NO_2)_3.2H_2O$.

4. **Chemikálie**

4.1. Roztok peroxidu vodíku (H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml) 30 %

4.2. *Roztok hydroxidu sodného, asi 2 mol/l*

Ve 100 ml vody se rozpustí 8 g hydroxidu sodného ve formě peciček.

4.3. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 6 mol/l*

1 objemový díl kyseliny chlorovodíkové (d_{20} = 1,18 g/ml) se smíchá s 1 objemovým dílem vody.

4.4. Kyselina octová (99,7 % $C_2H_4O_2$) (d_{20} = 1,05 g/ml)

4.5. *Roztok kyseliny octové (1:2), asi 6 mol/l*

1 objemový díl kyseliny octové (4.4) se smíchá se 2 objemovými díly vody.

4.6. Roztok 1nitroso2naftolu ve 100 ml kyseliny octové (4.4). Přidá se 100 ml vlažné vody. Důkladně se promíchá. Okamžitě se zfiltruje. Získaný roztok se musí okamžitě použít.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Filtrační kelímek P 16/ISO 4 793, porozita 4, objem 30 nebo 50 ml.

5.2. Sušárna nastavená na 130 ± 2 °C

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Příprava roztoku kobaltu*

Viz metody 10.1 nebo 10.2.

6.2. *Příprava roztoku k analýze*

Poměrná část výluhu, která neobsahuje více než 20 mg Co, se umístí do kádinky o objemu 400 ml. Pokud je výluh získán metodou 10.2, okyselí se pěti kapkami kyseliny chlorovodíkové (4.3). Přidá se asi 10 ml roztoku peroxidu vodíku (4.1). Nechá se oxidovat za studena 15 minut, poté se doplní vodou na asi 100 ml. Kádinka se přikryje

▼B

hodinovým sklíčkem. Roztok se zahřeje k varu a nechá se vařit asi 10 minut. Nechá se vychladnout. Po kapkách se alkalizuje roztokem hydroxidu sodného (4.2), dokud se nezačne srážet černý hydroxid kobaltitý.

7. **Pracovní postup**

Přidá se 10 ml kyseliny octové (4.4) a roztok se zředí vodou na asi 200 ml. Zahřeje se k varu. Za stálého míchání se po kapkách přidá z byrety 20 ml roztoku 1nitroso2naftolu (4.6). Intenzivně se míchá, až se sraženina začne balit.

Filtruje se přes předem zvážený filtrační kelímek (5.1) a dává se pozor, aby se kelímek nezanesl. S ohledem na to je třeba se ujistit, že během filtračního procesu zůstává nad sraženinou kapalina.

Aby se převedla všechna sraženina, kádinka se vymyje zředěnou kyselinou octovou (4.5), sraženina na filtru se promyje zředěnou kyselinou octovou (4.5) a poté třikrát horkou vodou.

Suší se v sušárně (5.2) při 130 ± 2 °C až do dosažení konstantní hmotnosti.

8. **Vyjádření výsledků**

1 mg sraženiny $Co(C_{10}H_6NO_2)_3.2H_2O$ odpovídá 0,096381 mg Co.

Procentuální obsah kobaltu (Co) v hnojivu je dán vzorcem:

$$Co\ (\%) = X \times 0,0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

kde:

X je hmotnost sraženiny (mg),

V je objem výluhu získaného podle metody 10.1 nebo 10.2 (ml),

a je objem poměrné části odebrané z posledního ředění (ml),

D je ředicí faktor této poměrné části,

M je hmotnost zkušebního vzorku (g).

Metoda 10.7

Stanovení mědi ve výluzích hnojiv titrační metodou

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení mědi ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro výluhy hnojiv získaných metodami 10.1 nebo 10.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu mědi.

3. **Podstata metody**

Měďnaté ionty se v kyselém prostředí redukují jodidem draselným:

$$2Cu^{++} + 4I^- \rightarrow 2CuI + I_2$$

Vyloučený jod se za přítomnosti škrobu jako indikátoru titruje standardním roztokem thiosíranu sodného podle rovnice:

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

4. **Chemikálie**

4.1. Kyselina dusičná (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml)

4.2. Močovina $CO(NH_2)_2$

▼B

4.3. *Roztok hydrogendifluoridu amonného (NH_4HF_2), 10 % (m/V)*

Roztok se uchovává v nádobě z plastu.

4.4. *Roztok hydroxidu amonného (1:1)*

1 objemový díl amoniaku (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) se smíchá s 1 objemovým dílem vody.

4.5. *Odměrný roztok thiosíranu sodného*

V jednolitrové odměrné baňce se rozpustí ve vodě 7,812 g pentahydrátu thiosíranu sodného ($Na_2S_2O_3.5H_2O$). Tento roztok musí být připraven tak, aby 1 ml odpovídal 2 mg Cu. Pro stabilizaci se přidá několik kapek chloroformu. Roztok se musí uchovávat ve skleněné nádobě v temnu.

4.6. Jodid draselný (KI)

4.7. *Roztok thiokyanatanu draselného (KSCN), 25 % (m/V)*

Roztok se uchovává v nádobě z plastu.

4.8. *Roztok škrobu (asi 0,5 %)*

Do kádinky o objemu 600 ml se naváží 2,5 g škrobu. Přidá se asi 500 ml vody. Za míchání se povaří. Ochladí se na teplotu okolí. Roztok lze uchovat krátkodobě. Trvanlivost se prodlouží přidáním asi 10 mg jodidu rtuťnatého.

5. **Příprava roztoku k analýze**

Příprava roztoku mědi

Viz metody 10.1 a 10.2.

6. **Pracovní postup**

6.1. *Příprava roztoku pro titraci*

Do Erlenmeyerovy baňky o objemu 500 ml se umístí poměrná část roztoku obsahujícího alespoň 20 – 40 mg Cu.

Jakýkoli přítomný přebytek kyslíku se odstraní krátkým převařením. Doplní se vodou na objem asi 100 ml. Přidá se 5 ml kyseliny dusičné (4.1), přivede se k varu a nechá se vařit asi půl minuty.

Var se přeruší, přidají se 3 g močoviny (4.2) a povaří se asi půl minuty.

Baňka se odstraní z topného přístroje a přidá se 200 ml studené vody. V případě potřeby se obsah Erlenmeyerovy baňky ochladí na teplotu okolí.

Postupně se přidává roztok hydroxidu amonného (4.4) do zmodrání a ještě 1 ml navíc.

Dále se přidá 50 ml roztoku hydrogendifluoridu amonného (4.3) a promíchá se.

Nakonec se přidá se 10 g jodidu draselného (4.6).

6.2. *Titrace roztoku*

Erlenmeyerova baňka se umístí na magnetickou míchačku. Do Erlenmeyerovy baňky se vloží míchadlo a míchačka se nastaví na požadovanou rychlost.

Byretou se přidává odměrný roztok thiosíranu sodného (4.5), dokud hnědá barva jodu uvolněného z roztoku nezesvětlá.

Přidá se 10 ml roztoku škrobu (4.8).

Pokračuje se s titrací roztokem thiosíranu sodného (4.5), dokud purpurová barva téměř nevymizí.

Přidá se 20 ml roztoku thiokyanatanu draselného (4.7) a pokračuje se v titraci, dokud fialově modrá barva úplně nezmizí.

Zaznamená se objem spotřebovaného roztoku thiosíranu.

▼B

7. **Vyjádření výsledků**

1 mg standardního roztoku thiosíranu sodného (4.5) odpovídá 2 mg Cu.

Procentuální obsah mědi v hnojivu je dán vzorcem:

$$\text{Cu (\%)} = X \frac{V}{a \times M \times 5}$$

kde:

X je objem použitého roztoku thiosíranu sodného (ml),

V je objem výluhu získaného podle metody 10.1 a 10.2 (ml),

a je objem poměrné části (ml),

M je hmotnost zkušebního vzorku zpracovaného podle metod 10.1 a 10.2 (g).

Metoda 10.8

Stanovení železa ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení železa ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro výluhy vzorků hnojiv získaných metodami 10.1 a 10.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu celkového nebo vodorozpustného železa.

3. **Podstata metody**

Po vhodné úpravě a zředění výluhů se obsah železa stanoví atomovou absorpční spektrometrií.

4. **Chemikálie**

4.1. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 6 mol/l*

Viz metoda 10.4 (4.1).

4.2. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 0,5 mol/l*

Viz metoda 10.4 (4.2).

4.3. Roztok peroxidu vodíku (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), bez stopových prvků.

4.4. *Roztoky lanthanitých solí (10 g La na litr)*

Viz metoda 10.4 (4.3).

4.5. *Kalibrační roztoky železa*

4.5.1. Zásobní roztok železa (1 000 μg/ml)

Do kádinky o objemu 500 ml se s přesností na 0,1 mg naváží 1 g drátu z čistého železa, přidá se 200 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1) a 15 ml roztoku peroxidu vodíku (4.3). Zahřívá se na topné desce do úplného rozpuštění železa. Po vychladnutí se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 1 000 ml. Doplní se po značku vodou a důkladně se promíchá.

4.5.2. Pracovní roztok železa (100 μg/ml)

Do odměrné baňky o objemu 200 ml se odměří 20 ml zásobního roztoku (4.5.1). Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá.

5. **Přístroje a pomůcky**

Atomový absorpční spektrometr: viz metoda 10.4 (5). Přístroj musí být vybaven zdrojem záření charakteristického pro železo (248,3 nm).

▼B

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Výluh železa*

Viz metody 10.1 nebo 10.2, popřípadě 10.3.

6.2. *Příprava zkušebního roztoku*

Viz metoda 10.4 (6.2). Zkušební roztok musí obsahovat 10 % (v/v) roztoku lanthanité soli.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava slepého roztoku*

Viz metoda 10.4 (7.1). Slepý roztok musí obsahovat 10 % (v/v) roztoku lanthanité soli použité v 6.2.

7.2. *Příprava kalibračních roztoků*

Viz metoda 10.4 (7.2).

Pro optimální rozsah stanovení od 0 do 10 μg/ml železa se do sady odměrných baněk o objemu 100 ml napipetuje 0, 2, 4, 6, 8 a 10 ml pracovního roztoku (4.5.2). V případě potřeby se koncentrace kyseliny chlorovodíkové upraví tak, aby byla co nejblíže koncentraci ve zkušebním roztoku. Přidá se 10 ml roztoku lanthanité soli použité v 6.2. Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá. Tyto roztoky obsahují 0, 2, 4, 6, 8 a 10 μg železa na ml.

7.3. *Stanovení*

Viz metoda 10.4 (7.3). Spektrometr (5) se připraví na měření při vlnové délce 248,3 nm.

8. **Vyjádření výsledků**

Viz metoda 10.4 (8).

Procentuální obsah železa v hnojivu je dán vzorcem:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Při použití metody 10.3:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kde:

Fe je množství železa v hnojivu (%),

x_s je koncentrace v μg/ml ve zkušebním roztoku (6.2),

x_b je koncentrace v μg/ml ve slepém roztoku (7.1),

V je objem výluhu získaného podle metody 10.1 nebo 10.2 (ml),

D je ředicí faktor odpovídající zředění provedenému v 6.2;

M je hmotnost zkušebního vzorku odebraného podle metody 10.1 nebo 10.2 (g).

Výpočet ředicího faktoru D: Jsouli (a_1), (a_2), (a_3), …, (a_i) a (a) poměrné části a jsouli (v_1), (v_2), (v_3),…, (v_i) a (100) odpovídající objemy v ml po příslušných ředicích krocích, pak ředicí faktor D se rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

Metoda 10.9

Stanovení manganu ve výluzích hnojiv titrací

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení manganu ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro výluhy vzorků hnojiv získaných metodami 10.1 a 10.2, pro která se podle přílohy I E tohoto rozhodnutí požaduje deklarace obsahu manganu.

3. **Podstata metody**

Chloridové ionty přítomné ve výluhu se odstraní povařením výluhu s kyselinou sírovou. Mangan se oxiduje v prostředí kyseliny dusičné bismutičnanem sodným. Vzniklý manganistan se redukuje přebytkem síranu železnatého. Přebytek se titruje roztokem manganistanu draselného.

4. **Chemikálie**

4.1. Koncentrovaná kyselina sírová (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. *Kyselina sírová, asi 9 mol/l*

1 objemový díl koncentrované kyseliny sírové (4.1) se opatrně smíchá s 1 objemovým dílem vody.

4.3. *Kyselina dusičná, 6 mol/l*

3 objemové díly kyseliny dusičné (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml) se smíchají se 4 objemovými díly vody.

4.4. *Kyselina dusičná, 0,3 mol/l*

1 objemový díl kyseliny dusičné o koncentraci 6 mol/l se smíchá s 19 objemovými díly vody.

4.5. Bismutičnan sodný ($NaBiO_3$) (85 %).

4.6. Křemelina

4.7. Kyselina fosforečná, 15 mol/l (H_3PO_4, d_{20} = 1,71 g/ml)

4.8. *Roztok síranu železnatého, 0,15 mol/l*

V jednolitrové odměrné baňce se rozpustí 41,6 g heptahydrátu síranu železnatého ($FeSO_4.7H_2O$).

Přidá se 25 ml koncentrované kyseliny sírové (4.1) a 25 ml kyseliny fosforečné (4.7). Doplní se na 1 000 ml. Promíchá se.

4.9. *Roztok manganistanu draselného, 0,02 mol/l*

S přesností na 0,1 mg se naváží 3,160 g manganistanu draselného ($KMnO_4$). Rozpustí se a doplní vodou na 1 000 ml.

4.10. *Roztok dusičnanu stříbrného, 0,1 mol/l*

1,7 g dusičnanu stříbrného ($AgNO_3$) se rozpustí ve vodě a doplní na 100 ml.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Filtrační kelímek P 16/ISO 4 793, porozita 4, objem 50 ml, nasazený na filtrační nádobu o objemu 500 ml.

5.2. Magnetická míchačka

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Výluh manganu*

Viz metody 10.1 a 10.2. Pokud není známo, zda jsou přítomny chloridové ionty, provede se s roztokem zkouška jednou kapkou roztoku dusičnanu stříbrného (4.10).

▼B

6.2. Při nepřítomnosti chloridových iontů se do vysoké kádinky o objemu 400 ml odpipetuje poměrná část výluhu obsahující 10 až 20 mg manganu. Objem se upraví na asi 25 ml buď odpařením, nebo přidáním vody. Přidají se 2 ml koncentrované kyseliny sírové (4.1).

6.3. *Pokud jsou přítomny chloridové ionty, je zapotřebí je odstranit následujícím způsobem:*

Poměrná část výluhu obsahující 10 až 20 mg manganu se odpipetuje do vysoké kádinky o objemu 400 ml. Přidá se 5 ml kyseliny sírové o koncentraci 9 mol/l (4.2). V digestoři se na topné desce přivede k varu a nechá se vařit, dokud se uvolňují bohaté bílé páry. Pokračuje se, dokud se objem nezredukuje na asi 2 ml (tenký film sirupovité kapaliny na dně kádinky). Nechá se vychladnout na teplotu okolí.

Opatrně se přidá 25 ml vody a ještě jednou se provede zkouška na přítomnost chloridů jednou kapkou roztoku dusičnanu stříbrného (4.10). Pokud jsou chloridy stále přítomny, postup se po přidání 5 ml kyseliny sírové o koncentraci 9 mol/l (4.2) opakuje.

7. **Pracovní postup**

Do kádinky o objemu 400 ml obsahující zkušební roztok se přidá 25 ml kyseliny dusičné o koncentraci 6 mol/l (4.3) a 2,5 g bismutičnanu sodného (4.5). Tři minuty se intenzivně míchá na magnetické míchačce (5.2).

Přidá se 50 ml kyseliny dusičné o koncentraci 0,3 mol/l (4.4) a opět se promíchá. Filtruje se vakuově přes kelímek (5.1), jehož dno je pokryto křemelinou (4.6). Kelímek se několikrát promývá kyselinou dusičnou o koncentraci 0,3 mol/l (4.4), dokud neprotéká bezbarvý filtrát.

Filtrát a promývací roztok se převede do kádinky o objemu 500 ml. Promíchá se a přidá se 25 ml roztoku síranu železnatého o koncentraci 0,15 mol/l (4.8). Pokud filtrát po přidání síranu železnatého zežloutne, přidají se 3 ml kyseliny fosforečné o koncentraci 15 mol/l (4.7).

Přebytek síranu železnatého se byretou titruje odměrným roztokem manganistanu draselného o koncentraci 0,02 mol/l (4.9) až do růžového zbarvení stálého jednu minutu. Za stejných podmínek se provede slepý pokus, vynechá se pouze zkušební vzorek.

Poznámka

Oxidovaný roztok nesmí přijít do styku s pryží.

8. **Vyjádření výsledků**

1 ml roztoku manganistanu draselného o koncentraci 0,02 mol/l odpovídá 1,099 mg manganu (Mn).

Procentuální obsah manganu v hnojivu je dán vzorcem:

$$\text{Mn (\%) where} = (x_b - x_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

kde:

x_b je spotřeba odměrného roztoku manganistanu použitého při slepém pokusu (ml),

x_s je spotřeba odměrného roztoku manganistanu použitého u zkušebního vzorku (ml),

V je objem výluhu získaného podle metody 10.1 a 10.2 (ml),

a je objem poměrné části odebrané z výluhu (ml),

M je hmotnost zkušebního vzorku (g).

▼B

Metoda 10.10

Stanovení molybdenu ve výluzích hnojiv gravimetrickou metodou s 8hydroxychinolinem

1. **Předmět**

V této metodě je určen postup pro stanovení molybdenu ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro výluhy vzorků hnojiv získaných metodami 10.1 a 10.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu molybdenu.

3. **Podstata metody**

Obsah molybdenu se stanovuje srážením za určitých podmínek jako molybdenyl 8hydroxychinolinu.

4. **Chemikálie**

4.1. *Roztok kyseliny sírové, asi 1 mol/l*

Do jednolitrové odměrné baňky obsahující 800 ml vody se opatrně nalije 55 ml kyseliny sírové (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml). Promíchá se. Po vychladnutí se doplní na jeden litr. Promíchá se.

4.2. *Zředěný roztok amoniaku (1:3)*

1 objemový díl koncentrovaného roztoku amoniaku (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) se smíchá se 3 objemovými díly vody.

4.3. *Zředěný roztok kyseliny octové (1:3)*

1 objemový díl koncentrované kyseliny octové (99,7 % $C_2H_4O_2$, d_{20} = 1,049 g/ml) se smíchá se 3 objemovými díly vody.

4.4. *Roztok disodné soli ethylendiamintetraoctové kyseliny (EDTA)*

V odměrné baňce o objemu 100 ml se ve vodě rozpustí 5 g Na_2EDTA. Doplní se po značku a promíchá.

4.5. *Tlumivý roztok*

V odměrné baňce o objemu 100 ml se ve vodě rozpustí 15 ml koncentrované kyseliny octové a 30 g octanu amonného. Doplní se na 100 ml.

4.6. *Roztok 8-hydroxychinolinu (oxinu) V*

odměrné baňce o objemu 100 ml se v 5 ml koncentrované kyseliny octové rozpustí 3 g 8hydroxychinolinu Přidá se 80 ml vody. Po kapkách se přidává roztok amoniaku (4.2), dokud se roztok nezakalí, a poté se přidá kyselina octová (4.3), dokud se roztok opět nevyčeří.

Doplní se vodou na 100 ml.

5. **Přístroje a pomůcky**

5.1. Filtrační kelímek P 16/ISO 4 793, porozita 4, objem 30 ml.

5.2. pHmetr se skleněnou elektrodou

5.3. Sušárna nastavená na 130 až 135 °C.

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Příprava roztoku molybdenu.* Viz metody 10.1 a 10.2.

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava zkušebního roztoku*

Poměrná část obsahující 25 až 100 mg Mo se odpipetuje do kádinky o objemu 250 ml. Objem se doplní vodou na 50 ml.

Hodnota pH se upraví na 5 přidáváním roztoku kyseliny sírové (4.1) po kapkách. Přidá se 15 ml roztoku EDTA (4.4) a poté 5 ml tlumivého roztoku (4.5). Doplní se vodou asi na 80 ml.

▼B

7.2. *Vznik a promývání sraženiny*

Vznik sraženiny

Roztok se přivede do mírného varu. Za stálého míchání se přidává roztok 8hydroxychinolinu (4.6). Srážení pokračuje, dokud není zřejmé, že již nevzniká usazenina. Přidá se nadbytek činidla, dokud roztok nad sraženinou nezežloutne. 20 ml by obvykle mělo stačit. Dvě až tři minuty se pokračuje v mírném zahřívání sraženiny.

Filtrace a promývání

Zfiltruje se filtračním kelímkem (5.1). Sraženina se několikrát propláchne 20 ml horké vody. Filtrát by se postupně měl stát zcela bezbarvým, což znamená, že oxin již není přítomen.

7.3. *Vážení sraženiny*

Sraženina se suší při teplotě 130 až 135 °C do konstantní hmotnosti (nejméně jednu hodinu).

Nechá se vychladnout v exsikátoru a zváží se.

8. **Vyjádření výsledků**

1 mg 8hydroxychinolinu molybdenylu, $MoO_2(C_9H_6NO)_2$, odpovídá 0,2305 mg Mo.

Procentuální obsah molybdenu v hnojivu je dán vzorcem:

$$\text{Mo}\ (\%) \ = \ \text{X} \times 0,02305 \times \frac{\text{V} \times \text{D}}{\text{a} \times \text{M}}$$

kde:

X je hmotnost sraženiny chinolin8olátu molybdenylu (mg),

V je objem výluhu získaného podle metody 10.1 nebo 10.2 (ml),

a je objem poměrné části odebrané z posledního ředění (ml),

D je ředicí faktor této poměrné části,

M je hmotnost zkušebního vzorku (g).

Metoda 10.11

Stanovení zinku ve výluzích hnojiv atomovou absorpční spektrometrií

1. **Předmět**

V tomto dokumentu je určen postup pro stanovení zinku ve výluzích hnojiv.

2. **Oblast použití**

Tento postup je použitelný pro výluhy vzorků hnojiv získaných metodami 10.1 a 10.2, pro která se podle přílohy I E tohoto nařízení požaduje deklarace obsahu zinku.

3. **Podstata metody**

Po vhodné úpravě a zředění výluhů se obsah zinku stanoví atomovou absorpční spektrometrií.

4. **Chemikálie**

4.1. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 6 mol/l*

Viz metoda 10.4 (4.1).

4.2. *Roztok kyseliny chlorovodíkové, asi 0,5 mol/l*

Viz metoda 10.4 (4.2).

4.3. *Roztoky lanthanitých solí (10 g La na litr)*

Viz metoda 10.4 (4.3).

▼B

4.4. *Kalibrační roztoky zinku*

4.4.1. Zásobní roztok zinku (1 000 μg/ml)

V odměrné baňce o objemu 1 000 ml se v 25 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol/l (4.1) rozpustí 1 g zinkového prachu nebo šupinek odvážených s přesností na 0,1 mg. Po úplném rozpuštění se doplní po značku vodou a důkladně se promíchá.

4.4.2. Pracovní roztok zinku (100 μg/ml)

V odměrné baňce o objemu 200 ml se 20 ml zásobního roztoku (4.4.1) zředí roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2). Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l a důkladně se promíchá.

5. **Přístroje a pomůcky**

Atomový absorpční spektrometr.

Viz metoda 10.4 (5). Atomový absorpční spektrometr musí být vybaven zdrojem záření charakteristického pro zinek (213,8 nm). Spektrometr musí umožňovat provedení korekce na pozadí.

6. **Příprava roztoku k analýze**

6.1. *Výluh zinku*

Viz metody 10.1 nebo 10.2.

6.2. *Příprava zkušebního roztoku*

Viz metoda 10.4 (6.2). Zkušební roztok musí obsahovat 10 % obj. roztoku lanthanité soli (4.3).

7. **Pracovní postup**

7.1. *Příprava slepého roztoku*

Viz metoda 10.4 (7.1). Slepý roztok musí obsahovat 10 % obj. roztoku lanthanité soli použité v 6.2.

7.2. *Příprava kalibračních roztoků*

Viz metoda 10.4 (7.2). Pro optimální rozpětí stanovení od 0 do 5 μg zinku na ml se do sady odměrných baněk o objemu 100 ml napipetuje 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 a 5 ml pracovního roztoku (4.4.2). V případě potřeby se koncentrace kyseliny chlorovodíkové upraví tak, aby byla co nejblíže koncentraci ve zkušebním roztoku. Do každé baňky se přidá 10 ml roztoku lanthanité soli použité v 6.2. Doplní se po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,5 mol/l (4.2) a důkladně se promíchá.

Tyto roztoky obsahují 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 a 5 μg zinku na ml.

7.3. *Stanovení*

Viz metoda 10.4 (7.3). Spektrometr (5) se připraví na měření při vlnové délce 213,8 nm.

8. **Vyjádření výsledků**

Viz metoda 10.4 (8).

Procentuální obsah zinku v hnojivu je dán vzorcem:

$$\text{Zn}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Při použití metody 10.3:

$$\text{Zn}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kde:

Zn je množství zinku v hnojivu (%),

x_s je koncentrace v μg/ml ve zkušebním roztoku;

x_b je koncentrace v μg/ml ve slepém roztoku (7.1);

▼B

V je objem výluhu získaného podle metody 10.1 nebo 10.2 (ml),

D je ředicí faktor odpovídající zředění provedenému v 6.2,

M je hmotnost zkušebního vzorku odebraného podle metody 10.1 nebo 10.2 (g).

Výpočet ředicího faktoru D:

Jsou-li (a_1), (a_2), (a_3), …, (a_i) a (a) poměrné části a jsouli (v_1), (v_2), (v_3),…, (v_i) a (100) odpovídající objemy v ml po příslušných ředicích krocích, pak ředicí faktor D se rovná:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

PŘÍLOHA V

A. **SEZNAM DOKUMENTŮ, KE KTERÝM BY MĚLI VÝROBCI NEBO JEJICH ZÁSTUPCI PŘIHLÉDNOUT PŘI VYPRACOVÁVÁNÍ TECHNICKÉ DOKUMENTACE PRO ZAŘAZENÍ NOVÉHO TYPU HNOJIVA DO PŘÍLOHY I TOHOTO NAŘÍZENÍ**

1. Pokyny pro vypracování technické dokumentace k žádosti o označení hnojiva jako „hnojiva ES“.

   Úřední věstník Evropských společenství C 138 ze dne 20. 5. 1994, s. 4.

2. Směrnice Komise 91/155/EHS ze dne 5. března 1991, kterou se k provedení článku 10 směrnice 88/379/EHS vymezují a stanoví podrobná opatření k systému specifických informací pro nebezpečné přípravky.

   Úřední věstník Evropských společenství L 76/35 ze dne 22. 3. 1991, s. 35.

3. Směrnice Komise 93/112/ES ze dne 10. prosince 1993, kterou se mění směrnice Komise 91/155/EHS, kterou se k provedení článku 10 směrnice 88/379/EHS vymezují a stanoví podrobná opatření k systému specifických informací pro nebezpečné přípravky.

   Úřední věstník Evropských společenství L 314 ze dne 16. 12. 1993, s. 38.

B. **NORMY PRO AKREDITACI LABORATOŘÍ ZPŮSOBILÝCH POSKYTOVAT NEZBYTNÉ SLUŽBY PRO KONTROLU DODRŽOVÁNÍ POŽADAVKŮ TOHOTO NAŘÍZENÍ A JEHO PŘÍLOH U HNOJIV ES**

1. Normy použitelné na úrovni laboratoří:

   EN ISO/IEC 17025 Obecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří.

2. Normy použitelné na úrovni akreditovaných subjektů:

   EN 45003 Systém akreditace kalibračních a zkušebních laboratoří. Obecné požadavky na jeho správu a uznání.