Το έγγραφο αυτό συνιστά βοήθημα τεκμηρίωσης και δεν δεσμεύει τα κοινοτικά όργανα

►B ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΣ (ΕΚ) αριθ. 2003/2003 ΤΟΥ ΕΥΡΩΠΑΪΚΟΥ ΚΟΙΝΟΒΟΥΛΙΟΥ ΚΑΙ ΤΟΥ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟΥ

της 13ης Οκτωβρίου 2003

σχετικά με τα λιπάσματα

(Κείμενο που παρουσιάζει ενδιαφέρον για τον ΕΟΧ)

(ΕΕ L 304 της 21.11.2003, σ. 1)

Τροποποιείται από:

		Επίσημη Εφημερίδα		
		αριθ.	σελίδα	ημερομηνία
►M1	Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 885/2004 του Συμβουλίου, της 26ης Απριλίου 2004	L 168	1	1.5.2004
►M2	Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 2076/2004 της Επιτροπής της 3ης Δεκεμβρίου 2004	L 359	25	4.12.2004
►M3	Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 1791/2006 του Συμβουλίου της 20ής Νοεμβρίου 2006	L 363	1	20.12.2006
►M4	Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 162/2007 της Επιτροπής της 19ης Φεβρουαρίου 2007	L 51	7	20.2.2007
►M5	Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 1107/2008 της Επιτροπής της 7ης Νοεμβρίου 2008	L 299	13	8.11.2008

▼B

ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΣ (ΕΚ) αριθ. 2003/2003 ΤΟΥ ΕΥΡΩΠΑΪΚΟΥ ΚΟΙΝΟΒΟΥΛΙΟΥ ΚΑΙ ΤΟΥ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟΥ

της 13ης Οκτωβρίου 2003

σχετικά με τα λιπάσματα

(Κείμενο που παρουσιάζει ενδιαφέρον για τον ΕΟΧ)

ΤΟ ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΟΒΟΥΛΙΟ ΚΑΙ ΤΟ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟ ΤΗΣ ΕΥΡΩΠΑΪΚΗΣ ΕΝΩΣΗΣ,

Έχοντας υπόψη:

τη συνθήκη για την ίδρυση της Ευρωπαϊκής Κοινότητας, και ιδίως το άρθρο 95,

την πρόταση της Επιτροπής ([1]),

τη γνώμη της Ευρωπαϊκής Οικονομικής και Κοινωνικής Επιτροπής ([2]),

Αποφασίζοντας σύμφωνα με τη διαδικασία του άρθρου 251 της συνθήκης ([3]),

Εκτιμώντας τα ακόλουθα:

(1) Η οδηγία 76/116/ΕΟΚ του Συμβουλίου, της 18ης Δεκεμβρίου 1975, περί προσεγγίσεως των νομοθεσιών των κρατών μελών περί λιπασμάτων ([4]), η οδηγία 80/876/ΕΟΚ του Συμβουλίου, της 15ης Ιουλίου 1980, περί προσεγγίσεως των νομοθεσιών των κρατών μελών σχετικά με τα απλά λιπάσματα με βάση το νιτρικό αμμώνιο και με μεγάλη περιεκτικότητα σε άζωτο ([5]), η οδηγία 87/94/ΕΟΚ της Επιτροπής, της 8ης Δεκεμβρίου 1986, όσον αφορά την προσέγγιση των νομοθεσιών των κρατών μελών σχετικά με τις διαδικασίες για τον έλεγχο των χαρακτηριστικών, των ορίων και της εκρηκτικότητας των απλών λιπασμάτων με βάση το νιτρικό αμμώνιο και με μεγάλη περιεκτικότητα σε άζωτο ([6]) και την οδηγία 77/535/ΕΟΚ της Επιτροπής, της 22ας Ιουνίου 1977, περί προσεγγίσεως των νομοθεσιών των κρατών μελών των σχετικών με τις μεθόδους δειγματοληψίας και αναλύσεως των λιπασμάτων ([7]) έχουν τροποποιηθεί ουσιωδώς αρκετές φορές. Σύμφωνα με την ανακοίνωση της Επιτροπής προς το Ευρωπαϊκό Κοινοβούλιο και το Συμβούλιο «Απλούστερη νομοθεσία για την εσωτερική αγορά» (SLIM) και με το σχέδιο δράσης για την ενιαία αγορά, οι εν λόγω οδηγίες πρέπει, για λόγους σαφήνειας, να καταργηθούν και να αντικατασταθούν από ενιαίο κείμενο.

(2) Η κοινοτική νομοθεσία περί λιπασμάτων έχει πολύ τεχνικό περιεχόμενο. Συνεπώς, ένας κανονισμός αποτελεί το πιό ενδεδειγμένο νομικό μέσο, καθώς επιβάλλει άμεσα στους παρασκευαστές ακριβείς απαιτήσεις εφαρμοστέες ταυτοχρόνως και με τον ίδιο τρόπο σε ολόκληρη την Κοινότητα.

([1]) ΕΕ C 51 E της 26.2.2002, σ. 1 και ΕΕ C 227 E της 24.9.2002, σ. 503.
([2]) ΕΕ C 80 της 3.4.2002, σ. 6.
([3]) Γνώμη του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου της 10ης Απριλίου 2002 (ΕΕ C 127 E της 29.5.2003, σ. 160), κοινή θέση του Συμβουλίου της 14ης Απριλίου 2003 (ΕΕ C 153 E της 1.7.2003, σ. 56) και απόφαση του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου της 2ας Σεπτεμβρίου 2003 (δεν έχει ακόμα δημοσιευθεί στην Επίσημη Εφημερίδα).
([4]) ΕΕ L 24 της 30.1.1976, σ. 21· οδηγία όπως τροποποιήθηκε τελευταία από την οδηγία 98/97/ΕΚ του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου (ΕΕ L 18 της 23.1.1999, σ. 60).
([5]) ΕΕ L 250 της 23.9.1980, σ. 7· οδηγία όπως τροποποιήθηκε από την οδηγία 97/63/ΕΚ του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου (ΕΕ L 335 της 6.12.1997, σ. 15).
([6]) ΕΕ L 38 της 7.2.1987, σ. 1· οδηγία όπως τροποποιήθηκε από την οδηγία 88/126/ΕΟΚ (ΕΕ L 63 της 9.3.1988, σ. 12).
([7]) ΕΕ L 213 της 22.8.1977, σ. 1· οδηγία όπως τροποποιήθηκε τελευταία από την οδηγία 95/8/ΕΚ (ΕΕ L 86 της 20.4.1995, σ. 41).

▼B

(3) Σε κάθε κράτος μέλος, τα λιπάσματα πρέπει να παρουσιάζουν ορισμένα τεχνικά χαρακτηριστικά καθοριζόμενα βάσει υποχρεωτικών διατάξεων. Οι εν λόγω διατάξεις, οι οποίες αφορούν ειδικότερα τη σύνθεση και τον ορισμό των διαφόρων τύπων λιπασμάτων, την ονομασία των διαφόρων τύπων λιπασμάτων, την αναγνώριση και συσκευασία τους, διαφέρουν μεταξύ των κρατών μελών, πράγμα που δημιουργεί φραγμούς για το ενδοκοινοτικό εμπόριο. Συνεπώς, θα πρέπει να εναρμονιστούν.

(4) Δεδομένου ότι ο στόχος της προτεινόμενης δράσης, και συγκεκριμένα η εδραίωση της εσωτερικής αγοράς λιπασμάτων, δεν μπορεί να επιτευχθεί επαρκώς από τα κράτη μέλη χωρίς κοινά τεχνικά κριτήρια και μπορεί, συνεπώς, λόγω της κλίμακας της δράσης, να επιτευχθεί καλύτερα σε κοινοτικό επίπεδο, η Κοινότητα μπορεί να θεσπίσει μέτρα, σύμφωνα με την αρχή της επικουρικότητας του άρθρου 5 της συνθήκης. Σύμφωνα με την αρχή της αναλογικότητας, του ιδίου άρθρου, ο παρών κανονισμός δεν υπερβαίνει τα αναγκαία προς επίτευξη του εν λόγω στόχου.

(5) Είναι αναγκαίο να καθοριστούν σε κοινοτικό επίπεδο η ονομασία, ο ορισμός και η σύνθεση ορισμένων λιπασμάτων («λιπάσματα ΕΚ»).

(6) Θα πρέπει επίσης να θεσπιστούν κοινοτικοί κανόνες για την αναγνώριση, την ανιχνευσιμότητα και την επισήμανση των λιπασμάτων ΕΚ, καθώς επίσης και για το κλείσιμο της συσκευασίας.

(7) Θα πρέπει να θεσπιστεί, σε κοινοτικό επίπεδο, μια διαδικασία ακολουθητέα όταν ένα κράτος μέλος κρίνει αναγκαίο να περιορίσει τη διάθεση λιπασμάτων ΕΚ στην αγορά.

(8) Η παραγωγή λιπασμάτων παρουσιάζει ποικίλες διακυμάνσεις, ανάλογα με τις μεθόδους παραγωγής και τα βασικά υλικά. Παραλλαγές παρατηρούνται επίσης στις διαδικασίες δειγματοληψίας και ανάλυσης. Συνεπώς, θα πρέπει να προβλεφθούν περιθώρια ανοχής για τη δηλωνόμενη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά. Προς το συμφέρον των χρηστών του γεωργικού τομέα, είναι σκόπιμο τα εν λόγω περιθώρια να είναι αρκετά στενά.

(9) Οι επίσημοι έλεγχοι συμμόρφωσης των λιπασμάτων ΕΚ προς τις απαιτήσεις του παρόντος κανονισμού όσον αφορά την ποιότητα και τη σύνθεση θα πρέπει να διενεργούνται από εργαστήρια εγκεκριμένα από τα κράτη μέλη και κοινοποιημένα στην Επιτροπή.

(10) Το νιτρικό αμμώνιο είναι το κύριο συστατικό διαφόρων προϊόντων, μερικά από τα οποία προορίζονται να χρησιμοποιηθούν ως λιπάσματα και άλλα ως εκρηκτικά. Είναι αναγκαίο, λόγω της ιδιαίτερης φύσης των λιπασμάτων νιτρικού αμμωνίου με υψηλή περιεκτικότητα σε άζωτο και των απαιτήσεων που συνεπάγεται για τη δημόσια ασφάλεια, την υγεία και την προστασία των εργαζομένων, να θεσπιστούν πρόσθετοι κοινοτικοί κανόνες για τα λιπάσματα ΕΚ του τύπου αυτού.

(11) Ορισμένα από τα εν λόγω προϊόντα ενδέχεται να είναι επικίνδυνα και θα μπορούσαν ενίοτε να χρησιμοποιηθούν για σκοπούς άλλους από εκείνους για τους οποίους προορίζονταν, πράγμα που μπορεί κάλλιστα να θέσει σε κίνδυνο πρόσωπα και αγαθά. Συνεπώς, οι παρασκευαστές πρέπει να υποχρεωθούν να λαμβάνουν ενδεδειγμένα μέτρα προς αποτροπή τέτοιων χρήσεων και ιδίως να εξασφαλίζουν την ανιχνευσιμότητα των εν λόγω λιπασμάτων.

(12) Προς το συμφέρον της δημόσιας ασφάλειας, είναι ιδιαίτερα σημαντικό να καθοριστούν σε κοινοτικό επίπεδο τα χαρακτηριστικά και οι ιδιότητες που διακρίνουν τα λιπάσματα ΕΚ νιτρικού αμμωνίου με υψηλή περιεκτικότητα σε άζωτο από ποικιλίες νιτρικού αμμωνίου που χρησιμοποιούνται για την παραγωγή εκρηκτικών.

▼B

(13) Τα λιπάσματα ΕΚ νιτρικού αμμωνίου με υψηλή περιεκτικότητα σε άζωτο πρέπει να ανταποκρίνονται σε ορισμένα χαρακτηριστικά ώστε να εξασφαλίζεται ότι είναι αβλαβή. Οι παρασκευαστές θα πρέπει να εξασφαλίζουν ότι όλα τα λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου με υψηλή περιεκτικότητα σε άζωτο έχουν ολοκληρώσει με επιτυχία τις δοκιμές εκρηκτικότητας πριν τη διάθεση των εν λόγω λιπασμάτων στην αγορά.

(14) Πρέπει να θεσπιστούν κανόνες σχετικά με τις μεθόδους των κλειστών θερμικών κύκλων ακόμη και εάν οι μέθοδοι αυτές ενδέχεται να μην προσομοιώνουν αναγκαστικά όλες τις συνθήκες που δημιουργούνται κατά τη μεταφορά και την αποθήκευση.

(15) Τα λιπάσματα μπορούν να περιέχουν ως προσμείξεις ουσίες οι οποίες ενδέχεται να παρουσιάζουν κινδύνους για την υγεία των ανθρώπων και των ζώων καθώς και για το περιβάλλον. Μετά τη γνωμοδότηση της επιστημονικής επιτροπής για την τοξικότητα, την οικοτοξικότητα και το περιβάλλον (SCTEE), η Επιτροπή σκοπεύει να ρυθμίσει την τυχαία παρουσία καδμίου στα ανόργανα λιπάσματα και, εφόσον απαιτείται, να εκπονήσει πρόταση κανονισμού την οποία σκοπεύει να υποβάλει στο Ευρωπαϊκό Κοινοβούλιο και το Συμβούλιο. Εάν κριθεί σκόπιμο, θα αναληφθεί η διενέργεια παρόμοιας μελέτης σχετικά με άλλες προσμείξεις.

(16) Είναι σκόπιμο να προβλεφθεί μια διαδικασία που θα τηρείται από οιονδήποτε παρασκευαστή ή αντιπρόσωπο αυτού που επιθυμεί να συμπεριλάβει ένα νέο τύπο λιπάσματος στο παράρτημα Ι για να χρησιμοποιήσει την ένδειξη «ΛΙΠΑΣΜΑ ΕΚ».

(17) Τα απαιτούμενα μέτρα για την εφαρμογή του παρόντος κανονισμού θεσπίζονται σύμφωνα με την απόφαση 1999/468/ΕΚ του Συμβουλίου, της 28ης Ιουνίου 1999, για τον καθορισμό των όρων άσκησης των εκτελεστικών αρμοδιοτήτων που ανατίθενται στην Επιτροπή [1].

(18) Τα κράτη μέλη καθορίζουν κυρώσεις για την περίπτωση παράβασης των διατάξεων του παρόντος κανονισμού. Δύνανται να προβλέψουν ότι ο παρασκευαστής που παραβαίνει το άρθρο 27 μπορεί να καταβάλει πρόστιμο ίσο με το δεκαπλάσιο της αγοραίας τιμής του φορτίου που δεν τηρεί τις διατάξεις του παρόντος κανονισμού.

(19) Οι οδηγίες 76/116/ΕΟΚ, 77/535/ΕΟΚ, 80/876/ΕΟΚ και 87/94/ΕΟΚ θα πρέπει να καταργηθούν,

ΕΞΕΔΩΣΑΝ ΤΟΝ ΠΑΡΟΝΤΑ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟ:

ΤΙΤΛΟΣ Ι

ΓΕΝΙΚΕΣ ΔΙΑΤΑΞΕΙΣ

ΚΕΦΑΛΑΙΟ Ι

Πεδίο εφαρμογής και ορισμοί

Άρθρο 1

Πεδίο εφαρμογής

Ο παρών κανονισμός εφαρμόζεται στα προϊόντα που διατίθενται στην αγορά ως λιπάσματα με την ένδειξη «λίπασμα ΕΚ».

[1] ΕΕ L 184 της 17.7.1999, σ. 23.

▼B

Άρθρο 2

Ορισμοί

Για τους σκοπούς του παρόντος κανονισμού, ισχύουν οι ακόλουθοι ορισμοί:

α) «λίπασμα»: υλικό του οποίου ο κύριος προορισμός είναι να παρέχει θρεπτικά συστατικά στα φυτά·

β) «κύριο θρεπτικό συστατικό»: μόνον τα στοιχεία άζωτο, φώσφορος και κάλιο·

γ) «δευτερεύον θρεπτικό συστατικό»: τα στοιχεία ασβέστιο, μαγνήσιο, νάτριο και θείο·

δ) «θρεπτικά ιχνοστοιχεία»: τα στοιχεία βόριο, κοβάλτιο, χαλκός, σίδηρος, μαγγάνιο, μολυβδαίνιο και ψευδάργυρος, τα οποία έχουν ουσιαστική σημασία για την ανάπτυξη των φυτών, σε ποσότητες όμως μικρές συγκριτικά με εκείνες των κύριων και δευτερευόντων θρεπτικών συστατικών·

ε) «ανόργανο λίπασμα»: λίπασμα στο οποίο τα δηλούμενα θρεπτικά συστατικά περιέχονται υπό ανόργανη μορφή, που λαμβάνεται με εκχύλιση ή με φυσικές ή/και χημικές διεργασίες. Το ασβεστοκυαναμίδιο, η ουρία και τα προϊόντα συμπύκνωσης και συνδυασμού αυτής, καθώς και τα λιπάσματα που περιέχουν θρεπτικά ιχνοστοιχεία υπό μορφή χηλικού ή άλλου συμπλόκου, μπορούν να θεωρούνται, κατά συνθήκη, ως ανόργανα λιπάσματα·

στ) «θρεπτικό ιχνοστοιχείο υπό μορφή χηλικού συμπλόκου»: θρεπτικό ιχνοστοιχείο συνδεδεμένο με ένα από τα οργανικά μόρια που απαριθμούνται στο τμήμα Ε.3.1 του παραρτήματος Ι·

ζ) «θρεπτικό ιχνοστοιχείο υπό μορφή συμπλόκου»: θρεπτικό ιχνοστοιχείο συνδεδεμένο με ένα από τα μόρια που απαριθμούνται στο τμήμα Ε.3.2 του παραρτήματος Ι·

η) «τύπος λιπασμάτων»: λιπάσματα με κοινή ονομασία τύπου σύμφωνα με το παράρτημα Ι·

θ) «απλό λίπασμα»: αζωτούχο, φωσφορικό ή καλιούχο λίπασμα, με δηλωτέα περιεκτικότητα σε ένα μόνο από τα βασικά θρεπτικά συστατικά·

ι) «σύνθετο λίπασμα»: λίπασμα που λαμβάνεται χημικώς ή με ανάμειξη ή με συνδυασμό των δύο, με δηλωτέα περιεκτικότητα σε δύο τουλάχιστον από τα κύρια θρεπτικά συστατικά·

ια) «σύμπλοκο λίπασμα»: σύνθετο λίπασμα που είναι προϊόν χημικής αντίδρασης, διάλυσης ή, σε στερεά κατάσταση, κοκκοποίησης, με δηλωτέα περιεκτικότητα σε δύο τουλάχιστον από τα κύρια θρεπτικά συστατικά. Στη στερεά του κατάσταση, ο κάθε κόκκος περιέχει όλα τα θρεπτικά συστατικά στη δηλούμενη σύνθεση·

ιβ) «σύμμεικτο λιπασμάτων»: λίπασμα που λαμβάνεται με ξηρή ανάμειξη διαφόρων λιπασμάτων, χωρίς χημική αντίδραση·

ιγ) «δαφυλλικό λίπασμα»: λίπασμα κατάλληλο για εφαρμογή στο φύλλωμα μιας καλλιέργειας, μέσω του οποίου γίνεται και η πρόσληψη των θρεπτικών συστατικών·

ιδ) «γγρό λίπασμα»: λίπασμα σε μορφή αιωρήματος ή διαλύματος·

ιε) «λίπασμα σε μορφή διαλύματος»: υγρό λίπασμα απαλλαγμένο από στερεά σωματίδια·

ιστ) «λίπασμα σε μορφή αιωρήματος»: λίπασμα δύο φάσεων στο οποίο στερεά σωματίδια αιωρούνται μέσα στην υγρή φάση·

ιζ) «δήλωση»: δήλωση της ποσότητας, της μορφής και της διαλυτότητας των θρεπτικών συστατικών, εγγυημένων εντός καθορισμένων ορίων ανοχής·

▼B

ιη) «δηλουμένη περιεκτικότητα»: η περιεκτικότητα λιπάσματος σε ένα στοιχείο ή σε οξείδιό του, η οποία, βάσει της κοινοτικής νομοθεσίας, αναγράφεται σε ετικέτα ή σε συνοδευτικό έγγραφο λιπάσματος ΕΚ·

ιθ) «ανοχή»: η επιτρεπόμενη απόκλιση της μετρούμενης περιεκτικότητας σε ένα θρεπτικό συστατικό από την δηλουμένη περιεκτικότητα·

κ) «ευρωπαϊκό Πρότυπο»: τα πρότυπα CEN (Ευρωπαϊκή Επιτροπή Τυποποίησης) τα οποία έχουν αναγνωριστεί επισήμως από την Κοινότητα και των οποίων τα στοιχεία αναφοράς έχουν δημοσιευθεί στην *Επίσημη Εφημερίδα της Ευρωπαϊκής Ένωσης*·

κα) «συσκευασία»: δοχείο, με χωρητικότητα έως 1 000 kg, το οποίο μπορεί να σφραγιστεί, και το οποίο χρησιμοποιείται για τη φύλαξη, την προστασία, το χειρισμό και τη διανομή του λιπάσματος·

κβ) «χύμα»: λίπασμα το οποίο δεν είναι συσκευασμένο όπως προβλέπεται από τον παρόντα κανονισμό·

κγ) «διάθεση στην αγορά»: η προμήθεια λιπάσματος, επί πληρωμή ή δωρεάν, ή η αποθήκευση με σκοπό την προμήθεια. Η εισαγωγή λιπάσματος στο τελωνειακό έδαφος της Ευρωπαϊκής Κοινότητας θεωρείται ως διάθεση στην αγορά·

κδ) «παρασκευαστής»: το φυσικό ή νομικό πρόσωπο που είναι υπεύθυνο για τη διάθεση ενός λιπάσματος στην αγορά· ειδικότερα, ο παραγωγός, ο εισαγωγέας, ο συσκευαστής που εργάζεται για λογαριασμό του, ή οποιοδήποτε πρόσωπο που μεταβάλλει τα χαρακτηριστικά λιπάσματος, θεωρείται παρασκευαστής. Ωστόσο, ο διανομέας ο οποίος δεν μεταβάλλει τα χαρακτηριστικά του λιπάσματος δεν θεωρείται παρασκευαστής.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ II

Διάθεση στην αγορά

Άρθρο 3

Λίπασμα ΕΚ

Κάθε λίπασμα το οποίο ανήκει σε έναν από τους τύπους λιπασμάτων του παραρτήματος I και το οποίο πληροί τους όρους που καθορίζονται στον παρόντα κανονισμό, μπορεί να χαρακτηρίζεται ως «λίπασμα ΕΚ».

Ο χαρακτηρισμός «λίπασμα ΕΚ» δεν χρησιμοποιείται για λιπάσματα που δεν είναι σύμφωνα με τον παρόντα κανονισμό.

Άρθρο 4

Εγκατάσταση στην Κοινότητα

Ο παρασκευαστής πρέπει να είναι εγκατεστημένος στην Κοινότητα, είναι δε υπεύθυνος για τη συμμόρφωση του «λιπάσματος ΕΚ» προς τις διατάξεις του παρόντος κανονισμού.

Άρθρο 5

Ελεύθερη κυκλοφορία

1. Με την επιφύλαξη του άρθρου 15 και της λοιπής κοινοτικής νομοθεσίας, τα κράτη μέλη δεν απαγορεύουν, περιορίζουν ή εμποδίζουν τη διάθεση στην αγορά λιπασμάτων τα οποία φέρουν το χαρακτηρισμό «λίπασμα ΕΚ» και τα οποία ανταποκρίνονται στις διατάξεις του παρόντος κανονισμού, επικαλούμενα σύνθεση, ενδείξεις αναγνώρισης, επισήμανση ή συσκευασία, καθώς και άλλες διατάξεις του παρόντος κανονισμού.

▼B

2. Τα λιπάσματα που φέρουν το χαρακτηρισμό «λίπασμα ΕΚ» σύμφωνα με τον παρόντα κανονισμό κυκλοφορούν ελεύθερα στο εσωτερικό της Κοινότητας.

Άρθρο 6

Υποχρεωτικές ενδείξεις

1. Προς εκπλήρωση των απαιτήσεων του άρθρου 9, τα κράτη μέλη δύνανται να ορίζουν ότι η αναγραφή της περιεκτικότητας σε άζωτο, φωσφόρο και κάλιο των λιπασμάτων που διατίθενται στην αγορά τους εκφράζεται ως εξής:

α) άζωτο αποκλειστικά σε στοιχειακή μορφή (N), και είτε

β) φώσφορος και κάλιο αποκλειστικά σε στοιχειακή μορφή (P, K), ή

γ) φώσφορος και κάλιο αποκλειστικά υπό μορφή οξειδίων (P_2O_5, K_2O), ή

δ) φώσφορος και κάλιο υπό τις δύο μορφές, στοιχειακή και οξειδίων, ταυτόχρονα.

Όταν επιλέγεται η αναγραφή της περιεκτικότητας σε φώσφορο και κάλιο σε στοιχειακή μορφή, όλες οι υπό μορφή οξειδίων αναφορές που περιέχονται στα παραρτήματα νοούνται ως αναφορές σε στοιχειακή μορφή, για δε τη μετατροπή και τον υπολογισμό χρησιμοποιούνται οι παρακάτω συντελεστές:

α) φώσφορος (P) = πεντοξείδιο του φωσφόρου (P_2O_5) × 0,436,

β) κάλιο (K) = οξείδιο του καλίου (K_2O) × 0,830.

2. Τα κράτη μέλη δύνανται να ορίσουν ότι η σε ασβέστιο, μαγνήσιο, νάτριο και θείο περιεκτικότητα των λιπασμάτων με δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά και, εφόσον πληρούνται οι προϋποθέσεις του άρθρου 17, των λιπασμάτων με κύρια θρεπτικά συστατικά που διατίθενται στην αγορά τους εκφράζεται:

α) υπό μορφή οξειδίων (CaO, MgO, Na_2O, SO_3), ή

β) σε στοιχειακή μορφή (Ca, Mg, Na, S), ή

γ) και με τις δύο μορφές.

Για να μετατραπεί η περιεκτικότητα σε οξείδιο του ασβεστίου, οξείδιο του μαγνησίου, οξείδιο του νατρίου και τριοξείδιο του θείου σε περιεκτικότητα σε ασβέστιο, μαγνήσιο, νάτριο και θείο αντιστοίχως, χρησιμοποιούνται οι παρακάτω συντελεστές:

α) ασβέστιο (Ca) = οξείδιο του ασβεστίου (CaO) × 0,715,

β) μαγνήσιο (Mg) = οξείδιο του μαγνησίου (MgO) × 0,603,

γ) νάτριο (Na) = οξείδιο του νατρίου (Na_2O) × 0,742,

δ) θείο (S) = τριοξείδιο του θείου (SO_3) × 0,400.

Όταν υπολογίζεται η περιεκτικότητα σε οξείδιο ή σε στοιχείο, το αποτέλεσμα που προκύπτει στρογγυλοποιείται προς το πλησιέστερο δεκαδικό ψηφίο για τη δήλωση.

3. Τα κράτη μέλη δεν μπορούν να εμποδίζουν τη διάθεση στην αγορά ενός «λιπάσματος ΕΚ» που περιλαμβάνει επισήμανση και στις δύο μορφές που αναφέρονται στις παραγράφους 1 και 2.

4. Η περιεκτικότητα των λιπασμάτων ΕΚ που ανήκουν στους τύπους λιπασμάτων των τμημάτων Α, Β, Γ και Δ του παραρτήματος Ι σε ένα ή περισσότερα από τα θρεπτικά ιχνοστοιχεία βόριο, κοβάλτιο, χαλκό,

▼B

σίδηρο, μαγγάνιο, μολυβδαίνιο ή ψευδάργυρο, πρέπει να δηλώνεται εφόσον πληρούνται οι εξής προϋποθέσεις:

α) τα θρεπτικά ιχνοστοιχεία προστίθενται τουλάχιστον με τις κατώτατες περιεκτικότητες όπως προσδιορίζονται στα τμήματα Ε.2.2 και Ε.2.3 του παραρτήματος Ι,

β) το λίπασμα ΕΚ εξακολουθεί να πληρεί τις απαιτήσεις των τμημάτων Α, Β, Γ και Δ του παραρτήματος Ι.

5. Όταν τα θρεπτικά ιχνοστοιχεία είναι τα κανονικά συστατικά των πρώτων υλών που προορίζονται για την παροχή των κύριων (N, P, K) και των δευτερευόντων (Ca, Mg, Na, S) θρεπτικών συστατικών, μπορούν προαιρετικά να δηλώνονται, υπό τον όρο ότι αυτά τα θρεπτικά ιχνοστοιχεία απαντώνται τουλάχιστον στις κατώτατες περιεκτικότητες που προσδιορίζονται στα τμήματα Ε.2.2 και Ε.2.3 του παραρτήματος Ι.

6. Η περιεκτικότητα σε θρεπτικά ιχνοστοιχεία δηλώνεται ως εξής:

α) για τα λιπάσματα που ανήκουν στους τύπους λιπασμάτων του τμήματος Ε.1 του παραρτήματος Ι, σύμφωνα με τις απαιτήσεις της στήλης 6 του τμήματος αυτού,

β) για τα μείγματα λιπασμάτων του σημείου α), τα οποία περιέχουν δύο τουλάχιστον διαφορετικά θρεπτικά ιχνοστοιχεία και ανταποκρίνονται στις απαιτήσεις του τμήματος Ε.2.1 του παραρτήματος Ι, και για τα λιπάσματα που ανήκουν στους τύπους λιπασμάτων των τμημάτων Α, Β, Γ και Δ του παραρτήματος Ι, με αναγραφή:

   i) της συνολικής περιεκτικότητας, ως ποσοστού (%) επί της μάζας του λιπάσματος·

   ii) του υδατοδιαλυτού περιεχομένου, ως ποσοστού επί της μάζας του λιπάσματος, όταν το διαλυτό περιεχόμενο είναι το ήμισυ τουλάχιστον του συνολικού.

Όταν ένα θρεπτικό ιχνοστοιχείο μικροσυστατικό είναι πλήρως υδατοδιαλυτό, δηλώνεται μόνο το υδατοδιαλυτό περιεχόμενο.

Όταν ένα θρεπτικό ιχνοστοιχείο συνδέεται χημικώς με οργανικό μόριο, η περιεκτικότητα του θρεπτικού ιχνοστοιχείου στο λίπασμα δηλώνεται αμέσως μετά το υδατοδιαλυτό περιεχόμενο ως ποσοστό (%) επί της μάζας του προϊόντος, με την ένδειξη «σχηματίζει χηλικό σύμπλοκο με …» ή «σχηματίζει σύμπλοκο με …» και με αναφορά του ονόματος του οργανικού μορίου όπως απαντά στο τμήμα Ε.3 του παραρτήματος Ι. Το όνομα του οργανικού μορίου μπορεί να αντικατασταθεί με βραχυγραφία.

Άρθρο 7

Αναγνωριστικές ενδείξεις

1. Οι παρασκευαστές μεριμνούν ώστε στα λιπάσματα ΕΚ να αναγράφονται οι αναγνωριστικές ενδείξεις που απαριθμούνται στο άρθρο 9.

2. Εάν το λίπασμα είναι συσκευασμένο, οι αναγνωριστικές αυτές ενδείξεις αναγράφονται στη συσκευασία ή σε προσαρτημένη ετικέτα. Εάν το λίπασμα είναι χύμα, οι ενδείξεις αυτές πρέπει να αναγράφονται στα συνοδευτικά έγγραφα.

Άρθρο 8

Ανιχνευσιμότητα

Με την επιφύλαξη του άρθρου 26 παράγραφος 3, ο παρασκευαστής, για να εξασφαλίζεται η ανιχνευσιμότητα των λιπασμάτων ΕΚ, τηρεί αρχεία της προέλευσης των λιπασμάτων. Αυτά τα αρχεία θα διατίθενται στα κράτη μέλη για έλεγχο καθόσον διάστημα διατίθεται το λίπασμα στην αγορά, καθώς και για επιπλέον διάστημα δύο ετών αφού ο παρασκευαστής παύσει να το προμηθεύει.

▼B

Άρθρο 9

Ενδείξεις

1. Με την επιφύλαξη άλλων κοινοτικών κανόνων, οι συσκευασίες, οι ετικέτες και τα συνοδευτικά έγγραφα που αναφέρονται στο άρθρο 7 φέρουν τις εξής ενδείξεις:

α) Υποχρεωτικές αναγνωριστικές ενδείξεις

— η ένδειξη «ΛΙΠΑΣΜΑ ΕΚ» με κεφαλαία,

— εφόσον υπάρχει, η ονομασία του τύπου του λιπάσματος, σύμφωνα με το παράρτημα 1,

— προκειμένου για σύμμεικτα λιπάσματα, ο χαρακτηρισμός «σύμμεικτο» επιπλέον της ονομασίας του τύπου,

— οι πρόσθετες ενδείξεις που ορίζονται στα άρθρα 19, 21 ή 23,

— τα θρεπτικά συστατικά αναγράφονται με το όνομα και το κατάλληλο χημικό σύμβολο π.χ. άζωτο (N), φώσφορος (P), πεντοξείδιο του φωσφόρου (P_2O_5), κάλιο (K), οξείδιο του καλίου (K_2O), ασβέστιο (Ca), οξείδιο του ασβεστίου (CaO), μαγνήσιο (Mg), οξείδιο του μαγνησίου (MgO), νάτριο (Na), οξείδιο του νατρίου (Na_2O), θείο (S), τριοξείδιο του θείου (SO_3), βόριο (B), χαλκός (Cu), κοβάλτιο (Co), σίδηρος (Fe), μαγγάνιο (Mn), μολυβδαίνιο (Mo), ψευδάργυρος (Zn),

— εάν το λίπασμα περιέχει θρεπτικά ιχνοστοιχεία εκ των οποίων μερικά ή όλα συνδέονται χημικώς με οργανικό μόριο, η ονομασία του θρεπτικού ιχνοστοιχείου συνοδεύεται από έναν εκ των δύο χαρακτηρισμών που ακολουθούν:

i) «σχηματίζει χηλικό σύμπλοκο με …» (ονομασία του χηλικού παράγοντα ή βραχυγραφία αυτού όπως αναφέρεται στο τμήμα Ε.3.1 του παραρτήματος Ι)·

ii) «σχηματίζει σύμπλοκο με …» (ονομασία του συμπλεκτικού παράγοντα όπως αναφέρεται στο τμήμα Ε.3.2 του παραρτήματος Ι),

— τα θρεπτικά ιχνοστοιχεία που περιέχονται στο λίπασμα, απαριθμούμενα με την αλφαβητική σειρά των χημικών τους συμβόλων: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn,

— οι ειδικές οδηγίες χρήσης για τα προϊόντα που περιλαμβάνονται στα τμήματα Ε.1 και Ε.2 του παραρτήματος Ι,

— οι ποσότητες των υγρών λιπασμάτων, εκφραζόμενες σε μάζα. Η αναγραφή των ποσοτήτων υγρών λιπασμάτων σε όγκο ή σε μάζα προς όγκο (χιλιόγραμμα ανά εκατόλιτρο ή γραμμάρια ανά λίτρο) είναι προαιρετική,

— καθαρή ή μικτή μάζα, και, προαιρετικά, όγκος προκειμένου για υγρά λιπάσματα. Όταν δίδεται η μικτή μάζα, σημειώνεται παραπλεύρως και το απόβαρο,

— η ονομασία ή η εταιρική επωνυμία και η διεύθυνση του παρασκευαστή.

β) Προαιρετικές αναγνωριστικές ενδείξεις

— οι απαριθμούμενες στο παράρτημα Ι,

— οδηγίες σχετικά με την αποθήκευση και το χειρισμό του λιπάσματος, για δε τα λιπάσματα που δεν περιέχονται στο παράρτημα Ι τμήματα Ε.1 και Ε.2, οι ειδικές οδηγίες χρήσης τους,

— ενδείξεις σχετικές με τις δόσεις και τους όρους χρήσης του λιπάσματος ανάλογα με το έδαφος και το είδος της καλλιέργειας,

— το σήμα του παρασκευαστή και η εμπορική περιγραφή του προϊόντος.

▼B

Οι ενδείξεις που αναφέρονται στο στοιχείο β) δεν πρέπει να έρχονται σε αντίθεση με τις αναφερόμενες στο στοιχείο α), πρέπει δε να διαχωρίζονται σαφώς από αυτές.

2. Όλες οι ενδείξεις της παραγράφου 1 πρέπει να διαχωρίζονται σαφώς από κάθε άλλη πληροφορία που αναγράφεται στη συσκευασία, τις ετικέτες και τα συνοδευτικά έγγραφα.

3. Τα υγρά λιπάσματα μπορούν να διατίθενται στην αγορά μόνον εφόσον ο παρασκευαστής παρέχει κατάλληλες πρόσθετες οδηγίες, ιδίως όσον αφορά τη θερμοκρασία αποθήκευσης και την πρόληψη ατυχημάτων κατά την αποθήκευση.

4. Λεπτομερείς κανόνες για την εφαρμογή του παρόντος άρθρου θεσπίζονται σύμφωνα με την κανονιστική διαδικασία που αναφέρεται στο άρθρο 32 παράγραφος 2.

Άρθρο 10

Επισήμανση

1. Οι ετικέτες ή οι ενδείξεις που αναγράφονται στη συσκευασία και περιέχουν τις λεπτομερείς πληροφορίες του άρθρου 9 τοποθετούνται σε εμφανή θέση. Οι ετικέτες πρέπει να είναι στερεωμένες στη συσκευασία ή στο σύστημα που χρησιμοποιείται για το κλείσιμο της συσκευασίας. Εάν το σύστημα αυτό αποτελείται από σφραγίδα, η σφραγίδα αυτή πρέπει να φέρει το όνομα ή το σήμα του συσκευαστή.

2. Οι ενδείξεις της παραγράφου 1 πρέπει να είναι και να παραμένουν ανεξίτηλες και ευανάγνωστες.

3. Για τα λιπάσματα χύμα που αναφέρονται στο άρθρο 7 παράγραφος 2 δεύτερη φράση, το εμπόρευμα πρέπει να συνοδεύεται από αντίγραφα των εγγράφων που περιέχουν τις αναγνωριστικές ενδείξεις, στα οποία να υπάρχει πρόσβαση για τις ανάγκες της επιθεώρησης.

Άρθρο 11

Γλώσσες

Η ετικέτα, οι επί της συσκευασίας ενδείξεις και τα συνοδευτικά έγγραφα πρέπει να είναι συντεταγμένα τουλάχιστον στην ή τις εθνικές γλώσσες του κράτους μέλους όπου το λίπασμα ΕΚ διατίθεται στην αγορά.

Άρθρο 12

Συσκευασία

Για τα συσκευασμένα λιπάσματα ΕΚ, το κλείσιμο της συσκευασίας πρέπει να γίνεται με τέτοιο τρόπο ή μέσο ώστε, μετά το άνοιγμα, το κλείσιμο, η σφραγίδα ή και η ίδια η συσκευασία να καταστρέφονται ανεπανόρθωτα. Επιτρέπεται να χρησιμοποιούνται σάκοι με βαλβίδες.

Άρθρο 13

Περιθώρια ανοχής

1. Το περιεχόμενο των λιπασμάτων ΕΚ σε θρεπτικά συστατικά πρέπει να συμφωνεί με τα περιθώρια ανοχής του παραρτήματος ΙΙ, τα οποία λαμβάνουν υπόψη τις διακυμάνσεις της παρασκευής, της δειγματοληψίας και των αναλύσεων.

2. Ο παρασκευαστής δεν πρέπει να εκμεταλλεύεται συστηματικά τα περιθώρια ανοχής του παραρτήματος ΙΙ.

3. Δεν επιτρέπονται ανοχές για τις ανώτατες και κατώτατες τιμές περιεκτικότητας του παραρτήματος Ι.

▼B

Άρθρο 14

Απαιτήσεις για τα λιπάσματα

Ένας τύπος λιπάσματος μπορεί να περιλαμβάνεται στο παράρτημα I μόνον εάν:

α) παρέχει θρεπτικά συστατικά με αποτελεσματικό τρόπο,

β) προβλέπονται γι' αυτόν κατάλληλες μέθοδοι δειγματοληψίας, ανάλυσης και, εφόσον απαιτείται, δοκιμής.

γ) υπό κανονικές συνθήκες χρήσης, δεν βλάπτει την υγεία των ανθρώπων, των ζώων και των φυτών, ούτε το περιβάλλον.

Άρθρο 15

Ρήτρα διασφάλισης

1. Όταν ένα κράτος μέλος έχει βάσιμους λόγους να πιστεύει ότι ένα συγκεκριμένο λίπασμα ΕΚ, μολονότι ανταποκρίνεται στις απαιτήσεις του παρόντος κανονισμού, συνιστά δυνητικό κίνδυνο για την ασφάλεια ή την υγεία των ανθρώπων, των ζώων ή των φυτών ή κίνδυνο για το περιβάλλον, μπορεί να απαγορεύσει προσωρινά στην επικράτειά του τη διάθεσή του στην αγορά ή να την εξαρτά από ειδικούς όρους. Το κράτος μέλος αυτό ενημερώνει αμέσως σχετικά τα άλλα κράτη μέλη και την Επιτροπή, αναφέροντας τους σχετικούς λόγους.

2. Η Επιτροπή λαμβάνει σχετική απόφαση μέσα σε 90 ημέρες αφότου ενημερωθεί, με τη διαδικασία επιτροπής του άρθρου 32, παράγραφος 2.

3. Οι διατάξεις του παρόντος κανονισμού δεν αποκλείουν τη λήψη μέτρων από την Επιτροπή ή ένα κράτος μέλος τα οποία δικαιολογούνται για λόγους δημόσιας ασφάλειας, με σκοπό την απαγόρευση, τον περιορισμό ή την παρεμπόδιση της διάθεσης λιπασμάτων ΕΚ στην αγορά.

ΤΙΤΛΟΣ II

ΔΙΑΤΑΞΕΙΣ ΓΙΑ ΣΥΓΚΕΚΡΙΜΕΝΟΥΣ ΤΥΠΟΥΣ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ

ΚΕΦΑΛΑΙΟ I

Ανόργανα λιπάσματα με βασικά θρεπτικά συστατικά

Άρθρο 16

Πεδίο εφαρμογής

Το παρόν κεφάλαιο ισχύει για τα στερεά ή υγρά, απλά ή σύνθετα ανόργανα λιπάσματα με κύρια θρεπτικά συστατικά, συμπεριλαμβανομένων όσων περιέχουν δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά ή/και θρεπτικά ιχνοστοιχεία, με την κατώτατη περιεκτικότητα θρεπτικών συστατικών που προβλέπεται στα τμήματα Α, Β, Γ, Ε.2.2 ή Ε.2.3 του παραρτήματος I.

Άρθρο 17

Δήλωση δευτερευόντων θρεπτικών συστατικών σε λιπάσματα με κύρια θρεπτικά συστατικά

Η περιεκτικότητα σε ασβέστιο, μαγνήσιο, νάτριο και θείο ως δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά των λιπασμάτων ΕΚ που ανήκουν στους τύπους λιπασμάτων που απαριθμούνται στα τμήματα Α, Β και Γ του παραρτήματος I μπορεί να δηλώνεται, εφόσον η περιεκτικότητα στα

▼B

στοιχεία αυτά ανέρχεται τουλάχιστον στα παρακάτω ποσοστά:

α) 2 % οξείδιο του ασβεστίου (CaO), δηλαδή 1,4 % Ca,

β) 2 % οξείδιο του μαγνησίου (MgO), δηλαδή 1,2 % Mg,

γ) 3 % οξείδιο του νατρίου (Na_2O), δηλαδή 2,2 % Na,

δ) 5 % τριοξείδιο του θείου (SO_3), δηλαδή 2 % S.

Στην περίπτωση αυτή, στην περιγραφή του τύπου λιπάσματος προστίθενται οι πρόσθετες ενδείξεις που προβλέπονται στο άρθρο 19 παράγραφος 2 σημείο ii).

Άρθρο 18

Ασβέστιο, μαγνήσιο, νάτριο και θείο

1. Η περιεκτικότητα των απαριθμούμενων στα τμήματα Α, Β, και Γ του παραρτήματος Ι λιπασμάτων σε μαγνήσιο, νάτριο και θείο εκφράζεται με έναν από τους ακόλουθους τρόπους:

α) ολική περιεκτικότητα, ως ποσοστό (%) επί της μάζας του λιπάσματος·

β) ολική περιεκτικότητα και περιεκτικότητα σε υδατοδιαλυτό περιεχόμενο, ως ποσοστό % επί της μάζας του λιπάσματος όταν η περιεκτικότητα σε υδατοδιαλυτό περιεχόμενο ανέρχεται στο ένα τέταρτο τουλάχιστον της ολικής περιεκτικότητας·

γ) όταν ένα στοιχείο είναι πλήρως υδατοδιαλυτό, δηλώνεται μόνο η περιεκτικότητα σε υδατοδιαλυτό περιεχόμενο, ως ποσοστό (%) επί της μάζας.

2. Η περιεκτικότητα σε ασβέστιο δηλώνεται μόνον εάν είναι υδατοδιαλυτό, οπότε εκφράζεται ως ποσοστό (%) επί της μάζας του λιπάσματος, εκτός εάν το παράρτημα Ι ορίζει διαφορετικά.

Άρθρο 19

Αναγνωριστικές ενδείξεις

1. Πέραν των υποχρεωτικών αναγνωριστικών ενδείξεων που αναφέρονται στο άρθρο 9 παράγραφος 1 σημείο α), αναγράφονται και οι ενδείξεις που προβλέπονται στις παραγράφους 2, 3, 4, 5 και 6 του παρόντος άρθρου.

2. Στα σύνθετα λιπάσματα, μετά την ένδειξη του τύπου, προστίθενται τα εξής:

i) τα χημικά σύμβολα των δηλούμενων δευτερευόντων θρεπτικών συστατικών, εντός παρενθέσεων και μετά τα σύμβολα των κύριων θρεπτικών συστατικών·

ii) οι αριθμοί που υποδηλώνουν την περιεκτικότητα σε κύρια θρεπτικά συστατικά. Η περιεκτικότητα σε δηλούμενα δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά αναγράφεται εντός παρενθέσεων μετά την περιεκτικότητα σε κύρια θρεπτικά συστατικά.

3. Η ονομασία του τύπου του λιπάσματος μπορεί να συνοδεύεται μόνο από τους αριθμούς που υποδηλώνουν την περιεκτικότητα σε κύρια και δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά.

4. Εφόσον δηλώνονται θρεπτικά ιχνοστοιχεία, αναγράφεται η ένδειξη «με θρεπτικά ιχνοστοιχεία», ή η πρόθεση «με» συνοδευόμενη από το ή τα ονόματα των περιεχόμενων θρεπτικών ιχνοστοιχείων και από τα χημικά τους σύμβολα.

5. Η δηλούμενη περιεκτικότητα σε βασικά και δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά δίδεται ως ποσοστό επί της μάζας σε ακέραιο αριθμό ή, εφόσον κρίνεται αναγκαίο, μέχρις ενός δεκαδικού ψηφίου, εφόσον υπάρχει κατάλληλη μέθοδος ανάλυσης.

▼B

Στα λιπάσματα που περιέχουν περισσότερα από ένα δηλούμενα θρεπτικά συστατικά, η σειρά αναγραφής των μεν βασικών θρεπτικών συστατικών είναι N, P_2O_5 ή/και P, K_2O ή/και K, των δε δευτερευόντων θρεπτικών συστατικών CaO ή/και Ca, MgO ή/και Mg, Na_2O ή/και Na, SO_3 ή/και S.

Η δηλούμενη περιεκτικότητα σε κάθε θρεπτικό ιχνοστοιχείο πρέπει να συνοδεύεται με το όνομα και το σύμβολό του, και να αναγράφεται ως ποσοστό (%) επί της μάζας κατά τα οριζόμενα στα Τμήματα Ε.2.2 και Ε.2.3 του παραρτήματος Ι και σύμφωνα με τις αντίστοιχες διαλυτότητες.

6. Οι μορφές και η διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών εκφράζονται επίσης ως ποσοστό (%) επί της μάζας του λιπάσματος, εκτός εάν στο παράρτημα Ι προβλέπεται ρητώς άλλος τρόπος έκφρασης.

Σημειώνεται με ένα δεκαδικό ψηφίο, εκτός εάν πρόκειται για θρεπτικά ιχνοστοιχεία, οπότε ακολουθούνται τα προβλεπόμενα στα τμήματα Ε.2.2 και Ε.2.3 του παραρτήματος Ι.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΙΙ

Ανόργανα λιπάσματα με δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά

Άρθρο 20

Πεδίο εφαρμογής

Το παρόν κεφάλαιο ισχύει για τα στερεά ή υγρά ανόργανα λιπάσματα με δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά, συμπεριλαμβανομένων όσων περιέχουν θρεπτικά ιχνοστοιχεία, με την κατώτατη περιεκτικότητα που προβλέπεται στα τμήματα Δ, Ε.2.2 και Ε.2.3 του παραρτήματος Ι.

Άρθρο 21

Αναγνωριστικές ενδείξεις

1. Πέραν των υποχρεωτικών αναγνωριστικών ενδείξεων που αναφέρονται στο άρθρο 9 παράγραφος 1 στοιχείο α), αναγράφονται και οι ενδείξεις που προβλέπονται στις παραγράφους 2, 3, 4 και 5 του παρόντος άρθρου.

2. Εάν υπάρχουν δηλωμένα θρεπτικά ιχνοστοιχεία, η ένδειξη «με θρεπτικά ιχνοστοιχεία», ή η πρόθεση «με» συνοδευόμενη από το ή τα ονόματα των περιεχομένων θρεπτικών ιχνοστοιχείων και από τα χημικά τους σύμβολα.

3. Η δηλούμενη περιεκτικότητα σε δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά δίδεται ως ποσοστό (%) επί της μάζας σε ακέραιο αριθμό ή, εφόσον κρίνεται αναγκαίο, μέχρις ενός δεκαδικού ψηφίου, εφόσον υπάρχει κατάλληλη μέθοδος ανάλυσης.

Όταν αναφέρονται περισσότερα από ένα δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά, ακολουθείται η εξής σειρά:

CaO ή/και Ca, MgO ή/και Mg, Na_2O ή/και Na, SO_3 ή/και S.

Η δηλούμενη περιεκτικότητα σε κάθε θρεπτικό μικροστοιχείο πρέπει να συνοδεύεται με το όνομα και το σύμβολό του και να αναγράφεται ως ποσοστό (%) επί της μάζας, κατά τα οριζόμενα στα τμήματα Ε.2.2 και Ε.2.3 του παραρτήματος Ι και σύμφωνα με τη διαλυτότητα.

4. Οι μορφές και η διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών εκφράζονται επίσης ως ποσοστό (%) επί της μάζας του λιπάσματος, εκτός εάν στο παράρτημα Ι προβλέπεται ρητώς άλλος τρόπος αναγραφής.

Σημειώνεται ένα δεκαδικό ψηφίο, εκτός εάν πρόκειται για θρεπτικά ιχνοστοιχεία, οπότε ακολουθούνται τα προβλεπόμενα στα τμήματα Ε.2.2 και Ε.2.3 του παραρτήματος Ι.

▼B

5. Η περιεκτικότητα σε ασβέστιο δηλώνεται μόνον εάν πρόκειται για υδατοδιαλυτό ασβέστιο, εκφραζόμενη ως ποσοστό (%) επί της μάζας του λιπάσματος, εκτός εάν το παράρτημα I ορίζει άλλως.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ III

Ανόργανα λιπάσματα με θρεπτικά μικροσυστατικά

Άρθρο 22

Πεδίο εφαρμογής

Το παρόν κεφάλαιο ισχύει για τα στερεά ή υγρά ανόργανα λιπάσματα με θρεπτικά ιχνοστοιχεία, με την κατώτατη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που προβλέπεται στα τμήματα Ε.1 και Ε.2.1 του παραρτήματος I.

Άρθρο 23

Αναγνωριστικές ενδείξεις

1. Πέραν των υποχρεωτικών αναγνωριστικών ενδείξεων που αναφέρονται στο άρθρο 9 παράγραφος 1 στοιχείο α), αναγράφονται και οι ενδείξεις που προβλέπονται στις παραγράφους 2, 3, 4 και 5 του παρόντος άρθρου.

2. Εάν το λίπασμα περιέχει περισσότερα του ενός θρεπτικά ιχνοστοιχεία, αναγράφεται η ονομασία τύπου «μείγμα θρεπτικών ιχνοστοιχείων», συνοδευόμενη από τα ονόματα των περιεχόμενων θρεπτικών ιχνοστοιχείων και τα χημικά τους σύμβολα.

3. Η δηλούμενη περιεκτικότητα σε δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά δίδεται ως ποσοστό (%) επί της μάζας σε ακέραιο αριθμό ή, εφόσον κρίνεται αναγκαίο, μέχρις ενός δεκαδικού ψηφίου όταν πρόκειται για λιπάσματα που περιέχουν ένα μόνο θρεπτικό ιχνοστοιχείο (τμήμα Ε.1 του παραρτήματος I).

4. Οι μορφές και η διαλυτότητα των θρεπτικών ιχνοστοιχείων εκφράζονται επίσης ως ποσοστό (%) επί της μάζας του λιπάσματος, εκτός εάν στο παράρτημα I προβλέπεται ρητά ότι η περιεκτικότητα αυτή εκφράζεται διαφορετικά.

Ο αριθμός των δεκαδικών ψηφίων για τα θρεπτικά ιχνοστοιχεία προσδιορίζεται σύμφωνα με τα προβλεπόμενα στο τμήμα Ε.2.1 του παραρτήματος I.

5. Στην ετικέτα ή στα συνοδευτικά έγγραφα και, προκειμένου για προϊόντα των τμημάτων Ε.1 και Ε.2.1 του παραρτήματος I, μετά τις υποχρεωτικές και τις προαιρετικές ενδείξεις, προστίθεται το εξής κείμενο:

«Χρησιμοποιείται μόνον σε περίπτωση αναγνωρισμένης ανάγκης. Να μη γίνεται υπέρβαση των ενδεικνυόμενων δόσεων.»

Άρθρο 24

Συσκευασία

Τα λιπάσματα ΕΚ που καλύπτονται από τις διατάξεις του παρόντος κεφαλαίου συσκευάζονται.

▼B

ΚΕΦΑΛΑΙΟ IV

Λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου με υψηλή περιεκτικότητα σε άζωτο

Άρθρο 25

Πεδίο εφαρμογής

Για τους σκοπούς του παρόντος κεφαλαίου, ως απλά ή σύνθετα λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου με υψηλή περιεκτικότητα σε άζωτο νοούνται προϊόντα με βάση το νιτρικό αμμώνιο τα οποία παρασκευάζονται για να χρησιμοποιηθούν ως λιπάσματα και περιέχουν άζωτο σε ποσοστό ανώτερο από 28 % επί της μάζας σε σχέση με το νιτρικό αμμώνιο.

Αυτός ο τύπος λιπάσματος ενδέχεται να περιέχει και ανόργανες ή αδρανείς ουσίες.

Οι ουσίες που χρησιμοποιούνται για την παρασκευή αυτού του τύπου λιπάσματος δεν πρέπει να αυξάνουν την ευαισθησία του στη θερμότητα ούτε την εκρηκτικότητά του.

Άρθρο 26

Μέτρα και έλεγχοι ασφαλείας

1. Οι παρασκευαστές μεριμνούν ώστε τα απλά λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου με υψηλή περιεκτικότητα σε άζωτο να είναι σύμφωνα προς τις διατάξεις του τμήματος 1 του παραρτήματος ΙΙΙ.

2. Στο πλαίσιο των επίσημων ελέγχων απλών λιπασμάτων νιτρικού αμμωνίου με υψηλή περιεκτικότητα σε άζωτο, οι οποίοι προβλέπονται από το παρόν κεφάλαιο, ο έλεγχος, η ανάλυση και η δοκιμή διενεργούνται σύμφωνα με τις μεθόδους που περιγράφονται στο τμήμα 3 του παραρτήματος ΙΙΙ.

3. Για να εξασφαλίζεται η ανιχνευσιμότητα των λιπασμάτων ΕΚ νιτρικού αμμωνίου με υψηλή περιεκτικότητα σε άζωτο που διατίθενται στην αγορά, ο παρασκευαστής τηρεί αρχεία των ονομασιών και των διευθύνσεων των εγκαταστάσεων, καθώς και των φορέων εκμετάλλευσης των εγκαταστάσεων όπου έχουν παρασκευαστεί τα λιπάσματα και τα κύρια συστατικά τους. Αυτά τα αρχεία θα διατίθενται στα κράτη μέλη για έλεγχο καθόσον διάστημα διατίθεται το λίπασμα στην αγορά, καθώς και για επιπλέον διάστημα δύο ετών αφού ο παρασκευαστής παύσει να το διαθέτει.

Άρθρο 27

Δοκιμή εκρηκτικότητας

Με την επιφύλαξη των μέτρων που προβλέπονται στο άρθρο 26, ο παρασκευαστής μεριμνά ώστε κάθε τύπος λιπάσματος ΕΚ νιτρικού αμμωνίου με υψηλή περιεκτικότητα σε άζωτο που διατίθεται στην αγορά να έχει υποστεί με επιτυχία τη δοκιμή εκρηκτικότητας που περιγράφεται στα τμήματα 2 και 3 (μέθοδος 1, σημείο 3) και 4 του παραρτήματος ΙΙΙ του παρόντος κανονισμού. Η δοκιμή αυτή πρέπει να διενεργείται από ένα από τα εγκεκριμένα εργαστήρια που αναφέρονται στο άρθρο 30 παράγραφος 1 ή στο άρθρο 33 παράγραφος 1. Οι παρασκευαστές υποβάλλουν τα αποτελέσματα της δοκιμής στην αρμόδια αρχή του ενδιαφερόμενου κράτους μέλους τουλάχιστον πέντε ημέρες πριν από τη διάθεση του λιπάσματος στην αγορά, ή τουλάχιστον πέντε ημέρες πριν από την άφιξη του λιπάσματος στα σύνορα της Ευρωπαϊκής Κοινότητας σε περίπτωση εισαγωγής του. Στη συνέχεια, ο παρασκευαστής εξακολουθεί να εγγυάται ότι όλες οι προμήθειες σε λίπασμα που διατίθενται στην αγορά είναι σε θέση να υποστούν με επιτυχία την προαναφερόμενη δοκιμή.

▼B

Άρθρο 28

Συσκευασία

Τα λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου με υψηλή περιεκτικότητα σε άζωτο διατίθενται στον τελικό χρήστη μόνον συσκευασμένα.

ΤΙΤΛΟΣ III

ΑΞΙΟΛΟΓΗΣΗ ΤΗΣ ΣΥΜΜΟΡΦΩΣΗΣ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ

Άρθρο 29

Μέτρα ελέγχου

1. Τα κράτη μέλη δύνανται να υποβάλλουν τα λιπάσματα που χαρακτηρίζονται «λίπασμα ΕΚ» σε επίσημα μέτρα ελέγχου προκειμένου να διαπιστώνεται εάν όντως συμμορφώνονται προς τον παρόντα κανονισμό.

Τα κράτη μέλη έχουν τη δυνατότητα να επιβάλλουν τέλη που δεν υπερβαίνουν το κόστος των δοκιμών που απαιτούνται για αυτά τα μέτρα ελέγχου, αλλά αυτό δεν υποχρεώνει τους παρασκευαστές να επαναλαμβάνουν δοκιμές που έχουν πραγματοποιηθεί από εργαστήριο το οποίο πληροί τους όρους του άρθρου 30 και εφόσον η συμμόρφωση του συγκεκριμένου λιπάσματος έχει αποδειχθεί από τη δοκιμή.

2. Τα κράτη μέλη μεριμνούν ώστε οι δειγματοληψίες και αναλύσεις που διενεργούνται στο πλαίσιο των επίσημων ελέγχων λιπασμάτων ΕΚ που ανήκουν στους απαριθμούμενους στο παράρτημα I τύπους λιπασμάτων, να διενεργούνται σύμφωνα με τις μεθόδους που περιγράφονται στα παραρτήματα III και IV.

3. Η συμμόρφωση προς τον παρόντα κανονισμό όσον αφορά τους τύπους λιπασμάτων, τη δηλούμενη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά ή/και τη δηλούμενη περιεκτικότητα εκφραζόμενη ως μορφή και διαλυτότητα των συγκεκριμένων θρεπτικών συστατικών μπορεί να ελέγχεται στο πλαίσιο επίσημων επιθεωρήσεων μόνο με μεθόδους δειγματοληψίας και ανάλυσης που θεσπίζονται σύμφωνα με τα παραρτήματα III και IV και με συνεκτίμηση των ανοχών που προσδιορίζονται στο παράρτημα II.

4. Για την προσαρμογή και τον εκσυγχρονισμό των μεθόδων μέτρησης, δειγματοληψίας και ανάλυσης ακολουθείται η διαδικασία του άρθρου 32 παράγραφος 2, και χρησιμοποιούνται, όποτε είναι δυνατόν, ευρωπαϊκά πρότυπα. Η ίδια διαδικασία ισχύει και για τη θέσπιση των κανόνων εφαρμογής που απαιτούνται για τον καθορισμό των μέτρων ελέγχου που προβλέπονται δυνάμει του παρόντος άρθρου και δυνάμει των άρθρων 8, 26 και 27 του παρόντος κανονισμού. Οι εν λόγω κανόνες αφορούν ειδικότερα το θέμα της συχνότητας με την οποία πρέπει να επαναλαμβάνονται οι δοκιμές, καθώς και τα μέτρα που έχουν ως στόχο να εξασφαλίζουν ότι το λίπασμα που διατίθεται στην αγορά είναι ταυτόσημο με το δοκιμασθέν λίπασμα.

Άρθρο 30

Εργαστήρια

1. Τα κράτη μέλη κοινοποιούν στην Επιτροπή τον κατάλογο των εγκεκριμένων εργαστηρίων της επικράτειάς τους τα οποία είναι αρμόδια για την παροχή των αναγκαίων υπηρεσιών ελέγχου της συμμόρφωσης των λιπασμάτων ΕΚ προς τις απαιτήσεις του παρόντος κανονισμού. Τα εργαστήρια αυτά οφείλουν να πληρούν τα πρότυπα που αναφέρονται στο τμήμα Β του παραρτήματος V. Η κοινοποίηση γίνεται στις 11 Ιουνίου 2004 και με την ευκαιρία κάθε μεταγενέστερης τροποποίησης.

2. Η Επιτροπή δημοσιεύει κατάλογο των εγκεκριμένων εργαστηρίων στην *Επίσημη Εφημερίδα της Ευρωπαϊκής Ένωσης*.

▼B

3. Εάν ένα κράτος μέλος έχει βάσιμους λόγους να πιστεύει ότι ένα εγκεκριμένο εργαστήριο δεν πληροί τις προδιαγραφές που αναφέρονται στην παράγραφο 1, θέτει το θέμα στην επιτροπή που αναφέρεται στο άρθρο 32. Εάν η επιτροπή συμφωνεί ότι το εργαστήριο δεν πληροί τις προδιαγραφές, η Επιτροπή διαγράφει την ονομασία από τον κατάλογο που αναφέρεται στην παράγραφο 2.

4. Η Επιτροπή εκδίδει σχετική απόφαση εντός 90 ημερών από την παραλαβή της πληροφορίας σύμφωνα με τη διαδικασία επιτροπής του άρθρου 32 παράγραφος 2.

5. Η Επιτροπή δημοσιεύει τον τροποποιημένο κατάλογο στην *Επίσημη Εφημερίδα της Ευρωπαϊκής Ένωσης*.

ΤΙΤΛΟΣ IV

ΤΕΛΙΚΕΣ ΔΙΑΤΑΞΕΙΣ

ΚΕΦΑΛΑΙΟ I

Προσαρμογή των παραρτημάτων

Άρθρο 31

Νέα λιπάσματα ΕΚ

1. Για την προσθήκη νέου τύπου λιπάσματος στο παράρτημα I του παρόντος κανονισμού ακολουθείται η διαδικασία κανονιστικής επιτροπής του άρθρου 32 παράγραφος 2.

2. Κάθε παρασκευαστής ή αντιπρόσωπος αυτού που επιθυμεί να προτείνει την προσθήκη νέου τύπου λιπάσματος στο παράρτημα I και, προς το σκοπό αυτόν, πρέπει να καταρτίσει τεχνικό φάκελο, το πράττει λαμβάνοντας υπόψη τα τεχνικά έγγραφα που αναφέρονται στο τμήμα Α του παραρτήματος V.

3. Οι τροποποιήσεις που απαιτούνται για την προσαρμογή των παραρτημάτων στην τεχνική πρόοδο εγκρίνονται με τη διαδικασία επιτροπής του άρθρου 32 παράγραφος 2.

Άρθρο 32

Διαδικασία επιτροπής

1. Η Επιτροπή επικουρείται από επιτροπή.

2. Όπου γίνεται αναφορά στην παρούσα παράγραφο, εφαρμόζονται τα άρθρα 5 και 7 της απόφασης 1999/468/ΕΚ, με την επιφύλαξη του άρθρου 8 της απόφασης αυτής.

Η περίοδος που προβλέπεται στο άρθρο 5 παράγραφος 6 της απόφασης 1999/468/ΕΚ είναι τρεις μήνες.

3. Η επιτροπή θεσπίζει τον εσωτερικό της κανονισμό.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ II

Μεταβατικές διατάξεις

Άρθρο 33

Αρμόδια εργαστήρια

1. Με την επιφύλαξη των διατάξεων του άρθρου 30 παράγραφος 1, τα κράτη μέλη μπορούν, για μια μεταβατική περίοδο μέχρι τις 11 Δεκεμβρίου 2007 να συνεχίζουν να εφαρμόζουν τις εθνικές τους διατάξεις για την εξουσιοδότηση αρμόδιων εργαστηρίων να παρέχουν τις αναγκαίες

▼B

υπηρεσίες ελέγχου της συμμόρφωσης των λιπασμάτων ΕΚ προς τις απαιτήσεις του παρόντος κανονισμού.

2. Τα κράτη μέλη κοινοποιούν τον κατάλογο των εν λόγω εργαστηρίων στην Επιτροπή, παρέχοντας λεπτομέρειες για το οικείο σύστημα χορήγησης αδειών. Η κοινοποίηση γίνεται στις 11 Ιουνίου 2004 και με την ευκαιρία κάθε μεταγενέστερης τροποποίησης.

Άρθρο 34

Συσκευασία και επισήμανση

Με την επιφύλαξη του άρθρου 35 παράγραφος 1, η χρήση των σημάνσεων, συσκευασιών, ετικετών και συνοδευτικών εγγράφων λιπασμάτων ΕΚ, που προβλέπονται στις προϊσχύουσες οδηγίες, μπορεί να συνεχιστεί μέχρι τις 11 Ιουνίου 2005.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ III

Τελικές διατάξεις

Άρθρο 35

Καταργούμενες οδηγίες

1. Οι οδηγίες 76/116/ΕΟΚ, 77/535/ΕΟΚ, 80/876/ΕΟΚ και 87/94/ΕΟΚ καταργούνται.

2. Οι παραπομπές στις καταργούμενες οδηγίες νοούνται ως παραπομπές στον παρόντα κανονισμό. Ειδικότερα, οι παρεκκλίσεις από το άρθρο 7 της οδηγίας 76/116/ΕΟΚ που παραχωρήθηκαν από την Επιτροπή δυνάμει του άρθρου 95 παράγραφος 6 της συνθήκης νοούνται ως παρεκκλίσεις από το άρθρο 5 του παρόντος κανονισμού και συνεχίζουν να παρέχουν αποτελέσματα παρά την έναρξη ισχύος του παρόντος κανονισμού. Εν αναμονή της θέσπισης κυρώσεων δυνάμει του άρθρου 36, τα κράτη μέλη μπορούν να συνεχίζουν να επιβάλλουν τις κυρώσεις για παραβάσεις της εθνικής τους νομοθεσίας δια της οποίας εφαρμόζονται οι αναφερόμενες στην παράγραφο 1 οδηγίες.

Άρθρο 36

Κυρώσεις

Τα κράτη μέλη θεσπίζουν κανόνες για την επιβολή κυρώσεων σε περίπτωση παράβασης των διατάξεων του παρόντος κανονισμού και λαμβάνουν όλα τα αναγκαία μέτρα για την εξασφάλιση της εφαρμογής τους. Οι εν λόγω κυρώσεις πρέπει να είναι αποτελεσματικές, ανάλογες και αποτρεπτικές.

Άρθρο 37

Εθνικές διατάξεις

Τα κράτη μέλη κοινοποιούν στην Επιτροπή εντός στις 11 Ιουνίου 2005, τις εθνικές διατάξεις που θεσπίζουν κατ' εφαρμογή του άρθρου 6 παράγραφοι 1 και 2, του άρθρου 29 παράγραφος 1 και του άρθρου 36 του παρόντος κανονισμού, κοινοποιούν δε στην Επιτροπή χωρίς καθυστέρηση κάθε μεταγενέστερη τροποποίηση των εν λόγω διατάξεων.

Άρθρο 38

Έναρξη ισχύος

Ο παρών κανονισμός αρχίζει να ισχύει 20 ημέρες από τη δημοσίευσή του στην *Επίσημη Εφημερίδα της Ευρωπαϊκής Ένωσης* πλην των

▼B

άρθρων 8 και 26 παράγραφος 3, τα οποία αρχίζουν να ισχύουν στις 11 Ιουνίου 2005.

Ο παρών κανονισμός είναι δεσμευτικός ως προς όλα τα μέρη του και ισχύει άμεσα σε κάθε κράτος μέλος.

▼B

ΠΙΝΑΚΑΣ ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΩΝ

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ I — **Κατάλογος των τύπων λιπασμάτων ΕΚ**

Α. Ανόργανα λιπάσματα βασικών θρεπτικών συστατικών, απλά

Α.1. Αζωτούχα λιπάσματα

Α.2. Φωσφορικά λιπάσματα

Α.3. Καλιούχα λιπάσματα

Β. Ανόργανα λιπάσματα βασικών θρεπτικών συστατικών, σύνθετα

Β.1. Λιπάσματα NPK

Β.2. Λιπάσματα NP

Β.3. Λιπάσματα NK

Β.4. Λιπάσματα PK

Γ. Ανόργανα ρευστά λιπάσματα

Γ.1. Ρευστά λιπάσματα, απλά

Γ.2. Ρευστά λιπάσματα, σύνθετα

Δ. Ανόργανα λιπάσματα δευτερευόντων θρεπτικών συστατικών

Ε. Ανόργανα λιπάσματα θρεπτικών μικροσυστατικών

Ε.1. Λιπάσματα με ένα μόνο θρεπτικό μικροσυστατικό

Ε.1.1. Βόριο

Ε.1.2. Κοβάλτιο

Ε.1.3. Χαλκός

Ε.1.4 Σίδηρος

Ε.1.5. Μαγγάνιο

Ε.1.6. Μολυβδαίνιο

Ε.1.7. Ψευδάργυρος

Ε.2. Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά μικροσυστατικά, σε ποσοστό επί τοις εκατό (%) κατά βάρος λιπάσματος

Ε.3. Κατάλογος των εγκεκριμένων οργανικών χειλικών αντιδραστηρίων και συμπλεκτικών παραγόντων για τα θρεπτικά μικροσυστατικά

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ II — **Ανεκτά περιθώρια διακύμανσης**

1. Απλά ανόργανα λιπάσματα βασικών θρεπτικών συστατικών, απόλυτη τιμή σε ποσοστό επί τοις εκατό κατά μάζα που εκφράζεται ως N, P_2O_5, K_2O, MGO, CL

2. Σύνθετα ανόργανα λιπάσματα βασικών θρεπτικών συστατικών

3. Δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά στα λιπάσματα

4. Θρεπτικά μικροσυστατικά στα λιπάσματα

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ III — **Τεχνικές διατάξεις που αφορούν λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο**

1. Χαρακτηριστικά και οριακές τιμές για απλά λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο

2. Περιγραφή της δοκιμής εκρηκτικότητας σχετικά με τα λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο

3. Μέθοδοι ελέγχου της συμμόρφωσης προς τα όρια που καθορίζονται στα παραρτήματα III-1 και III-2

4. Προσδιορισμός της εκρηκτικότητας

▼B

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ IV — **Μέθοδοι δειγματοληψίας και ανάλυσης**

A. Μέθοδος δειγματοληψίας για τον έλεγχο των λιπασμάτων

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

2. Αρμόδια όργανα για τη δειγματοληψία

3. Ορισμοί

4. Εργαστηριακά σκεύη και όργανα

5. Ποσοτικές απαιτήσεις

6. Οδηγίες σχετικά με τη λήψη, την παρασκευή και τη συσκευασία των δειγμάτων

7. Συσκευασία των τελικών δειγμάτων

8. Πρακτικό δειγματοληψίας

9. Προορισμός των δειγμάτων

B. Μέθοδοι ανάλυσης των λιπασμάτων

ενικές παρατηρήσεις

ενικές διατάξεις για τις μεθόδους ανάλυσης των λιπασμάτων

Μέθοδος 1 — Παρασκευή του δείγματος ανάλυσης

Μέθοδοι 2 — Άζωτο

Μέθοδος 2.1 — Προσδιορισμός του αμμωνιακού αζώτου

Μέθοδοι 2.2 — Προσδιορισμός του νιτρικού και αμμωνιακού αζώτου

Μέθοδος 2.2.1 — Προσδιορισμός του νιτρικού και αμμωνιακού αζώτου κατά Ulsch

Μέθοδος 2.2.2 — Προσδιορισμός του νιτρικού και αμμωνιακού αζώτου κατά Arnd

Μέθοδος 2.2.3 — Προσδιορισμός του νιτρικού και αμμωνιακού αζώτου κατα Devarda

Μέθοδος 2.3 — Προσδιορισμός του ολικού αζώτου

Μέθοδος 2.3.1 — Προσδιορισμός του ολικού αζώτου στο απαλλαγμένο από νιτρικά ασβεστοκυαναμίδιο

Μέθοδος 2.3.2 — Προσδιορισμός του ολικού αζώτου στο ασβεστοκυαναμίδιο που περιέχει νιτρικά

Μέθοδος 2.3.3 — Προσδιορισμός του ολικού αζώτου στην ουρία

Μέθοδος 2.4 — Προσδιορισμός του κυαναμιδικού αζώτου

Μέθοδος 2.5 — Φασματομετρικός προσδιορισμός της διουρίας στην ουρία

Μέθοδος 2.6 — Προσδιορισμός των διαφόρων μορφών αζώτου σε περίπτωση ταυτόχρονης παρουσίας τους στο λίπασμα

Μέθοδος 2.6.1 — Προσδιορισμός των διαφόρων μορφών αζώτου σε περίπτωση αυτόχρονης παρουσίας τους στα λιπάσματα που περιέχουν άζωτο υπό μορφή νιτρική, αμμωνιακή, ουρίας και κυαναμίδιου

Μέθοδος 2.6.2 — Προσδιορισμός των διαφόρων μορφών αζώτου στα λιπάσματα που περιέχουν άζωτο αποκλειστικά υπό μορφή νιτρική, αμμωνιακή και ουρίας

Μέθοδος 3 — Φώσφορος

Μέθοδος 3.1 — Εκχυλίσεις

Μέθοδος 3.1.1 — Εκχύλιση του φωσφόρου του διαλυτού στα ανόργανα οξέα

▼B

Μέθοδος 3.1.2 — Εκχύλιση του φωσφόρου του διαλυτού στο μυρμηκικό οξύ 2 % (20 g ανά λίτρο)

Μέθοδος 3.1.3 — Εκχύλιση του φωσφόρου του διαλυτού στο κιτρικό οξύ 2 % (20 g ανά λίτρο)

Μέθοδος 3.1.4 — Εκχύλιση του φωσφόρου του διαλυτού στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο

Μέθοδοι 3.1.5 — Εκχύλιση με αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο

Μέθοδος 3.1.5.1 — Εκχύλιση του διαλυτού φωσφόρου κατά Petermann στους 65 °C

Μέθοδος 3.1.5.2 — Εκχύλιση του διαλυτού φωσφόρου κατά Petermann σε θερμοκρασία περιβάλλοντος

Μέθοδος 3.1.5.3 — Εκχύλιση του φωσφόρου του διαλυτού στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο Joulie

Μέθοδος 3.1.6 — Εκχύλιση του υδατοδιαλυτού φωσφόρου

Μέθοδος 3.2 — Προσδιορισμός του εκχυλισθέντος φωσφόρου (σταθμική μέθοδος με ωσφορομολυβδαινική κινολίνη)

Μέθοδος 4 — Κάλιο

Μέθοδος 4.1 — Προσδιορισμός της περιεκτικότητας σε υδατοδιαλυτό κάλιο

Μέθοδος 5 — Αίρεται

Μέθοδος 6 — Χλώριο

Μέθοδος 6.1 — Προσδιορισμός των χλωρίδων απουσία οργανικών υλών

Μέθοδοι 7 — Λεπτότητα αλέσματος

Μέθοδος 7.1 — Προσδιορισμός της λεπτότητας αλέσματος (ξηρά διαδικασία)

Μέθοδος 7.2 — Προσδιορισμός της λεπτότητας αλέσματος των μαλακών φυσικών φωσφορικών

Μέθοδοι 8 — Δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά

Μέθοδος 8.1 — Εκχύλιση του ολικού ασβεστίου, του ολικού μαγνησίου, του ολικού νατρίου και του ολικού θείου σε μορφή θειικών ιόντων

Μέθοδος 8.2 — Εκχύλιση του ολικού θείου που απαντά με διάφορες μορφές

Μέθοδος 8.3 — Εκχύλιση του υδατοδιαλυτού ασβεστίου, μαγνησίου, νατρίου και θείου (σε μορφή θειικών ιόντων)

Μέθοδος 8.4 — Εκχύλιση του υδατοδιαλυτού θείου όταν το θείο απαντά με διάφορες μορφές

Μέθοδος 8.5 — Εκχύλιση και προσδιορισμός του στοιχειακού θείου

Μέθοδος 8.6 — Προσδιορισμός του εκχυλισμένου ασβεστίου με μαγγανομετρία μετά από καταβύθιση με τη μορφή του οξαλικού άλατος

Μέθοδος 8.7 — Προσδιορισμός του μαγνησίου με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

Μέθοδος 8.8 — Προσδιορισμός του μαγνησίου συμπλοκομετρικώς

Μέθοδος 8.9 — Προσδιορισμός των θειικών ιόντων

Μέθοδος 8.10 — Προσδιορισμός του εκχυλισμένου νατρίου

Μέθοδοι 9 — Θρεπτικά μικροσυστατικά σε συγκέντρωση μικρότερη ή ίση με 10 %

Μέθοδος 9.1 — Εκχύλιση των ολικών θρεπτικών μικροσυστατικών

Μέθοδος 9.2 — Εκχύλιση των υδατοδιαλυτών θρεπτικών μικροσυστατικών

Μέθοδος 9.3 — Απομάκρυνση των οργανικών ενώσεων από τα εκχυλίσματα λιπασμάτων

▼B

Μέθοδος 9.4	— Προσδιορισμός των θρεπτικών μικροσυστατικών στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης (γενική διαδικασία)
Μέθοδος 9.5	— Προσδιορισμός του βορίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με τη φασματομετρική μέθοδο της αζωμεθίνης-Η
Μέθοδος 9.6	— Προσδιορισμός του κοβαλτίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης
Μέθοδος 9.7	— Προσδιορισμός του χαλκού στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης
Μέθοδος 9.8	— Προσδιορισμός του σιδήρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης
Μέθοδος 9.9	— Προσδιορισμός του μαγγανίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης
Μέθοδος 9.10	— Προσδιορισμός του μολυβδαινίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρική ανάλυση του συμπλοκού που σχηματίζεται με θειοκυανικό αμμώνιο
Μέθοδος 9.11	— Προσδιορισμός του ψευδαργύρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης
Μέθοδοι 10	— Θρεπτικά μικροσυστατικά σε συγκέντρωση μεγαλύτερη από 10 %
Μέθοδος 10.1	— Εκχύλιση των ολικών θρεπτικών μικροσυστατικών
Μέθοδος 10.2	— Εκχύλιση των υδατοδιαλυτών θρεπτικών μικροσυστατικών
Μέθοδος 10.3	— Απομάκρυνση των οργανικών ενώσεων από τα εκχυλίσματα λιπασμάτων
Μέθοδος 10.4	— Προσδιορισμός των θρεπτικών μικροσυστατικών στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης (γενική διαδικασία)
Μέθοδος 10.5	— Προσδιορισμός του βορίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με οξυμετρία
Μέθοδος 10.6	— Προσδιορισμός του κοβαλτίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με τη σταθμική μέθοδο της 1-νιτρωδο-ναφθόλης-2
Μέθοδος 10.7	— Προσδιορισμός του χαλκού στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με ογκομετρική μέθοδο
Μέθοδος 10.8	— Προσδιορισμός του σιδήρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης
Μέθοδος 10.9	— Προσδιορισμός του μαγγανίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με αντίδραση μαγγανιομετρίας
Μέθοδος 10.10	— Προσδιορισμός του μολυβδαινίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με τη σταθμική μέθοδο της 8-υδροξυ-κινολίνης
Μέθοδος 10.11	— Προσδιορισμός του ψευδαργύρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ V

A. Κατάλογος των εγγράφων που πρέπει να συμβουλεύονται οι παρασκευαστές ή οι αντιπρόσωποι αυτών για την κατάρτιση τεχνικού φακέλου για την προσθήκη νέου τύπου λιπάσματος στο παράρτημα I του παρόντος κανονισμού

B. Πρότυπα διαπίστευσης όσον αφορά τα αρμόδια εργαστήρια που έχουν εξουσιοδοτηθεί για να παρέχουν τις αναγκαίες υπηρεσίες ελέγχου συμμόρφωσης των λιπασμάτων εκ προς τις απαιτήσεις του παρόντος κανονισμού και των παραρτημάτων του

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ I

ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΤΩΝ ΤΥΠΩΝ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΕΚ

A. **Ανόργανα λιπάσματα κύριων θρεπτικών συστατικών, απλά**

A.1. *Αζωτούχα λιπάσματα*

Αριθ.	Ονομασία τύπου	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής και τα κύρια συστατικά	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος) Στοιχεία για τον τρόπο έκφρασης των θρεπτικών συστατικών Άλλες απαιτήσεις	Άλλα στοιχεία σχετικά με την ονομασία τύπου	Περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνεται Μορφή και διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών Άλλα κριτήρια
1	2	3	4	5	6
1(α)	Νιτρικό ασβέστιο (νιτρική άσβεστος)	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει ως κύρια συστατικά νιτρικό ασβέστιο και ενδεχομένως νιτρικό αμμώνιο	15 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως ολικό άζωτο ή ως νιτρικό και αμμωνιακό άζωτο. Μέγιστη περιεκτικότητα σε αμμωνιακό άζωτο: 1,5 % N		Ολικό άζωτο *Συμπληρωματικά προαιρετικά στοιχεία:* Νιτρικό άζωτο Αμμωνιακό άζωτο
1(β)	Νιτρικό ασβέστιο και μαγνήσιο (νιτρική άσβεστος και μαγνησία)	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει ως κύρια συστατικά νιτρικό ασβέστιο και νιτρικό μαγνήσιο	13 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως νιτρικό άζωτο. Ελάχιστη περιεκτικότητα μαγνησίου υπό μορφή υδατοδιαλυτών αλάτων και εκφραζόμενου ως οξειδίου του μαγνησίου: 5 % MgO		Νιτρικό άζωτο Υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου
1(γ)	Νιτρικό μαγνήσιο	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει ως κύριο συστατικό εξαένυδρο νιτρικό μαγνήσιο	10 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως νιτρικό άζωτο 14 % MgO Μαγνήσιο εκφραζόμενο ως υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου	Όταν διατίθεται στο εμπόριο υπό μορφή κρυστάλλων, μπορεί να προστεθεί η ένδειξη «σε κρυσταλλική μορφή»	Νιτρικό άζωτο Υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου

▼B

1	2	3	4	5	6
2(α)	Νιτρικό νάτριο (νιτρική σόδα)	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει ως κύριο συστατικό νιτρικό νάτριο	15 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως νιτρικό άζωτο		Νιτρικό άζωτο
2(β)	Νίτρο της Χιλής	Προϊόν που λαμβάνεται δια κατεργασίας ειδικού ορυκτού (caliche) και περιέχει ως κύριο συστατικό νιτρικό νάτριο	15 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως νιτρικό άζωτο		Νιτρικό άζωτο
3(α)	Ασβεστοκυαναμίδιο	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει ως κύρια συστατικά ασβεστοκυαναμίδιο και οξείδιο του ασβεστίου και ενδεχομένως μικρές ποσότητες αμμωνιακών αλάτων και ουρίας	18 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως ολικό άζωτο, του οποίου 75 % τουλάχιστον του δηλωμένου αζώτου ευρίσκεται υπό μορφή κυαναμιδίου		Ολικό άζωτο
3(β)	Ασβεστοκυαναμίδιο με νιτρικά (νιτρωμένο ασβεστοκυαναμίδιο)	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει ως κύριο συστατικό ασβεστοκυαναμίδιο και οξείδιο του ασβεστίου και ενδεχομένως μικρές ποσότητες αλάτων αμμωνίου και ουρίας με πρόσθετα νιτρικά	18 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως ολικό άζωτο, του οποίου 75 % τουλάχιστον του δηλωμένου μη νιτρικού αζώτου ευρίσκεται υπό μορφή κυαναμιδίου. Περιεκτικότητα σε νιτρικό άζωτο: — ελάχιστη: 1 % N — μέγιστη: 3 % N		Ολικό άζωτο Νιτρικό άζωτο
▼M5 4	Θειική αμμωνία	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει θειικό αμμώνιο ως κύριο συστατικό και πιθανώς με έως και 15 % νιτρικό ασβέστιο (νιτρικής ασβέστου).	19,7 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως ολικό άζωτο Μέγιστη περιεκτικότητα νιτρικού αζώτου 2,2 % N, εάν προστίθεται νιτρικό ασβέστιο (νιτρική άσβεστος).	Όταν διατίθεται στο εμπόριο υπό μορφή συνδυασμού θειικού αμμωνίου και νιτρικού ασβεστίου (νιτρικής ασβέστου), η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει την ένδειξη «με έως και 15 % νιτρικό ασβέστιο (νιτρικής ασβέστου)».	Αμμωνιακό άζωτο. Ολικό άζωτο, εάν προστίθεται νιτρικό ασβέστιο (νιτρική άσβεστος).

1	2	3	4	5	6
5	Νιτρική αμμωνία ή ασβεστούχος νιτρική αμμωνία	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει, ως κύριο συστατικό, νιτρικό αμμώνιο δυνάμενο να περιέχει επιβαρυντικές ουσίες όπως τριμμένο ασβεστόλιθο, θειικό ασβέστιο, τριμμένο δολομίτη, θειικό μαγνήσιο, κιζερίτη	20 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως νιτρικό άζωτο και αμμωνιακό άζωτο, κάθε μία δε από τις δύο αυτές μορφές αζώτου πρέπει να αντιπροσωπεύει περίπου το μισό του ενυπάρχοντος αζώτου. Βλέπε παραρτήματα III.1 και III.2 του παρόντος κανονισμού, εάν χρειάζεται.	Η ονομασία «ασβεστούχος νιτρική αμμωνία» δεν πρέπει να χρησιμοποιείται παρά μόνο για λίπασμα που περιέχει, επιπλέον της νιτρικής αμμωνίας, ανθρακικό ασβέστιο (π.χ. ασβεστόλιθο) ή/και ανθρακικό μαγνήσιο και ανθρακικό ασβέστιο (π.χ. δολομίτη). Η ελάχιστη περιεκτικότητα του λιπάσματος στα ανθρακικά αυτά πρέπει να είναι τουλάχιστον 20 %· ο δε βαθμός καθαρότητας αυτών πρέπει να είναι 90 % τουλάχιστον	Ολικό άζωτο Νιτρικό άζωτο Αμμωνιακό άζωτο
6	Νιτροθειική αμμωνία	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει ως κύρια συστατικά νιτρικό αμμώνιο και θειικό αμμώνιο	25 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως αμμωνιακό άζωτο και νιτρικό. Ελάχιστη περιεκτικότητα σε νιτρικό άζωτο: 5 %		Ολικό άζωτο Αμμωνιακό άζωτο Νιτρικό άζωτο
7	Νιτροθειικό μαγνήσιο	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει ως κύρια συστατικά νιτρικό αμμώνιο, θειικό αμμώνιο και θειικό μαγνήσιο	19 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως άζωτο αμμωνιακό και νιτρικό. Ελάχιστη περιεκτικότητα σε νιτρικό άζωτο: 6 % N 5 % MgO Μαγνήσιο υπό μορφή υδατοδιαλυτών αλάτων εκφραζόμενο ως οξείδιο του μαγνησίου		Ολικό άζωτο Αμμωνιακό άζωτο Νιτρικό άζωτο Υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου
8	Αζωτούχο λίπασμα με μαγνήσιο	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει ως κύρια συστατικά νιτρικά αμμωνιακά άλατα και σύνθετα άλατα μαγνησίου (δολομίτη, ανθρακικό μαγνήσιο ή/και θειικό μαγνήσιο)	19 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως άζωτο αμμωνιακό και νιτρικό. Ελάχιστη περιεκτικότητα σε νιτρικό άζωτο: 6 % N 5 % MgO Μαγνήσιο εκφραζόμενο ως ολικό οξείδιο του μαγνησίου		Ολικό άζωτο Αμμωνιακό άζωτο Νιτρικό άζωτο Ολικό οξείδιο του μαγνησίου και ενδεχομένως υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου

▼B

1	2	3	4	5	6
9	Ουρία	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει ως κύριο συστατικό διαμίδιο του ανθρακικού οξέος (καρβαμίδιο)	44 % N Ολικό ουρικό άζωτο (που περιλαμβάνει διουρία). Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: 1,2 %		Ολικό άζωτο, εκφραζόμενο ως ουρικό άζωτο
10	Κροτωνυλιδενοδιουρία	Προϊόν αντιδράσεως της ουρίας με κροτωνική αλδεΰδη Μονομερές	28 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως ολικό άζωτο Τουλάχιστον 25 % N κροτωνυλιδενο-διουρίας 3 % ουρικό άζωτο κατ' ανώτατο όριο		Ολικό άζωτο Ουρικό άζωτο, εφόσον η αναλογία του φθάνει το 1 % κατά βάρος Άζωτο κροτωνυλιδενοδιουρίας
11	Ισουβουτυλιδενοδιουρία	Προϊόν αντιδράσεως της ουρίας με ισοβουτυρική αλδεΰδη Μονομερές	28 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως ολικό άζωτο Τουλάχιστον 25 % N ισοβουτυλιδενοδιουρίας 3 % ουρικό άζωτο κατ' ανώτατο όριο		Ολικό άζωτο Ουρικό άζωτο, εφόσον η αναλογία του φθάνει το 1 % κατά βάρος Άζωτο ισοβουτυλιδενοδιουρίας
12	Φορμαλδεϋδουρία	Προϊόν αντιδράσεως της ουρίας με φορμαλδεΰδη, το οποίο περιέχει ως κύρια συστατικά μόρια φορμαλδεϋδουρίας Πολυμερές	36 % Άζωτο εκφραζόμενο ως ολικό άζωτο Τουλάχιστον $^{3}/_{5}$ της δηλωμένης περιεκτικότητας σε ολικό άζωτο πρέπει να διαλύεται σε θερμό νερό Τουλάχιστον 31 % N φορμαλδεϋδουρίας 5 % ουρικό άζωτο κατ' ανώτατο όριο		Ολικό άζωτο Ουρικό άζωτο, εφόσον η αναλογία του φθάνει το 1 % κατά βάρος Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας διαλυτό σε ψυχρό νερό Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας διαλυτό μόνο σε θερμό νερό
13	Αζωτούχο λίπασμα που περιέχει κροτωνυλιδενοδιουρία	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει κροτωνυλιδενοδιουρία και ένα απλό αζωτούχο λίπασμα [Κατάλογος Α-1, εξαιρουμένων των προϊόντων 3(α), 3(β) και 5]	18 % N εκφραζόμενου ως ολικού αζώτου Τουλάχιστον 3 % αζώτου υπό αμμωνιακή ή/και νιτρική ή/και ουρική μορφή Τουλάχιστον $^{1}/_{3}$ της δηλωμένης περιεκτικότητας σε ολικό άζωτο		Ολικό άζωτο Για κάθε μορφή που περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 %: νιτρικό άζωτο αμμωνιακό άζωτο Ουρικό άζωτο

1	2	3	4	5	6
			πρέπει να προέρχεται από την κροτωνυλιδενοδιουρία Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: (ουρικό N + N κροτωνυλιδενοδιουρίας) × 0,026		Άζωτο κροτωνυλιδενοδιουρίας
14	Αζωτούχο λίπασμα περιέχον ισοβουτυλιδενοδιουρία	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει ισοβουτυλιδενοδιουρία και ένα απλό αζωτούχο λίπασμα [Κατάλογος Α-1, εξαιρουμένων των προϊόντων 3(α), 3(β) και 5]	18 % N εκφραζόμενου ως ολικού αζώτου Τουλάχιστον 3 % αζώτου υπό αμμωνιακή ή/και νιτρική ή/και ουρική μορφή Τουλάχιστον $^1/_3$ της δηλωμένης περιεκτικότητας σε ολικό άζωτο πρέπει να προέρχεται από την ισοβουτυλιδενοδιουρία Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: (ουρικό N + N ισοβουτυλιδενοδιουρίας) × 0,026		Ολικό άζωτο Για κάθε μορφή που περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 %: νιτρικό άζωτο αμμωνιακό άζωτο ουρικό άζωτο Άζωτο ισοβουτυλιδενοδιουρίας
15	Αζωτούχο λίπασμα περιέχον φορμαλδεϋδουρία	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και περιέχει φορμαλδεϋδουρία και ένα απλό αζωτούχο λίπασμα [Κατάλογος Α-1, εξαιρουμένων των προϊόντων 3(α), 3(β) και 5]	18 % N εκφραζόμενου ως ολικού αζώτου Τουλάχιστον 3 % αζώτου υπό αμμωνιακή ή/και νιτρική ή/και ουρική μορφή Τουλάχιστον $^1/_3$ της δηλωμένης περιεκτικότητας σε ολικό άζωτο πρέπει να προέρχεται από τη φορμαλδεϋδουρία Το άζωτο της φορμαλδεϋδουρίας πρέπει να περιέχει τουλάχιστον $^3/_5$ αζώτου διαλυτού σε θερμό νερό Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: (ουρικό N + N φορμαλδεϋδουρίας) × 0,026		Ολικό άζωτο Για κάθε μορφή που περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 %: νιτρικό άζωτο αμμωνιακό άζωτο ουρικό άζωτο Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας διαλυτό σε ψυχρό νερό Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας διαλυτό μόνο σε θερμό νερό

▼B

1	2	3	4	5	6
▼M5 ———					
▼B ►M5 16 ◄	Θειική αμμωνίαουρία	Προϊόν που λαμβάνεται χημικώς από ουρία και θειικό αμμώνιο	30 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως αμμωνιακό και ουρικό άζωτο Ελάχιστη περιεκτικότητα σε αμμωνιακό άζωτο: 4 % Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θείο εκφραζόμενο ως τριοξείδιο του θείου: 12 % Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: 0,9 %		Ολικό άζωτο Αμμωνιακό άζωτο Ουρικό άζωτο Υδατοδιαλυτό τριοξείδιο του θείου
►M5 ——— ◄					

▼B

A.2. *Φωσφορικά λιπάσματα*

Για τα λιπάσματα που πωλούνται υπό μορφή κόκκων και έχουν περιορισμό ως προς τη λεπτότητα αλέσματος (λιπάσματα αριθ. 1, 3, 4, 5, 6 και 7), ο προσδιορισμός του μεγέθους αυτού γίνεται με μια κατάλληλη μέθοδο ανάλυσης.

Αριθ.	Ονομασία τύπου	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής και τα κύρια συστατικά	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος) Στοιχεία για τον τρόπο έκφρασης των θρεπτικών συστατικών Άλλες απαιτήσεις	Άλλα στοιχεία σχετικά με την ονομασία τύπου	Περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνεται Μορφή και διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών Άλλα κριτήρια
1	2	3	4	5	6
1	Σκωρίες αποφωσφατώσεως: — φωσφορικά άλατα Thomas — σκωρίες Thomas	Προϊόν λαμβανόμενο δια κατεργασίας των σκωριών αποφωσφατώσεως του χυτοσιδήρου που περιέχει ως κύρια συστατικά φωσφοροπυριτικές ενώσεις του ασβεστίου	12 % P_2O_5 Φωσφόρος εκφραζόμενος ως πεντοξείδιο του φωσφόρου διαλυτό στα ανόργανα οξέα, το 75 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε πεντοξείδιο του φωσφόρου πρέπει να είναι διαλυτό στο κιτρικό οξύ 2 % ή 10 % P_2O_5 Φωσφόρος εκφραζόμενος ως πεντοξείδιο του φωσφόρου διαλυτό στο κιτρικό οξύ 2 % Λεπτότητα αλέσματος — το 75 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm — το 96 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,630 mm		Ολικό πεντοξείδιο του φωσφόρου (διαλυτό στα ανόργανα οξέα), 75 % του οποίου (επί τοις % κατά βάρος) πρέπει να είναι διαλυτό στο κιτρικό οξύ 2 % (για εμπορία στη Γαλλία, Ιταλία, Ισπανία, Πορτογαλία, Ελλάδα ►**M1** , Τσεχική Δημοκρατία, Εσθονία, Κύπρος, Λετονία, Λιθουανία, Ουγγαρία, Μάλτα, Πολωνία, Σλοβενία, Σλοβακία, ◄ ►**M3** Βουλγαρία και Ρουμανία ◄) Ολικό πεντοξείδιο του φωσφόρου (διαλυτό στα ανόργανα οξέα) και πεντοξείδιο του φωσφόρου διαλυτό στο κιτρικό οξύ 2 % (για εμπορία στο Ηνωμένο Βασίλειο) Πεντοξείδιο του φωσφόρου διαλυτό στο κιτρικό οξύ 2 % (για εμπορία στη Γερμανία, Βέλγιο, Δανία, Ιρλανδία, Λουξεμβούργο, Κάτω Χώρες και Αυστρία)
2(α)	Υπερφωσφορικό απλό	Προϊόν που λαμβάνεται δι' επιδράσεως θειικού οξέος επί λειοτριβημένου φωσφορικού ορυκτού και το οποίο περιέχει φωσφορικό μονοασβέστιο ως κύριο συστατικό καθώς και θειικό ασβέστιο	16 % P_2O_5 Φωσφόρος εκφραζόμενος ως P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο, το 93 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι υδατοδιαλυτό Δείγμα ελέγχου: 1 g		Πεντοξείδιο του φωσφόρου διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο Υδατοδιαλυτό πεντοξείδιο του φωσφόρου

▼B

1	2	3	4	5	6
2(β)	Υπερφωσφορικό συμπυκνωμένο	Προϊόν που λαμβάνεται δι' επιδράσεως θειικού και φωσφορικού οξέος επί λειοτριβημένου φωσφορικού ορυκτού και που περιέχει ως κύριο συστατικό φωσφορικό μονοασβέστιο καθώς και θειικό ασβέστιο	25 % P_2O_5 Φωσφόρος εκφραζόμενος ως P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο, το 93 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι υδατοδιαλυτό Δείγμα ελέγχου: 1 g		Πεντοξείδιο του φωσφόρου διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο Υδατοδιαλυτό πεντοξείδιο του φωσφόρου
▼M2 2(γ)	Υπερφωσφορικό τριπλό	Προϊόν που λαμβάνεται δι' επιδράσεως φωσφορικού οξέος επί λειοτριβημένου φωσφορικού ορυκτού και το οποίο περιέχει φωσφορικό μονοασβέστιο ως κύριο συστατικό	38 % P_2O_5 Φωσφόρος εκφραζόμενος ως P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο, το 85 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι υδατοδιαλυτό Δείγμα ελέγχου: 3 g		Πεντοξείδιο του φωσφόρου διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο Υδατοδιαλυτό πεντοξείδιο του φωσφόρου
▼B 3	Μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά	Προϊόν που λαμβάνεται δια μερικής διαλυτοποίησης λειοτριβημένου φυσικού φωσφορικού με θειικό ή φωσφορικό οξύ και που περιέχει ως κύρια συστατικά φωσφορικό μονοασβέστιο, φωσφορικό τριασβέστιο και θειικό ασβέστιο	20 % P_2O_5 Φωσφόρος εκφραζόμενος ως P_2O_5 διαλυτό στα ανόργανα οξέα, το 40 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι υδατοδιαλυτό Λεπτότητα αλέσματος: — το 90 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm — το 98 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,630 mm		Ολικό πεντοξείδιο του φωσφόρου (διαλυτό στα ανόργανα οξέα) Υδατοδιαλυτό πεντοξείδιο του φωσφόρου

1	2	3	4	5	6
4	Διένυδρο όξινο φωσφορικό ασβέστιο εκ καθιζήσεως	Προϊόν που λαμβάνεται δια καθιζήσεως διαλυτοποιημένου φωσφορικού οξέος που είχε ληφθεί από φωσφορικό ορυκτό ή από οστά και που περιέχει ως κύριο συστατικό το διένυδρο όξινο φωσφορικό ασβέστιο	38 % P_2O_5 Φωσφόρος εκφραζόμενος ως P_2O_5 διαλυτό στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο (Petermann) Λεπτότητα αλέσματος: — το 90 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm — το 98 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,630 mm		Πεντοξείδιο του φωσφόρου διαλυτό στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο
5	Διασπασμένα φωσφορικά	Προϊόν που λαμβάνεται δια θερμικής κατεργασίας λειοτριβημένων φυσικών φωσφορικών με αλκαλικές ενώσεις και πυριτικό οξύ και που περιέχει ως κύρια συστατικά φωσφορικό αλκαλιασβέστιο καθώς επίσης και πυριτικό ασβέστιο	25 % P_2O_5 Φωσφόρος εκφραζόμενος ως P_2O_5 διαλυτό στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο (Petermann) Λεπτότητα αλέσματος: — το 75 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm — το 96 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,630 mm		Πεντοξείδιο του φωσφόρου διαλυτό στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο
6	Φωσφορικό αργιλασβέστιο	Άμορφο προϊόν που λαμβάνεται δια θερμικής κατεργασίας και λειοτριβήσεως και που περιέχει ως κύρια συστατικά φωσφορικά ασβεστίου και αργιλίου	30 % P_2O_5 Φωσφόρος εκφραζόμενος ως P_2O_5 διαλυτό στα ανόργανα οξέα, το 75 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι διαλυτό στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο (Joulie) Λεπτότητα αλέσματος: — το 90 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm — το 98 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,630 mm		Ολικό πεντοξείδιο του φωσφόρου (διαλυτό στα ανόργανα οξέα) Πεντοξείδιο του φωσφόρου διαλυτό στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο

▼B

1	2	3	4	5	6
7	Φυσικό φωσφορικό μαλακό	Προϊόν που λαμβάνεται δια λειοτριβήσεως μαλακών φωσφορικών ορυκτών και που περιέχει ως κύρια συστατικά φωσφορικό τριασβέστιο και ανθρακικό ασβέστιο	25 % P_2O_5 Φωσφόρος εκφραζόμενος ως P_2O_5 διαλυτό στα ανόργανα οξέα, το 55 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι διαλυτό στο μυρμηκικό οξύ 2 % Λεπτότητα αλέσματος: — το 90 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm — το 99 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,125 mm		Ολικό πεντοξείδιο του φωσφόρου (διαλυτό στα ανόργανα οξέα) Πεντοξείδιο του φωσφόρου διαλυτό στο μυρμηκικό οξύ 2 % Το ποσοστό κατά βάρος του υλικού που δύναται να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm

A.3. *Καλιούχα λιπάσματα*

Αριθ.	Ονομασία τύπου	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής και τα κύρια συστατικά	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος) Στοιχεία για τον τρόπο έκφρασης των θρεπτικών συστατικών Άλλες απαιτήσεις	Άλλα στοιχεία σχετικά με την ονομασία τύπου	Περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνεται Μορφή και διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών Άλλα κριτήρια
1	2	3	4	5	6
1	Καϊνίτης	Προϊόν λαμβανόμενο από ακατέργαστα άλατα καλίου	10 % K_2O Κάλιο εκφραζόμενο ως υδατοδιαλυτό K_2O 5 % MgO Μαγνήσιο υπό μορφή υδατοδιαλυτών αλάτων, εκφραζόμενο ως οξείδιο του μαγνησίου	Μπορούν να προστεθούν οι συνήθεις εμπορικές ονομασίες	Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου Υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου

▼B

1	2	3	4	5	6
2	Εμπλουτισμένος καϊνίτης	Προϊόν λαμβανόμενο από ακατέργαστα άλατα καλίου εμπλουτισμένα δι' αναμείξεως με χλωριούχο κάλιο	18 % K_2O Κάλιο εκφραζόμενο ως υδατοδιαλυτό K_2O	Μπορούν να προστεθούν οι συνήθεις εμπορικές ονομασίες	Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου Προαιρετική μνεία της περιεκτικότητας σε υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου όταν είναι πάνω από 5 % MgO
3	Χλωριούχο κάλιο	Προϊόν λαμβανόμενο από ακατέργαστα άλατα καλίου, το οποίο περιέχει ως κύριο συστατικό χλωριούχο κάλιο	37 % K_2O Κάλιο εκφραζόμενο ως υδατοδιαλυτό K_2O	Μπορούν να προστεθούν οι συνήθεις εμπορικές ονομασίες	Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου
4	Χλωριούχο κάλιο περιέχον άλατα μαγνησίου	Προϊόν λαμβανόμενο από ακατέργαστα άλατα καλίου με προσθήκη αλάτων μαγνησίου, το οποίο περιέχει ως κύρια συστατικά χλωριούχο κάλιο και άλατα μαγνησίου	37 % K_2O Κάλιο εκφραζόμενο ως υδατοδιαλυτό K_2O 5 % MgO Μαγνήσιο υπό μορφή υδατοδιαλυτών αλάτων, εκφραζόμενο ως οξείδιο του		Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου Υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου
5	Θειικό κάλιο	Χημικώς λαμβανόμενο προϊόν από άλατα καλίου, το οποίο περιέχει ως κύριο συστατικό θειικό κάλιο	47 % K_2O Κάλιο εκφραζόμενο ως υδατοδιαλυτό K_2O. Μέγιστη περιεκτικότητα σε χλώριο: 3 % Cl		Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου Προαιρετική μνεία της περιεκτικότητας σε χλώριο
6	Θειικό κάλιο περιέχον άλατα μαγνησίου	Χημικώς λαμβανόμενο προϊόν από άλατα καλίου με ενδεχόμενη προσθήκη αλάτων μαγνησίου, το οποίο περιέχει ως κύρια συστατικά θειικό κάλιο και θειικό μαγνήσιο	22 % K_2O Κάλιο εκφραζόμενο ως υδατοδιαλυτό K_2O 8 % MgO Μαγνήσιο υπό μορφή υδατοδιαλυτών αλάτων, εκφραζόμενο ως οξείδιο του μαγνησίου. Μέγιστη περιεκτικότητα σε χλώριο: 3 % Cl	Μπορούν να προστεθούν οι συνήθεις εμπορικές ονομασίες	Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου Υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου Προαιρετική μνεία της περιεκτικότητας σε χλώριο

▼B

1	2	3	4	5	6
7	Κιζερίτης με προσθήκη θειικού καλίου	Προϊόν λαμβανόμενο από κιζερίτη εμπλουτισμένο με θειικό κάλιο	8 % MgO Μαγνήσιο εκφραζόμενο ως υδατοδιαλυτό MgO 6 % K_2O Κάλιο εκφραζόμενο ως υδατοδιαλυτό K_2O Σύνολο MgO + K_2O: 20 % Μέγιστη περιεκτικότητα σε χλώριο: 3 % Cl	Μπορούν να προστεθούν οι συνήθεις εμπορικές ονομασίες	Υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου Προαιρετική μνεία της περιεκτικότητας σε χλώριο

B. **Ανόργανα λιπάσματα βασικών θρεπτικών συστατικών, σύνθετα**

B.1. *Λιπάσματα NPK*

B.1.1.	Ονομασία τύπου:	Λιπάσματα NPK
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο ή δι' αναμείξεως, χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης.
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος):	— Ολική: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: 3 % N, 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Ολικό άζωτο (2) Νιτρικό άζωτο (3) Αμμωνιακό άζωτο (4) Ουρικό άζωτο (5) Κυαναμιδικό άζωτο	(1) Υδατοδιαλυτό P_2O_5 (2) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο (3) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο και στο νερό (4) P_2O_5 διαλυτό μόνο στα ανόργανα οξέα (5) P_2O_5 διαλυτό στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο (Petermann) (6 α) P_2O_5 διαλυτό στα ανόργανα οξέα· το 75 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι διαλυτό στο κιτρικό οξύ 2 % (6 β) P_2O_5διαλυτό στο κιτρικό οξύ 2 % (7) P_2O_5 διαλυτό στα ανόργανα οξέα· το 75 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι διαλυτό στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο (Joulie) (8) P_2O_5 διαλυτό στα ανόργανα οξέα· το 55 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι διαλυτό στο μυρμηκικό οξύ 2 %	Υδατοδιαλυτό K_2O	(1) Ολικό άζωτο (2) Εάν κάποια από τις μορφές αζώτου (2) έως (5) περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 % κατά βάρος, πρέπει να δηλώνεται (3) Εάν είναι άνω του 28 %, βλέπε παράρτημα III.2	1. Λίπασμα NPK απαλλαγμένο από σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά, φωσφορικό αργιλασβέστιο, μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά και μαλακά φυσικά φωσφορικά, πρέπει να δηλώνεται σύμφωνα με τις διαλυτότητες (1), (2) ή (3): — όταν το υδατοδιαλυτό P_2O_5 δεν φθάνει το 2 %, δηλώνεται μόνο η διαλυτότητα (2)· — όταν η αναλογία του υδατοδιαλυτού P_2O_5 φθάνει τουλάχιστον το 2 %, δηλώνεται η διαλυτότητα (3) και αναφέρεται υποχρεωτικά η περιεκτικότητα σε υδατοδιαλυτό P_2O_5 [διαλυτότητα (1)]. Η περιεκτικότητα σε P_2O_5 διαλυτό μόνο στα ανόργανα οξέα δεν πρέπει να υπερβαίνει το 2 %. Για τον παρόντα τύπο 1, το δείγμα ελέγχου για τον προσδιορισμό των διαλυτοτήτων (2) και (3) είναι 1 g. 2(α) Λίπασμα NPK που περιέχει μαλακά φυσικά φωσφορικά ή μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά πρέπει να είναι απαλλαγμένο από σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά και φωσφορικό αργιλασβέστιο. Δηλώνεται σύμφωνα με τις διαλυτότητες (1), (3) και (4) Λίπασμα αυτού του τύπου πρέπει να περιέχει:	(1) Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου (2) Η ένδειξη «φτωχό σε χλώριο» συνδέεται με μέγιστη περιεκτικότητα Cl 2 % (3) Η περιεκτικότητα σε χλώριο μπορεί να δηλώνεται

1	2	3	4	5	6
				— τουλάχιστον 2 % P_2O_5 διαλυτό μόνο στα ανόργανα οξέα [διαλυτότητα (4)]·	
				— τουλάχιστον 5 % P_2O_5 διαλυτό στο νερό και στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο [διαλυτότητα (3)]·	
				— τουλάχιστον 2,5 % υδατοδιαλυτό P_2O_5 [διαλυτότητα (1)].	
				Αυτός ο τύπος λιπάσματος πρέπει να διατίθεται στην αγορά με την ένδειξη «Λίπασμα NPK περιέχον μαλακά φυσικά φωσφορικά» ή «Λίπασμα NPK περιέχον μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά». Για τον παρόντα τύπο 2(α), το δείγμα ελέγχου για τον προσδιορισμό της διαλυτότητας (3) είναι 3 g.	
Λεπτότητα αλέσματος των κυρίων συστατικών περιεχόντων φωσφόρο:					
Σκωρίες Thomas:	το 75 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm				
Φωσφορικό αργιλασβέστιο:	το 90 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm				
Διασπασμένα φωσφορικά:	το 75 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm				
Μαλακά φυσικά φωσφορικά:	το 90 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm				
Μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά:	το 90 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm				
				2(β) Λίπασμα NPK που περιέχει φωσφορικό αργιλασβέστιο πρέπει να είναι απαλλαγμένο από σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά, μαλακά φυσικά φωσφορικά και μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά.	
				Δηλώνεται σύμφωνα με τις διαλυτότητες (1) και (7), της τελευταίας εφαρμοζόμενης μετά την αφαίρεση της διαλυτότητας στο νερό.	
				Λίπασμα αυτού του τύπου πρέπει να περιέχει:	
				— τουλάχιστον 2 % υδατοδιαλυτό P_2O_5 [διαλυτότητα (1)],	
				— τουλάχιστον 5 % P_2O_5 σύμφωνα με τη διαλυτότητα (7).	
				Αυτός ο τύπος λιπάσματος πρέπει να διατίθεται στην αγορά με την ένδειξη «Λίπασμα ΝΠΚ περιέχον φωσφορικό	

1	2	3	4	5	6
				αργιλασβέστιο». 3. Για τα λιπάσματα NPK που περιέχουν μόνο έναν από τους παρακάτω τύπους φωσφορικών λιπασμάτων: σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά, φωσφορικό αργιλασβέστιο, μαλακά φυσικά φωσφορικά, η ονομασία τύπου πρέπει να ακολουθείται από ένδειξη που να αναφέρει το είδος του φωσφορικού συστατικού. Η δήλωση της διαλυτότητας του P_2O_5 πρέπει να γίνεται σύμφωνα με τις εξής διαλυτότητες: — για λιπάσματα με κύριο συστατικό σκωρίες Thomas: διαλυτότητα (6 α) (Γαλλία, Ιταλία, Ισπανία, Πορτογαλία, Ελλάδα ►**M1** , Τσεχική Δημοκρατία, Εσθονία, Κύπρος, Λετονία, Λιθουανία, Ουγγαρία, Μάλτα, Πολωνία, Σλοβενία, Σλοβακία, ◄ ►**M3** Βουλγαρία, Rumænien ◄), (6 β) (Γερμανία, Βέλγιο, Δανία, Ιρλανδία, Λουξεμβούργο, Κάτω Χώρες, Ηνωμένο Βασίλειο και Αυστρία)· — για λιπάσματα με κύριο συστατικό διασπασμένα φωσφορικά: διαλυτότητα (5)· — για λιπάσματα με κύριο συστατικό φωσφορικό αργιλασβέστιο: διαλυτότητα (7)· — για λιπάσματα με βασικό συστατικό μαλακά φυσικά φωσφορικά: διαλυτότητα (8).	

B.1.2.	Ονομασία τύπου:	Λίπασμα NPK περιέχον κροτωνυλιδενοδιουρία ή ισοβουτυλιδενοδιουρία ή φορμαλδεϋδουρία (κατά περίπτωση)
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης, το οποίο περιέχει κροτωνυλιδενοδιουρία ή ισοβουτυλιδενοδιουρία ή φορμαλδεϋδουρία
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος):	— Ολική: 20 % ($N + P_2O_5 + K_2O$)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: — 5 % N. Το $^1/_4$ τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε ολικό άζωτο πρέπει να προέρχεται από άζωτο της μορφής (5) ή (6) ή (7). Τα $^3/_5$ τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε άζωτο (7) πρέπει να είναι διαλυτά σε θερμό νερό, — 5 % P_2O_5, — 5 % K_2O.

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Ολικό άζωτο (2) Νιτρικό άζωτο (3) Αμμωνιακό άζωτο (4) Ουρικό άζωτο (5) Άζωτο κροτωνυλιδενοδιουρίας (6) Άζωτο ισοβουτυλιδενοδιουρίας (7) Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας (8) Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας διαλυτό μόνο σε θερμό νερό (9) Άζωτο φορμαλδεϋ-	(1) Υδατοδιαλυτό P_2O_5 (2) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο (3) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο και στο νερό	Υδατοδιαλυτό K_2O	(1) Ολικό άζωτο (2) Εάν κάποια από τις μορφές αζώτου (2) έως (4) περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 % κατά βάρος, πρέπει να δηλώνεται (3) Μία από τις μορφές αζώτου (5) έως (7) (κατά περίπτωση). Η μορφή αζώτου (7) πρέπει να δηλώνεται υπό μορφή αζώτου (8) και (9)	Λίπασμα NPK απαλλαγμένο από σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά, φωσφορικό αργιλασβέστιο, μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά και φυσικά φωσφορικά, πρέπει να δηλώνεται σύμφωνα με τις διαλυτότητες (1), (2) ή (3): — όταν το υδατοδιαλυτό P_2O_5 δεν φθάνει το 2 %, δηλώνεται μόνο η διαλυτότητα (2)· — όταν η αναλογία του υδατοδιαλυτού P_2O_5 φθάνει τουλάχιστον το 2 %, δηλώνεται η διαλυτότητα (3) και αναφέρεται υποχρεωτικά η περιεκτικότητα σε υδατοδιαλυτό P_2O_5 [διαλυτότητα (1)]. Η περιεκτικότητα σε P_2O_5 διαλυτό μόνο στα ανόργανα οξέα δεν πρέπει να υπερβαίνει το 2 %.	(1) Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου (2) Η ένδειξη «φτωχό σε χλώριο» συνδέεται με μέγιστη περιεκτικότητα Cl 2 % (3) Η περιεκτικότητα σε χλώριο μπορεί να δηλώνεται.

1	2	3	4	5	6
δουρίας διαλυτό σε ψυχρό νερό				Το δείγμα ελέγχου για τον προσδιορισμό των διαλυτοτήτων (2) και (3) είναι 1 g.	

B.2. *Λιπάσματα NP*

B.2.1.	Ονομασία τύπου:	Λιπάσματα NP
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο ή δι' αναμείξεως, χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης.
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος):	— Ολική: 18 % ($N + P_2O_5$)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: 3 % N, 5 % P_2O_5.

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Ολικό άζωτο (2) Νιτρικό άζωτο (3) Αμμωνιακό άζωτο (4) Ουρικό άζωτο (5) Κυαναμιδικό άζωτο	(1) Υδατοδιαλυτό P_2O_5 (2) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο (3) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο και στο νερό (4) P_2O_5 διαλυτό μόνο στα ανόργανα οξέα (5) P_2O_5 διαλυτό στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο (Petermann)		(1) Ολικό άζωτο (2) Εάν κάποια από τις μορφές αζώτου (2) έως (5) περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 % κατά βάρος, πρέπει να δηλώνεται	1. Λίπασμα NP απαλλαγμένο από σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά, φωσφορικό αργιλασβέστιο, μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά και μαλακά φυσικά φωσφορικά, πρέπει να δηλώνεται σύμφωνα με τις διαλυτότητες (1), (2) ή (3): — όταν το υδατοδιαλυτό P_2O_5 δεν φθάνει το 2 %, δηλώνεται μόνο η διαλυτότητα (2)· — όταν η αναλογία του υδατοδιαλυ-	

1	2	3	4	5	6
	(6α) P_2O_5 διαλυτό στα ανόργανα οξέα· το 75 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι διαλυτό στο κιτρικό οξύ 2 % (6β) P_2O_5 διαλυτό στο κιτρικό οξύ 2 % (7) P_2O_5 διαλυτό στα ανόργανα οξέα· το 75 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι διαλυτό στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο (Joulie) (8) P_2O_5 διαλυτό στα ανόργανα οξέα· το 55 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι διαλυτό στο μυρμηκικό οξύ 2 %			τού P_2O_5 φθάνει τουλάχιστον το 2 %, δηλώνεται η διαλυτότητα (3) και αναφέρεται υποχρεωτικά η περιεκτικότητα σε υδατοδιαλυτό P_2O_5 [διαλυτότητα (1)]. Η περιεκτικότητα σε P_2O_5 διαλυτό μόνο στα ανόργανα οξέα δεν πρέπει να υπερβαίνει το 2 %. Για τον παρόντα τύπο 1, το δείγμα ελέγχου για τον προσδιορισμό των διαλυτοτήτων (2) και (3) είναι 1 g. 2(α) Λίπασμα NP που περιέχει μαλακά φυσικά φωσφορικά ή μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά πρέπει να είναι απαλλαγμένο από σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά και φωσφορικό αργιλασβέστιο. Δηλώνεται σύμφωνα με τις διαλυτότητες (1), (3) και (4). Λίπασμα αυτού του τύπου πρέπει να περιέχει: — τουλάχιστον 2 % P_2O_5 διαλυτό μόνο στα ανόργανα οξέα [διαλυτότητα (4)]· — τουλάχιστον 5 % P_2O_5 διαλυτό στο νερό και στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο [διαλυτότητα (3)]· — τουλάχιστον 2,5 % υδατοδιαλυτό P_2O_5 [διαλυτότητα (1)]. Αυτός ο τύπος λιπάσματος πρέπει να διατίθεται στην αγορά με την ένδειξη «Λίπασμα NP περιέχον μαλακά φυσικά φωσφορικά» ή «Λίπασμα NP περιέχον μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά». Για τον παρόντα τύπο 2(α), το δείγμα ελέγχου για τον προσδιορισμό της διαλυτότητας (3) είναι 3 g.	

1	2	3	4	5	6
Λεπτότητα αλέσματος των βασικών συστατικών περιεχόντων φωσφόρο:				2(β) Λίπασμα NP που περιέχει φωσφορικό αργιλασβέστιο πρέπει να είναι απαλλαγμένο από σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά, μαλακά φυσικά φωσφορικά και μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά.	
Σκωρίες Thomas:	το 75 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm			Δηλώνεται σύμφωνα με τις διαλυτότητες (1) και (7), της τελευταίας εφαρμοζόμενης μετά την αφαίρεση της διαλυτότητας στο νερό.	
Φωσφορικό αργιλασβέστιο:	το 90 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm			Λίπασμα αυτού του τύπου πρέπει να περιέχει:	
Διασπασμένα φωσφορικά:	το 75 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm			— τουλάχιστον 2 % υδατοδιαλυτό P_2O_5 [διαλυτότητα (1)]·	
Μαλακά φυσικά φωσφορικά:	το 90 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm			— τουλάχιστον 5 % P_2O_5 σύμφωνα με τη διαλυτότητα (7).	
Μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά:	το 90 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm			Αυτός ο τύπος λιπάσματος πρέπει να διατίθεται στην αγορά με την ένδειξη «Λίπασμα NP περιέχον φωσφορικό αργιλασβέστιο».	
				3. Για τα λιπάσματα NP που περιέχουν μόνο έναν από τους παρακάτω τύπους φωσφορικών λιπασμάτων: σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά, φωσφορικό αργιλασβέστιο, μαλακά φυσικά φωσφορικά, η ονομασία τύπου πρέπει να ακολουθείται από ένδειξη που να αναφέρει το είδος του φωσφορικού συστατικού.	
				Η δήλωση της διαλυτότητας του P_2O_5 πρέπει να γίνεται σύμφωνα με τις εξής διαλυτότητες:	
				— για λιπάσματα με βασικό συστατικό σκωρίες Thomas: διαλυτότητα (6α) (Γαλλία, Ιταλία, Ισπανία, Πορτογαλία, Ελλάδα ►**M1** , Τσεχική Δημοκρατία, Εσθονία, Κύπρος, Λετονία, Λιθουανία, Ουγγαρία, Μάλτα, Πολωνία, Σλοβενία, Σλοβακία, ◄ ►**M3** Βουλγαρία, Ρουμανία ◄), (6β) (Γερμανία, Βέλγιο, Δανία, Ιρλανδία, Λουξεμβούργο, Κάτω	

1	2	3	4	5	6
				Χώρες, Ηνωμένο Βασίλειο και Αυστρία)· — για λιπάσματα με κύριο συστατικό διασπασμένα φωσφορικά: διαλυτότητα (5)· — για λιπάσματα με κύριο συστατικό φωσφορικό αργιλασβέστιο: διαλυτότητα (7)· — για λιπάσματα με κύριο συστατικό μαλακά φυσικά φωσφορικά: διαλυτότητα (8).	

B.2.2.	Ονομασία τύπου:	Λίπασμα NP περιέχον κροτωνυλιδενοδιουρία ή ισοβουτυλιδενοδιουρία ή φορμαλδεϋδουρία (κατά περίπτωση)
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης, το οποίο περιέχει κροτωνυλιδενοδιουρία ή ισοβουτυλιδενοδιουρία ή φορμαλδεϋδουρία
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος):	— Ολική: 18 % ($N + P_2O_5$)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: — 5 % N. Το $^1/_4$ τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε ολικό άζωτο πρέπει να προέρχεται από άζωτο της μορφής (5) ή (6) ή (7). Τα $^3/_5$ τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε άζωτο (7) πρέπει να είναι διαλυτά σε θερμό νερό, — 5 % P_2O_5.

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Ολικό άζωτο (2) Νιτρικό άζωτο (3) Αμμωνιακό άζωτο (4) Ουρικό άζωτο (5) Άζωτο κροτωνυλιδενοδιουρίας (6) Άζωτο ισοβουτυλιδενοδιουρίας (7) Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας (8) Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας διαλυτό μόνο σε θερμό νερό (9) Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας διαλυτό σε ψυχρό νερό	(1) Υδατοδιαλυτό P_2O_5 (2) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο (3) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο και στο νερό		(1) Ολικό άζωτο (2) Εάν κάποια από τις μορφές αζώτου (2) έως (4) περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 % κατά βάρος, πρέπει να δηλώνεται (3) Μία από τις μορφές αζώτου (5) έως (7) (κατά περίπτωση). Η μορφή αζώτου (7) πρέπει να δηλώνεται υπό μορφή αζώτου (8) και (9)	Λίπασμα NP απαλλαγμένο από σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά, φωσφορικό αργιλασβέστιο, μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά και φυσικά φωσφορικά, πρέπει να δηλώνεται σύμφωνα με τις διαλυτότητες (1), (2) ή (3): — όταν το υδατοδιαλυτό P_2O_5 δεν φθάνει το 2 %, δηλώνεται μόνο η διαλυτότητα (2)· — όταν η αναλογία του υδατοδιαλυτού P_2O_5 φθάνει τουλάχιστον το 2 %, δηλώνεται η διαλυτότητα (3) και αναφέρεται υποχρεωτικά η περιεκτικότητα σε υδατοδιαλυτό P_2O_5 [διαλυτότητα (1)]. Η περιεκτικότητα σε P_2O_5 διαλυτό μόνο στα ανόργανα οξέα δεν πρέπει να υπερβαίνει το 2 %. Το δείγμα ελέγχου για τον προσδιορισμό των διαλυτοτήτων (2) και (3) είναι 1 g.	

B.3. *Λιπάσματα NK*

B.3.1.	Ονομασία τύπου:	Λιπάσματα NK
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο ή δι' αναμείξεως, χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης.
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος):	— Ολική: 18 % (N + K_2O)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: 3 % N, 5 % K_2O.

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Ολικό άζωτο (2) Νιτρικό άζωτο (3) Αμμωνιακό άζωτο (4) Ουρικό άζωτο (5) Κυαναμιδικό άζωτο		Υδατοδιαλυτό K_2O	(1) Ολικό άζωτο (2) Εάν κάποια από τις μορφές αζώτου (2) έως (5) περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 % κατά βάρος, πρέπει να δηλώνεται		(1) Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου (2) Η ένδειξη «φτωχό σε χλώριο» συνδέεται με μέγιστη περιεκτικότητα Cl 2 % (3) Η περιεκτικότητα σε χλώριο μπορεί να δηλώνεται

B.3.2.	Ονομασία τύπου:	Λίπασμα NK περιέχον κροτωνυλιδενοδιουρία ή ισοβουτυλιδενοδιουρία ή φορμαλδεϋδουρία (κατά περίπτωση)
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης, το οποίο περιέχει κροτωνυλιδενοδιουρία ή ισοβουτυλιδενοδιουρία ή φορμαλδεϋδουρία
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος):	— Ολική: 18 % (N + K_2O)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: — 5 % N Το $^1/_4$ τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε ολικό άζωτο πρέπει να προέρχεται από άζωτο της μορφής (5) ή (6) ή (7). Τα $^3/_5$ τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε άζωτο (7) πρέπει να είναι διαλυτά σε θερμό νερό, — 5 % K_2O.

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Ολικό άζωτο (2) Νιτρικό άζωτο (3) Αμμωνιακό άζωτο (4) Ουρικό άζωτο (5) Άζωτο κροτωνυλιδενοδιουρίας (6) Άζωτο ισοβουτυλιδενοδιουρίας (7) Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας (8) Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας διαλυτό μόνο σε θερμό νερό (9) Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας διαλυτό σε ψυχρό νερό		Υδατοδιαλυτό K_2O	(1) Ολικό άζωτο (2) Εάν κάποια από τις μορφές αζώτου (2) έως (4) περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 % κατά βάρος, πρέπει να δηλώνεται (3) Μία από τις μορφές αζώτου (5) έως (7) (κατά περίπτωση). Η μορφή αζώτου (7) πρέπει να δηλώνεται υπό μορφή αζώτου (8) και (9)		(1) Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου (2) Η ένδειξη «φτωχό σε χλώριο» συνδέεται με μέγιστη περιεκτικότητα Cl 2 % (3) Η περιεκτικότητα σε χλώριο μπορεί να δηλώνεται

B.4. *Λιπάσματα PK*

Ονομασία τύπου:	Λιπάσματα PK.
Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο ή δι' αναμείξεως, χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης.
Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος):	— Ολική: 18 % (P_2O_5 + K_2O)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Υδατοδιαλυτό P_2O_5 (2) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο (3) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο και στο νερό (4) P_2O_5 διαλυτό μόνο στα ανόργανα οξέα (5) P_2O_5 διαλυτό στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο (Petermann) (6 α) P_2O_5 διαλυτό στα ανόργανα οξέα· το 75 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι διαλυτό στο κιτρικό οξύ 2 % (6 β) P_2O_5 διαλυτό στο κιτρικό οξύ 2 % (7) P_2O_5 διαλυτό στα ανόργανα οξέα· το 75 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι διαλυτό στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο (Joulie) (8) P_2O_5 διαλυτό στα ανόργανα οξέα· το 55 % τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε P_2O_5 πρέπει να είναι διαλυτό στο μυρμηκικό οξύ 2 %	Υδατοδιαλυτό K_2O		1. Λίπασμα PK απαλλαγμένο από σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά, φωσφορικό αργιλασβέστιο, μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά και μαλακά φυσικά φωσφορικά, πρέπει να δηλώνεται σύμφωνα με τις διαλυτότητες (1), (2) ή (3): — όταν το υδατοδιαλυτό P_2O_5 δεν φθάνει το 2 %, δηλώνεται μόνο η διαλυτότητα (2)· — όταν η αναλογία του υδατοδιαλυτού P_2O_5 φθάνει τουλάχιστον το 2 %, δηλώνεται η διαλυτότητα (3) και αναφέρεται υποχρεωτικά η περιεκτικότητα σε υδατοδιαλυτό P_2O_5 [διαλυτότητα (1)]. Η περιεκτικότητα σε P_2O_5 διαλυτό μόνο στα ανόργανα οξέα δεν πρέπει να υπερβαίνει το 2 %. Για τον παρόντα τύπο 1, το δείγμα ελέγχου για τον προσδιορισμό των διαλυτοτήτων (2) και (3) είναι 1 g. 2(α) Λίπασμα PK που περιέχει μαλακά φυσικά φωσφορικά ή μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά πρέπει να είναι απαλλαγμένο από σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά και φωσφορικό αργιλασβέστιο. Δηλώνεται σύμφωνα με τις διαλυτότητες (1), (3) και (4). Λίπασμα αυτού του τύπου πρέπει να περιέχει:	(1) Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου (2) Η ένδειξη «φτωχό σε χλώριο» συνδέεται με μέγιστη περιεκτικότητα Cl 2 % (3) Η περιεκτικότητα σε χλώριο μπορεί να δηλώνεται

1	2	3	4	5	6
				— τουλάχιστον 2 % de P_2O_5 διαλυτό μόνο στα ανόργανα οξέα [διαλυτότητα (4)]·	
				— τουλάχιστον 5 % de P_2O_5 διαλυτό στο νερό και στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο [διαλυτότητα (3)]·	
				— τουλάχιστον 2,5 % υδατοδιαλυτό P_2O_5 [διαλυτότητα (1)].	
				Αυτός ο τύπος λιπάσματος πρέπει να διατίθεται στην αγορά με την ένδειξη «Λίπασμα PK περιέχον μαλακά φυσικά φωσφορικά» ή «Λίπασμα PK περιέχον μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά».	
				Για τον παρόντα τύπο 2(α), το δείγμα ελέγχου για τον προσδιορισμό της διαλυτότητας (3) είναι 3 g.	
Λεπτότητα αλέσματος των βασικών συστατικών περιεχόντων φωσφόρο:				2(β) Λίπασμα PK που περιέχει φωσφορικό αργιλασβέστιο πρέπει να είναι απαλλαγμένο από σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά και μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά.	
Σκωρίες Thomas:	το 75 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm			Δηλώνεται σύμφωνα με τις διαλυτότητες (1) και (7), της τελευταίας εφαρμοζόμενης μετά την αφαίρεση της διαλυτότητας στο νερό.	
Φωσφορικό αργιλασβέστιο:	το 90 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm			Λίπασμα αυτού του τύπου πρέπει να περιέχει:	
Διασπασμένα φωσφορικά:	το 75 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm			— τουλάχιστον 2 % υδατοδιαλυτό P_2O_5 [διαλυτότητα (1)]·	
Μαλακά φυσικά φωσφορικά:	το 90 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm			— τουλάχιστον 5 % P_2O_5 σύμφωνα με τη διαλυτότητα (7).	
Μερικώς διαλυτοποιημένα φυσικά φωσφορικά:	το 90 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,160 mm			Αυτός ο τύπος λιπάσματος πρέπει να διατίθεται στην αγορά με την ένδειξη «Λίπασμα PK περιέχον φωσφορικό αργιλασβέστιο».	
				3. Για τα λιπάσματα PK που περιέχουν μόνο έναν από τους παρακάτω τύπους φωσφορικών λιπασμάτων: σκωρίες Thomas, διασπασμένα φωσφορικά,	

1	2	3	4	5	6
				φωσφορικό αργιλασβέστιο, μαλακά φυσικά φωσφορικά, η ονομασία τύπου πρέπει να ακολουθείται από ένδειξη που να αναφέρει το είδος του φωσφορικού συστατικού. Η δήλωση της διαλυτότητας του P_2O_5 πρέπει να γίνεται σύμφωνα με τις εξής διαλυτότητες: — για λιπάσματα με βασικό συστατικό σκωρίες Thomas: διαλυτότητα (6 α) (Γαλλία, Ιταλία, Ισπανία, Πορτογαλία, Ελλάδα ►**M1** , Τσεχική Δημοκρατία, Εσθονία, Κύπρος, Λετονία, Λιθουανία, Ουγγαρία, Μάλτα, Πολωνία, Σλοβενία, Σλοβακία, ◄ ►**M3** Βουλγαρία, Ρουμανία ◄), (6 β) (Γερμανία, Βέλγιο, Δανία, Ιρλανδία, Λουξεμβούργο, Κάτω Χώρες, Ηνωμένο Βασίλειο και Αυστρία)· — για λιπάσματα με βασικό συστατικό διασπασμένα φωσφορικά: διαλυτότητα (5)· — για λιπάσματα με βασικό συστατικό φωσφορικό αργιλασβέστιο: διαλυτότητα (7)· — για λιπάσματα με βασικό συστατικό μαλακά φυσικά φωσφορικά: διαλυτότητα (8).	

▼B

Γ. **Ανόργανα ρευστά λιπάσματα**

Γ.1. *Ρευστά λιπάσματα, απλά*

Αριθ.	Ονομασία τύπου	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής και τα κύρια συστατικά	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος)· Στοιχεία για τον τρόπο έκφρασης των θρεπτικών συστατικών Άλλες απαιτήσεις	Άλλα στοιχεία σχετικά με την ονομασία τύπου	Περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνεται Μορφή και διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών Άλλα κριτήρια
1	2	3	4	5	6
1	Διάλυμα αζωτούχου λιπάσματος	Προϊόν που λαμβάνεται χημικώς υπό μορφή υδατικού διαλύματος σταθερού στην ατμοσφαιρική πίεση, χωρίς προσθήκη θρεπτικών οργανικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης	15 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως ολικό άζωτο ή, εάν πρόκειται για μία μόνο μορφή, ως νιτρικό άζωτο ή αμμωνιακό άζωτο ή ουρικό άζωτο Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: ουρικό N × 0,026		Ολικό άζωτο και, για κάθε μορφή που περιέχεται σε ποσοστό τουλάχιστον 1 %, νιτρικό άζωτο, αμμωνιακό άζωτο ή/και ουρικό άζωτο Εάν η περιεκτικότητα σε διουρία είναι χαμηλότερη από 0,2 %, μπορεί να προστίθεται η ένδειξη «φτωχό σε διουρία»
2	Διάλυμα νιτρικού αμμωνίου-ουρίας	Προϊόν που λαμβάνεται χημικώς υπό μορφή υδατικού διαλύματος που περιέχει νιτρικό αμμώνιο και ουρία	26 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως ολικό άζωτο, όπου το ουρικό άζωτο αποτελεί το ήμισυ του ενυπάρχοντος αζώτου Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: 0,5 %		Ολικό άζωτο Νιτρικό άζωτο, αμμωνιακό άζωτο και ουρικό άζωτο Εάν η περιεκτικότητα σε διουρία είναι χαμηλότερη από 0,2 %, μπορεί να προστίθεται η ένδειξη «φτωχό σε διουρία»
3	Διάλυμα νιτρικού ασβεστίου	Προϊόν που λαμβάνεται από διάλυση νιτρικού ασβεστίου σε νερό	8 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως νιτρικό ασβέστιο από το οποίο το πολύ 1 % αντιπροσωπεύει αμμωνιακό άζωτο Ασβέστιο εκφραζόμενο ως υδατοδιαλυτό CaO	Η ονομασία τύπου μπορεί να συνοδεύεται από μία από τις εξής ενδείξεις: — για εφαρμογή στα φύλλα· — για την παρασκευή θρεπτικών διαλυμάτων· — για λιπαντική άρδευση.	Ολικό άζωτο Υδατοδιαλυτό οξείδιο του ασβεστίου για τις χρήσεις που αναφέρονται στη στήλη 5 Προαιρετικά: — νιτρικό άζωτο· — αμμωνιακό άζωτο.

1	2	3	4	5	6
4	Διάλυμα νιτρικού μαγνησίου	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο και με διάλυση του νιτρικού μαγνησίου στο νερό	6 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως νιτρικό άζωτο 9 % MgO Μαγνήσιο εκφραζόμενο ως υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου pH ελάχιστο: 4		Νιτρικό άζωτο Υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου
5	Αιώρημα νιτρικού ασβεστίου	Προϊόν που λαμβάνεται με τη διασπορά νιτρικού ασβεστίου στο νερό	8 % N Άζωτο εκφραζόμενο ως ολικό άζωτο ή ως νιτρικό και αμμωνιακό άζωτο Μέγιστη περιεκτικότητα σε αμμωνιακό άζωτο: 1,0 % 14 % CaO Ασβέστιο εκφραζόμενο ως υδατοδιαλυτό CaO	Η ονομασία τύπου μπορεί να συνοδεύεται από μία από τις εξής ενδείξεις: — για εφαρμογή στα φύλλα· — για την παρασκευή θρεπτικών διαλυμάτων και αιωρημάτων· — για λιπαντική άρδευση.	Ολικό άζωτο Νιτρικό άζωτο Υδατοδιαλυτό οξείδιο του ασβεστίου για τις χρήσεις που αναφέρονται στη στήλη 5
6	Διάλυμα αζωτούχου λιπάσματος και φορμαλδεϋδουρίας	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο ή με διάλυση στο νερό φορμαλδεϋδουρίας και ενός αζωτούχου λιπάσματος του καταλόγου Α-1 του παρόντος κανονισμού, εξαιρουμένων των προϊόντων 3(α), 3(β) και 5	18 % N εκφραζόμενου ως ολικού αζώτου Το $^1/_3$ τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε ολικό άζωτο πρέπει να προέρχεται από τη φορμαλδεϋδουρία Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: (ουρικό N + N φορμαλδεϋδουρίας) × 0,026		Ολικό άζωτο Για κάθε μορφή που περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 %: — Νιτρικό άζωτο· — Αμμωνιακό άζωτο· — Ουρικό άζωτο· Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας
7	Αιώρημα αζωτούχου λιπάσματος και φορμαλδεϋδουρίας	Προϊόν που λαμβάνεται με χημική μέθοδο ή με διασπορά στο νερό φορμαλδεϋδουρίας και ενός αζωτούχου λιπάσματος του καταλόγου Α-1 του παρόντος κανονισμού, εξαιρουμένων των προϊόντων 3(α), 3(β) και 5	18 % N εκφραζόμενου ως ολικού αζώτου Το $^1/_3$ τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας σε ολικό άζωτο πρέπει να προέρχεται από τη φορμαλδεϋδουρία εκ της οποίας τα $^3/_5$ τουλάχιστον πρέπει να είναι διαλυτά σε θερμό νερό Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: (ουρικό N + N φορμαλδεϋδουρίας) × 0,026		Ολικό άζωτο Για κάθε μορφή που περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 %: — Νιτρικό άζωτο· — Αμμωνιακό άζωτο· — Ουρικό άζωτο. Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας διαλυτό σε ψυχρό νερό Άζωτο φορμαλδεϋδουρίας διαλυτό μόνο σε θερμό νερό

Γ.2. *Ρευστά λιπάσματα, σύνθετα*

Γ.2.1.	Ονομασία τύπου:	Διάλυμα λιπάσματος NPK.
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν που λαμβάνεται χημικώς υπό μορφή υδατικού διαλύματος σταθερού στην ατμοσφαιρική πίεση, χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης.
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος) και άλλες απαιτήσεις:	— Ολική: 15 %, ($N + P_2O_5 + K_2O$)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: 2 % N, 3 % P_2O_5, 3 % K_2O· — Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: ουρικό N × 0,026.

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Ολικό άζωτο (2) Νιτρικό άζωτο (3) Αμμωνιακό άζωτο (4) Ουρικό άζωτο	Υδατοδιαλυτό P_2O_5	Υδατοδιαλυτό K_2O	(1) Ολικό άζωτο (2) Εάν κάποια από τις μορφές αζώτου (2) έως (4) περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 % κατά βάρος, πρέπει να δηλώνεται (3) Εάν η περιεκτικότητα σε διουρία είναι χαμηλότερη από 0,2 %, μπορεί να προστίθεται η ένδειξη «φτωχό σε διουρία»	Υδατοδιαλυτό P_2O_5	(1) Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου (2) Η ένδειξη «φτωχό σε χλώριο» μπορεί να χρησιμοποιηθεί μόνο με μέγιστη περιεκτικότητα Cl 2 % (3) Η περιεκτικότητα σε χλώριο μπορεί να δηλώνεται

Γ.2.2.	Ονομασία τύπου:	Αιώρημα λιπάσματος NPK.
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν υπό μορφή υγρού, του οποίου τα θρεπτικά συστατικά προέρχονται από ουσίες που βρίσκονται ταυτόχρονα εν αιωρήσει και εν διαλύσει στο νερό, χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης.
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος) και άλλες απαιτήσεις:	— Ολική: 20 %, ($N + P_2O_5 + K_2O$)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: 3 % N, 4 % P_2O_5, 4 % K_2O· — Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: ουρικό N × 0,026·

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Ολικό άζωτο (2) Νιτρικό άζωτο (3) Αμμωνιακό άζωτο (4) Ουρικό άζωτο	(1) Υδατοδιαλυτό P_2O_5 (2) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο (3) P_2O_5 soluble διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο και στο νερό	Υδατοδιαλυτό K_2O	(1) Ολικό άζωτο (2) Εάν κάποια από τις μορφές αζώτου (2) έως (4) περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 % κατά βάρος, πρέπει να δηλώνεται (3) Εάν η περιεκτικότητα σε διουρία είναι χαμηλότερη από 0,2 %, μπορεί να προστίθεται η ένδειξη «φτωχό σε διουρία»	Τα λιπάσματα πρέπει να είναι απαλλαγμένα από σκωρίες Thomas, φωσφορικό αργιλασβέστιο, διασπασμένα φωσφορικά, μερικώς διαλυτοποιημένα φωσφορικά ή φυσικά φωσφορικά (1) Εάν το υδατοδιαλυτό P_2O_5 δεν φθάνει το 2 %, δηλώνεται μόνο η διαλυτότητα (2) (2) Εάν η αναλογία του υδατοδιαλυτού P_2O_5 φθάνει τουλάχιστον το 2 %, δηλώνεται η διαλυτότητα (3) και αναφέρεται υποχρεωτικά η περιεκτικότητα σε υδατοδιαλυτό P_2O_5	(1) Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου (2) Η ένδειξη «φτωχό σε χλώριο» μπορεί να χρησιμοποιηθεί μόνο με μέγιστη περιεκτικότητα Cl 2 % (3) Η περιεκτικότητα σε χλώριο μπορεί να δηλώνεται

Γ.2.3.	Ονομασία τύπου:	Διάλυμα λιπάσματος NP.
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν που λαμβάνεται χημικώς υπό μορφή υδατικού διαλύματος σταθερού στην ατμοσφαιρική πίεση, χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης.
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος):	— Ολική: 18 %, ($N + P_2O_5$)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: 3 % N, 5 % P_2O_5· — Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: ουρικό N × 0,026

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Ολικό άζωτο (2) Νιτρικό άζωτο (3) Αμμωνιακό άζωτο (4) Ουρικό άζωτο	Υδατοδιαλυτό P_2O_5		(1) Ολικό άζωτο (2) Εάν κάποια από τις μορφές αζώτου (2) έως (4) περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 % κατά βάρος, πρέπει να δηλώνεται. (3) Εάν η περιεκτικότητα σε διουρία είναι χαμηλότερη από 0,2 %, μπορεί να προστίθεται η ένδειξη «φτωχό σε διουρία»	Υδατοδιαλυτό P_2O_5	

Γ.2.4.	Ονομασία τύπου:	Αιώρημα λιπάσματος NP.
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν υπό μορφή υγρού, του οποίου τα θρεπτικά συστατικά προέρχονται από ουσίες που βρίσκονται ταυτόχρονα εν διαλύσει και εν αιωρήσει στο νερό, χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης.
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος):	— Ολική: 18 %, ($N + P_2O_5$)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: 3 % N, 5 % P_2O_5. — Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: ουρικό N × 0,026

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Ολικό άζωτο (2) Νιτρικό άζωτο (3) Αμμωνιακό άζωτο (4) Ουρικό άζωτο	(1) Υδατοδιαλυτό P_2O_5 (2) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο (3) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο και στο νερό		(1) Ολικό άζωτο (2) Εάν κάποια από τις μορφές αζώτου (2) έως (4) περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 % κατά βάρος, πρέπει να δηλώνεται. (3) Εάν η περιεκτικότητα σε διουρία είναι χαμηλότερη από 0,2 %, μπορεί να προστίθεται η ένδειξη «φτωχό σε διουρία»	(1) Εάν το υδατοδιαλυτό P_2O_5 δεν φθάνει το 2 %, δηλώνεται μόνο η διαλυτότητα (2) (2) Εάν η αναλογία του υδατοδιαλυτού P_2O_5 φθάνει τουλάχιστον το 2 %, δηλώνεται η διαλυτότητα (3) και αναφέρεται υποχρεωτικά η περιεκτικότητα σε υδατοδιαλυτό P_2O_5 Τα λιπάσματα πρέπει να είναι απαλλαγμένα από σκωρίες Thomas, φωσφορικό αργιλασβέστιο, διασπασμένα φωσφορικά, μερικώς διαλυτοποιημένα φωσφορικά ή φυσικά φωσφορικά	

Γ.2.5.	Ονομασία τύπου:	Διάλυμα λιπάσματος NK.
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν που λαμβάνεται χημικώς υπό μορφή υδατικού διαλύματος σταθερού στην ατμοσφαιρική πίεση, χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης.
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος):	— Ολική: 15 % (N + K_2O)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: 3 % N, 5 % K_2O. — Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: ουρικό N × 0,026

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Ολικό άζωτο (2) Νιτρικό άζωτο (3) Αμμωνιακό άζωτο (4) Ουρικό άζωτο		Υδατοδιαλυτό K_2O	(1) Ολικό άζωτο (2) Εάν κάποια από τις μορφές αζώτου (2) έως (4) περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 % κατά βάρος, πρέπει να δηλώνεται (3) Εάν η περιεκτικότητα σε διουρία είναι χαμηλότερη από 0,2 %, μπορεί να προστίθεται η ένδειξη «φτωχό σε διουρία»		(1) Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου (2) Η ένδειξη «φτωχό σε χλώριο» μπορεί να χρησιμοποιηθεί μόνο με μέγιστη περιεκτικότητα Cl 2 % (3) Η περιεκτικότητα σε χλώριο μπορεί να δηλώνεται

Γ.2.6.	Ονομασία τύπου:	Αιώρημα λιπάσματος NK.
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν υπό μορφή υγρού, του οποίου τα θρεπτικά συστατικά προέρχονται από ουσίες που βρίσκονται ταυτόχρονα εν διαλύσει και εν αιωρήσει στο νερό, χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης.
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος):	— Ολική: 18 % (N + K_2O)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: 3 % N, 5 % K_2O. — Μέγιστη περιεκτικότητα σε διουρία: ουρικό N × 0,026

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Ολικό άζωτο (2) Νιτρικό άζωτο (3) Αμμωνιακό άζωτο (4) Ουρικό άζωτο		Υδατοδιαλυτό K_2O	(1) Ολικό άζωτο (2) Εάν κάποια από τις μορφές αζώτου (2) έως (4) περιέχεται σε αναλογία τουλάχιστον 1 % κατά βάρος, πρέπει να δηλώνεται (3) Εάν η περιεκτικότητα σε διουρία είναι χαμηλότερη από 0,2 %, μπορεί να προστίθεται η ένδειξη «φτωχό σε διουρία»		(1) Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου (2) Η ένδειξη «φτωχό σε χλώριο» μπορεί να χρησιμοποιηθεί μόνο με μέγιστη περιεκτικότητα Cl 2 % (3) Η περιεκτικότητα σε χλώριο μπορεί να δηλώνεται

Γ.2.7.	Ονομασία τύπου:	Διάλυμα λιπάσματος PK.
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν που λαμβάνεται χημικώς υπό μορφή υδατικού διαλύματος, χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης.
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος):	— Ολική: 18 % (P_2O_5 + K_2O)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	Υδατοδιαλυτό P_2O_5	Υδατοδιαλυτό K_2O		Υδατοδιαλυτό P_2O_5	(1) Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου (2) Η ένδειξη «φτωχό σε χλώριο» μπορεί να χρησιμοποιηθεί μόνο με μέγιστη περιεκτικότητα Cl 2 % (3) Η περιεκτικότητα σε χλώριο μπορεί να δηλώνεται

Γ.2.8.	Ονομασία τύπου:	Αιώρημα λιπάσματος PK.
	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής:	Προϊόν υπό μορφή υγρού, του οποίου τα θρεπτικά συστατικά προέρχονται από ουσίες που βρίσκονται ταυτόχρονα εν διαλύσει και εν αιωρήσει στο νερό, χωρίς προσθήκη οργανικών θρεπτικών συστατικών ζωικής ή φυτικής προέλευσης.
	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος):	— Ολική: 18 % (P_2O_5 + K_2O)· — Για κάθε θρεπτικό συστατικό: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Μορφή, διαλυτότητα και περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνονται, όπως προσδιορίζεται στις στήλες 4, 5 και 6 Λεπτότητα αλέσματος			Στοιχεία για την αναγνώριση των λιπασμάτων Άλλες απαιτήσεις		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Υδατοδιαλυτό P_2O_5 (2) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο (3) P_2O_5 διαλυτό στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο και στο νερό	Υδατοδιαλυτό K_2O		(1) Εάν το υδατοδιαλυτό P_2O_5 δεν φθάνει το 2 %, δηλώνεται μόνο η διαλυτότητα (2) (2) Εάν η αναλογία του υδατοδιαλυτού P_2O_5 φθάνει τουλάχιστον το 2 %, δηλώνεται η διαλυτότητα (3) και αναφέρεται υποχρεωτικά η περιεκτικότητα σε υδατοδιαλυτό P_2O_5 Τα λιπάσματα πρέπει να είναι απαλλαγμένα από σκωρίες Thomas, φωσφορικό αργιλασβέστιο, διασπασμένα φωσφορικά, μερικώς διαλυτοποιημένα φωσφορικά ή φυσικά φωσφορικά	(1) Υδατοδιαλυτό οξείδιο του καλίου (2) Η ένδειξη «φτωχό σε χλώριο» μπορεί να χρησιμοποιηθεί μόνο με μέγιστη περιεκτικότητα Cl 2 % (3) Η περιεκτικότητα σε χλώριο μπορεί να δηλώνεται

▼B

Δ. **Ανόργανα λιπάσματα δευτερευόντων θρεπτικών συστατικών**

Αριθ.	Ονομασία τύπου	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής και τα κύρια συστατικά	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος) Στοιχεία για τον τρόπο έκφρασης των θρεπτικών συστατικών Άλλες απαιτήσεις	Άλλα στοιχεία σχετικά με την ονομασία τύπου	Περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνεται Μορφή και διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών Άλλα κριτήρια
1	2	3	4	5	6
1	Θειικό ασβέστιο	Προϊόν φυσικής ή βιομηχανικής προέλευσης, που περιέχει θειικό ασβέστιο με διάφορους βαθμούς ενυδάτωσης	25 % CaO 35 % SO_3 Ασβέστιο και θείο εκφραζόμενα ως ολικό CaO + SO_3 Λεπτότητα αλέσματος: — το 80 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 2 mm, — το 99 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 10 mm.	Μπορούν να προστεθούν οι συνήθεις εμπορικές ονομασίες	Ολικό τριοξείδιο του θείου Προαιρετικά: ολικό CaO
2	Διάλυμα χλωριούχου ασβεστίου	Διάλυμα χλωριούχου ασβεστίου βιομηχανικής προέλευσης	12 % CaO Ασβέστιο εκφραζόμενο ως υδατοδιαλυτό CaO		Οξείδιο του ασβεστίου Προαιρετικά: για ψεκασμό στα φυτά
3	Στοιχειακό θείο	Προϊόν φυσικής ή βιομηχανικής προέλευσης καθορισμένο κατά το μάλλον ή ήττον	98 % S (245 %: SO_3) Θείο εκφραζόμενο ως ολικό SO_3		Ολικό τριοξείδιο του θείου
4	Κιζερίτης	Ορυκτό προϊόν που περιέχει ως κύριο συστατικό θειικό μαγνήσιο μονοένυδρο	24 % MgO 45 % SO_3 Μαγνήσιο και θείο εκφραζόμενα ως οξείδιο του μαγνησίου και τριοξείδιο του θείου υδατοδιαλυτά	Μπορούν να προστεθούν οι συνήθεις εμπορικές ονομασίες	Υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου Προαιρετικά: υδατοδιαλυτό τριοξείδιο του θείου

▼B

1	2	3	4	5	6
5	Θειικό μαγνήσιο	Προϊόν που περιέχει ως κύριο συστατικό θειικό μαγνήσιο επταένυδρο	15 % MgO 28 % SO_3 Μαγνήσιο και θείο εκφραζόμενα ως οξείδιο του μαγνησίου και τριοξείδιο του θείου υδατοδιαλυτά	Μπορούν να προστεθούν οι συνήθεις εμπορικές ονομασίες	Υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου Προαιρετικά: υδατοδιαλυτό τριοξείδιο του θείου
5.1	Διάλυμα θειικού μαγνησίου	Προϊόν που λαμβάνεται με διάλυση θειικού μαγνησίου βιομηχανικής προέλευσης στο νερό	5 % MgO 10 % SO_3 Μαγνήσιο και θείο εκφραζόμενα ως υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου και υδατοδιαλυτός θειικός ανυδρίτης	Μπορούν να προστεθούν οι συνήθεις εμπορικές ονομασίες	Υδατοδιαλυτό οξείδιο του μαγνησίου Προαιρετικά: υδατοδιαλυτός θειικός ανυδρίτης
5.2	Υδροξείδιο του μαγνησίου	Προϊόν που λαμβάνεται χημικώς και του οποίου το κύριο συστατικό είναι το υδροξείδιο του μαγνησίου	60 % MgO Λεπτότητα αλέσματος: το 99 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm		Ολικό οξείδιο του μαγνησίου
5.3	Αιώρημα υδροξειδίου του μαγνησίου	Προϊόν λαμβανόμενο από αιώρημα του τύπου 5.2	24 % MgO		Ολικό οξείδιο του μαγνησίου
6	Διάλυμα χλωριούχου μαγνησίου	Προϊόν που λαμβάνεται με διάλυση χλωριούχου μαγνησίου βιομηχανικής προέλευσης	13 % MgO Μαγνήσιο εκφραζόμενο ως οξείδιο του μαγνησίου Μέγιστη περιεκτικότητα σε ασβέστιο: 3 % CaO		Οξείδιο του μαγνησίου

▼B

Ε. **Ανόργανα λιπάσματα θρεπτικών ιχνοστοιχείων**

Επεξηγηματική σημείωση: οι σημειώσεις που ακολουθούν ισχύουν για το σύνολο του τμήματος Ε.

Σημείωση 1: ο χαρακτηρισμός ενός χηλικού συμπλεκτικού παράγοντα μπορεί να γίνει με τη χρήση των αρχικών της ονομασίας του όπως αναφέρονται υπό Ε.3.

Σημείωση 2: εάν το προϊόν δεν αφήνει στερεό υπόλειμμα μετά τη διάλυσή του στο νερό, μπορεί να χαρακτηριστεί «για διάλυση».

Σημείωση 3: όταν ένα θρεπτικό ιχνοστοιχείο βρίσκεται υπό μορφή χηλικού συμπλόκου, πρέπει να αναφέρεται η περιοχή του pH στην οποία το συμπλοκοποιημένο μέρος παρουσιάζει εγγυημένη και κατάλληλη σταθερότητα.

Ε.1. *Λιπάσματα με ένα μόνο θρεπτικό ιχνοστοιχείο*

Ε.1.1. *Βόριο*

Αριθ.	Ονομασία τύπου	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής και τα κύρια συστατικά	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος) Στοιχεία για τον τρόπο έκφρασης των θρεπτικών συστατικών Άλλες απαιτήσεις	Άλλα στοιχεία σχετικά με την ονομασία τύπου	Περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνεται Μορφή και διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών Άλλα κριτήρια
1	2	3	4	5	6
1(α)	Βορικό οξύ	Προϊόν που λαμβάνεται με τη δράση ενός οξέος σ' ένα βορικό άλας	14 % υδατοδιαλυτού Β	Μπορούν να προστεθούν οι συνήθεις εμπορικές ονομασίες	Υδατοδιαλυτό βόριο (β)
1(β)	Βορικό νάτριο	Προϊόν που παράγεται χημικώς και περιέχει ως κύριο συστατικό βορικό νάτριο	10 % υδατοδιαλυτού Β	Μπορούν να προστεθούν οι συνήθεις εμπορικές ονομασίες	Υδατοδιαλυτό βόριο (Β)
1(γ)	Βορικό ασβέστιο	Προϊόν που παράγεται από κολεμανίτη ή πανδερμίτη και περιέχει ως κύριο συστατικό βορικά άλατα του ασβεστίου	7 % ολικού Β Λεπτότητα αλέσματος: το 98 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm	Μπορούν να προστεθούν οι συνήθεις εμπορικές ονομασίες	Ολικό βόριο (Β)
1(δ)	Βοριούχος αιθανολαμίνη	Προϊόν που λαμβάνεται από την αντίδραση του βορικού οξέος με αιθανολαμίνη	8 % υδατοδιαλυτού Β		Υδατοδιαλυτό βόριο (Β)

1	2	3	4	5	6
1(ε)	Βοριούχο λίπασμα σε διάλυμα	Προϊόν διάλυσης στο νερό των τύπων 1(α) ή/και 1(β) ή/και 1(δ)	2 % υδατοδιαλυτού B	Η ονομασία του λιπάσματος πρέπει να περιλαμβάνει τα ονόματα των συστατικών που περιέχει	Υδατοδιαλυτό βόριο (B)
1(στ)	Βοριούχο λίπασμα υπό μορφή αιωρήματος	Προϊόν εναιώρησης στο νερό των τύπων 1(α) ή/και 1(β) ή/και 1(δ)	2 % υδατοδιαλυτού B	Η ονομασία του λιπάσματος πρέπει να περιλαμβάνει τα ονόματα των συστατικών που περιέχει	Υδατοδιαλυτό βόριο (B)

Ε.1.2. *Κοβάλτιο*

Αριθ.	Ονομασία τύπου	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής και τα κύρια συστατικά	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος) στοιχεία για τον τρόπο έκφρασης των θρεπτικών συστατικών Άλλες απαιτήσεις	Άλλα στοιχεία σχετικά με την ονομασία τύπου	Περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνεται Μορφή και διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών Άλλα κριτήρια
1	2	3	4	5	6
2(α)	Άλας κοβαλτίου	Προϊόν που παράγεται χημικώς και περιέχει ως βασικό συστατικό ένα ανόργανο άλας κοβαλτίου	19 % υδατοδιαλυτού Co	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει το όνομα του ανόργανου ανιόντος	Υδατοδιαλυτό κοβάλτιο (Co)
2(β)	Χηλικό σύμπλοκο του κοβαλτίου	Προϊόν υδατοδιαλυτό που παράγεται από τη χημική σύνδεση του κοβαλτίου με ένα χηλικό συμπλεκτικό παράγοντα	2 % υδατοδιαλυτού Co, από το οποίο τα $^{8}/_{10}$ τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας είναι σε μορφή χηλικού συμπλόκου	Ονομασία του χηλικού συμπλεκτικού παράγοντα	Υδατοδιαλυτό κοβάλτιο (Co) Κοβάλτιο (Co) υπό μορφή χηλικού συμπλόκου
2(γ)	Διάλυμα λιπάσματος με κοβάλτιο	Προϊόν που προέρχεται από διάλυση στο νερό των τύπων 2(α) ή/και ενός από τους τύπους 2(β)	2 % υδατοδιαλυτού Co	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει: (1) το(τα) όνομα(-τα) του(των) ανόργανου(-ων) ανιόντος(-ων)· (2) το όνομα του χηλικού συμπλεκτικού παράγοντα που περιέχεται, ενδεχομένως, στο λίπασμα	Υδατοδιαλυτό κοβάλτιο (Co) Κοβάλτιο (Co) υπό μορφή χηλικού συμπλόκου, εφόσον περιέχεται στο λίπασμα

E.1.3. *Χαλκός*

Αριθ.	Ονομασία τύπου	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής και τα κύρια συστατικά	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος) Στοιχεία για τον τρόπο έκφρασης των θρεπτικών συστατικών Άλλες απαιτήσεις	Άλλα στοιχεία σχετικά με την ονομασία τύπου	Περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνεται Μορφή και διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών Άλλα κριτήρια
1	2	3	4	5	6
3(α)	Άλας χαλκού	Προϊόν που παράγεται χημικώς και περιέχει ως κύριο συστατικό ένα ανόργανο άλας χαλκού	20 % υδατοδιαλυτού Cu	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει το όνομα του ανόργανου ανιόντος	Υδατοδιαλυτός χαλκός (Cu)
3(β)	Οξείδιο του χαλκού	Προϊόν που λαμβάνεται χημικώς και περιέχει ως κύριο συστατικό οξείδιο του χαλκού	70 % ολικού Cu Λεπτότητα αλέσματος: το 98 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm		Ολικός χαλκός (Cu)
3(γ)	Υδροξείδιο του χαλκού	Προϊόν που παράγεται χημικώς και περιέχει ως κύριο συστατικό υδροξείδιο του χαλκού	45 % ολικού Cu Λεπτότητα αλέσματος: το 98 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm		Ολικός χαλκός (Cu)
3(δ)	Χηλικό σύμπλοκο χαλκού	Προϊόν υδατοδιαλυτό που παράγεται από τη χημική σύνδεση του χαλκού με ένα χηλικό συμπλεκτικό παράγοντα	9 % υδατοδιαλυτού Cu, από το οποίο τα $^{8}/_{10}$ τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας είναι σε μορφή χηλικού συμπλόκου	Όνομα του χηλικού συμπλεκτικού παράγοντα	Υδατοδιαλυτός χαλκός (Cu) Χαλκός (Cu) υπό μορφή χηλικού συμπλόκου
3(ε)	Λίπασμα με βάση το χαλκό	Προϊόν που λαμβάνεται με ανάμειξη των τύπων 3(α) ή/και 3(β) ή/και 3(γ) ή/και ενός μόνο λιπάσματος του τύπου 3(δ) και, ενδεχομένως, μιας μη θρεπτικής και μη τοξικής αδρανούς μάζας	5 % ολικού Cu	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει: (1) το(τα) όνομα(-τα) των συστατικών που περιέχουν χαλκό· (2) το όνομα του χηλικού συμπλεκτικού παράγοντα που περιέχεται, ενδεχομένως, στο λίπασμα	Ολικός χαλκός (Cu) Υδατοδιαλυτός χαλκός (Cu) εάν αντιστοιχεί τουλάχιστον στο $^{1}/_{4}$ του ολικού χαλκού Χαλκός (Cu) υπό μορφή χηλικού συμπλόκου, εφόσον περιέχεται στο λίπασμα

▼B

1	2	3	4	5	6
3(στ)	Διάλυμα λιπάσματος με χαλκό	Προϊόν που παράγεται με διάλυση στο νερό των τύπων 3(α) ή/και ενός μόνο λιπάσματος του τύπου 3(δ)	3 % υδατοδιαλυτού Cu	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει: (1) το(τα) όνομα(-τα) του(των) ανόργανου(-ων) ανιόντος(-ων)· (2) το όνομα του χηλικού συμπλεκτικού παράγοντα που περιέχεται, ενδεχομένως, στο λίπασμα	Υδατοδιαλυτός χαλκός (Cu) Χαλκός (Cu) υπό μορφή χηλικού συμπλόκου, εφόσον περιέχεται στο λίπασμα
3(ζ)	Οξυχλωριούχος χαλκός	Προϊόν που λαμβάνεται χημικώς και περιέχει ως κύριο συστατικό οξυχλωριούχο χαλκό [$Cu_2Cl(OH)_3$]	50 % ολικού Cu Λεπτότητα αλέσματος: το 98 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm		Ολικός χαλκός (Cu)
3(η)	Οξυχλωριούχος χαλκός υπό μορφή αιωρήματος	Προϊόν εναιώρησης στο νερό του τύπου 3(ζ)	17 % ολικού Cu		Ολικός χαλκός (Cu)

▼M4

Ε.1.4. *Σίδηρος*

Αριθ.	Ονομασία τύπου	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής και τα κύρια συστατικά	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (ποσοστό ανά βάρος) Στοιχεία για τον τρόπο έκφρασης των θρεπτικών συστατικών Άλλες απαιτήσεις	Άλλα στοιχεία σχετικά με την ονομασία τύπου	Περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνεται Μορφή και διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών Λοιπά κριτήρια
1	2	3	4	5	6
4α	Άλας σιδήρου	Προϊόν που λαμβάνεται χημικώς και περιέχει ως βασικό συστατικό ανόργανο σιδηρούχο άλας	12 % υδατοδιαλυτού Fe	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει το όνομα του ανόργανου ανιόντος	Υδατοδιαλυτός σίδηρος (Fe)
4β	Χηλικό σύμπλοκο σιδήρου	Υδατοδιαλυτό προϊόν που λαμβάνεται από τη χημική αντίδραση σιδήρου με χηλικούς συμπλεκτικούς παράγοντες που αναφέρονται στον	5 % υδατοδιαλυτού σιδήρου, από το οποίο το μέρος με μορφή χηλικού συμπλόκου είναι τουλάχιστον 80 % και τουλάχιστον το 50 % του υδατοδιαλυτού σιδήρου συμπλοκοποιείται	Ονομασία κάθε χηλικού συμπλεκτικού παράγοντα που αναφέρεται στον κατάλογο του τμήματος Ε.3.1 του παραρτήματος Ι, και ο	Υδατοδιαλυτός σίδηρος (Fe) Σίδηρος (Fe) που συμπλοκοποιείται με κάθε χηλικό παράγοντα που δηλώνεται στην ονομασία

▼M4

1	2	3	4	5	6
		κατάλογο του τμήματος Ε.3 του παραρτήματος Ι.	με το δηλωθέντα χηλικό συμπλεκτικό παράγοντα.	οποίος συμπλοκοποιεί τουλάχιστον 1 % υδατοδιαλυτού σιδήρου	τύπου και μπορεί να ταυτοποιηθεί και ποσοτικοποιηθεί με ένα ευρωπαϊκό πρότυπο
4γ	Διάλυμα λιπάσματος με βάση το σίδηρο	Προϊόν που λαμβάνεται με διάλυση στο νερό των τύπων 4α ή/και ενός από τους τύπους 4β	2 % υδατοδιαλυτού Fe	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει: 1. τα ονόματα των ορυκτών ανιόντων· 2. το όνομα κάθε χηλικού συμπλεκτικού παράγοντα, εφόσον υφίσταται, ο οποίος συμπλοκοποιεί τουλάχιστον 1 % υδατοδιαλυτού σιδήρου (Fe)	Υδατοδιαλυτός σίδηρος (Fe) Σίδηρος (Fe) υπό μορφή χηλικού συμπλόκου, εφόσον υφίσταται Σίδηρος (Fe) που συμπλοκοποιείται με κάθε χηλικό παράγοντα που δηλώνεται στην ονομασία τύπου και μπορεί να ταυτοποιηθεί και ποσοτικοποιηθεί με ένα ευρωπαϊκό πρότυπο

▼B

Ε.1.5. *Μαγγάνιο*

Αριθ.	Ονομασία τύπου	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής και τα κύρια συστατικά	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος) Στοιχεία για τον τρόπο έκφρασης των θρεπτικών συστατικών Άλλες απαιτήσεις	Άλλα στοιχεία σχετικά με την ονομασία τύπου	Περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνεται Μορφή και διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών Άλλα κριτήρια
1	2	3	4	5	6
5(α)	Άλας μαγγανίου	Προϊόν που παράγεται χημικώς και περιέχει ως κύριο συστατικό ένα ανόργανο άλας μαγγανίου (Mn II)	17 % υδατοδιαλυτού Mn	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει το όνομα του συνδεδεμένου ανιόντος	Υδατοδιαλυτό μαγγάνιο (Mn)
5(β)	Χηλικό σύμπλοκο μαγγανίου	Προϊόν υδατοδιαλυτό που παράγεται από τη χημική σύνδεση του μαγγανίου με ένα χηλικό συμπλεκτικό παράγοντα	5 % υδατοδιαλυτού Mn, από το οποίο τα $^{8}/_{10}$ τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας είναι σε μορφή χηλικού συμπλόκου	Όνομα του χηλικού συμπλεκτικού παράγοντα	Υδατοδιαλυτό μαγγάνιο (Mn) Μαγγάνιο (Mn) υπό μορφή χηλικού συμπλόκου

▼B

1	2	3	4	5	6
5(γ)	Οξείδιο του μαγγανίου	Προϊόν που παράγεται χημικώς και περιέχει ως κύρια συστατικά οξείδια του μαγγανίου	40 % ολικού Mn Λεπτότητα αλέσματος: το 80 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm		Ολικό μαγγάνιο (Mn)
5(δ)	Λίπασμα με βάση το μαγγάνιο	Προϊόν που παράγεται με ανάμειξη των τύπων 5(α) και 5(γ)	17 % ολικού Mn	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει το όνομα των μαγγανιούχων συστατικών	Ολικό μαγγάνιο (Mn) Υδατοδιαλυτό μαγγάνιο (Mn) εάν αντιστοιχεί τουλάχιστον στο $^1/_4$ του ολικού μαγγανίου
5(ε)	Διάλυμα λιπάσματος με βάση το μαγγάνιο	Προϊόν που λαμβάνεται με διάλυση στο νερό των τύπων 5(α) ή/και ενός από τους τύπους 5(β)	3 % υδατοδιαλυτού Mn	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει: (1) το(τα) όνομα(-τα) του(των) ανόργανου(-ων) ανιόντος(-ων)· (2) το όνομα του χηλικού συμπλεκτικού παράγοντα που περιέχεται, ενδεχομένως, στο λίπασμα	Υδατοδιαλυτό μαγγάνιο (Mn) Μαγγάνιο (Mn) υπό μορφή χηλικού συμπλόκου, εφόσον περιέχεται στο λίπασμα

Ε.1.6. *Μολυβδαίνιο*

Αριθ.	Ονομασία τύπου	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής και τα κύρια συστατικά	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος) Στοιχεία για τον τρόπο έκφρασης των θρεπτικών συστατικών Άλλες απαιτήσεις	Άλλα στοιχεία σχετικά με την ονομασία τύπου	Περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνεται Μορφή και διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών Άλλα κριτήρια
1	2	3	4	5	6
6(α)	Μολυβδαινικό νάτριο	Προϊόν που παράγεται χημικώς και περιέχει ως κύριο συστατικό μολυβδαινικό νάτριο	35 % υδατοδιαλυτού Mo		Υδατοδιαλυτό μολυβδαίνιο (Mo)

1	2	3	4	5	6
6(β)	Μολυβδαινικό αμμώνιο	Προϊόν που παράγεται χημικώς και περιέχει ως κύριο συστατικό μολυβδαινικό αμμώνιο	50 % υδατοδιαλυτού Mo		Υδατοδιαλυτό μολυβδαίνιο (Mo)
6(γ)	Λίπασμα με βάση το μολυβδαίνιο	Προϊόν που παράγεται με ανάμειξη των τύπων 6(α) και 6(β)	35 % υδατοδιαλυτού Mo	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει τα ονόματα των μολυβδαινούχων συστατικών	Υδατοδιαλυτό μολυβδαίνιο (Mo)
6(δ)	Λίπασμα μολυβδαινίου σε διάλυμα	Προϊόν που λαμβάνεται με διάλυση στο νερό των τύπων 6(α) ή/και ενός από τους τύπους 6(β)	3 % υδατοδιαλυτού Mo	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει το(τα) όνομα(-τα) του(των) μολυβδαινούχου(-ων) συστατικού(-ών)	Υδατοδιαλυτό μολυβδαίνιο (Mo)

Ε.1.7. *Ψευδάργυρος*

Αριθ.	Ονομασία τύπου	Στοιχεία σχετικά με τη μέθοδο παραγωγής και τα κύρια συστατικά	Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά (επί τοις εκατό κατά βάρος) Στοιχεία για τον τρόπο έκφρασης των θρεπτικών συστατικών Άλλες απαιτήσεις	Άλλα στοιχεία σχετικά με την ονομασία τύπου	Περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά που πρέπει να δηλώνεται Μορφή και διαλυτότητα των θρεπτικών συστατικών· Άλλα κριτήρια
1	2	3	4	5	6
7(α)	Άλας ψευδαργύρου	Προϊόν που παράγεται χημικώς και περιέχει ως βασικό συστατικό ένα ανόργανο άλας του ψευδαργύρου	15 % υδατοδιαλυτού Zn	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει το όνομα του ανόργανου ανιόντος	Υδατοδιαλυτός ψευδάργυρος (Zn)
7(β)	Χηλικό σύμπλοκο ψευδαργύρου	Προϊόν διαλυτό στο νερό που λαμβάνεται από τη χημική σύνδεση του ψευδαργύρου με ένα χηλικό συμπλεκτικό παράγοντα	5 % υδατοδιαλυτού Zn, από το οποίο τα $^{8}/_{10}$ τουλάχιστον της δηλωμένης περιεκτικότητας είναι υπό μορφή χηλικού συμπλόκου	Όνομα του χηλικού συμπλεκτικού παράγοντα	Υδατοδιαλυτός ψευδάργυρος (Zn) Ψευδάργυρος (Zn) υπό μορφή χηλικού συμπλόκου
7(γ)	Οξείδιο του ψευδαργύρου	Προϊόν που παράγεται χημικώς και περιέχει ως βασικό συστατικό οξείδιο του ψευδαργύρου	70 % ολικού Zn Λεπτότητα αλέσματος: το 80 % τουλάχιστον να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm		Ολικός ψευδάργυρος (Zn)

▼B

1	2	3	4	5	6
7(δ)	Λίπασμα με βάση τον ψευδάργυρο	Προϊόν που λαμβάνεται από την ανάμειξη των τύπων 7(α) και 7(γ)	30 % ολικού Zn	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει το όνομα των ψευδαργυρούχων συστατικών που περιέχονται στο λίπασμα	Ολικός ψευδάργυρος (Zn) Υδατοδιαλυτός ψευδάργυρος (Zn) εάν αντιστοιχεί τουλάχιστον στο $^1/_4$ του ολικού ψευδαργύρου (Zn)
7(ε)	Διάλυμα λιπάσματος με βάση τον ψευδάργυρο	Προϊόν που παράγεται με διάλυση στο νερό των τύπων 7(α) ή/και ενός από τους τύπους 7(β)	3 % υδατοδιαλυτού Zn	Η ονομασία πρέπει να περιλαμβάνει: (1) το(τα) όνομα(-τα) του(των) ανόργανου(-ων) ανιόντος(-ων)· (2) το όνομα του χηλικού συμπλεκτικού παράγοντα που περιέχεται, ενδεχομένως, στο λίπασμα	Υδατοδιαλυτός ψευδάργυρος (Zn)

▼B

Ε.2. *Ελάχιστη περιεκτικότητα σε θρεπτικά ιχνοστοιχεία, σε ποσοστό επί τοις εκατό (%) κατά βάρος λιπάσματος*

Ε.2.1. *Στερεά ή ρευστά μείγματα θρεπτικών ιχνοστοιχείων*

	Όταν το θρεπτικό ιχνοστοιχείο υπάρχει σε μορφή	
	αποκλειστικά ανόργανη	χηλικού συμπλόκου ή συμπλοκοποιημένη
Για ένα ιχνοστοιχείο:		
Βόριο (B)	0,2	0,2
Κοβάλτιο (Co)	0,02	0,02
Χαλκός (Cu)	0,5	0,1
Σίδηρος (Fe)	2,0	0,3
Μαγγάνιο (Mn)	0,5	0,1
Μολυβδαίνιο (Mo)	0,02	—
Ψευδάργυρος (Zn)	0,5	0,1

Ελάχιστη συνολική ποσότητα θρεπτικού μικροστοιχείου σε στερεό μείγμα: 5 % κατά μάζα του λιπάσματος.

Ελάχιστη συνολική ποσότητα θρεπτικού μικροστοιχείου σε ρευστό μείγμα: 2 % κατά μάζα του λιπάσματος.

Ε.2.2. *Λιπάσματα ΕΚ που περιέχουν βασικά ή/και δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά και θρεπτικά ιχνοστοιχεία για εφαρμογή στο έδαφος*

	Για καλλιέργειες αγρών ή βοσκοτόπους	Για φυτοκομική χρήση
Βόριο (B)	0,01	0,01
Κοβάλτιο (Co)	0,002	—
Χαλκός (Cu)	0,01	0,002
Σίδηρος (Fe)	0,5	0,02
Μαγγάνιο (Mn)	0,1	0,01
Μολυβδαίνιο (Mo)	0,001	0,001
Ψευδάργυρος (Zn)	0,01	0,002

Ε.2.3. *Λιπάσματα ΕΚ που περιέχουν κύρια ή/και δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά και θρεπτικά ιχνοστοιχεία για ψεκασμό στα φύλλα (διαφυλλικά)*

Βόριο (B)	0,010
Κοβάλτιο (Co)	0,002
Χαλκός (Cu)	0,002
Σίδηρος (Fe)	0,020
Μαγγάνιο (Mn)	0,010
Μολυβδαίνιο (Mo)	0,001
Ψευδάργυρος (Zn)	0,002

▼M4

Ε.3. *Κατάλογος των εγκεκριμένων οργανικών χηλικών και άλλων συμπλεκτικών παραγόντων για θρεπτικά ιχνοστοιχεία.*

Εγκρίνονται οι ακόλουθες ουσίες, υπό τον όρο ότι η αντίστοιχη θρεπτική χηλική ένωσή τους συμμορφώνεται με τις απαιτήσεις της οδηγίας 67/548/ΕΟΚ του Συμβουλίου ([1]).

Ε.3.1. *Χηλικοί συμπλεκτικοί παράγοντες* ([2])

Οξέα ή άλατα νατρίου, καλίου ή αμμωνίου των παρακάτω οξέων:

			Αριθ. CAS του οξέος ([3])- Αναφέρεται αποκλειστικά για ενημέρωση.
αιθυλενοδιαμινοτετραοξικό οξύ	EDTA	$C_{10}H_{16}O_8N_2$	60-00-4
2-υδροξυ-αιθυλο-αιθυλενοδιαμινοτριοξικό οξύ	HEEDTA	$C_{10}H_{18}O_7N_2$	150-39-0
διαιθυλενοτριαμινοπενταοξικό οξύ	DTPA	$C_{14}H_{23}O_{10}N_3$	67-43-6
αιθυλενοδιαμινο-N,N'-δι[(ορθο-υδροξυφαινυλ)οξικό οξύ]	[o,o] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	1170-02-1
αιθυλενοδιαμινο-N-[(ορθο-υδροξυφαινυλ)οξικό οξύ]-N'-[(παρα-υδροξυφαινυλ)οξικό οξύ]	[o,p] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	475475-49-1
αιθυλενοδιαμινο-N,N'-δι[(ορθο-υδροξυ-μεθυλοφαινυλ)οξικό οξύ]	[o,o] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641632-90-8
αιθυλενοδιαμινο-N-[(ορθο-υδροξυ-μεθυλοφαινυλ)οξικό οξύ]-N'-[(παρα-υδροξυ-μεθυλοφαινυλ)οξικό οξύ]	[o,p] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641633-41-2
αιθυλενοδιαμινο-N,N'-δι[(5-καρβοξυ-2-υδροξυφαινυλ)οξικό οξύ]	EDDCHA	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$	85120-53-2
αιθυλενοδιαμινο-N,N'-δι [(2-υδροξυ-5-σουλφοφαινυλ)οξικό οξύ] και τα προϊόντα συμπύκνωσής του	EDDHSA	$C_{18}H_{20}O_{12}N_2S_2$ + n*($C_{12}H_{14}O_8N_2S$)	57368-07-7 και 642045-40-7

Ε.3.2. *Άλλοι συμπλεκτικοί παράγοντες:* Πρόκειται να καταρτιστεί κατάλογος.

▼M5

ΣΤ. **Αναστολείς νιτροποίησης και αναστολείς ουρεάσης**

Οι αναστολείς νιτροποίησης και οι αναστολείς ουρεάσης που παρατίθενται στους κάτωθι πίνακες ΣΤ.1 και ΣΤ.2 μπορούν να προστεθούν στους τύπους αζωτούχων λιπασμάτων που παρατίθενται στα τμήματα Α.1, Β.1, Β.2, Β.3, Γ.1 και Γ.2 του παραρτήματος Ι υπό την επιφύλαξη των κατωτέρω διατάξεων:

1. τουλάχιστον το 50 % της συνολικής περιεκτικότητας του λιπάσματος σε άζωτο αποτελείται από τις μορφές αζώτου που καθορίζονται στη στήλη 3,

([1]) ΕΕ 196 της 16.8.1967, σ. 1.

([2]) Οι χηλικοί συμπλεκτικοί παράγοντες πρέπει να ταυτοποιούνται και να ποσοτικοποιούνται με τα ευρωπαϊκά πρότυπα που καλύπτουν τους σχετικούς χηλικούς συμπλεκτικούς παράγοντες.

([3]) Αναφέρεται αποκλειστικά για ενημέρωση.

▼**M5**

2. δεν ανήκουν στους τύπους λιπασμάτων που αναφέρονται στη στήλη 4.

Τα λιπάσματα στα οποία έχει προστεθεί αναστολέας νιτροποίησης που παρατίθεται στον πίνακα ΣΤ.1 φέρουν στην ονομασία τύπου την ένδειξη «με αναστολέα νιτροποίησης ([ονομασία τύπου του αναστολέα νιτροποίησης])».

Τα λιπάσματα στα οποία έχει προστεθεί αναστολέας ουρεάσης που παρατίθεται στον πίνακα ΣΤ.2 φέρουν στην ονομασία τύπου την ένδειξη «με αναστολέα ουρεάσης ([ονομασία τύπου του αναστολέα ουρεάσης])».

Σε κάθε συσκευασία ή στα έγγραφα που συνοδεύουν μια αποστολή χύδην πρέπει να περιλαμβάνονται όσο το δυνατόν πληρέστερες τεχνικές πληροφορίες από τον αρμόδιο για τη διάθεση του λιπάσματος στην αγορά. Τα στοιχεία αυτά πρέπει να παρέχουν, ιδίως, τη δυνατότητα στο χρήστη να προσδιορίζει τη χρονική περίοδο χρήσης και τη δοσολογία σε σχέση με την καλλιέργεια για την οποία προορίζεται το λίπασμα.

Νέοι αναστολείς νιτροποίησης ή ουρεάσης μπορούν να προστεθούν στους πίνακες ΣΤ.1 ή ΣΤ.2 αντιστοίχως μετά την αξιολόγηση των τεχνικών φακέλων που θα υποβληθούν σύμφωνα με τις οδηγίες που θα εκπονηθούν για τις εν λόγω ενώσεις.

ΣΤ.1. *Αναστολείς νιτροποίησης*

Αριθ.	Ονομασία τύπου και σύνθεση του αναστολέα νιτροποίησης	Ελάχιστη και μέγιστη περιεκτικότητα αναστολέα ως επί τοις εκατό ποσοστό κατά μάζα του ολικού αζώτου που υπάρχει ως αμμωνιακό και ως ουρικό άζωτο	Τύποι λιπασμάτων ΕΚ για τους οποίους δεν μπορεί να χρησιμοποιείται ο αναστολέας	Περιγραφή των αναστολέων νιτροποίησης με τους οποίους επιτρέπεται η μείξη Δεδομένα για επιτρεπόμενη αναλογία
1	2	3	4	5
1	Δικυανοδιαμίδιο ELINCS αριθ. 207-312-8	Ελάχιστο 2,25 Μέγιστο 4,5		

ΣΤ.2. *Αναστολείς ουρεάσης*

Αριθ.	Ονομασία τύπου και σύνθεση του αναστολέα ουρεάσης	Ελάχιστη και μέγιστη περιεκτικότητα αναστολέα ως επί τοις εκατό ποσοστό κατά μάζα του ολικού αζώτου που υπάρχει ως ουρικό άζωτο	Τύποι λιπασμάτων ΕΚ για τους οποίους δεν μπορεί να χρησιμοποιείται ο αναστολέας	Περιγραφή των αναστολέων ουρεάσης με τους οποίους επιτρέπεται η μείξη Δεδομένα για επιτρεπόμενη αναλογία
1	2	3	4	5
1	N-(n-βουτυλ)θειοφωσφορικό τριαμίδιο (NBPT) ELINCS αριθ. 435-740-7	Ελάχιστο 0,09 Μέγιστο 0,20		

▼B

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ II

ΑΝΕΚΤΑ ΠΕΡΙΘΩΡΙΑ ΔΙΑΚΥΜΑΝΣΗΣ

Τα ανεκτά περιθώρια διακύμανσης που προβλέπονται στο παρόν παράρτημα είναι αρνητικές τιμές σε ποσοστό επί τοις εκατό κατά μάζα.

Τα περιθώρια διακύμανσης που επιτρέπονται όσον αφορά τη δηλωμένη περιεκτικότητα σε θρεπτικά συστατικά για τους διάφορους τύπους λιπασμάτων ΕΚ έχουν ως εξής:

1. **Απλά ανόργανα λιπάσματα κύριων θρεπτικών συστατικών, απόλυτη τιμή σε ποσοστό επί τοίς εκατό κατά μάζα πού εκφράζεται ως N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl**

1.1. *Αζωτούχα λιπάσματα*

νιτρικό ασβέστιο	0,4
νιτρικό ασβέστιο και μαγνήσιο	0,4
νιτρικό νάτριο	0,4
νίτρο της Χιλής	0,4
ασβεστοκυαναμίδιο	1,0
ασβεστοκυαναμίδιο με νιτρικά	1,0
θειικό αμμώνιο	0,3
νιτρική αμμωνία ή ασβεστούχος νιτρική αμμωνία:	
— έως και 32 %	0,8
— άνω του 32 %	0,6
νιτροθειική αμμωνία	0,8
νιτροθειικό μαγνήσιο	0,8
αζωτούχο λίπασμα με μαγνήσιο	0,8
ουρία	0,4
αιώρημα νιτρικού ασβεστίου	0,4
διάλυμα αζωτούχου λιπάσματος με φορμαλδεϋδουρία	0,4
αιώρημα αζωτούχου λιπάσματος με φορμαλδεϋδουρία	0,4
θειική αμμωνία-ουρία	0,5
διάλυμα αζωτούχου λιπάσματος	0,6
διάλυμα νιτρικού αμμωνίου-ουρίας	0,6

1.2. *Φωσφορικά λιπάσματα*

σκωρίες Thomas:

— δήλωση εκφραζόμενη ως περιοχή τιμών 2 % κατά μάζα	0,0
— δήλωση εκφραζόμενη ως ενιαία αριθμητική τιμή	1,0

Άλλα φωσφορικά λιπάσματα

Διαλυτότητα του P_2O_5 στο:	(αριθμός του λιπάσματος στο παράρτημα I)	
— ανόργανο οξύ	(3, 6, 7)	0,8
— μυρμηκικό οξύ	(7)	0,8
— ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο	(2α, 2β, 2γ)	0,8
— αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο	(4, 5, 6)	0,8
— νερό	(2α, 2β, 3)	0,9
	(2γ)	1,3

▼B

1.3. *Καλιούχα λιπάσματα*

καϊνίτης	1,5
εμπλουτισμένος καϊνίτης	1,0
χλωριούχο κάλιο:	
— έως και 55 %	1,0
— άνω του 55 %	0,5
χλωριούχο κάλιο περιέχον άλατα μαγνησίου	1,5
θειικό κάλιο	0,5
θειικό κάλιο περιέχον άλατα μαγνησίου	1,5

1.4. *Άλλα συστατικά*

χλωρίδιο	0,2

2. **Σύνθετα ανόργανα λιπάσματα κύριων θρεπτικών συστατικών**

2.1. *Θρεπτικά στοιχεία*

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

2.2. *Συνολικές αρνητικές αποκλίσεις από τη δηλωμένη περιεκτικότητα*

δυαδικά λιπάσματα	1,5
τριαδικά λιπάσματα	1,9

3. **Δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά στα λιπάσματα**

Τα περιθώρια διακύμανσης που επιτρέπονται όσον αφορά τη δηλωμένη περιεκτικότητα σε ασβέστιο, μαγνήσιο, νάτριο και θείο ανέρχονται στο ένα τέταρτο της δηλωμένης περιεκτικότητας στα εν λόγω θρεπτικά συστατικά με ανώτατο όριο το 0,9 % σε απόλυτη τιμή για τα CaO, MgO, Na_2O και SO_3, ήτοι 0,64 για το Ca, 0,55 για το Mg, 0,67 για το Na και 0,36 για το S.

4. **Θρεπτικά ιχνοστοιχεία στα λιπάσματα**

Τα περιθώρια διακύμανσης που επιτρέπονται όσον αφορά τη δηλωμένη περιεκτικότητα σε θρεπτικά μικροσυστατικά έχουν ως εξής:

— 0,4 % σε απόλυτη τιμή για περιεκτικότητα ανώτερη από 2 %,

— ένα πέμπτο της δηλωμένης τιμής για περιεκτικότητα έως 2 %.

Τα περιθώρια διακύμανσης που επιτρέπονται όσον αφορά τη δηλωμένη περιεκτικότητα για τις διάφορες μορφές του αζώτου ή τη δηλωμένη διαλυτότητα του πεντοξειδίου του φωσφόρου ανέρχονται στο ένα δέκατο της συνολικής περιεκτικότητας στο σχετικό θρεπτικό συστατικό με ανώτατο όριο το 2 % κατά μάζα, υπό την προϋπόθεση ότι η συνολική περιεκτικότητα στο εν λόγω θρεπτικό συστατικό παραμένει εντός των ορίων που προβλέπονται στο παράρτημα I και ότι δεν υπερβαίνει τα ως άνω περιθώρια διακύμανσης.

▼B

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ III

ΤΕΧΝΙΚΕΣ ΔΙΑΤΑΞΕΙΣ ΠΟΥ ΑΦΟΡΟΥΝ ΛΙΠΑΣΜΑΤΑ ΝΙΤΡΙΚΟΥ ΑΜΜΩΝΙΟΥ ΥΨΗΛΗΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΣΕ ΑΖΩΤΟ

1. **Χαρακτηριστικά και οριακές τιμές για απλά λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο**

1.1. *Βαθμός πορώδους (κατακράτηση πετρελαίου)*

Η κατακράτηση πετρελαίου από το λίπασμα, το οποίο έχει προηγουμένως υποβληθεί σε δύο θερμικούς κύκλους σε θερμοκρασία από 25 έως 50 °C, που συμμορφώνονται με τις διατάξεις του σημείου 2 του τμήματος 3. του παρόντος παραρτήματος, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 4 % κατά μάζα.

1.2. *Καύσιμα συστατικά*

Η περιεκτικότητα σε καύσιμα υλικά που μετράται σε επί τοις εκατό ποσοστό άνθρακα κατά μάζα δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,2 % για τα λιπάσματα με περιεκτικότητα σε άζωτο τουλάχιστον 31,5 % κατά μάζα και δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,4 % για τα λιπάσματα με περιεκτικότητα σε άζωτο τουλάχιστον 28 % αλλά μικρότερη από 31,5 % κατά μάζα.

1.3. *pH*

Το διάλυμα 10 g λιπάσματος σε 100 ml νερού πρέπει να έχει pH τουλάχιστον 4,5.

1.4. *Ανάλυση της λεπτότητας αλέσματος*

Το πολύ μέχρι το 5 % κατά μάζα του λιπάσματος πρέπει να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 1 mm και το πολύ μέχρι 3 % κατά μάζα πρέπει να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,5 mm.

1.5. *Χλώριο*

Η μέγιστη περιεκτικότητα σε χλώριο καθορίζεται σε 0,02 % κατά μάζα.

1.6. *Βαρέα μέταλλα*

Δεν πρέπει να προστίθενται εκ προθέσεως βαρέα μέταλλα, ενώ τυχόν ίχνη που συνοδεύουν τη διαδικασία παρασκευής δεν πρέπει να υπερβαίνουν τα όρια που έχει καθορίσει η επιτροπή.

Η περιεκτικότητα σε χαλκό δεν θα υπερβαίνει τα 10 mg/kg.

Δεν καθορίζονται όρια για άλλα βαρέα μέταλλα

2. **Περιγραφή της δοκιμής εκρηκτικότητας σχετικά με τα λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο**

Η δοκιμή πρέπει να εκτελείται σε αντιπροσωπευτικό δείγμα του λιπάσματος. Πριν από την εκτέλεση της δοκιμής εκρηκτικότητας, η ολική μάζα του δείγματος πρέπει να υποβληθεί σε πέντε θερμικούς κύκλους που να συμμορφώνονται με τις διατάξεις του σημείου 3 του τμήματος 3. του παρόντος παραρτήματος.

Το λίπασμα υποβάλλεται στη δοκιμή εκρηκτικότητας σε ένα οριζόντιο χαλύβδινο σωλήνα υπό τις εξής συνθήκες:

— χαλύβδινος σωλήνας χωρίς ραφή,

— μήκος του σωλήνα: 1 000 mm τουλάχιστον,

— ονομαστική εξωτερική διάμετρος: 114 mm τουλάχιστον,

— ονομαστικό πάχος τοιχωμάτων: 5 mm τουλάχιστον,

— ενισχυτικό έναυσμα: ο τύπος και η μάζα του ενισχυτικού εναύσματος που επιλέγεται πρέπει να είναι τέτοιοι ώστε να μεγιστοποιείται η πίεση εκπυρσοκρότησης που εφαρμόζεται στο δείγμα προκειμένου να προσδιοριστεί η δυνατότητα μετάδοσης έκρηξης,

— θερμοκρασία δοκιμής: 15-25 °C,

— μολύβδινοι κύλινδροι για ανίχνευση της έκρηξης: 50 mm διαμέτρου, 100 mm ύψους,

▼B

— που τοποθετούνται κατά διαστήματα 150 mm πάνω στους οποίους στηρίζεται οριζόντια ο σωλήνας. Η δοκιμή πρέπει να εκτελείται δύο φορές. Θεωρείται ότι η δοκιμή έχει επιτύχει όταν σε καθεμία τις δύο δοκιμές η σύνθλιψη ενός ή περισσότερων μολύβδινων κυλίνδρων είναι μικρότερη από 5 %.

3. **Μέθοδοι ελέγχου της συμμόρφωσης προς τα όρια που καθορίζονται στα παραρτήματα III-1 και III-2**

Μέθοδος 1

Μέθοδοι διεξαγωγής θερμικών κύκλων

1. **Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζονται οι διαδικασίες για τη διεξαγωγή θερμικών κύκλων πριν από την εκτέλεση της δοκιμής κατακράτησης πετρελαίου σε απλά λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο και της δοκιμής εκρηκτικότητας σε απλά και σύνθετα λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο.

Οι μέθοδοι των κλειστών θερμικών κύκλων, που περιγράφονται στο παρόν τμήμα, θεωρείται ότι προσομοιώνουν ικανοποιητικά τις συνθήκες που πρέπει να λαμβάνονται υπόψη αναφορικά με το πεδίο εφαρμογής του τίτλου II, κεφάλαιο IV, μολονότι ενδέχεται να μην προσομοιώνουν κατ' ανάγκη όλες τις συνθήκες που δημιουργούνται κατά τη μεταφορά και την αποθήκευση.

2. **Θερμικοί κύκλοι που αναφέρονται στο παράρτημα III-1**

2.1. *Πεδίο εφαρμογής*

Διεξαγωγή θερμικών κύκλων πριν από τον προσδιορισμό της κατακράτησης πετρελαίου στο λίπασμα.

2.2. *Αρχή της μεθόδου και ορισμός*

Σε φιάλη Erlenmeyer, το δείγμα θερμαίνεται από τη θερμοκρασία περιβάλλοντος στους 50 °C και διατηρείται στη θερμοκρασία αυτή για δύο ώρες (φάση των 50 °C). Στη συνέχεια ψύχεται σε θερμοκρασία 25 °C και διατηρείται στη θερμοκρασία αυτή για δύο ώρες (φάση των 25 °C). Ο συνδυασμός των δύο διαδοχικών φάσεων των 50 °C και 25 °C αποτελεί ένα θερμικό κύκλο. Το δείγμα ελέγχου, αφού υποβληθεί σε δύο θερμικούς κύκλους, διατηρείται σε θερμοκρασία 20 ± 3 °C για τον προσδιορισμό της κατακράτησης πετρελαίου.

2.3. *Εργαστηριακά σκεύη και όργανα*

Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός, ιδίως:

— θερμοστατούμενα υδατόλουτρα των 25 (± 1) και 50 (± 1) °C αντίστοιχα,

— φιάλες Erlenmeyer με χωρητικότητα 150 ml η καθεμία.

2.4. *Τρόπος εργασίας*

Κάθε δείγμα ελέγχου βάρους 70 (± 5) g τοποθετείται σε φιάλη Erlenmeyer που κατόπιν πωματίζεται.

Κάθε φιάλη μεταφέρεται κάθε δύο ώρες από το υδατόλουτρο των 50 °C στο υδατόλουτρο των 25 °C και αντίστροφα.

Το νερό κάθε λουτρού διατηρείται σε σταθερή θερμοκρασία και σε συνεχή κίνηση με ταχεία ανάδευση ώστε η στάθμη του νερού να ανεβαίνει πάνω από το επίπεδο του δείγματος. Το πώμα προστατεύεται από τους υδρατμούς με κάλυμμα από αφρώδες πλαστικό.

3. **Θερμικοί κύκλοι που χρησιμοποιούνται για το παράρτημα III-2**

3.1. *Πεδίο εφαρμογής*

Διεξαγωγή θερμικών κύκλων πριν από την εκτέλεση της δοκιμής εκρηκτικότητας.

3.2. *Αρχή της μεθόδου και ορισμός*

Σε υδατοστεγές δοχείο, το δείγμα θερμαίνεται από τη θερμοκρασία περιβάλλοντος στους 50 °C και διατηρείται στη θερμοκρασία αυτή

▼B

για μία ώρα (φάση των 50 °C). Στη συνέχεια το δείγμα ψύχεται μέχρι τους 25 °C και διατηρείται στη θερμοκρασία αυτή για μία ώρα (φάση των 25 °C). Ο συνδυασμός των δύο διαδοχικών φάσεων των 50 °C και 25 °C αποτελεί ένα θερμικό κύκλο. Το δείγμα ελέγχου, αφού υποβληθεί στον απαιτούμενο αριθμό θερμικών κύκλων, διατηρείται σε θερμοκρασία 20 ± 3 °C μέχρι τη διεξαγωγή της δοκιμής εκρηκτικότητας.

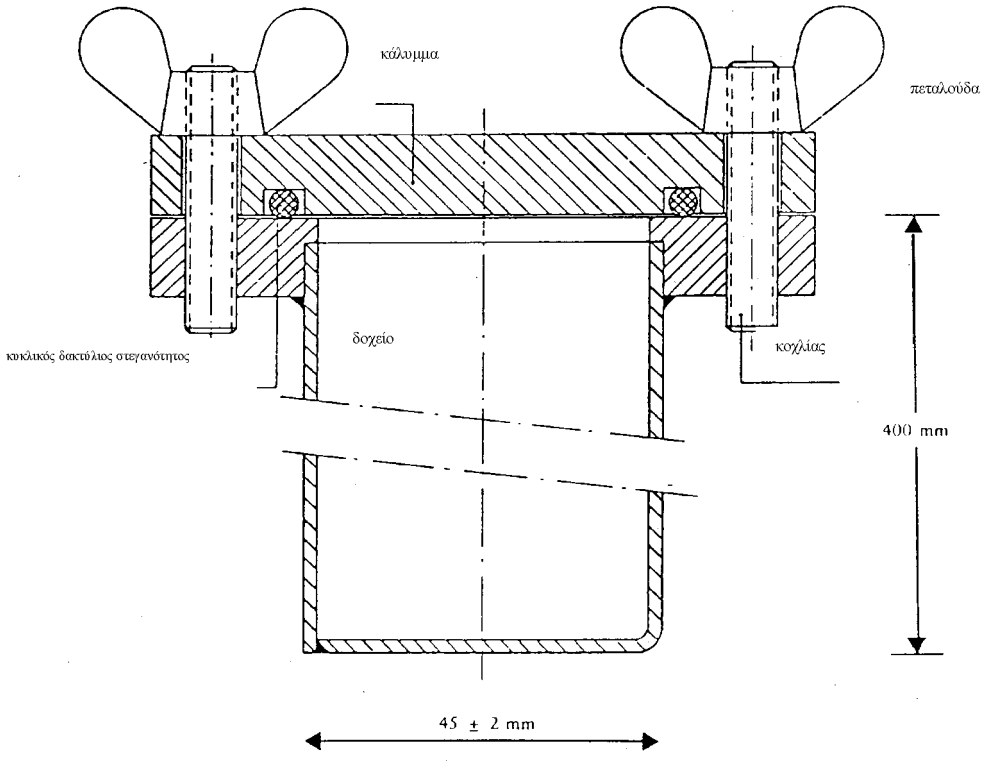
3.3. *Εργαστηριακά σκεύη και όργανα*

— Ένα υδατόλουτρο, που θερμοστατείται στην περιοχή θερμοκρασιών 20 έως 51 °C, με ελάχιστη ταχύτητα θέρμανσης και ψύξης 10 °C/ώρα, ή δύο θερμοστατούμενα υδατόλουτρα των 20 °C και των 51 °C αντίστοιχα. Το νερό του (των) υδατόλουτρου(-ων) αναδεύεται συνεχώς και ο όγκος του(-ς) πρέπει να είναι αρκετά μεγάλος για να εξασφαλίζεται η άνετη κυκλοφορία του νερού.

— Ένα δοχείο από ανοξείδωτο χάλυβα, υδατοστεγές από κάθε πλευρά και εξοπλισμένο στο κέντρο του με θερμόμετρο θερμοηλεκτρικού στοιχείου. Το εξωτερικό πλάτος του δοχείου είναι 45 (± 2) mm και τα τοιχώματά του έχουν πάχος 1,5 mm (βλέπε σχήμα 1). Το ύψος και το μήκος του δοχείου επιλέγονται σε συνάρτηση με τις διαστάσεις του υδατόλουτρου, π.χ. μήκος 600 mm και ύψος 400 mm.

3.4. *Τρόπος εργασίας*

Ποσότητα λιπάσματος, που επαρκεί για μία δοκιμή εκρηκτικότητας, εισάγεται στο δοχείο που, στη συνέχεια, κλείνεται με το κάλυμμα. Το δοχείο τοποθετείται στο υδατόλουτρο, το νερό θερμαίνεται στους 51 °C και μετράται η θερμοκρασία στο κέντρο του λιπάσματος. Μία ώρα μετά την επίτευξη της θερμοκρασίας των 50 °C στο κέντρο, αρχίζει η ψύξη του νερού. Μία ώρα μετά την επίτευξη της θερμοκρασίας των 25 °C στο κέντρο, θερμαίνεται το νερό, οπότε αρχίζει ο δεύτερος κύκλος. Σε περίπτωση που χρησιμοποιούνται δύο υδατόλουτρα, το δοχείο μεταφέρεται στο άλλο υδατόλουτρο μετά από κάθε περίοδο θέρμανσης/ψύξης.



Σχήμα 1

▼B

Μέθοδος 2

Προσδιορισμός της κατακράτησης πετρελαίου

1. **Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται η διαδικασία για τον προσδιορισμό της κατακράτησης πετρελαίου από απλά λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο.

Η μέθοδος μπορεί να εφαρμοστεί τόσο σε λιπάσματα υπό μορφή σβώλων όσο και σε κοκκώδη λιπάσματα, που δεν περιέχουν υλικά διαλυτά στο πετρέλαιο.

2. **Ορισμός**

Κατακράτηση πετρελαίου από λίπασμα: η ποσότητα πετρελαίου που κατακρατείται από το λίπασμα, όπως προσδιορίζεται υπό τις συνθήκες εργασίας που καθορίζονται στο παρόν και η οποία εκφράζεται ως επί τοις εκατό ποσοστό κατά μάζα.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Η ελεγχόμενη ποσότητα λιπάσματος βυθίζεται εξ ολοκλήρου σε πετρέλαιο ντίζελ επί ορισμένο χρόνο και στη συνέχεια στραγγίζεται, υπό καθορισμένες συνθήκες, ώστε να απομακρυνθεί το πλεονάζον πετρέλαιο. Μετράται κατόπιν η αύξηση της μάζας της εν λόγω ποσότητας.

4. **Αντιδραστήρια**

Πετρέλαιο ντίζελ

Μέγιστο ιξώδες: 5 mPas στους 40 °C

Πυκνότητα: 0,8 έως 0,85 g/ml στους 20 °C

Περιεκτικότητα σε θείο: ≤ 1,0 % (m/m)

Τέφρα: ≤ 0,1 % (m/m)

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός, και επιπλέον:

5.1. Ζυγός, με ακρίβεια 0,01 g.

5.2. Ποτήρια ζέσεως, χωρητικότητας 500 ml.

5.3. Χωνί, από πλαστικό υλικό, κατά προτίμηση με κυλινδρικό τοίχωμα στο άνω άκρο, διαμέτρου 200 mm περίπου.

5.4. Εργαστηριακό κόσκινο, με οπές 0,5 mm, προσαρμόσιμο στο χωνί (5.3).

Σημείωση:

Το μέγεθος του χωνιού και του κόσκινου επιλέγονται έτσι ώστε λίγοι μόνο κόκκοι να βρίσκονται πάνω σε άλλους και το πετρέλαιο να μπορεί να στραγγίζει εύκολα.

5.5. Διηθητικό χαρτί, για ταχεία διήθηση, τραχείας επιφανείας, μαλακό, μάζας 150 g/m^2.

5.6. Απορροφητικό ύφασμα (εργαστηριακής ποιότητας).

6. **Τρόπος εργασίας**

6.1. Διεξάγονται δύο ανεξάρτητοι προσδιορισμοί, ο ένας αμέσως μετά τον άλλο, σε χωριστές ποσότητες του ίδιου δείγματος ελέγχου.

6.2. Σωματίδια του δείγματος μικρότερα από 0,5 mm απομακρύνονται με τη βοήθεια του κόσκινου (5.4). Ζυγίζονται 50 g του δείγματος με ακρίβεια 0,01 g στο ποτήρι ζέσεως (5.2). Προστίθεται αρκετό πετρέλαιο ντίζελ (παράγραφος 4) ώστε να καλυφθούν τελείως οι σβώλοι και το μείγμα αναδεύεται προσεκτικά ώστε να εξασφαλιστεί πλήρης ύγρανση της επιφάνειας των σβώλων. Το δείγμα παραμένει στο ποτήρι ζέσεως για μία ώρα στους 25 (± 2) °C, σκεπασμένο με γυάλινη πλάκα ωρολογίου.

▼B

6.3. Διηθείται το περιεχόμενο του ποτηριού ποσοτικά μέσω του χωνιού (5.3), στο οποίο είναι προσαρμοσμένο το κόσκινο (5.4). Η ποσότητα που συγκρατείται στο κόσκινο αφήνεται να παραμείνει για μία ώρα, ώστε να καταστεί δυνατή η εκροή του πλεονάζοντος πετρελαίου.

6.4. Σε μια λεία βάση τοποθετούνται δύο φύλλα από διηθητικό χαρτί (5.5) (διαστάσεων 500 × 500 mm περίπου) το ένα πάνω στο άλλο, ενώ οι τέσσερις άκρες και των δύο φύλλων διπλώνονται προς τα πάνω σε πλάτος 40 mm περίπου, ώστε να μην μπορούν να κυλήσουν οι σβώλοι. Στο κέντρο των διηθητικών χαρτιών τοποθετούνται δύο φύλλα απορροφητικού υφάσματος (5.6). Όλο το περιεχόμενο του κόσκινου (5.4) μεταφέρεται ποσοτικά πάνω στο απορροφητικό ύφασμα και οι σβώλοι απλώνονται ομοιόμορφα με ένα πλατύ, μαλακό πινέλο. Μετά από δύο λεπτά, σηκώνοντας τη μία πλευρά του υφάσματος μεταφέρονται οι σβώλοι στο υποκείμενο διηθητικό χαρτί και με το πινέλο απλώνονται ομοιόμορφα σ' αυτό. Ένα άλλο φύλλο διηθητικού χαρτιού, του οποίου οι άκρες είναι επίσης στραμμένες προς τα πάνω, τοποθετείται πάνω στο δείγμα και, με κυκλικές κινήσεις και ελαφρά πίεση τίθενται οι σβώλοι σε κίνηση μεταξύ των διηθητικών χαρτιών. Οι κυκλικές αυτές κινήσεις διακόπτονται κάθε οκτώ φορές για να ανυψωθούν οι αντίθετες πλευρές των διηθητικών χαρτιών, ώστε να επανέλθουν στη μέση οι σβώλοι που κύλησαν προς την περιφέρεια. Ακολουθείται ο παρακάτω ρυθμός: κάθε τέσσερις πλήρεις κυκλικές κινήσεις, πρώτα κατά την κίνηση των δεικτών του ωρολογίου και έπειτα αντίθετα, επαναφέρονται οι σβώλοι στο κέντρο όπως περιγράφηκε παραπάνω. Η εργασία με το ρυθμό αυτό πρέπει να εκτελείται τρεις φορές (24 κυκλικές κινήσεις, 2 ανυψώσεις των άκρων). Μετά παρεμβάλλεται προσεκτικά ένα καινούργιο φύλλο διηθητικού χαρτιού μεταξύ των δύο υπαρχόντων και οι σβώλοι με ανύψωση των άκρων του υπερκείμενου φύλλου, αφήνονται να κυλήσουν στο νέο φύλλο. Αφού καλυφθούν οι σβώλοι με ένα νέο φύλλο διηθητικού χαρτιού, ακολουθείται η ίδια διαδικασία όπως περιγράφηκε παραπάνω. Αμέσως μετά την εν λόγω διαδικασία οι σβώλοι μεταφέρονται μέσα σε ένα προζυγισμένο τριβλίο και με μια νέα ζύγιση προσδιορίζεται η μάζα πετρελαίου ντίζελ που έχει κατακρατηθεί με ακρίβεια 0,01 g.

6.5. *Επανάληψη της διαδικασίας κύλισης και επαναζύγιση*

Εάν από τη νέα ζύγιση προκύπτει ότι το πετρέλαιο ντίζελ που κατακρατήθηκε από το δείγμα είναι μεγαλύτερο από 2 g, τότε το δείγμα τοποθετείται σε μια νέα ομάδα φύλλων διηθητικού χαρτιού και επαναλαμβάνεται η διαδικασία της κύλισης με ανύψωση των γωνιών των χαρτιών σύμφωνα με την παράγραφο 6.4 (2 φορές 8 κυκλικές κινήσεις και μεταξύ αυτών μία ανύψωση των άκρων). Μετά ζυγίζεται πάλι το δείγμα.

7. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

7.1. *Μέθοδος υπολογισμού και τύπος*

Η κατακράτηση πετρελαίου κάθε προσδιορισμού (6.1), εκφραζόμενη ως επί τοις εκατό ποσοστό κατά μάζα του κοσκινισμένου δείγματος ελέγχου δίδεται από τον εξής τύπο:

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

όπου:

m_1 είναι η μάζα, σε γραμμάρια, της ποσότητας κοσκινισμένου δείγματος (6.2),

m_2 είναι η μάζα, σε γραμμάρια, της ποσότητας ελέγχου σύμφωνα με τις παραγράφους 6.4 ή 6.5 αντίστοιχα, όπως προκύπτει από την τελευταία ζύγιση.

Ως αποτέλεσμα λαμβάνεται ο αριθμητικός μέσος όρος των δύο ανεξάρτητων προσδιορισμών.

▼B

Μέθοδος 3

Προσδιορισμός των καυσίμων συστατικών

1. **Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται η διαδικασία ποσοτικού προσδιορισμού των καυσίμων συστατικών, τα οποία περιέχονται στα απλά λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο.

2. **Αρχή της μεθόδου**

Το διοξείδιο του άνθρακα που προέρχεται από ανόργανα έκδοχα απομακρύνεται, εκ των προτέρων, με τη βοήθεια οξέος. Οι οργανικές ενώσεις οξειδούνται με μείγμα χρωμοθειικού οξέος και θειικού οξέος. Το σχηματιζόμενο διοξείδιο του άνθρακα απορροφάται από διάλυμα υδροξειδίου του βαρίου. Το ίζημα διαλύεται σε διάλυμα υδροχλωρικού οξέος και προσδιορίζεται με ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου.

3. **Αντιδραστήρια**

3.1. Τριοξείδιο του χρωμίου Cr_2O_3 (VI) αναλυτικής καθαρότητας.

3.2. Θειικό οξύ, 60 % κατ' όγκο: σε ποτήρι ζέσεως του 1 λίτρου φέρονται 360 ml νερού και προστίθενται με προσοχή 640 ml θειικού οξέος (πυκνότητα στους 20 °C = 1,83 g/ml).

3.3. Διάλυμα νιτρικού αργύρου, 0,1 mol/l.

3.4. *Υδροξείδιο του βαρίου*

Ζυγίζονται 15 g υδροξειδίου του βαρίου [$Ba(OH)_2$. $8H_2O$] και αναμειγνύονται με ζεστό νερό μέχρι πλήρους διαλύσεως. Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί και μεταγγίζεται σε φιάλη του 1 λίτρου. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή και το διάλυμα ομογενοποιείται. Διηθείται με πτυχωτό χάρτινο ηθμό.

3.5. Υδροχλωρικό οξύ: πρότυπο διάλυμα 0,1 mol/l.

3.6. Υδροξείδιο του νατρίου: πρότυπο διάλυμα 0,1 mol/l.

3.7. Κυανούν της βρωμοφαινόλης: υδατικό διάλυμα 0,4 g ανά λίτρο.

3.8. Φαινολοφθαλεΐνη: διάλυμα 2 g ανά λίτρο σε αιθανόλη 60 % κατ' όγκο.

3.9. Νατράσβεστος: μέγεθος σωματιδίων 1,0 έως 1,5 mm περίπου.

3.10. Απιονισμένο νερό, πρόσφατα βρασμένο για να απομακρυνθεί το διοξείδιο του άνθρακα.

4. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

4.1. *Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός και ιδίως:*

— χωνευτήριο διήθησης με πλάκα από συντετηγμένο γυαλί χωρητικότητας 15 ml· διάμετρος της πλάκας: 20 mm· συνολικό ύψος: 50 mm· βαθμός πορώδους 4 (διάμετρος πόρων 5 έως 15 μm),

— ποτήρι ζέσεως των 600 ml.

4.2. Παροχή συμπιεσμένου αζώτου.

4.3. Συσκευή αποτελούμενη από τα ακόλουθα τμήματα, τα οποία συναρμολογούνται μεταξύ τους, αν είναι δυνατό, με σφαιρικούς σμυρισμένους συνδέσμους (βλέπε σχήμα 2).

4.3.1. Σωλήνας απορρόφησης A, μήκους 200 mm περίπου και διαμέτρου 30 mm, ο οποίος έχει πληρωθεί με νατράσβεστο (3.9) που συγκρατείται με τη βοήθεια βυσμάτων από υαλοβάμβακα.

4.3.2. Φιάλη αντιδράσεως B των 500 ml με πλευρικό σωλήνα και σφαιρικό πυθμένα.

4.3.3. Στήλη κλασματικής απόσταξης Vigreux, μήκους 150 mm περίπου (C').

4.3.4. Κάθετος ψυκτήρας C, διπλότοιχος, μήκους 200 mm.

4.3.5. Φιάλη Drechsel D για την κατακράτηση της ενδεχόμενης περίσσειας του οξέος που αποστάζεται.

▼B

4.3.6. Παγόλουτρο Ε για την ψύξη της φιάλης Drechsel.

4.3.7. Δύο απορροφητήρες F_1 και F_2, διαμέτρου 32 έως 35 mm, με βαλβίδα αερίου αποτελούμενη από ένα δίσκο 10 mm από συντετηγμένο γυαλί χαμηλού πορώδους.

4.3.8. Αντλία αναρρόφησης και ρυθμιστής αναρρόφησης g αποτελούμενος από γυάλινο εξάρτημα σχήματος T, που παρεμβάλλεται στη συνδεσμολογία και του οποίου το ελεύθερο άκρο συνδέεται με λεπτό τριχοειδή σωλήνα με τη βοήθεια κοντού σωλήνα από καουτσούκ, ο οποίος φέρει κοχλιωτό συνδετήρα.

Προσοχή: Η χρήση ζέοντος διαλύματος χρωμικού οξέος σε συσκευή που βρίσκεται υπό ελαττωμένη πίεση μπορεί να προκαλέσει ατύχημα και απαιτεί κατάλληλες προφυλάξεις.

5. **Τρόπος εργασίας**

5.1. *Δείγμα ανάλυσης*

Ζυγίζονται περίπου 10 g νιτρικού αμμωνίου με ακρίβεια 0,001 g.

5.2. *Απομάκρυνση των ανθρακικών ιόντων*

Το δείγμα τοποθετείται στη φιάλη αντιδράσεως B. Προστίθενται 100 ml H_2SO_4(3.2). Οι σβώλοι του δείγματος αφήνονται να διαλυθούν μέσα στο οξύ σε θερμοκρασία περιβάλλοντος επί 10 λεπτά περίπου. Η συσκευή συναρμολογείται σύμφωνα με το σχήμα: ο σωλήνας απορρόφησης (A) συνδέεται από το ένα άκρο με την πηγή του αζώτου (4.2) μέσω μανομέτρου μη αντεπιστροφής, που περιέχει στήλη υδραργύρου ύψους 5 έως 6 mm και, από το άλλο, με το σωλήνα τροφοδότησης που είναι βυθισμένος στη φιάλη αντιδράσεως. Κατόπιν τοποθετούνται η στήλη κλασματικής απόσταξης Vigreux (C') και ο κάθετος ψυκτήρας (C), ο οποίος τροφοδοτείται με νερό για την ψύξη του. Ρυθμίζεται η ροή του αζώτου, έτσι ώστε να διέρχεται με μέτρια ταχύτητα από το διάλυμα, το οποίο ακολούθως ζέεται ήπια επί δύο λεπτά. Στο τέλος του χρόνου αυτού δεν πρέπει να υπάρχει πλέον αναβρασμός. Εάν παρατηρηθεί αναβρασμός, η θέρμανση συνεχίζεται για 30 λεπτά. Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί επί 20 λεπτά τουλάχιστον υπό ρεύμα αζώτου.

Η συναρμολόγηση της συσκευής ολοκληρώνεται σύμφωνα με το σχήμα, συνδέοντας το σωλήνα του ψυκτήρα με τη φιάλη Drechsel (D) και αυτή με τους απορροφητήρες F_1 και F_2. Καθ' όλη τη διάρκεια της συναρμολόγησης πρέπει να διατηρείται η κυκλοφορία του αζώτου. Στον καθένα από τους απορροφητήρες (F_1 και F_2) εισάγονται γρήγορα 50 ml διαλύματος υδροξειδίου του βαρίου (3.4).

Κατόπιν διοχετεύεται ρεύμα αζώτου, έτσι ώστε να σχηματίζονται φυσαλλίδες επί 10 λεπτά περίπου. Το διάλυμα στους απορροφητήρες πρέπει να παραμείνει διαυγές. Σε αντίθετη περίπτωση, επαναλαμβάνεται η διαδικασία απομάκρυνσης των ανθρακικών ιόντων.

5.3. *Οξείδωση και απορρόφηση*

Αφού αφαιρεθεί ο σωλήνας τροφοδότησης με άζωτο, εισάγονται γρήγορα από τον πλευρικό σωλήνα της φιάλης αντιδράσεως (B) 20 g τριοξειδίου του χρωμίου (3.1) και 6 ml διαλύματος νιτρικού αργύρου (3.3). Η συσκευή συνδέεται με την αντλία αναρρόφησης και η παροχή του αζώτου ρυθμίζεται έτσι ώστε μια σταθερή ποσότητα φυσαλλίδων του αερίου να διέρχεται από το συντετηγμένο γυαλί των απορροφητήρων F_1 και F_2.

Το περιεχόμενο της φιάλης αντιδράσεως (B) θερμαίνεται μέχρι βρασμού, που διατηρείται επί 1 ώρα και 30 λεπτά ([1]). Είναι πιθανό να χρειαστεί να χρησιμοποιηθεί η ρυθμιστική διάταξη (G) για τον έλεγχο του ρεύματος του αζώτου, καθώς το ανθρακικό βάριο που καθιζάνει κατά τη δοκιμή μπορεί να φράξει τους δίσκους από συντετηγμένο γυαλί. Η εργασία γίνεται σωστά όταν το διάλυμα υδροξειδίου του βαρίου μέσα στον απορροφητήρα F_2 παραμένει διαυγές. Σε αντίθετη περίπτωση η δοκιμή επαναλαμβάνεται. Η θέρμανση διακόπτεται και η συσκευή αποσυναρμολογείται. Πλένονται και οι δύο βαλβίδες αερίου εσωτερικά και εξωτερικά, ώστε να απομακρυνθεί το υδροξείδιο του βαρίου και τα υγρά πλύσεως συλλέγονται μέσα στους αντίστοιχους

([1]) Για τις περισσότερες οργανικές ουσίες, με την παρουσία νιτρικού αργύρου ως καταλύτη, ο χρόνος αντίδρασης 1 ώρας και 30 λεπτών είναι αρκετός.

▼B

απορροφητήρες. Οι βαλβίδες τοποθετούνται η μία μετά την άλλη μέσα σε ποτήρι ζέσεως των 600 ml που θα χρησιμοποιηθεί αργότερα για τον προσδιορισμό.

Το περιεχόμενο του απορροφητήρα F_2 και κατόπιν του απορροφητήρα F_1 διηθείται γρήγορα υπό κενό στο χωνευτήριο από συντετηγμένο γυαλί. Το ίζημα συγκεντρώνεται με έκπλυση των απορροφητήρων με νερό (3.10) και πλένεται πάνω στο χωνευτήριο με 50 ml από το ίδιο νερό. Το χωνευτήριο τοποθετείται μέσα στο ποτήρι ζέσεως των 600 ml και προστίθενται περίπου 100 ml βρασμένου νερού (3.10). Στον καθένα από τους απορροφητήρες φέρονται 50 ml βρασμένου νερού και στη συνέχεια διοχετεύεται ρεύμα αζώτου διαμέσου των βαλβίδων επί 5 λεπτά. Τα νερά συλλέγονται και προστίθενται στο ποτήρι ζέσεως. Η εργασία επαναλαμβάνεται για μία ακόμη φορά, ώστε να εξασφαλιστεί ότι οι βαλβίδες έχουν πλυθεί καλά.

5.4. *Μέτρηση των ανθρακικών ιόντων που προέρχονται από οργανικές ύλες*

Στο περιεχόμενο του ποτηριού ζέσεως προστίθενται πέντε σταγόνες φαινολοφθαλεΐνης (3.8). Το διάλυμα γίνεται κόκκινο. Προστίθεται στάγδην υδροχλωρικό οξύ (3.5), μέχρι αποχρωματισμού. Το διάλυμα στο χωνευτήριο ανακινείται καλά για να επιβεβαιωθεί ότι δεν επανέρχεται το ροζ χρώμα. Προστίθενται πέντε σταγόνες κυανού της βρωμοφαινόλης (3.7) και ακολουθεί ογκομέτρηση με υδροχλωρικό οξύ (3.5) μέχρι να αλλάξει το χρώμα σε κίτρινο. Προστίθενται ακόμη 10 ml υδροχλωρικού οξέος.

Το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, που διατηρείται το πολύ ένα λεπτό. Ελέγχεται προσεκτικά η ενδεχόμενη παρουσία ιζήματος στο υγρό.

Το διάλυμα αφήνεται να κρυώσει και ακολουθεί ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος με το διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου (3.6).

6. **Τυφλός προσδιορισμός**

Εκτελείται τυφλός προσδιορισμός, ακολουθώντας τον ίδιο τρόπο εργασίας και χρησιμοποιώντας την ίδια ποσότητα από όλα τα αντιδραστήρια.

7. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Η περιεκτικότητα σε καύσιμα συστατικά (C), εκφραζόμενη σε επί τοις εκατό ποσοστό άνθρακα κατά μάζα του δείγματος, δίδεται από τον τύπο:

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

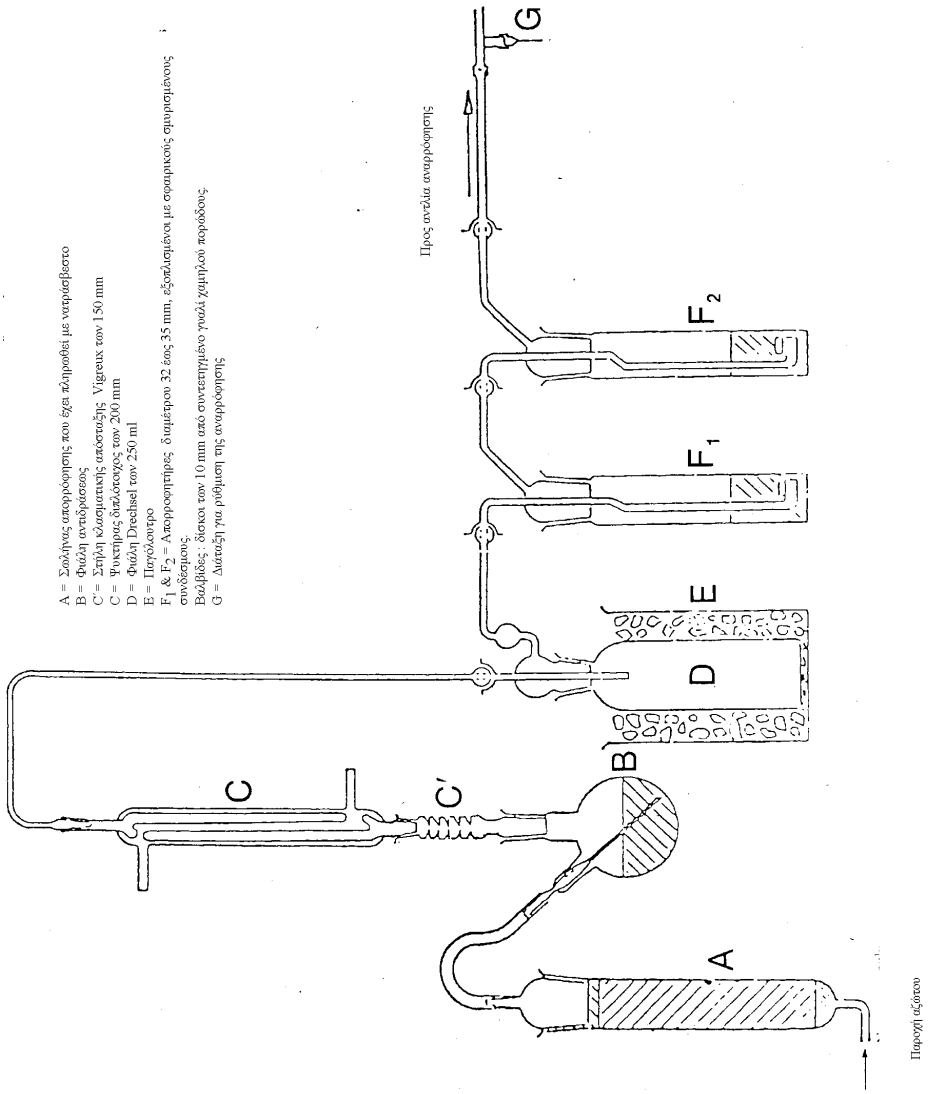
όπου:

E = η μάζα του ελεγχόμενου δείγματος σε γραμμάρια,

V_1 = ο συνολικός όγκος, σε χιλιοστόλιτρα, του υδροχλωρικού οξέος 0,1 mol/l που προστέθηκε μετά την αλλαγή χρώματος της φαινολοφθαλεΐνης,

V_2 = ο όγκος, σε χιλιοστόλιτρα, του διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l που χρησιμοποιήθηκε για την ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος.

▼B



Σχήμα 2

Μέθοδος 4

Προσδιορισμός της τιμής του pH

1. **Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται η διαδικασία για τη μέτρηση της τιμής του pH διαλύματος απλού λιπάσματος νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο.

2. **Αρχή της μεθόδου**

Μέτρηση του pH διαλύματος νιτρικού αμμωνίου χρησιμοποιώντας πεχάμετρο.

3. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο από διοξείδιο του άνθρακα.

3.1. *Ρυθμιστικό διάλυμα με pH 6,88 στους 20 °C*

Σε περίπου 400 ml νερού διαλύονται 3,40 ± 0,01 g δισόξινου ορθοφωσφορικού καλίου (KH_2PO_4). Κατόπιν σε περίπου 400 ml νερού διαλύονται 3,55 ± 0,01 g όξινου ορθοφωσφορικού νατρίου (Na_2HPO_4). Μεταγγίζονται και τα δύο διαλύματα χωρίς απώλειες σε

▼B

ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml, συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τη χαραγή και αναμειγνύονται. Το διάλυμα αυτό διατηρείται σε αεροστεγές δοχείο.

3.2. *Ρυθμιστικό διάλυμα με pH 4,00 στους 20 °C*

Διαλύονται σε νερό 10,21 ± 0,01 g όξινου φθαλικού καλίου ($KHC_8O_4H_4$), μεταγγίζονται χωρίς απώλειες σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml, συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τη χαραγή και αναμειγνύονται.

Το διάλυμα αυτό διατηρείται σε αεροστεγές δοχείο.

3.3. Μπορούν να χρησιμοποιηθούν πρότυπα διαλύματα γνωστού pH που διατίθενται στο εμπόριο.

4. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Πεχάμετρο εφοδιασμένο με ηλεκτρόδια υάλου και καλομέλανος ή αντίστοιχα, με ευαισθησία 0,05 μονάδες pH.

5. **Τρόπος εργασίας**

5.1. *Βαθμονόμηση του πεχαμέτρου*

Το πεχάμετρο (4) βαθμονομείται σε θερμοκρασία 20 (± 1) °C, χρησιμοποιώντας τα ρυθμιστικά διαλύματα (3.1), (3.2) ή (3.3). Πάνω από την επιφάνεια του διαλύματος διέρχεται ρεύμα αζώτου με χαμηλή ταχύτητα, το οποίο διατηρείται καθόλη τη διάρκεια της δοκιμής.

5.2. *Προσδιορισμός*

Προστίθενται 100 ml νερού σε 10 (± 0,01) g δείγματος σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml. Απομακρύνονται τα αδιάλυτα συστατικά με διήθηση, απόχυση ή φυγοκέντρηση του υγρού. Μετράται η τιμή pH του διαυγούς διαλύματος σε θερμοκρασία 20 (± 1) °C σύμφωνα με την ίδια διαδικασία που ακολουθήθηκε για τη βαθμονόμηση του πεχαμέτρου.

6. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Τα αποτελέσματα εκφράζονται σε μονάδες pH με προσέγγιση 0,1 της μονάδας και αναφέρεται η θερμοκρασία μέτρησης.

Μέθοδος 5

Προσδιορισμός του μεγέθους σωματιδίων

1. **Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται η διαδικασία για τη δοκιμή κοκκομέτρησης σε απλά λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο.

2. **Αρχή της μεθόδου**

Το ελεγχόμενο δείγμα κοσκινίζεται σε διάταξη με τρία επάλληλα κόσκινα είτε με το χέρι είτε με μηχανικά μέσα. Καταγράφεται η μάζα που συγκρατείται σε κάθε κόσκινο και υπολογίζεται το επί τοις εκατό ποσοστό υλικού που διέρχεται από τα κόσκινα με το απαιτούμενο μέγεθος οπών.

3. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

3.1. Εργαστηριακά κόσκινα από πλεκτό σύρμα διαμέτρου 200 mm, με οπές πρότυπου μεγέθους 2 mm, 1 mm και 0,5 mm αντίστοιχα. Ένα κάλυμμα και ένας υποδοχέας για τα κόσκινα αυτά.

3.2. Ζυγός με ακρίβεια 0,1 g.

3.3. Μηχανικός αναδευτήρας εφοδιασμένος με κόσκινο (εάν διατίθεται) που να μπορεί να μεταδίδει στο ελεγχόμενο δείγμα τόσο κατακόρυφη όσο και οριζόντια κίνηση.

4. **Τρόπος εργασίας**

4.1. Το δείγμα χωρίζεται σε αντιπροσωπευτικές ποσότητες βάρους περίπου 100 g η καθεμία.

▼B

4.2. Ζυγίζεται μία από τις ποσότητες αυτές με ακρίβεια 0,1 g.

4.3. Τα κόσκινα τοποθετούνται επάλληλα στη διάταξη κατ' αύξουσα σειρά μεγέθους· υποδοχέας, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm και τοποθετείται στο επάνω κόσκινο η ελεγχόμενη ποσότητα υλικού η οποία έχει ζυγιστεί. Πάνω στο σύνολο τοποθετείται το κάλυμμα.

4.4. Τα κόσκινα τίθενται σε κίνηση, είτε με το χέρι είτε με μηχάνημα, προκαλώντας τόσο κατακόρυφες όσο και οριζόντιες κινήσεις· εφόσον κινούνται με το χέρι δίνονται στη διάταξη κατά διαστήματα ελαφρά χτυπήματα. Αυτό συνεχίζεται επί 10 λεπτά ή μέχρις ότου η ποσότητα, που περνάει μέσα από κάθε κόσκινο ανά λεπτό, είναι μικρότερη από 0,1 g.

4.5. Αφαιρούνται με τη σειρά τα κόσκινα από τη διάταξη και συλλέγεται το υλικό που έχει συγκρατηθεί. Εάν είναι απαραίτητο, βουρτσίζονται ελαφρά τα κόσκινα στην οπίσθια όψη τους με μαλακή βούρτσα.

4.6. Το υλικό που συγκρατήθηκε σε κάθε κόσκινο και το υλικό που συλλέχθηκε στον υποδοχέα ζυγίζονται με ακρίβεια 0,1 g.

5. **Αξιολόγηση των αποτελεσμάτων**

5.1. Οι μάζες των κλασμάτων ανάγονται σε επί τοις εκατό ποσοστό του συνόλου των επιμέρους αυτών μαζών (όχι της ποσότητας που τοποθετήθηκε αρχικά στο κόσκινο).

Υπολογίζεται το επί τοις εκατό ποσοστό που έπεσε στον υποδοχέα (δηλ. σωματίδια < 0,5 mm): A %

Υπολογίζεται το επί τοις εκατό ποσοστό που συγκρατήθηκε στο κόσκινο μεγέθους 0,5 mm: B %

Υπολογίζεται το επί τοις εκατό ποσοστό που πέρασε από το κόσκινο μεγέθους 1,0 mm, δηλ. (A + B) %

Το άθροισμα των μαζών των κλασμάτων δεν πρέπει να διαφέρει περισσότερο από 2 % από τη μάζα που ελήφθη αρχικά.

5.2. Θα πρέπει να εκτελεστούν τουλάχιστον δύο ξεχωριστές αναλύσεις και τα αποτελέσματα που θα προκύψουν κάθε φορά για το A δεν θα πρέπει να διαφέρουν περισσότερο από 1,0 % σε απόλυτες τιμές, ενώ για το B περισσότερο από 1,5 % σε απόλυτες τιμές. Εάν οι διαφορές είναι μεγαλύτερες, η δοκιμή επαναλαμβάνεται.

6. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Δίνεται ο μέσος όρος των δύο τιμών που ελήφθησαν για το A, αφενός, και για το A + B, αφετέρου.

Μέθοδος 6

Προσδιορισμός της περιεκτικότητας σε χλώριο (υπό μορφή χλωριούχων ιόντων)

1. **Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται η διαδικασία για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας σε χλώριο (υπό μορφή ιόντων) των απλών λιπασμάτων νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο.

2. **Αρχή της μεθόδου**

Τα χλωριούχα ιόντα που είναι διαλυμένα σε νερό προσδιορίζονται με ποτενσιομετρική ογκομέτρηση με νιτρικό άργυρο σε όξινο περιβάλλον.

3. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο από χλωριούχα ιόντα.

3.1. Ακετόνη AR.

3.2. Πυκνό νιτρικό οξύ (πυκνότητα στους 20 °C = 1,40 g/ml)

3.3. Πρότυπο διάλυμα νιτρικού αργύρου, 0,1 mol/l. Το διάλυμα αυτό φυλάσσεται σε σκοτεινή γυάλινη φιάλη.

▼B

3.4. Πρότυπο διάλυμα νιτρικού αργύρου, 0,004 mol/l — το διάλυμα αυτό παρασκευάζεται την ώρα που θα χρησιμοποιηθεί.

3.5. Χλωριούχο κάλιο, πρότυπο διάλυμα αναφοράς 0,1 mol/l. Ζυγίζονται, με ακρίβεια 0,1 mg, 3,7276 g χλωριούχου καλίου αναλυτικής καθαρότητας, που έχει προηγουμένως ξηρανθεί σε πυριατήριο επί μία ώρα στους 130 °C και έχει ψυχθεί σε ξηραντήρα μέχρι τη θερμοκρασία του περιβάλλοντος. Η ουσία διαλύεται σε μικρή ποσότητα νερού, το διάλυμα μεταφέρεται χωρίς απώλειες σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml, αραιώνεται μέχρι τη χαραγή και αναμειγνύεται.

3.6. Χλωριούχο κάλιο, πρότυπο διάλυμα αναφοράς 0,004 mol/l — το διάλυμα αυτό παρασκευάζεται την ώρα που θα χρησιμοποιηθεί.

4. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

4.1. Ποτενσιόμετρο με ενδεικτικό ηλεκτρόδιο αργύρου και ηλεκτρόδιο αναφοράς από καλομέλανα, με ευαισθησία 2 mV, που να καλύπτει περιοχή - 500 έως + 500 mV.

4.2. Γέφυρα που περιέχει κεκορεσμένο διάλυμα νιτρικού καλίου, είναι συνδεδεμένη με το ηλεκτρόδιο καλομέλανα (4.1), και φέρει στα άκρα της πορώδη βύσματα.

4.3. Μαγνητικός αναδευτήρας με μαγνητική ράβδο επενδεδυμένη με τεφλόν.

4.4. Μικροπροχοΐδα με λεπτό στόμιο, βαθμολογημένη σε υποδιαιρέσεις των 0,01 ml.

5. **Τρόπος εργασίας**

5.1. *Τιτλοδότηση του διαλύματος νιτρικού αργύρου*

Λαμβάνονται 5,00 ml και 10,00 ml από το πρότυπο διάλυμα αναφοράς χλωριούχου καλίου (3.6) και τοποθετούνται σε δύο χαμηλά ποτήρια ζέσεως με ανάλογη χωρητικότητα (π.χ. των 250 ml). Το περιεχόμενο κάθε ποτηριού ογκομετρείται.

Προστίθενται 5 ml διαλύματος νιτρικού οξέος (3.2), 120 ml ακετόνης (3.1) και αρκετό νερό ώστε ο τελικός όγκος να φτάσει τα 150 ml περίπου. Στο ποτήρι τοποθετείται η μαγνητική ράβδος (4.3) και τίθεται σε κίνηση ο αναδευτήρας. Βυθίζονται μέσα στο διάλυμα το ηλεκτρόδιο αργύρου (4.1) και το ελεύθερο άκρο της γέφυρας (4.2), συνδέονται τα ηλεκτρόδια με το ποτενσιόμετρο (4.1) και, αφού ελεγχθεί το μηδέν του οργάνου, σημειώνεται η τιμή του αρχικού δυναμικού.

Διεξάγεται η ογκομέτρηση με τη βοήθεια της μικροπροχοΐδας (4.4). Προστίθενται αρχικά 4 ή 9 ml αντίστοιχα από το διάλυμα νιτρικού αργύρου που αντιστοιχεί στο πρότυπο διάλυμα αναφοράς χλωριούχου καλίου που χρησιμοποιήθηκε. Η προσθήκη συνεχίζεται με ποσότητες 0,1 ml για τα διαλύματα 0,004 mol/l και 0,05 ml για τα διαλύματα 0,1 mol/l. Μετά από κάθε προσθήκη περιμένουμε μέχρι να σταθεροποιηθεί το δυναμικό.

Οι όγκοι που προστίθενται και οι αντίστοιχες τιμές δυναμικού καταγράφονται στις δύο πρώτες στήλες ενός πίνακα.

Σε τρίτη στήλη του ίδιου πίνακα καταγράφονται οι διαδοχικές αυξήσεις (Δ_1E) του δυναμικού E. Σε τέταρτη στήλη καταγράφονται οι διαφορές (Δ_2E), θετικές ή αρνητικές, ανάμεσα στις αυξήσεις του δυναμικού (Δ_1E). Το τελικό σημείο της ογκομέτρησης αντιστοιχεί στην προσθήκη της ποσότητας 0,1 ή 0,05 ml (V_1) από το διάλυμα νιτρικού αργύρου, η οποία δίνει τη μέγιστη τιμή του Δ_1E.

Για να υπολογιστεί ο ακριβής όγκος (V_{eq}) του διαλύματος νιτρικού αργύρου που αντιστοιχεί στο τελικό σημείο της αντίδρασης, χρησιμοποιείται ο τύπος:

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

όπου:

V_0 είναι ο συνολικός όγκος, σε χιλιοστόλιτρα, του διαλύματος νιτρικού αργύρου αμέσως πριν από τον όγκο που δίνει τη μέγιστη αύξηση Δ_1E,

▼B

V_1 είναι ο όγκος, σε χιλιοστόλιτρα, της τελευταίας ποσότητας διαλύματος νιτρικού αργύρου που προστέθηκε (0,1 ή 0,05 ml),

b είναι η τελευταία θετική τιμή του Δ_2E,

B είναι το άθροισμα των απολύτων τιμών της τελευταίας θετικής τιμής του Δ_2E και της πρώτης αρνητικής τιμής του Δ_2E (βλέπε παράδειγμα στον πίνακα 1).

5.2. *Τυφλός προσδιορισμός*

Διεξάγεται τυφλός προσδιορισμός που λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

Το αποτέλεσμα V_4 του τυφλού προσδιορισμού με τα αντιδραστήρια δίνεται, σε χιλιοστόλιτρα, από τον τύπο:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

όπου:

V_2 είναι η τιμή, σε χιλιοστόλιτρα, του ακριβούς όγκου (V_{eq}) διαλύματος νιτρικού αργύρου που αντιστοιχεί στην ογκομέτρηση 10 ml από το πρότυπο διάλυμα αναφοράς χλωριούχου καλίου που χρησιμοποιήθηκε,

V_3 είναι η τιμή, σε χιλιοστόλιτρα, του ακριβούς όγκου (V_{eq}) διαλύματος νιτρικού αργύρου που αντιστοιχεί στην ογκομέτρηση 5 ml από το πρότυπο διάλυμα αναφοράς χλωριούχου καλίου που χρησιμοποιήθηκε.

5.3. *Δοκιμαστικός προσδιορισμός*

Ο τυφλός προσδιορισμός μπορεί ταυτόχρονα να χρησιμεύσει ως δοκιμαστικός προσδιορισμός για να ελεγχθεί η καλή λειτουργία του οργάνου και η σωστή εφαρμογή της μεθόδου ελέγχου.

5.4. *Προσδιορισμός*

Λαμβάνεται ποσότητα δείγματος από 10 έως 20 g και ζυγίζεται με ακρίβεια 0,01 g. Το δείγμα μεταγγίζεται ποσοτικά σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml. Προστίθενται 20 ml νερού, 5 ml διαλύματος νιτρικού οξέος (3.2), 120 ml ακετόνης (3.1) και αρκετό νερό ώστε ο τελικός όγκος να φτάσει τα 150 ml περίπου.

Τοποθετείται η μαγνητική ράβδος (4.3) στο ποτήρι και αυτό πάνω στον αναδευτήρα, ο οποίος τίθεται σε κίνηση. Βυθίζονται στο διάλυμα το ηλεκτρόδιο αργύρου (4.1) και το ελεύθερο άκρο της γέφυρας (4.2), συνδέονται τα ηλεκτρόδια με το ποτενσιόμετρο (4.1) και, αφού ελεγχθεί το μηδέν του οργάνου, σημειώνεται η τιμή του αρχικού δυναμικού.

Το διάλυμα ογκομετρείται με το διάλυμα νιτρικού αργύρου. Με τη βοήθεια της μικροπροχοΐδας (4.4) προστίθενται κάθε φορά ποσότητες 0,1 ml. Μετά από κάθε προσθήκη περιμένουμε μέχρι να σταθεροποιηθεί το δυναμικό.

Η ογκομέτρηση συνεχίζεται όπως καθορίζεται στο σημείο 5.1, αρχίζοντας από την τέταρτη παράγραφο: «Οι όγκοι που προστίθενται και οι αντίστοιχες τιμές δυναμικού καταγράφονται στις δύο πρώτες στήλες ενός πίνακα …».

6. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Το αποτέλεσμα της ανάλυσης εκφράζεται ως επί τοις εκατό περιεκτικότητα του δείγματος σε χλώριο, όπως έχει ληφθεί για ανάλυση. Η περιεκτικότητα σε χλώριο (Cl), σε ποσοστό επί τοις εκατό, υπολογίζεται από τον τύπο:

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

όπου:

T είναι η συγκέντρωση του διαλύματος νιτρικού αργύρου που χρησιμοποιήθηκε, σε mol/l,

▼B

V_4 είναι το αποτέλεσμα, σε χιλιοστόλιτρα, του τυφλού προσδιορισμού (5.2),

V_5 είναι η τιμή, σε χιλιοστόλιτρα, του V_{eq} που αντιστοιχεί στον προσδιορισμό (5.4),

m είναι η μάζα, σε γραμμάρια, της ποσότητας του δείγματος ελέγχου.

Πίνακας 1 - Παράδειγμα

Όγκος του διαλύματος νιτρικού αργύρου V (ml)	Δυναμικό E (mV)	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	– 49
5,10	306	23	– 10
5,20	319	13	

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

Μέθοδος 7

Προσδιορισμός του χαλκού

1. **Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται η διαδικασία για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας σε χαλκό των απλών λιπασμάτων νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο.

2. **Αρχή της μεθόδου**

Το δείγμα διαλύεται σε αραιό υδροχλωρικό οξύ και η περιεκτικότητα σε χαλκό προσδιορίζεται με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. **Αντιδραστήρια**

3.1. Υδροχλωρικό οξύ (πυκνότητα στους 20 °C = 1,18 g/ml).

3.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, 6 mol/l.

3.3. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, 0,5 mol/l.

3.4. Νιτρικό αμμώνιο.

3.5. Υπεροξείδιο του υδρογόνου, 30 % κ.ό.

3.6. Διάλυμα χαλκού ([1]) (αρχικό): ζυγίζεται 1 g καθαρού χαλκού με ακρίβεια 0,001 g, διαλύεται σε 25 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (3.2), προστίθενται τμηματικά 5 ml υπεροξειδίου του υδρογόνου (3.5) και το διάλυμα αραιώνεται με νερό μέχρις ότου ο όγκος γίνει 1 λίτρο. 1 ml του διαλύματος αυτού περιέχει 1 000 μg χαλκού (Cu).

3.6.1. Διάλυμα χαλκού (αραιό): αραιώνονται με νερό 10 ml αρχικού διαλύματος (3.6) μέχρις όγκου 100 ml και κατόπιν αραιώνονται με νερό 10 ml από το προκύπτον διάλυμα μέχρι τελικού όγκου 100 ml. 1 ml της τελευταίας αραίωσης περιέχει 10 μg χαλκού (Cu).

Το διάλυμα αυτό παρασκευάζεται την ώρα που θα χρησιμοποιηθεί.

4. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης με λυχνία χαλκού (324,8 nm).

([1]) Μπορεί να χρησιμοποιηθεί πρότυπο διάλυμα χαλκού το οποίο διατίθεται στο εμπόριο.

▼B

5. **Τρόπος εργασίας**

5.1. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Ζυγίζονται 25 g δείγματος, με ακρίβεια 0,001 g, τίθενται σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml και προστίθενται προσεκτικά 20 ml υδροχλωρικού οξέος (3.1) (πιθανόν να σημειωθεί έντονη αντίδραση λόγω σχηματισμού διοξειδίου του άνθρακα). Εάν απαιτείται, προστίθεται περισσότερο υδροχλωρικό οξύ. Όταν σταματήσει ο αναβρασμός, το διάλυμα εξατμίζεται μέχρι ξηρού σε ατμόλουτρο ενώ αναδεύεται κατά διαστήματα με γυάλινη ράβδο. Προστίθενται 15 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (3.2) και 120 ml νερού. Αναδεύεται με τη γυάλινη ράβδο, που πρέπει να παραμείνει στο ποτήρι ζέσεως, και το σύνολο καλύπτεται με γυάλινη πλάκα ωρολογίου. Το διάλυμα ζέεται ήπια μέχρι πλήρους διάλυσης και ψύχεται.

Το διάλυμα μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml και το ποτήρι ζέσεως ξεπλένεται με 5 ml υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (3.2) και δύο φορές με 5 ml βραστού νερού. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με υδροχλωρικό οξύ 0,5 mol/l (3.3) και το διάλυμα αναμειγνύεται προσεκτικά.

Διηθείται με διηθητικό χαρτί στο οποίο δεν περιέχεται χαλκός ([1]) και τα πρώτα 50 ml απορρίπτονται.

5.2. *Τυφλό διάλυμα*

Παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα από το οποίο παραλείπεται μόνο το δείγμα και με βάση το οποίο θα γίνει ο υπολογισμός των τελικών αποτελεσμάτων.

5.3. *Προσδιορισμός*

5.3.1. Παρασκευή των διαλυμάτων του δείγματος και του τυφλού προσδιορισμού

Το διάλυμα του δείγματος (5.1) και το τυφλό διάλυμα (5.2) αραιώνονται με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (3.3) μέχρις ότου επιτευχθεί συγκέντρωση χαλκού που βρίσκεται εντός της βέλτιστης περιοχής μετρήσεων του φασματόμετρου. Κανονικά δεν χρειάζεται αραίωση.

5.3.2. Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης

Με αραίωση του πρότυπου διαλύματος (3.6.1) με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (3.3) παρασκευάζονται τουλάχιστον πέντε πρότυπα διαλύματα που αντιστοιχούν στη βέλτιστη περιοχή μετρήσεων του φασματόμετρου (0 έως 5,0 mg/l Cu). Πριν ο όγκος συμπληρωθεί μέχρι τη χαραγή, προστίθεται σε κάθε διάλυμα νιτρικό αμμώνιο (3.4) μέχρις ότου η συγκέντρωση φτάσει τα 100 mg/ml.

5.4. *Μετρήσεις*

Το φασματόμετρο (4) ρυθμίζεται σε μήκος κύματος 324,8 nm. Χρησιμοποιείται οξειδωτική φλόγα ασετυλίνης/αέρα. Ψεκάζονται διαδοχικά, τρεις φορές το καθένα, το διάλυμα βαθμονόμησης (5.3.2), το διάλυμα του δείγματος και το τυφλό διάλυμα (5.3.1), ενώ μεταξύ των ψεκασμών το όργανο ξεπλένεται με απεσταγμένο νερό. Σχεδιάζεται η καμπύλη βαθμονόμησης θέτοντας σαν τεταγμένη τη μέση απορρόφηση του κάθε πρότυπου διαλύματος που χρησιμοποιήθηκε και σαν τετμημένη την αντίστοιχη συγκέντρωση χαλκού σε μg/ml.

Χρησιμοποιώντας την καμπύλη βαθμονόμησης προσδιορίζεται η συγκέντρωση χαλκού στο τελικό διάλυμα δείγματος και στο τυφλό διάλυμα.

6. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Υπολογίζεται η περιεκτικότητα του δείγματος σε χαλκό λαμβάνοντας υπόψη τη μάζα του ελεγχόμενου δείγματος, τις αραιώσεις που έγιναν κατά την πορεία της ανάλυσης καθώς και την τιμή του τυφλού διαλύματος. Το αποτέλεσμα εκφράζεται ως mg Cu/kg.

([1]) Whatman 541 ή ανάλογο.

▼B

4. **Προσδιορισμός της εκρηκτικότητας**

4.1. *Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής*

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται η διαδικασία για τον προσδιορισμό της εκρηκτικότητας των λιπασμάτων νιτρικού αμμωνίου υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο.

4.2. *Αρχή της μεθόδου*

Το ελεγχόμενο δείγμα εγκλείεται σε χαλύβδινο σωλήνα και υποβάλλεται σε έκρηξη με γόμωση έναυσης από εκρηκτικό υλικό. Η μετάδοση της έκρηξης προσδιορίζεται βάσει του βαθμού σύνθλιψης των μολύβδινων κυλίνδρων πάνω στους οποίους στηρίζεται σε οριζόντια θέση ο σωλήνας κατά τη διεξαγωγή της δοκιμής.

4.3. *Υλικά*

4.3.1. Πλαστική εκρηκτική ύλη από πενθρίτη με περιεκτικότητα 83 έως 86 %

Πυκνότητα: 1 500 έως 1 600 kg/m^3

Ταχύτητα έκρηξης: 7 300 έως 7 700 m/s

Μάζα: 500 (± 1) g.

4.3.2. Επτά τεμάχια από εύκαμπτο φιτίλι χωρίς μεταλλικό περίβλημα

Μάζα πληρώσεως: 11 έως 13 g/m

Μήκος κάθε τεμαχίου: 400 (± 2) mm.

4.3.3. Συμπιεσμένο σώμα από δευτερεύουσα εκρηκτική ύλη με κοίλωμα για πυροκροτητή

Εκρηκτική ύλη: κυκλονίτης/κερί 95/5 ή τετρύλη ή ανάλογη δευτερεύουσα εκρηκτική ύλη, με ή χωρίς πρόσμειξη γραφίτη.

Πυκνότητα: 1 500 έως 1 600 kg/m^3

Διάμετρος: 19 έως 21 mm

Ύψος: 19 έως 23 mm

Κεντρικό κοίλωμα για ηλεκτρικό πυροκροτητή: διάμετρος 7 έως 7,3 mm, βάθος 12 mm.

4.3.4. Χαλύβδινος σωλήνας χωρίς ραφή σύμφωνα με τις προδιαγραφές ISO 65 — 1981 — Βαρύς τύπος, ονομαστικών διαστάσεων DN 100 (4″)

Εξωτερική διάμετρος: 113,1 έως 115,0 mm

Πάχος τοιχωμάτων: 5,0 έως 6,5 mm

Μήκος: 1 005 (± 2) mm.

4.3.5. Πλάκα βάσης

Υλικό: συγκολλήσιμος χάλυβας καλής ποιότητας

Διαστάσεις: 160 × 160 mm

Πάχος: 5 έως 6 mm.

4.3.6. Έξι μολύβδινοι κύλινδροι

Διάμετρος: 50 (± 1) mm

Ύψος: 100 έως 101 mm

Υλικό: καθαρός μόλυβδος, καθαρότητας τουλάχιστον 99,5 %.

4.3.7. Χαλύβδινο σώμα

Μήκος: τουλάχιστον 1 000 mm

Πλάτος: τουλάχιστον 150 mm

Ύψος: τουλάχιστον 150 mm

Μάζα: τουλάχιστον 300 kg εάν δεν στηρίζεται σε σταθερή βάση.

4.3.8. Κύλινδρος από πλαστική ύλη ή χαρτόνι για τη γόμωση έναυσης

Πάχος τοιχωμάτων: 1,5 έως 2,5 mm

▼B

Διάμετρος: 92 έως 96 mm

Ύψος: 64 έως 67 mm.

4.3.9. Πυροκροτητής (ηλεκτρικός ή μη) ισχύος 8 έως 10

4.3.10. Ξύλινος δίσκος

Διάμετρος: 92 έως 96 mm, η οποία πρέπει να ταιριάζει με την εσωτερική διάμετρο του σωλήνα από πλαστική ύλη ή χαρτόνι (4.3.8)

Πάχος: 20 mm.

4.3.11. Ξύλινο στέλεχος ίδιων διαστάσεων με τον πυροκροτητή (4.3.9)

4.3.12. Καρφίτσες ραπτικής (μέγιστο μήκος 20 mm)

4.4. *Τρόπος εργασίας*

4.4.1. Παρασκευή της γόμωσης έναυσης που τοποθετείται στο χαλύβδινο σωλήνα

Για την πυροδότηση του εκρηκτικού υλικού της γόμωσης έναυσης υπάρχουν δύο εναλλακτικές μέθοδοι ανάλογα με το διαθέσιμο εξοπλισμό.

4.4.1.1. Ταυτόχρονη πυροδότηση επτά σημείων

Η έτοιμη προς χρήση γόμωση έναυσης παριστάνεται στο σχήμα 1.

4.4.1.1.1. Ο ξύλινος δίσκος (4.3.10) διατρυπάται παράλληλα προς τον άξονά του στο κέντρο και σε έξι σημεία συμμετρικά κατανεμημένα πάνω σε έναν ομόκεντρο κύκλο διαμέτρου 55 mm. Η διάμετρος των οπών αυτών πρέπει να είναι 6 έως 7 mm (βλέπε τομή A-B στο σχήμα 1), ανάλογα με τη διάμετρο του χρησιμοποιουμένου φιτιλιού (4.3.2).

4.4.1.1.2. Από ένα εύκαμπτο φιτίλι (4.3.2) αποκόπτονται επτά τεμάχια μήκους 400 mm το καθένα και, για να αποφευχθεί η απώλεια εκρηκτικής σκόνης από τις δύο άκρες των τεμαχίων, οι τομές είναι ίσες και επαλείφονται αμέσως με κόλλα. Τα επτά τεμάχια φιτιλιού εισάγονται στις επτά οπές του ξύλινου δίσκου (4.3.10) κατά τρόπο ώστε, από την πλευρά του δίσκου, οι άκρες να εξέχουν κατά μερικά εκατοστά. Κατόπιν εισάγεται εγκάρσια στο ύφασμα που περιβάλλει κάθε φιτίλι και σε απόσταση 5 έως 6 mm από το άκρο, μια καρφίτσα (4.3.12) γύρω από την οποία το φιτίλι επαλείφεται εξωτερικά με κόλλα σε έκταση 2 cm. Τέλος, τραβώντας το μακρύτερο άκρο κάθε τεμαχίου φιτιλιού, η καρφίτσα φέρεται σε επαφή με τον ξύλινο δίσκο.

4.4.1.1.3. Η πλαστική εκρηκτική ύλη (4.3.1) διαμορφώνεται σε κύλινδρο διαμέτρου 92 έως 96 mm, ανάλογα με τη διάμετρο του κυλίνδρου (4.3.8). Η διαμορφωμένη εκρηκτική ύλη εισάγεται στον κύλινδρο ενώ αυτός κρατείται όρθιος πάνω σε μια επίπεδη επιφάνεια. Ο ξύλινος δίσκος ([1]) με τα επτά τεμάχια φιτιλιού εισάγεται από το άνω μέρος στον κύλινδρο και πιέζεται πάνω στην εκρηκτική ύλη. Το ύψος του κυλίνδρου (64 έως 67 mm) ρυθμίζεται έτσι ώστε το άνω χείλος του να βρίσκεται στο ίδιο επίπεδο με την επιφάνεια του ξύλινου δίσκου. Τέλος, ο ξύλινος δίσκος και η περιφέρεια του κυλίνδρου στερεώνονται μεταξύ τους με συνδετήρες ή μικρά καρφιά για παράδειγμα.

4.4.1.1.4. Τα ελεύθερα άκρα των επτά φιτιλιών συγκεντρώνονται γύρω από την περιφέρεια του ξύλινου στελέχους (4.3.11) έτσι ώστε να βρίσκονται όλα στο ίδιο επίπεδο κάθετα προς το στέλεχος, και κατόπιν ενώνονται με κολλητική ταινία γύρω από το στέλεχος ([2]).

4.4.1.2. Κεντρική πυροδότηση με συμπιεσμένο εκρηκτικό σώμα

Η έτοιμη προς χρήση γόμωση έναυσης παριστάνεται στο σχήμα 2.

4.4.1.2.1. Κατασκευή του συμπιεσμένου σώματος

Με τις αναγκαίες προφυλάξεις λαμβάνονται 10 g δευτερεύουσας εκρηκτικής ύλης (4.3.3), φέρονται μέσα σε μήτρα εσωτερικής διαμέτρου 19 έως 21 mm και συμπιέζονται έτσι ώστε να επιτευχθεί το σωστό σχήμα και η σωστή πυκνότητα.

([1]) Η διάμετρος του δίσκου και η εσωτερική διάμετρος του κυλίνδρου πρέπει να αντιστοιχούν πάντα μεταξύ τους.

([2]) Σημ.: στη συναρμολόγηση αυτή, όταν τα έξι περιφερειακά φιτίλια τείνονται ταυτόχρονα, το κεντρικό φιτίλι πρέπει να παραμένει λίγο χαλαρό.

▼B

(Η επιθυμητή αναλογία διαμέτρου προς ύψος είναι 1 : 1 περίπου).

Στο κέντρο της βάσης της μήτρας συμπίεσης βρίσκεται ένας πείρος ύψους 12 mm και διαμέτρου 7,0 έως 7,3 mm (ανάλογα με τη διάμετρο του χρησιμοποιουμένου πυροκροτητή) με τη βοήθεια του οποίου διαμορφώνεται στο συμπιεσμένο σώμα ένα κυλινδρικό κοίλωμα όπου θα τοποθετηθεί αργότερα ο πυροκροτητής.

4.4.1.2.2. Προετοιμασία της γόμωσης έναυσης

Η εκρηκτική ύλη (4.3.1) εισάγεται με τη βοήθεια ενός ξύλινου αποτυπωτικού εξαρτήματος στον κύλινδρο (4.3.8), ο οποίος κρατείται όρθιος πάνω σε μια επίπεδη επιφάνεια. Με τη διαδικασία αυτή η εκρηκτική ύλη αποκτά κυλινδρική μορφή και ένα κεντρικό κοίλωμα. Στο κοίλωμα αυτό τοποθετείται το συμπιεσμένο σώμα. Η κυλινδρικά διαμορφωμένη εκρηκτική ύλη που περιέχει το συμπιεσμένο σώμα καλύπτεται με έναν ξύλινο δίσκο (4.3.10), που φέρει κεντρική οπή διαμέτρου 7,0 έως 7,3 mm στην οποία θα εισαχθεί ο πυροκροτητής. Ο ξύλινος δίσκος και ο κύλινδρος ενώνονται με κολλητική ταινία που τοποθετείται σταυρωτά. Για να εξασφαλιστεί η ομοαξονικότητα της οπής του δίσκου και του κοιλώματος του συμπιεσμένου σώματος, εισάγεται το ξύλινο στέλεχος (4.3.11).

4.4.2. Προετοιμασία των χαλύβδινων σωλήνων για τις δοκιμές έκρηξης

Στο ένα άκρο του χαλύβδινου σωλήνα (4.3.4), διανοίγονται στο τοίχωμά του δύο οπές διαμέτρου 4 mm, σε αντιδιαμετρικές θέσεις και σε απόσταση 4 mm από το χείλος του κάθετα στην παράπλευρη επιφάνειά του.

Η βάση (4.3.5) συγκολλάται στο άλλο άκρο του σωλήνα με τέτοιο τρόπο ώστε να μην υπάρχουν ακμές, ενώ παράλληλα πληρούται με συγκολλημένο μέταλλο η ορθή γωνία που σχηματίζεται μεταξύ της βάσης και του τοιχώματος του σωλήνα, καθόλη την περιφέρεια του σωλήνα.

4.4.3. Πλήρωση και προετοιμασία του χαλύβδινου σωλήνα

Βλέπε σχήματα 1 και 2.

4.4.3.1. Το δείγμα ελέγχου, ο χαλύβδινος σωλήνας και η γόμωση έναυσης φέρονται σε θερμοκρασία 20 (± 5) °C. Για δύο δοκιμές έκρηξης απαιτούνται 16 έως 18 kg δείγματος ελέγχου.

4.4.3.2. Ο σωλήνας τοποθετείται όρθιος με την τετραγωνική του βάση να στηρίζεται πάνω σ' ένα επίπεδο και σταθερό δάπεδο, κατά προτίμηση από σκυρόδεμα. Στη συνέχεια πληρώνεται μέχρι το ένα τρίτο του ύψους του περίπου με δείγμα ελέγχου και μετά ανυψώνεται πέντε φορές κατά 10 cm κάθε φορά και αφήνεται να πέσει κάθετα πάνω στο δάπεδο ώστε να στοιβαχτούν οι σβώλοι ή οι κόκκοι και να επιτευχθεί μέσα στο σωλήνα η μέγιστη δυνατή πυκνότητα πληρώσεως. Για να επιταχυνθεί η διαδικασία αυτή, μεταξύ των ανυψώσεων και πτώσεων στο δάπεδο, ο σωλήνας κτυπάται με σφυρί (μάζας 750 έως 1 000 g) στην παράπλευρη επιφάνειά του (δέκα κτυπήματα συνολικά).

Η διαδικασία αυτή επαναλαμβάνεται με άλλη ποσότητα του δείγματος ελέγχου. Τέλος, γίνεται μια επιπλέον προσθήκη έτσι ώστε μετά τις δέκα ανυψώσεις και πτώσεις και τα 20 συνολικά κτυπήματα σφυριού, η ελεγχόμενη ουσία να φθάνει σε τέτοιο ύψος ώστε να απέχει κατά 70 mm από το στόμιο του σωλήνα.

Κατά τον καθορισμό του ύψους πληρώσεως πρέπει οπωσδήποτε να εξασφαλιστεί ότι η γόμωση έναυσης (4.4.1.1 ή 4.4.1.2), που θα προστεθεί στη συνέχεια, θα βρίσκεται καθόλη την επιφάνεια σε άμεση επαφή με το δείγμα.

4.4.3.3. Η γόμωση έναυσης εισάγεται στο σωλήνα με τρόπο ώστε να εφάπτεται με το δείγμα. Η άνω επιφάνεια του ξύλινου δίσκου πρέπει να βρίσκεται 6 mm κάτω από το χείλος του σωλήνα. Η απαιτούμενη άμεση επαφή εκρηκτικής ύλης και δείγματος εξασφαλίζεται με προσθήκη ή αφαίρεση μικρών ποσοτήτων δείγματος. Όπως υποδεικνύεται στα σχήματα 1 και 2, εισάγονται στις οπές που βρίσκονται κοντά στο στόμιο του σωλήνα κατάλληλες ασφαλιστικές περόνες, των οποίων κάμπτονται τα κάτω άκρα μέχρι να έρθουν σε επαφή με το σωλήνα.

▼B

4.4.4. Τοποθέτηση του χαλύβδινου σωλήνα και των μολύβδινων κυλίνδρων (βλέπε σχήμα 3)

4.4.4.1. Οι βάσεις των μολύβδινων κυλίνδρων (4.3.6) αριθμούνται από 1 έως 6. Σ' ένα οριζόντια τοποθετημένο χαλύβδινο σώμα (4.3.7) σημειώνονται στη διάμεσο της οριζόντιας επιφάνειας έξι σημεία που απέχουν μεταξύ τους 150 mm, ενώ η απόσταση του πρώτου σημείου από την ακμή του σώματος είναι τουλάχιστον 75 mm. Πάνω στα σημεία αυτά τοποθετούνται κάθετα έξι μολύβδινοι κύλινδροι, έτσι ώστε τα κέντρα των βάσεών τους να βρίσκονται πάνω στα σημεία.

4.4.4.2. Ο χαλύβδινος σωλήνας που έχει προετοιμαστεί όπως περιγράφεται υπό 4.4.3 τοποθετείται οριζόντια πάνω στους μολύβδινους κυλίνδρους, έτσι ώστε η γενέτειρα του σωλήνα να είναι παράλληλη προς τη διάμεσο του χαλύβδινου σώματος και το συγκολλημένο άκρο του να προεξέχει 50 mm από το μολύβδινο κύλινδρο αριθ. 6. Για να αποτραπεί οποιαδήποτε κύλιση του σωλήνα προς τα πλάγια, μπορούν να παρεμβληθούν ξύλινες σφήνες μεταξύ των άνω κυκλικών επιφανειών των μολύβδινων κυλίνδρων και του τοιχώματος του σωλήνα (μία σε κάθε πλευρά) ή να τοποθετηθούν σταυρωτά μεταξύ του σωλήνα και του χαλύβδινου σώματος δύο ξύλινες σανίδες.

Σημείωση: Πρέπει να εξασφαλίζει ότι ο σωλήνας εφάπτεται και με τους έξι μολύβδινους κυλίνδρους. Μικρές παραμορφώσεις της επιφάνειας του σωλήνα μπορούν να εξουδετερώνονται περιστρέφοντας το σωλήνα γύρω από το διαμήκη άξονά του. Εάν κάποιος κύλινδρος είναι υπερβολικά ψηλός, κτυπάται ελαφρά και προσεκτικά με σφυρί μέχρι να αποκτήσει το απαιτούμενο ύψος.

4.4.5. Προετοιμασία για την έκρηξη

4.4.5.1. Το σύστημα δοκιμής που περιγράφεται υπό 4.4.4 εγκαθίσταται σ' ένα καταφύγιο ή σ' έναν αντίστοιχα διαμορφωμένο υπόγειο χώρο (π.χ. στοά ορυχείου, σήραγγα). Η θερμοκρασία του χαλύβδινου σωλήνα πριν από τη δοκιμή πρέπει να διατηρείται στους 20 (± 5) °C.

Σημείωση: Εάν δεν διατίθενται τέτοιοι κατάλληλοι χώροι, η δοκιμή μπορεί ενδεχομένως να εκτελεστεί σ' ένα λάκκο από σκυρόδεμα καλυμμένο με ξύλινα δοκάρια. Εξαιτίας των χαλύβδινων θραυσμάτων με μεγάλη κινητική ενέργεια, που είναι δυνατό να εκτοξευθούν κατά την έκρηξη, πρέπει να κρατείται ανάλογη απόσταση ασφαλείας από κατοικημένες περιοχές και οδικές αρτηρίες.

4.4.5.2. Σε περίπτωση που χρησιμοποιείται η γόμωση έναυσης για πυροδότηση επτά σημείων, επιδιώκεται τα φιτίλια να κρατούνται όσο το δυνατό οριζόντια και να τείνονται όπως υποδεικνύεται στην υποσημείωση που αντιστοιχεί στο σημείο 4.4.1.1.4.

4.4.5.3. Τέλος, το ξύλινο στέλεχος αντικαθίσταται από τον πυροκροτητή. Η πυροδότηση πραγματοποιείται μόνον αφού εκκενωθεί η επικίνδυνη περιοχή και τα άτομα που εκτελούν τη δοκιμή εισέλθουν στους προβλεπόμενους ασφαλείς χώρους.

4.4.5.4. Πυροδότηση της εκρηκτικής ύλης.

4.4.6. Μετά την πάροδο του αναγκαίου χρόνου αναμονής για την απομάκρυνση των αερίων που δημιουργήθηκαν από την έκρηξη (αέρια προϊόντα αποσύνθεσης, εν μέρει τοξικά, όπως π.χ. νιτρώδη αέρια), συλλέγονται οι μολύβδινοι κύλινδροι και μετράται το ύψος τους με τη βοήθεια ενός παχυμέτρου.

Ο βαθμός σύνθλιψης των κυλίνδρων εκφράζεται ως επί τοις εκατό ποσοστό του αρχικού ύψους των 100 mm και καταγράφεται για κάθε επισημασμένο μολύβδινο κύλινδρο. Σε περίπτωση λοξής σύνθλιψης των κυλίνδρων, καταγράφονται η υψηλότερη και η χαμηλότερη τιμή και εξάγεται ο μέσος όρος.

4.4.7. Είναι δυνατόν κατά τη διάρκεια της ίδιας δοκιμής να τοποθετηθεί στο διαμήκη άξονα ή κατά μήκος του τοιχώματος του σωλήνα ένας καθετήρας παρακολούθησης με τη βοήθεια του οποίου μετράται συνεχώς η ταχύτητα της έκρηξης

4.4.8. Για κάθε δείγμα πρέπει να εκτελούνται δύο δοκιμές έκρηξης

4.5. *Έκθεση της δοκιμής*

Στην έκθεση της δοκιμής πρέπει να αναφέρονται οι ακόλουθες παράμετροι, για καθεμία από τις εκρήξεις:

▼B

— πραγματικές τιμές της εξωτερικής διαμέτρου του χαλύβδινου σωλήνα και του πάχους του τοιχώματός του, όπως προκύπτουν από μέτρηση,

— σκληρότητα Brinell του χαλύβδινου σωλήνα,

— θερμοκρασία του σωλήνα και του δείγματος ελέγχου λίγο πριν από την πυροδότηση,

— πυκνότητα (kg/m^3) του δείγματος στο χαλύβδινο σωλήνα,

— ύψη των μολύβδινων κυλίνδρων μετά τη δοκιμή, για κάθε αριθμημένο μολύβδινο κύλινδρο ξεχωριστά,

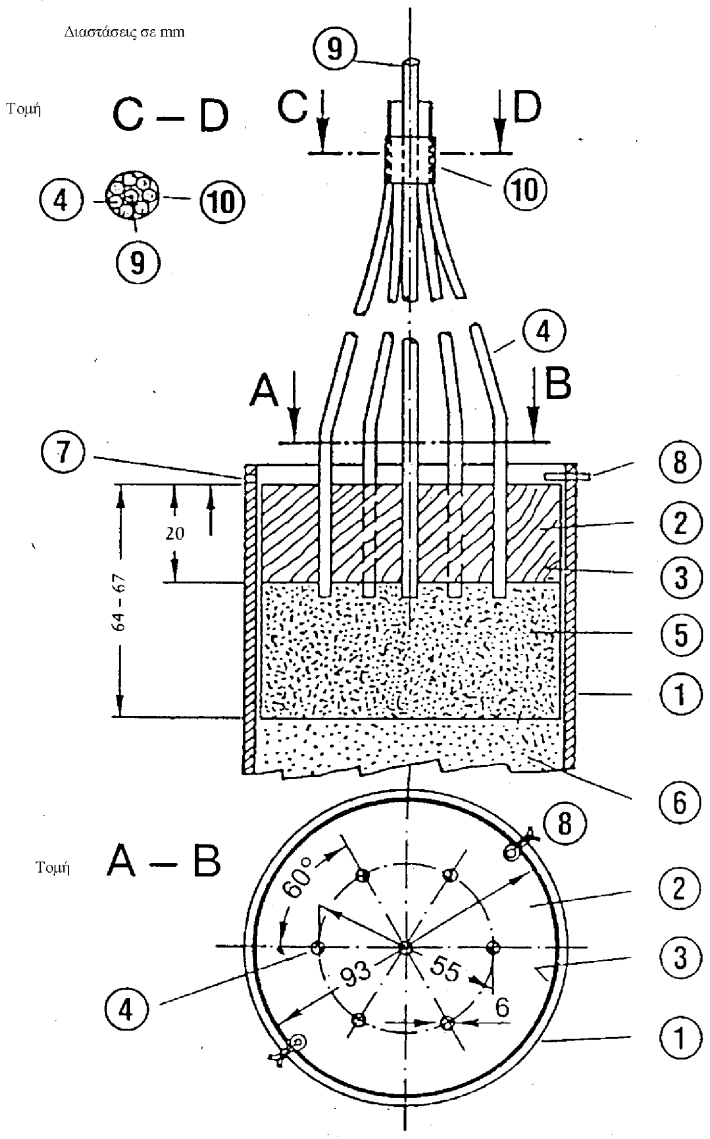
— μέθοδος πυροδότησης εφαρμοζόμενη στη γόμωση έναυσης.

4.5.1. Αξιολόγηση των αποτελεσμάτων της δοκιμής

Θεωρείται ότι η δοκιμή έχει επιτύχει και ότι συνεπώς το δείγμα ανταποκρίνεται στις απαιτήσεις του παραρτήματος III-2 όταν, σε καθεμία από τις δοκιμές έκρηξης, η σύνθλιψη ενός τουλάχιστον μολύβδινου κυλίνδρου είναι μικρότερη από 5 %.

▼B

Γόμωση έναυσης για ταυτόχρονη πυροδότηση επτά σημείων



① Χαλύβδινος σωλήνας

② Ξύλινος δίσκος με 7 οπές

③ Κύλινδρος από πλαστική ύλη ή χαρτόνι

④ Τεμάχια φυτιλιού

⑤ Πλαστική εκρηκτική ύλη

⑥ Δείγμα ελέγχου

⑦ Οπή διαμέτρου 4 mm για την ασφαλιστική περόνη (8)

⑧ Ασφαλιστική περόνη

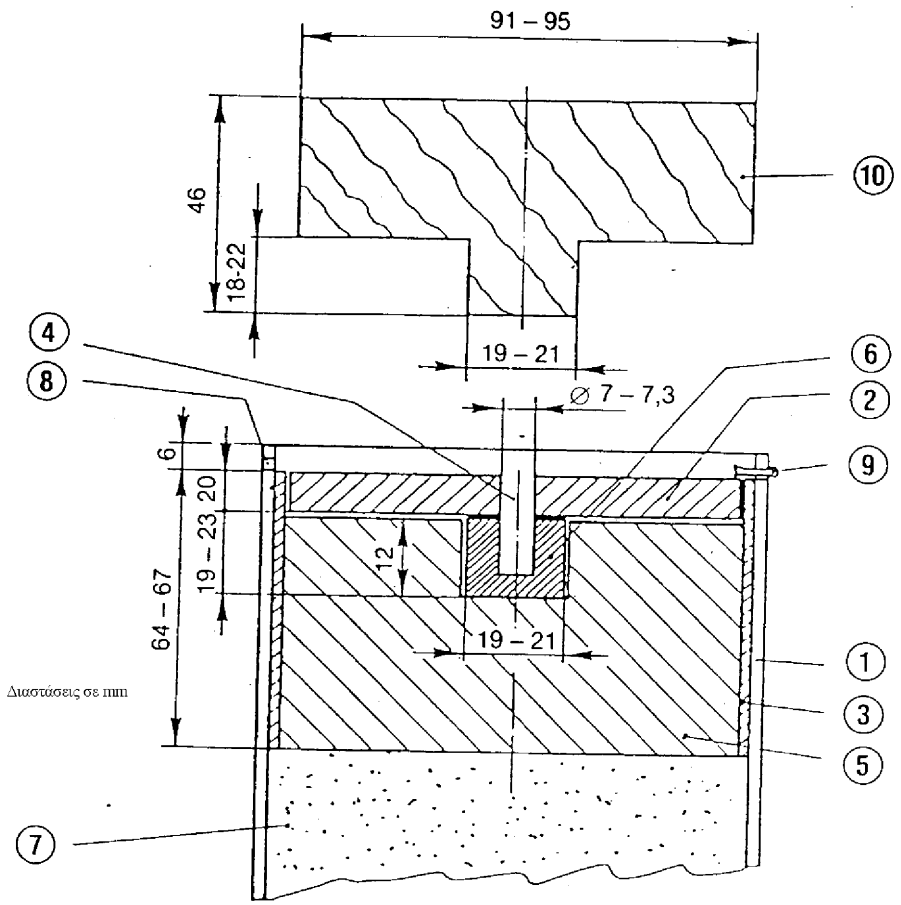
⑨ Ξύλινο στέλεχος περιβαλλόμενο από τα (4)

⑩ Κολλητική ταινία για τη στερέωση των (4) γύρω από το (9)

Σχήμα 1

▼B

Γόμωση έναυσης για κεντρική πυροδότηση



① Χαλύβδινος σωλήνας

② Ξύλινος δίσκος

③ Κύλινδρος από πλαστική ύλη ή χαρτόνι

④ Wooden rod

⑤ Plastic explosive

⑥ Compressed pellet

⑦ Test sample

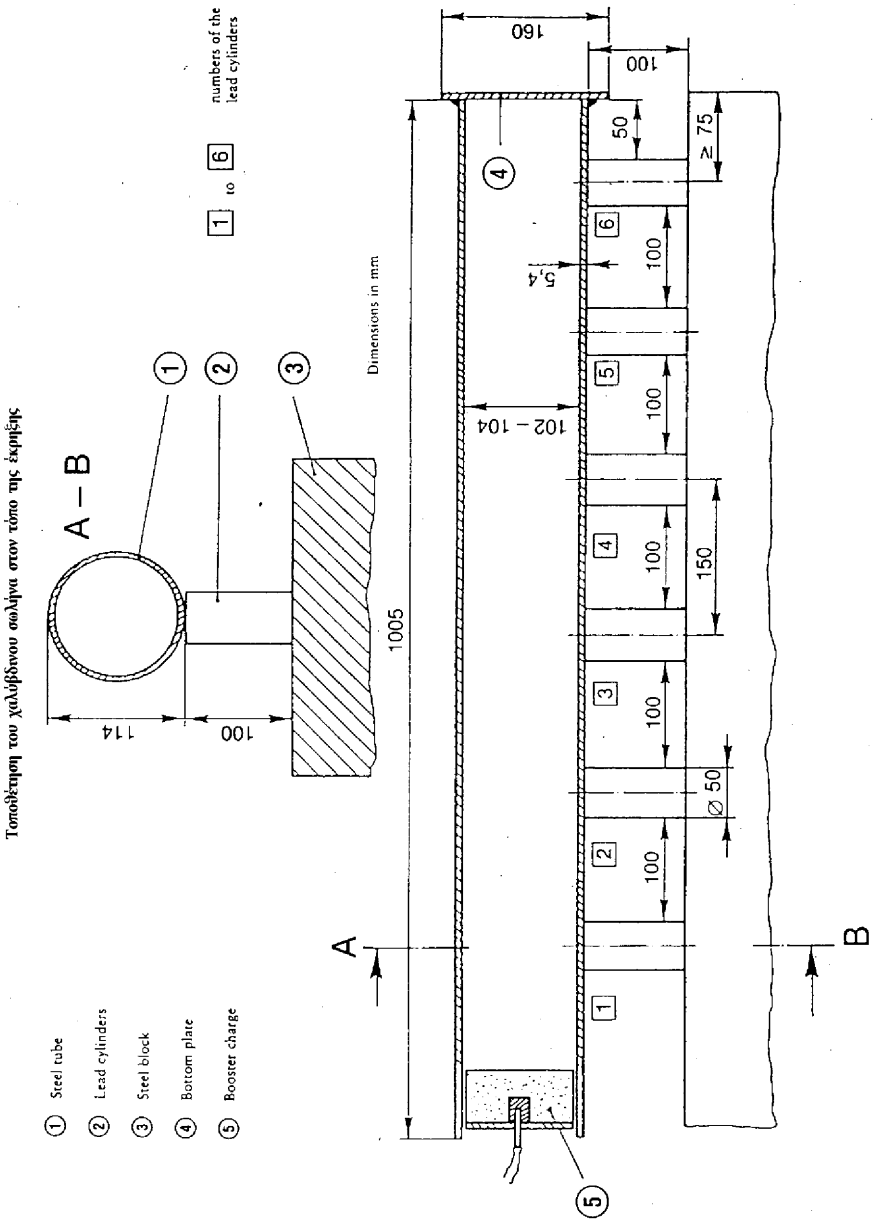
⑧ 4-mm-diameter hole drilled to receive split pin ⑨

⑨ Split pin

⑩ Wooden die for ⑤

Σχήμα 2

▼**B**


Τοποθέτηση του χαλύβδινου σωλήνα στον τόπο της έκρηξης
A – B
1 to 6 numbers of the lead cylinders
Dimensions in mm
1 Steel tube
2 Lead cylinders
3 Steel block
4 Bottom plate
5 Booster charge
114
100
1005
160
100
50
≥ 75
5,4
102 – 104
150
Ø 50
A
B

Σχήμα 3

▼B

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ IV

ΜΕΘΟΔΟΙ ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑΣ ΚΑΙ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

Α. ΜΕΘΟΔΟΣ ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑΣ ΓΙΑ ΤΟΝ ΕΛΕΓΧΟ ΤΩΝ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Μια σωστή δειγματοληψία είναι μια δύσκολη εργασία η οποία απαιτεί τη μεγαλύτερη προσοχή. Πρέπει λοιπόν να επιμείνει κανείς στην αναγκαιότητα λήψεως ενός δείγματος επαρκώς αντιπροσωπευτικού, με σκοπό τον επίσημο έλεγχο των λιπασμάτων.

Η μέθοδος λήψεως δειγμάτων που περιγράφεται αμέσως κατωτέρω απαιτεί ακριβή εφαρμογή από ειδικούς που έχουν την εμπειρία της παραδοσιακής δειγματοληψίας.

1. **Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής**

Τα δείγματα που προορίζονται για τον επίσημο έλεγχο των λιπασμάτων, σε ό,τι αφορά την ποιότητά τους και τη σύνθεσή τους, λαμβάνονται σύμφωνα με τις μεθόδους που περιγράφονται αμέσως κατωτέρω. Τα ούτως λαμβανόμενα δείγματα θεωρούνται αντιπροσωπευτικά των παρτίδων.

2. **Αρμόδια όργανα για τη δειγματοληψία**

Οι δειγματοληψίες πραγματοποιούνται από όργανα εντεταλμένα για αυτό το σκοπό από τα κράτη μέλη.

3. **Ορισμοί**

Παρτίδα: ποσότητα προϊόντος που συνιστά μια ενότητα και έχει χαρακτηριστικά εκτιμώμενα σαν ομοιόμορφα.

Στοιχειώδες δείγμα: ποσότητα ληφθείσα από ένα σημείο της παρτίδας.

Ολικό δείγμα: σύνολο στοιχειωδών δειγμάτων λαμβανομένων εκ της ιδίας παρτίδας.

Δείγμα δοκιμής: αντιπροσωπευτικό μέρος του ολικού δείγματος, λαμβανόμενο δια μειώσεως του ολικού τούτου δείγματος.

Τελικό δείγμα: αντιπροσωπευτικό μέρος του δείγματος δοκιμής.

4. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

4.1. Οι συσκευές που προορίζονται για τις δειγματοληψίες πρέπει να κατασκευάζονται από υλικά τα οποία δεν αλλοιώνουν τα προς δειγματοληψία προϊόντα. Οι συσκευές αυτές είναι δυνατό να εγκρίνονται επίσημα από τα κράτη μέλη.

4.2. *Συσκευές συνιστώμενες για τη δειγματοληψία των στερεών λιπασμάτων*

4.2.1. Δειγματοληψία δια της χειρός

4.2.1.1. Φτυάρι επιπέδου πυθμένος και με κάθετα τοιχώματα.

4.2.1.2. Δειγματολήπτης επιμήκους χαραγής ή χωρισμένος σε τμήματα. Οι διαστάσεις του δειγματολήπτη πρέπει να προσαρμόζονται στα χαρακτηριστικά της παρτίδας (βάθος του περιέκτη, διαστάσεις του σάκου κ.λπ.) και στο μέγεθος των σωματιδίων που συνθέτουν το λίπασμα.

4.2.2. Μηχανική δειγματοληψία

Μπορούν να χρησιμοποιηθούν εγκεκριμένες μηχανικές συσκευές για τη δειγματοληψία του λιπάσματος εν κινήσει.

4.2.3. Διαμοιραστής

Συσκευή προοριζόμενη για να διαιρεί το δείγμα σε ίσα μέρη, δύναται να χρησιμοποιηθεί για τη λήψη των στοιχειωδών δειγμάτων καθώς επίσης και για την παρασκευή δειγμάτων δοκιμής και τελικών δειγμάτων.

▼B

4.3. *Συσκευές συνιστώμενες για τη δειγματοληψία των ρευστών λιπασμάτων*

4.3.1. Δειγματοληψία δια της χειρός

Ανοικτός σωλήνας, καθετήρας, φιάλη ή άλλο κατάλληλο σκεύος ικανό να συλλέγει τυχαία δείγματα από την παρτίδα.

4.3.2. Μηχανική δειγματοληψία

Μπορούν να χρησιμοποιηθούν εγκεκριμένες μηχανικές συσκευές για τη δειγματοληψία ρευστών λιπασμάτων εν κινήσει.

5. **Ποσοτικές απαιτήσεις**

5.1. *Παρτίδα*

Το μέγεθος της παρτίδας πρέπει να είναι τέτοιο ώστε όλα τα μέρη που την συνθέτουν να δύνανται να υποβληθούν σε δειγματοληψία.

5.2. *Στοιχειώδη δείγματα*

5.2.1. Στερεά λιπάσματα χύμα ή ρευστά λιπάσματα σε δοχεία χωρητικότητας άνω των 100 kg

5.2.1.1. Παρτίδες κάτω των 2,5 τόνων:

Ελάχιστος αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων: επτά

5.2.1.2. Παρτίδες άνω των 2,5 τόνων και έως 80 τόνους:

Ελάχιστος αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων:

$\sqrt{20 \text{ πλάσιο του αριθμού των τόνων που συνιστούν την παρτίδα}}$ ([1])

5.2.1.3. Παρτίδες άνω των 80 τόνων:

Ελάχιστος αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων: 40

5.2.2. Συσκευασμένα στερεά λιπάσματα ή ρευστά λιπάσματα σε δοχεία (= συσκευασίες) χωρητικότητας έως 100 kg το καθένα

5.2.2.1. Συσκευασίες άνω του 1 kg

5.2.2.1.1. Παρτίδες με λιγότερες από πέντε συσκευασίες:

Ελάχιστος αριθμός συσκευασιών προς δειγματοληψία ([2]): όλες οι συσκευασίες.

5.2.2.1.2. Παρτίδες με 5 έως 16 συσκευασίες:

Ελάχιστος αριθμός συσκευασιών προς δειγματοληψία ([2]): τέσσερις.

5.2.2.1.3. Παρτίδες με 17 έως 400 συσκευασίες:

Ελάχιστος αριθ. συσκευασιών προς δειγματοληψία ([2]):

$\sqrt{\text{αριθμός συσκευασιών που συνιστούν την παρτίδα}}$ ([1])

5.2.2.1.4. Παρτίδες με περισσότερες από 400 συσκευασίες:

Ελάχιστος αριθμός συσκευασιών προς δειγματοληψία ([2]): 20.

5.2.2.2. Συσκευασίες κάτω του 1 kg:

Ελάχιστος αριθμός συσκευασιών προς δειγματοληψία ([2]): τέσσερις.

5.3. *Ολικό δείγμα*

Απαιτείται ένα ενιαίο ολικό δείγμα ανά παρτίδα. Η συνολική μάζα των στοιχειωδών δειγμάτων που αποτελούν το ολικό δείγμα δεν θα είναι κατώτερη των εξής:

5.3.1. Στερεά λιπάσματα χύμα ή ρευστά λιπάσματα σε δοχεία χωρητικότητας άνω των 100 kg: 4 kg.

5.3.2. Συσκευασμένα στερεά λιπάσματα ή ρευστά λιπάσματα σε δοχεία (= συσκευασίες) χωρητικότητας έως 100 kg το καθένα

5.3.2.1. Συσκευασίες άνω του 1 kg: 4 kg

([1]) Όταν ο αριθμός που προκύπτει είναι κλάσμα, πρέπει να στρογγυλεύεται στον αμέσως επόμενο ακέραιο αριθμό.

([2]) Για τις συσκευασίες με περιεχόμενο έως 1 kg, ένα στοιχειώδες δείγμα θα αποτελεί το περιεχόμενο μίας αρχικής συσκευασίας.

▼B

5.3.2.2. Συσκευασίες έως 1 kg: μάζα του περιεχομένου των τεσσάρων αρχικών συσκευασιών.

5.3.3. Δείγματα λιπάσματος νιτρικού αμμωνίου για δοκιμές σύμφωνα με το παράρτημα III-2: 75 kg

5.4. *Τελικά δείγματα*

Τα τελικά δείγματα προκύπτουν από το ολικό δείγμα, αν είναι αναγκαίο μετά από μείωση. Απαιτείται ανάλυση ενός τουλάχιστον τελικού δείγματος. Η μάζα του δείγματος για ανάλυση δεν θα είναι κατώτερη των 500 g.

5.4.1. Στερεά και ρευστά λιπάσματα

5.4.2. Δείγμα λιπάσματος νιτρικού αμμωνίου για δοκιμές

Το τελικό δείγμα για δοκιμές προκύπτει από το ολικό δείγμα, αν είναι αναγκαίο μετά από μείωση.

5.4.2.1. Ελάχιστη μάζα τελικού δείγματος για τις δοκιμές του παραρτήματος III-1: 1 kg

5.4.2.2. Ελάχιστη μάζα τελικού δείγματος για τις δοκιμές του παραρτήματος III-2: 25 kg

6. **Οδηγίες σχετικά με τη λήψη, την παρασκευή και τη συσκευασία των δειγμάτων**

6.1. *Γενικότητες*

Λαμβάνονται και ετοιμάζονται τα δείγματα όσο το δυνατό ταχύτερα, λαμβανομένων όλων των αναγκαίων προφυλάξεων για να παραμείνουν αντιπροσωπευτικά του λιπάσματος. Τα όργανα καθώς επίσης και οι επιφάνειες και οι περιέκτες που προορίζονται να δεχθούν τα δείγματα πρέπει να είναι καθαρά και ξηρά.

Στην περίπτωση των ρευστών λιπασμάτων, η παρτίδα πρέπει να αναμειγνύεται, εφόσον είναι δυνατόν, πριν από τη δειγματοληψία.

6.2. *Στοιχειώδη δείγματα*

Τα στοιχειώδη δείγματα πρέπει να λαμβάνονται στην τύχη στο σύνολο της παρτίδας και τα μεγέθη τους οφείλουν να είναι περίπου ίσα.

6.2.1. Στερεά λιπάσματα χύμα ή ρευστά λιπάσματα σε δοχεία χωρητικότητας άνω των 100 kg

Διαιρείται συμβολικώς η παρτίδα σε μέρη περίπου ίσα. Διαλέγεται στη τύχη ένας αριθμός μερών αντίστοιχος προς τον αριθμό στοιχειωδών δειγμάτων που προβλέπονται στο σημείο 5.2 και λαμβάνεται τουλάχιστον ένα δείγμα από καθένα από αυτά τα μέρη. Σε περίπτωση αδυναμίας τηρήσεως των απαιτήσεων του σημείου 5.1, όταν γίνεται δειγματοληψία από λιπάσματα χύμα ή από ρευστά λιπάσματα σε δοχείο χωρητικότητας άνω των 100 kg, η δειγματοληψία πρέπει να πραγματοποιείται κατά τη θέση εν κινήσει της παρτίδας (φόρτωση ή εκφόρτωση). Στην περίπτωση αυτή τα δείγματα θα λαμβάνονται από τα μέρη τα συμβολικώς καθορισθέντα και επιλεγέντα στην τύχη, όπως δεικνύεται αμέσως κατωτέρω, όταν είναι εν κινήσει.

6.2.2. Συσκευασμένα στερεά λιπάσματα ή ρευστά λιπάσματα σε δοχεία (= συσκευασίες) χωρητικότητας έως 100 kg το καθένα

Αφού ο απαιτούμενος αριθμός συσκευασιών προς δειγματοληψία θα έχει καθοριστεί όπως δεικνύεται στο σημείο 5.2, λαμβάνεται ως δείγμα ένα μέρος του περιεχομένου εκάστης συσκευασίας. Όταν είναι αναγκαίο, λαμβάνονται τα δείγματα αφού έχουν αδειαστεί χωριστά οι συσκευασίες.

6.3. *Παρασκευή του ολικού δείγματος*

Αναμειγνύονται όλα τα στοιχειώδη δείγματα που ελήφθησαν σε ένα ενιαίο ολικό δείγμα.

6.4. *Παρασκευή του τελικού δείγματος*

Το υλικό στο ολικό δείγμα πρέπει να αναμειγνύεται με προσοχή [1].

[1] Εφόσον είναι αναγκαίο σπάζουμε τα συσσωματώματα ξεχωρίζοντάς τα ενδεχομένως από τη μάζα, ξαναενώνοντάς τα εν συνεχεία με το ολικό δείγμα.

▼B

Εάν είναι αναγκαίο, μειώνεται το ολικό δείγμα μέχρι τουλάχιστον 2 kg (δείγμα δοκιμής), είτε με τη βοήθεια μηχανικού διαμοιραστή, είτε με τη μέθοδο των τετάρτων.

Παρασκευάζονται εν συνεχεία τουλάχιστον τρία τελικά δείγματα ίδιου βάρους περίπου, τα οποία ανταποκρίνονται στις ποσοτικές απαιτήσεις που ορίζονται στο σημείο 5.4. Εισάγεται κάθε δείγμα σε έναν κατάλληλο περιέκτη ερμητικά κλεισμένο. Λαμβάνονται όλες οι αναγκαίες προφυλάξεις για να αποφευχθεί κάθε μεταβολή των χαρακτηριστικών του δείγματος.

Για τις δοκιμές του παραρτήματος III, τμήματα 1 και 2, τα τελικά δείγματα πρέπει να διατηρούνται σε θερμοκρασία 0 °C έως 25 °C.

7. **Συσκευασία των τελικών δειγμάτων**

Σφραγίζονται και επισημαίνονται οι περιέκτες ή οι συσκευασίες (η ετικέτα πρέπει να είναι ενσωματωμένη στη σφραγίδα) κατά τρόπο ώστε να είναι αδύνατον να ανοιχθούν χωρίς να καταστραφεί η σφραγίδα.

8. **Πρακτικό δειγματοληψίας**

Για κάθε δειγματοληψία, συντάσσεται πρακτικό δειγματοληψίας, που να επιτρέπει την αναγνώριση χωρίς αμφιβολία της δειγματισθείσης παρτίδας.

9. **Προορισμός των δειγμάτων**

Για κάθε παρτίδα, μεταφέρεται τουλάχιστον ένα τελικό δείγμα, το ταχύτερο δυνατό, σε ένα εργαστήριο εξουσιοδοτημένο για την ανάλυση ή στον οργανισμό δοκιμών με τις ενδείξεις που είναι απαραίτητες για την ανάλυση και τη δοκιμή.

Β. ΜΕΘΟΔΟΙ ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΤΩΝ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ

(Βλέπε πίνακα περιεχομένων σ. 2.)

Γενικές παρατηρήσεις

Εργαστηριακό υλικό

Το σύνηθες εργαστηριακό υλικό δεν αναφέρεται κατά την περιγραφή των μεθόδων, εκτός από τα δοχεία και σιφώνια δεδομένης χωρητικότητας. Κατά γενικό κανόνα το υλικό αυτό πρέπει να καθαρίζεται καλά, κυρίως όταν οι προσδιορισμοί σχετίζονται με πολύ μικρές ποσότητες στοιχείου.

Δοκιμές ελέγχου

Πριν από τις αναλύσεις, είναι αναγκαίο να ελέγχεται η καλή λειτουργία του εξοπλισμού και η σωστή εφαρμογή των αναλυτικών τεχνικών χρησιμοποιώντας χημικές ενώσεις θεωρητικής συστάσεως καλώς καθορισμένης (π.χ. θειικό αμμώνιο, δισόξινο φωσφορικό κάλιο κ.λπ.). Εντούτοις, τα αναλυόμενα λιπάσματα μπορούν να περιλαμβάνουν χημικές ενώσεις που να είναι σε θέση να διαταράξουν τους ποσοτικούς προσδιορισμούς εάν δεν ακολουθείται αυστηρά η αναλυτική τεχνική. Επιπλέον, ορισμένοι προσδιορισμοί είναι εμπειρικοί και σχετίζονται με προϊόντα πολύπλοκης χημικής συνθέσεως. Επίσης, κατά το μέτρο που μπορεί να διαθέτει τέτοια το εργαστήριο, συνιστάται η χρησιμοποίηση πρότυπων λιπασμάτων αναφοράς, συνθέσεως και προδιαγραφών καλώς καθορισμένων.

Γενικές διατάξεις για τις μεθόδους ανάλυσης των λιπασμάτων

1. Αντιδραστήρια

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας, εκτός αν η μέθοδος ανάλυσης προβλέπει αντίθετες διατάξεις. Για την ανάλυση των θρεπτικών μικροσυστατικών, η καθαρότητα των αντιδραστηρίων πρέπει να ελέγχεται με τυφλό προσδιορισμό. Ανάλογα με το λαμβανόμενο αποτέλεσμα, μπορεί να απαιτηθεί συμπληρωματικός καθαρισμός.

2. Νερό

Οι εργασίες διαλυτοποίησης, αραίωσης, έκπλυσης ή πλύσης, που περιγράφονται στις μεθόδους ανάλυσης χωρίς να διευκρινίζεται η φύση του διαλύτη ή του μέσου αραίωσης, νοούνται με τη χρήση νερού. Το νερό θα πρέπει κατά κανόνα να είναι απιονισμένο ή απεσταγμένο. Σε ειδικές περιπτώσεις, που αναφέρονται στη μέθοδο ανάλυσης, το νερό πρέπει να υποβάλλεται σε ιδιαίτερες διαδικασίες καθαρισμού.

▼B

3. Εργαστηριακό υλικό

Λαμβάνοντας υπόψη το συνήθη εξοπλισμό των εργαστηρίων ελέγχου, τα εργαστηριακά σκεύη και όργανα που περιγράφονται στις μεθόδους ανάλυσης περιορίζονται στα ειδικά όργανα και συσκευές ή σε εκείνα που επιβάλλονται από ειδικές απαιτήσεις. Το υλικό αυτό πρέπει να είναι απόλυτα καθαρό, ιδίως όταν χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό μικρών ποσοτήτων. Στην περίπτωση των βαθμολογημένων γυάλινων σκευών, το εργαστήριο πρέπει να ελέγχει την ακρίβειά τους σε σχέση με τα κατάλληλα μετρολογικά πρότυπα.

Μέθοδος 1

Παρασκευή του δείγματος ανάλυσης

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος παρασκευής του δείγματος ανάλυσης, που λαμβάνεται από το τελικό δείγμα.

2. **Αρχή της μεθόδου**

Η παρασκευή ενός τελικού δείγματος δεκτού στο εργαστήριο είναι μια ακολουθία εργασιών, κατά το πλείστον κοσκινισμάτων, λειοτριβήσεων και ομογενοποιήσεως, που οδηγούν κατά τρόπο ώστε:

— αφενός, και η μικρότερη προβλεπόμενη από τις μεθόδους ανάλυσης ποσότητα εκ ζυγίσεως να είναι αντιπροσωπευτική του δείγματος για εργαστήριο,

— αφετέρου, η λεπτότητα του λιπάσματος να μην μπορεί να έχει τροποποιηθεί από την παρασκευή σε σημείο που να επηρεάζει αισθητά τη διαλυτότητά του στα διάφορα αντιδραστήρια εκχυλίσεως.

3. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Διαμοιραστής δείγματος (προαιρετικός).

Κόσκινα με διάμετρο οπών 0,2 και 0,5 mm.

Φιαλίδια των 250 ml που κλείνουν ερμητικά.

Ιγδίο με ύπερο (γουδοχέρι) από πορσελάνη ή λειοτριβέας.

4. **Εκλογή της ακολουθητέας κατεργασίας**

Προκαταρκτική παρατήρηση

Εάν το προϊόν είναι κατάλληλο προς τούτο, μπορεί να κρατηθεί ένα μέρος μόνο, αντιπροσωπευτικό του τελικού δείγματος.

4.1. *Τελικά δείγματα που δεν πρέπει να λειοτριβούνται*

Νιτρικό ασβέστιο, νιτρικό ασβέστιο και μαγνήσιο, νιτρικό νάτριο, νίτρο της Χιλής, ασβεστοκυαναμίδιο, ασβεστοκυαναμίδιο με νιτρικά, θειικό αμμώνιο, νιτρικά άλατα του αμμωνίου περιεκτικότητας μεγαλύτερης από 30 % σε άζωτο, ουρία, σκωρίες αποφωσφατώσεως, μερικώς διαλυτοποιημένο φυσικό φωσφορικό, διένυδρο όξινο φωσφορικό ασβέστιο εκ καθιζήσεως, διασπασμένο φωσφορικό, φωσφορικό αργιλασβέστιο, μαλακό φυσικό φωσφορικό.

4.2. *Τελικά δείγματα που πρέπει να διαιρούνται και των οποίων ένα μέρος πρέπει να λειοτριβείται*

Πρόκειται για προϊόντα για τα οποία εκτελούνται ορισμένοι προσδιορισμοί χωρίς προηγούμενη λειοτρίβηση (λεπτότητα αλέσματος για παράδειγμα) και άλλοι προσδιορισμοί μετά από λειοτρίβηση. Περιλαμβάνουν όλα τα σύνθετα λιπάσματα που περιέχουν ως φωσφορούχο συστατικό: σκωρίες αποφωσφατώσεως, φωσφορικό αργιλασβέστιο, διασπασμένο φωσφορικό, μαλακό φυσικό φωσφορικό και μερικώς διαλυτοποιημένο φυσικό φωσφορικό. Για το σκοπό αυτό, μοιράζεται, με τη βοήθεια διαμοιραστήρα ή με τη μέθοδο των τετάρτων, το τελικό δείγμα σε δύο τμήματα όσο το δυνατόν όμοια.

▼B

4.3. *Τελικά δείγματα στα οποία όλοι οι προσδιορισμοί πρέπει να πραγματοποιούνται επί λειοτριβημένου προϊόντος*

Η λειοτρίβηση πρέπει να γίνει μόνο σε ένα αντιπροσωπευτικό μέρος του τελικού δείγματος. Πρόκειται για όλα τα άλλα λιπάσματα του καταλόγου που δεν αναγράφονται στα σημεία 4.1 και 4.2.

5. **Τρόπος εργασίας**

Το μέρος του τελικού δείγματος που προβλέπεται στα σημεία 4.2 και 4.3 κοσκινίζεται ταχέως με κόσκινο με διάμετρο οπών 0,5 mm. Το υπόλοιπο λειοτριβείται ελαφρά, κατά τρόπο ώστε να ληφθεί προϊόν που να περιέχει όσο το δυνατό λιγότερα λεπτά μέρη και κοσκινίζεται. Η λειοτρίβηση πρέπει να πραγματοποιείται με τέτοιες συνθήκες που να μην αυξάνεται σημαντικά η θερμοκρασία του υλικού. Η εργασία αυτή επαναλαμβάνεται όσες φορές χρειάζεται μέχρις ότου να κοσκινίζεται πλήρως το υλικό. Η εργασία πρέπει να γίνεται όσο το δυνατό ταχύτερα για την αποφυγή κάθε κέρδους ή απώλειας ύλης (νερό, αμμωνία). Το σύνολο του λειοτριβημένου και κοσκινισμένου προϊόντος εισάγεται σε καθαρό φιαλίδιο που κλείνει ερμητικά.

Πριν από κάθε ζύγιση για ανάλυση, το σύνολο του δείγματος πρέπει να αναμειγνύεται προσεκτικά.

6. **Ιδιαίτερες περιπτώσεις**

α) Λιπάσματα που περιέχουν πολλές κατηγορίες κρυστάλλων

Στην περίπτωση αυτή, γίνεται συχνά μια κατάταξη. Πρέπει λοιπόν να λειοτριβείται πλήρως για να διέρχεται το δείγμα από κόσκινο με διάμετρο οπών 0,200 mm. Για παράδειγμα: μείγμα φωσφορικού αμμωνίου και νιτρικού καλίου. Συνιστάται για τα προϊόντα αυτά η λειοτρίβηση του συνόλου του τελικού δείγματος.

β) Υπόλοιπο επί κόσκινου που λειοτριβείται δύσκολα και δεν περιέχει ενεργά συστατικά

Το υπόλοιπο ζυγίζεται και η μάζα του λαμβάνεται υπόψη για τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

γ) Προϊόντα που μπορούν να αποσυνθεθούν με τη θερμότητα

Η λειοτρίβηση πρέπει να γίνεται κατά τρόπο ώστε να αποφεύγεται κάθε θέρμανση. Στην περίπτωση αυτή είναι προτιμότερη η λειοτρίβηση στο υγδίο. Για παράδειγμα: σύνθετα λιπάσματα περιέχοντα ασβεστοκυαναμίδιο και ουρία.

δ) Μη φυσιολογικώς υγρά προϊόντα ή προϊόντα που πολτοποιούνται με λειοτρίβηση

Για να εξασφαλιστεί μια κάποια ομοιογένεια, πρέπει να επιλέγεται το κόσκινο με οπές ελαχίστης διαμέτρου, ώστε να μπορούν να καταστρέφονται τα συσσωματώματα με τα χέρια ή με τον ύπερο. Τούτο μπορεί να συμβεί στην περίπτωση μειγμάτων των οποίων ορισμένα συστατικά περιέχουν κρυσταλλικό νερό.

Μέθοδοι 2

Άζωτο

Μέθοδος 2.1

Προσδιορισμός του αμμωνιακού αζώτου

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του αμμωνιακού αζώτου.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται σε όλα τα αζωτούχα λιπάσματα, συμπεριλαμβανομένων και των συνθέτων λιπασμάτων, στα οποία το άζωτο βρίσκεται αποκλειστικά υπό μορφή είτε αμμωνιακών αλάτων είτε αμμωνιακών και νιτρικών αλάτων.

▼B

Δεν εφαρμόζεται στα λιπάσματα που περιέχουν ουρία, κυαναμίδιο ή άλλες αζωτούχες οργανικές ενώσεις.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Ελευθέρωση της αμμωνίας με περίσσεια υδροξειδίου του νατρίου. Απόσταξη και δέσμευση της αμμωνίας σε γνωστό όγκο πρότυπου θειικού οξέος, και ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος με πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο διοξειδίου του άνθρακα και κάθε αζωτούχου ενώσεως.

4.1. Αραιό υδροχλωρικό οξύ: ένας όγκος HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) με έναν όγκο νερού

▼M4

4.2. Θειικό οξύ: 0,05 mol/l

4.3. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,1 mol/l

} για την περίπτωση α.

4.4. Θειικό οξύ: 0,1 mol/l

4.5. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,2 mol/l

} για την περίπτωση β (βλέπε σημείωση 2).

4.6. Θειικό οξύ: 0,25 mol/l

4.7. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,5 mol/l

} για την περίπτωση γ (βλέπε σημείωση 2).

▼B

4.8. Υδροξείδιο του νατρίου, απαλλαγμένο αμμωνιακών, περιεκτικότητας 30 % περίπου σε NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml)

4.9. *Διαλύματα δείκτη*

4.9.1. Μικτός δείκτης

Διάλυμα Α: Διαλύεται 1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 37 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l και το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό.

Διάλυμα Β: Διαλύεται 1 g κυανού του μεθυλενίου σε νερό και συμπληρώνεται με νερό μέχρις όγκου 1 λίτρου.

Ένας όγκος διαλύματος Α αναμειγνύεται με δύο όγκους διαλύματος Β.

Ο δείκτης αυτός είναι ιώδης σε όξινο διάλυμα, γκρίζος σε ουδέτερο και πράσινος σε αλκαλικό. Χρησιμοποιούνται 0,5 ml (10 σταγόνες) του διαλύματος αυτού.

4.9.2. Διάλυμα δείκτη ερυθρού του μεθυλίου

Διαλύεται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 50 ml αιθανόλης 95 %. Συμπληρώνεται μέχρι 100 ml με νερό και αν χρειάζεται διηθείται. Ο δείκτης αυτός μπορεί να χρησιμοποιηθεί (4 έως 5 σταγόνες) αντί του προηγουμένου.

4.10. Κόκκοι ελαφρόπετρας, πλυμένοι με υδροχλωρικό οξύ και πυρωμένοι

4.11. Θειικό αμμώνιο για ανάλυση

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Συσκευή αποστάξεως αποτελούμενη από φιάλη κατάλληλης χωρητικότητας με στρογγυλό πυθμένα συνδεόμενη με ψυκτήρα μέσω σφαίρας ασφαλείας

▼B

Σημείωση 1

Οι διάφοροι τύποι εξοπλισμού, που είναι εγκεκριμένοι και συνιστώνται για τον προσδιορισμό αυτό, εικονίζονται με όλα τα χαρακτηριστικά κατασκευής στα σχήματα 1, 2, 3 και 4.

5.2. Σιφώνια ακριβείας των 10, 20, 25, 50, 100 και 200 ml

5.3. Ογκομετρική φιάλη των 500 ml

5.4. Περιστροφικός αναδευτήρας (ταχύτητας 35-40 στροφών ανά λεπτό)

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του διαλύματος*

Πραγματοποιείται επί του δείγματος δοκιμή διαλυτότητας στο νερό σε θερμοκρασία περιβάλλοντος και σε αναλογία 2 % (κ.ό.). Στη συνέχεια ζυγίζεται με προσέγγιση 0,001 g — σύμφωνα με τις υποδείξεις του πίνακα 1 — ποσότητα 5 ή 7 ή 10 g δείγματος προπαρασκευασθέντος για ανάλυση και εισάγεται σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml. Ανάλογα με το αποτέλεσμα της δοκιμής διαλυτότητας, η εργασία συνεχίζεται ως ακολούθως:

α) Προϊόντα πλήρως υδατοδιαλυτά

Προστίθεται στη φιάλη η αναγκαία ποσότητα νερού για τη διάλυση του δείγματος. Αναδεύεται και, μετά την πλήρη διάλυση, συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή και αναμειγνύεται προσεκτικά.

β) Προϊόντα μη πλήρως υδατοδιαλυτά

Προστίθενται στη φιάλη 50 ml νερού και κατόπιν 20 ml υδροχλωρικού οξέος (4.1). Αναδεύεται. Αφήνεται σε ηρεμία μέχρι να παύσει η ενδεχόμενη έκλυση διοξειδίου του άνθρακος. Προστίθενται 400 ml νερού και αναδεύονται με τον περιστροφικό αναδευτήρα (5.4) για μισή ώρα. Συμπληρώνονται μέχρι τη χαραγή με νερό, αναμειγνύονται και διηθούνται επί ξηρού φίλτρου σε ξηρό δοχείο.

7.2. *Ανάλυση του διαλύματος*

Ανάλογα με την επιλεγείσα περίπτωση, φέρεται εντός του δοχείου συλλογής, η ακριβώς μετρηθείσα ποσότητα πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος που υποδεικνύεται στον πίνακα 1. Προστίθεται η ανάλογη ποσότητα του επιλεγέντος διαλύματος δείκτη (4.9.1 ή 4.9.2) και ενδεχομένως νερό για να ληφθεί όγκος τουλάχιστον 50 ml. Το άκρο της προεκτάσεως που ενώνεται με την έξοδο του ψυκτήρα πρέπει να βρίσκεται κάτω από την επιφάνεια του διαλύματος.

Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, λαμβάνεται, σύμφωνα με τις οδηγίες του πίνακα, κατάλληλη ποσότητα του διαυγούς διαλύματος ([1]). Εισάγεται στη φιάλη αποστάξεως της συσκευής. Προστίθεται νερό για να ληφθεί συνολικός όγκος περίπου 350 ml καθώς και μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας για τη ρύθμιση του βρασμού.

Συναρμολογείται η συσκευή αποστάξεως. Αφού ληφθούν οι απαραίτητες προφυλάξεις για την αποφυγή κάθε απώλειας αμμωνίας, προστίθενται στο περιεχόμενο της φιάλης αποστάξεως 10 ml από το πυκνό διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου (4.8) ή 20 ml από το ίδιο αυτό διάλυμα στην περίπτωση που έχουν προστεθεί 20 ml υδροχλωρικού οξέος (4.1) για τη διάλυση του δείγματος ελέγχου. Η φιάλη θερμαίνεται προοδευτικά αποφεύγοντας τον πολύ έντονο βρασμό. Όταν αρχίσει ο βρασμός, η απόσταξη γίνεται με ρυθμό περίπου 100 ml σε 10 έως 15 λεπτά, μέχρι συνολικού όγκου αποστάγματος 250 ml ([2]) περίπου. Όταν δεν υπάρχει κανένας φόβος για απώλεια αμμωνίας, χαμηλώνεται το δοχείο στο οποίο συλλέγεται το απόσταγμα κατά τρόπον

([1]) Η ποσότητα του αμμωνιακού αζώτου που περιέχεται στην κατάλληλη ποσότητα η οποία λαμβάνεται σύμφωνα με τον πίνακα 1 είναι περίπου:

— 0,05 g για την περίπτωση α),

— 0,10 g για την περίπτωση β),

— 0,20 g για την περίπτωση γ).

([2]) Ο ψυκτήρας πρέπει να ρυθμίζεται κατά τρόπον ώστε να εξασφαλίζεται άρση ύδατος εκ συμπυκνώσεως. Η απόσταξη πρέπει να τείνει να πραγματοποιείται σε 30 έως 40 λεπτά.

▼B

ώστε το άκρο του ψυκτήρα να έλθει πάνω από την επιφάνεια του υγρού.

Ελέγχεται με κατάλληλο αντιδραστήριο, μήπως το απόσταγμα που διέρχεται περιέχει ακόμη αμμωνία. Εκπλύνεται το άκρο του ψυκτήρα με λίγο νερό και η περίσσεια οξέος ογκομετρείται με το πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου που καθορίζεται για την υιοθετηθείσα περίπτωση (βλέπε σημείωση 2).

Σημείωση 2

Για την ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος μπορούν να χρησιμοποιηθούν και πρότυπα διαλύματα, διαφόρου τίτλου, υπό την προϋπόθεση ότι οι καταναλισκόμενοι όγκοι για την ογκομέτρηση δεν υπερβαίνουν τα 40 έως 45 ml.

7.3. *Τυφλό πείραμα*

Πραγματοποιείται τυφλό πείραμα υπό τις ίδιες συνθήκες και λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

7.4. *Δοκιμή ελέγχου*

Πριν από τις αναλύσεις, ελέγχεται η καλή λειτουργία της συσκευής και η σωστή εφαρμογή της τεχνικής, χρησιμοποιώντας κατάλληλη ποσότητα ενός πρόσφατα παρασκευασθέντος διαλύματος θειικού αμμωνίου (4.11) που περιέχει τη μέγιστη ποσότητα αζώτου την καθορισμένη για την επιλεγείσα περίπτωση.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Το αναλυτικό αποτέλεσμα εκφράζεται ως επί τοις εκατό αμμωνιακό άζωτο στο λίπασμα, όπως αυτό έγινε δεκτό για την ανάλυση.

9. **Παραρτήματα**

Όπως αναφέρεται στη σημείωση 1 υπό 5.1 «Εργαστηριακά σκεύη και όργανα», στα σχήματα 1, 2, 3 και 4 εμφαίνονται τα χαρακτηριστικά κατασκευής των διαφόρων τύπων εξοπλισμού που χρησιμοποιούνται στο παρόν έγγραφο.

Πίνακας 1

Προσδιορισμός του αμμωνιακού αζώτου και αμμωνιακού και νιτρικού αζώτου στα λιπάσματα

Πίνακας της ζύγισης, της αραίωσης και του υπολογισμού που πρέπει να πραγματοποιούνται για καθεμία από τις περιπτώσεις α), β) και γ) της μεθόδου

Περίπτωση α)

Κατά προσέγγιση μέγιστη ποσότητα του προς απόσταση αζώτου: 50 mg.

▼M4

Θειικό οξύ 0,05 mol/l που φέρεται στη φιάλη συλλογής: 50 ml.

▼B

Ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος με NaOH ή KOH 0,1 mol/l.

Δήλωση (% N)	Ποσότητα προς ζύγιση (g)	Αραίωση (ml)	Διάλυμα δείγματος προς απόσταξη (ml)	Έκφραση του αποτελέσματος [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

▼B

Δήλωση (% N)	Ποσότητα προς ζύγιση (g)	Αραίωση (ml)	Διάλυμα δείγματος προς απόσταξη (ml)	Έκφραση του αποτελέσματος (a) [% N = (50 — A) F]
15-20	5	500	25	(50 — A) × 0.56
20-40	7	500	10	(50 — A) × 1.00

(a) Για τους σκοπούς του τύπου που εφαρμόζεται για την έκφραση του αποτελέσματος:

— 50 ή 35 = χιλιοστόλιτρα του πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος που φέρεται στη φιάλη συλλογής·

— A = χιλιοστόλιτρα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου που χρησιμοποιείται για την ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος·

— F = συντελεστής αποτελούμενος από την ποσότητα εκ ζυγίσεως, την αραίωση, την κατάλληλη ποσότητα του προς απόσταξη διαλύματος του δείγματος και το ογκομετρικό ισοδύναμο.

Περίπτωση β)

Κατά προσέγγιση μέγιστη ποσότητα του προς απόσταξη αζώτου: 100 mg.

▼M4

Θειικό οξύ 0,1 mol/l που φέρεται στη φιάλη συλλογής: 50 ml.

▼B

Ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος με NaOH ή KOH 0,2 mol/l.

Δήλωση (% N)	Ποσότητα προς ζύγιση (g)	Αραίωση (ml)	Διάλυμα δείγματος προς απόσταξη (ml)	Έκφραση του αποτελέσματος (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) Για τους σκοπούς του τύπου που εφαρμόζεται για την έκφραση του αποτελέσματος:

— 50 ή 35 = χιλιοστόλιτρα του πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος που φέρεται στη φιάλη συλλογής·

— A = χιλιοστόλιτρα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου που χρησιμοποιείται για την ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος·

— F = συντελεστής αποτελούμενος από την ποσότητα εκ ζυγίσεως, την αραίωση, την κατάλληλη ποσότητα του προς απόσταξη διαλύματος του δείγματος και το ογκομετρικό ισοδύναμο.

Περίπτωση γ)

Κατά προσέγγιση μέγιστη ποσότητα του προς απόσταξη αζώτου: 200 mg.

▼M4

Θειικό οξύ 0,25 mol/l που φέρεται στη φιάλη συλλογής: 35 ml.

▼B

Ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος με NaOH ή KOH 0,5 mol/l.

Δήλωση (% N)	Ποσότητα προς ζύγιση (g)	Αραίωση (ml)	Διάλυμα δείγματος προς απόσταξη (ml)	Έκφραση του αποτελέσματος (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

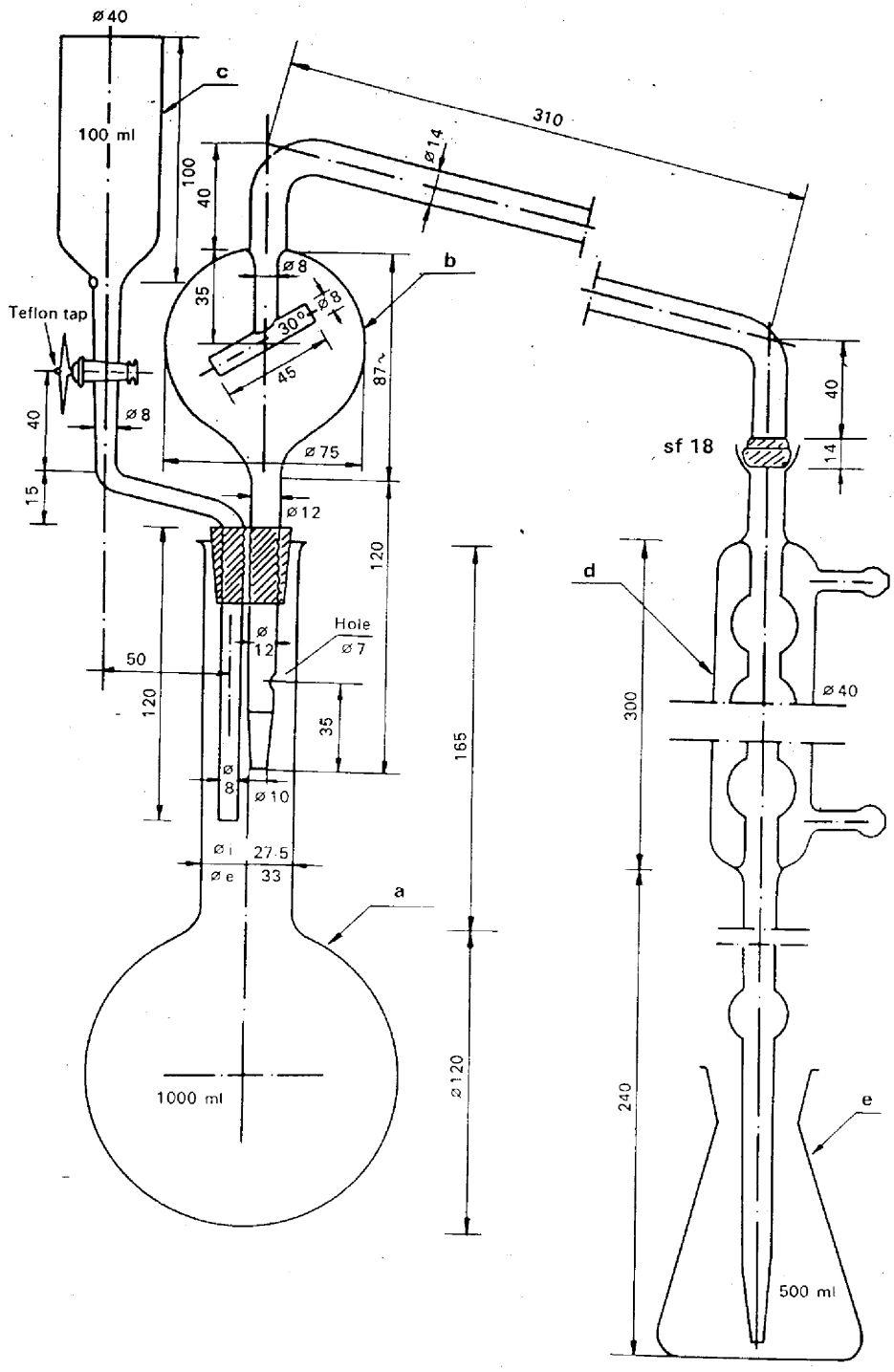
(a) Για τους σκοπούς του τύπου που εφαρμόζεται για την έκφραση του αποτελέσματος:

— 50 ή 35 = χιλιοστόλιτρα του πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος που φέρεται στη φιάλη συλλογής·

— A = χιλιοστόλιτρα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου που χρησιμοποιείται για την ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος·

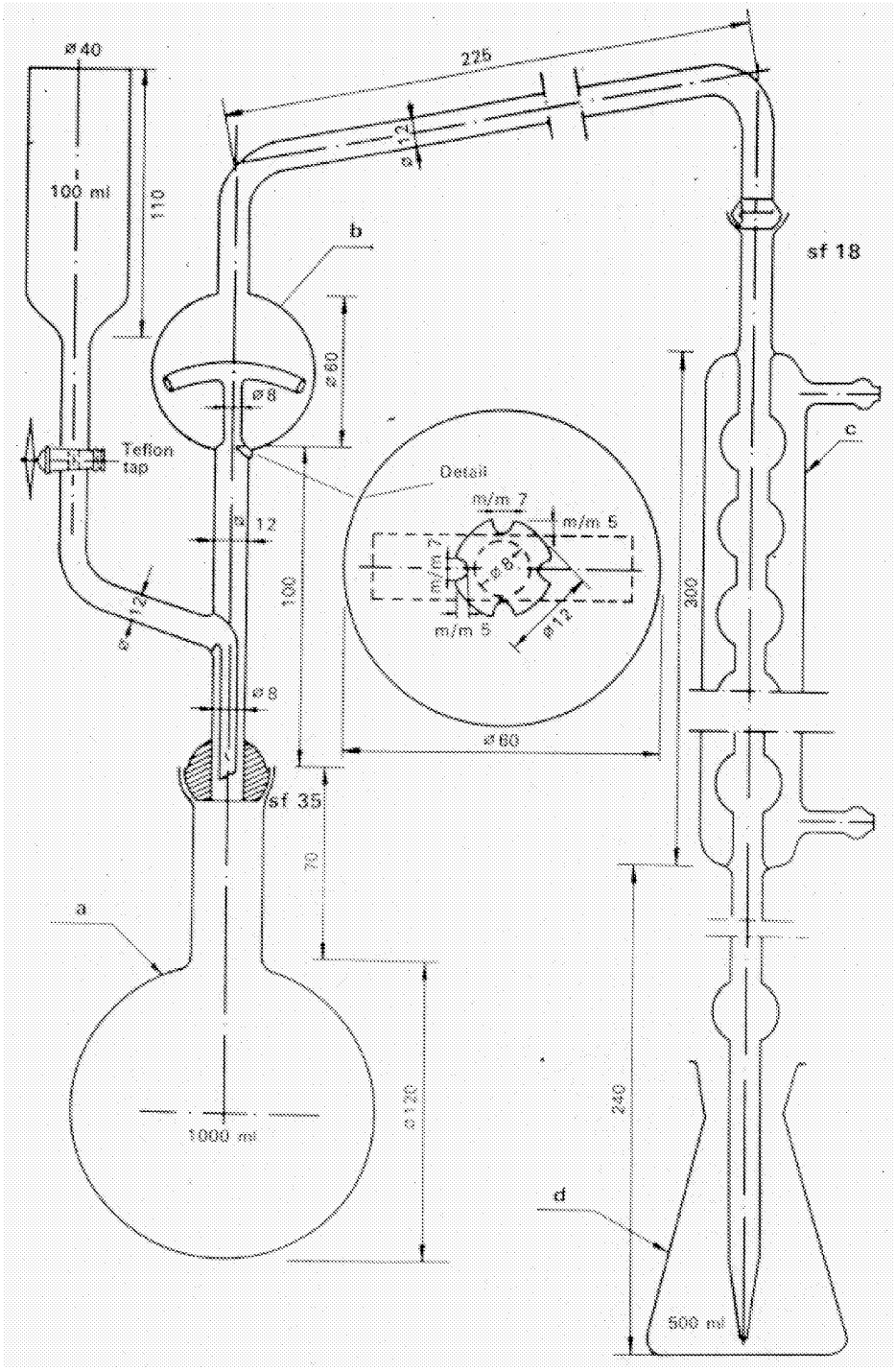
— F = συντελεστής αποτελούμενος από την ποσότητα εκ ζυγίσεως, την αραίωση, την κατάλληλη ποσότητα του προς απόσταξη διαλύματος του δείγματος και το ογκομετρικό ισοδύναμο.

▼B


ø 40
c
100 ml
100
40
310
ø 14
b
ø 8
35
ø 8
30°
45
87
Teflon tap
40
ø 8
ø 75
sf 18
40
14
15
ø 12
120
d
Hole
ø 7
ø 12
50
120
35
165
300
ø 40
ø 8
ø 10
ø i
27.5
ø e
33
a
1000 ml
ø 120
240
e
500 ml

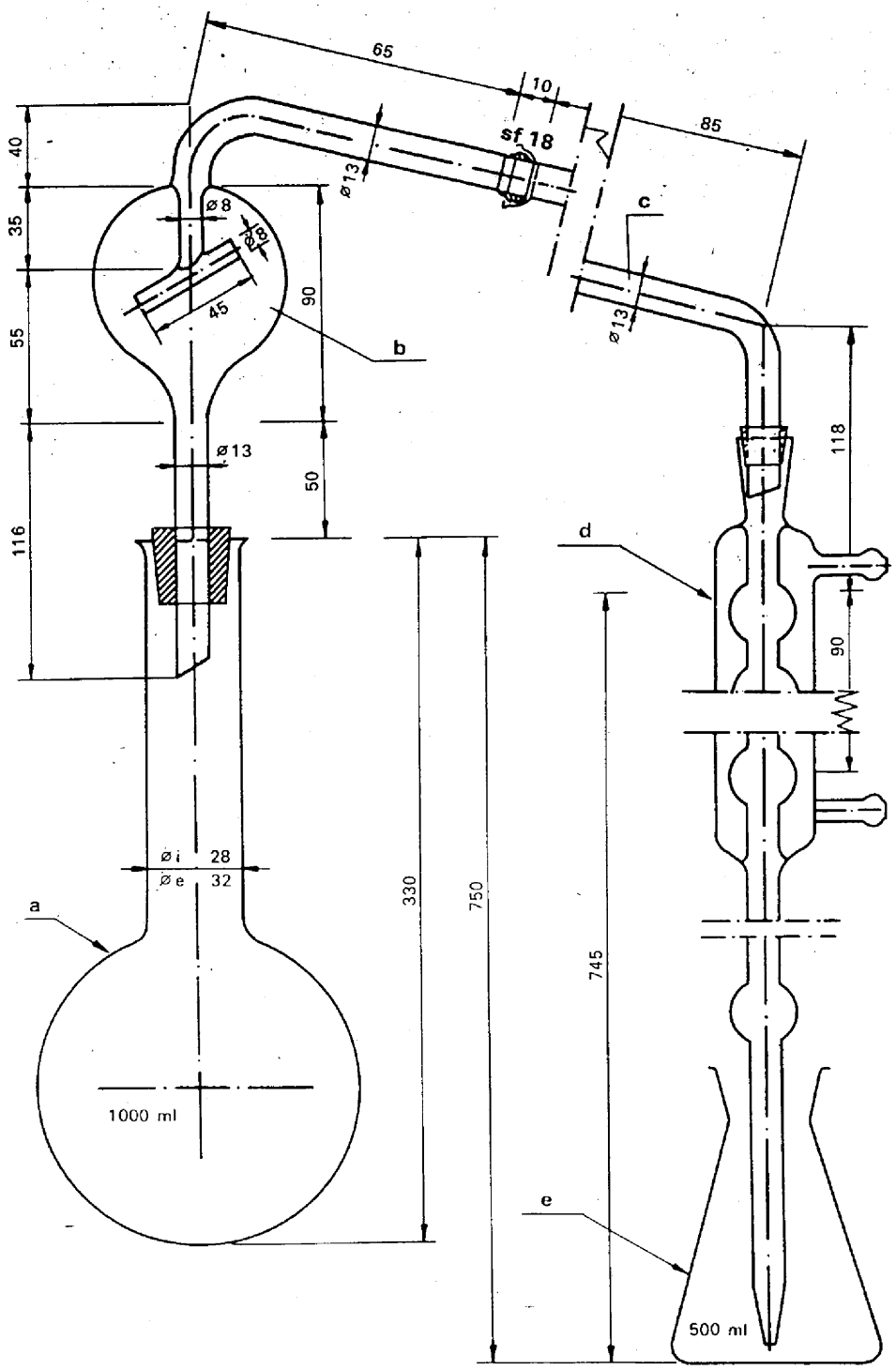
Σχήμα 1

▼**B**


ø 40
225
ø 12
100 ml
110
b
sf 18
ø 60
ø 8
Teflon tap
Detail
m/m 7
m/m 5
m/m 7
ø 8
m/m 5
ø 12
c
ø 12
100
300
ø 12
ø 8
ø 60
sf 35
70
a
ø 120
1000 ml
240
d
500 ml

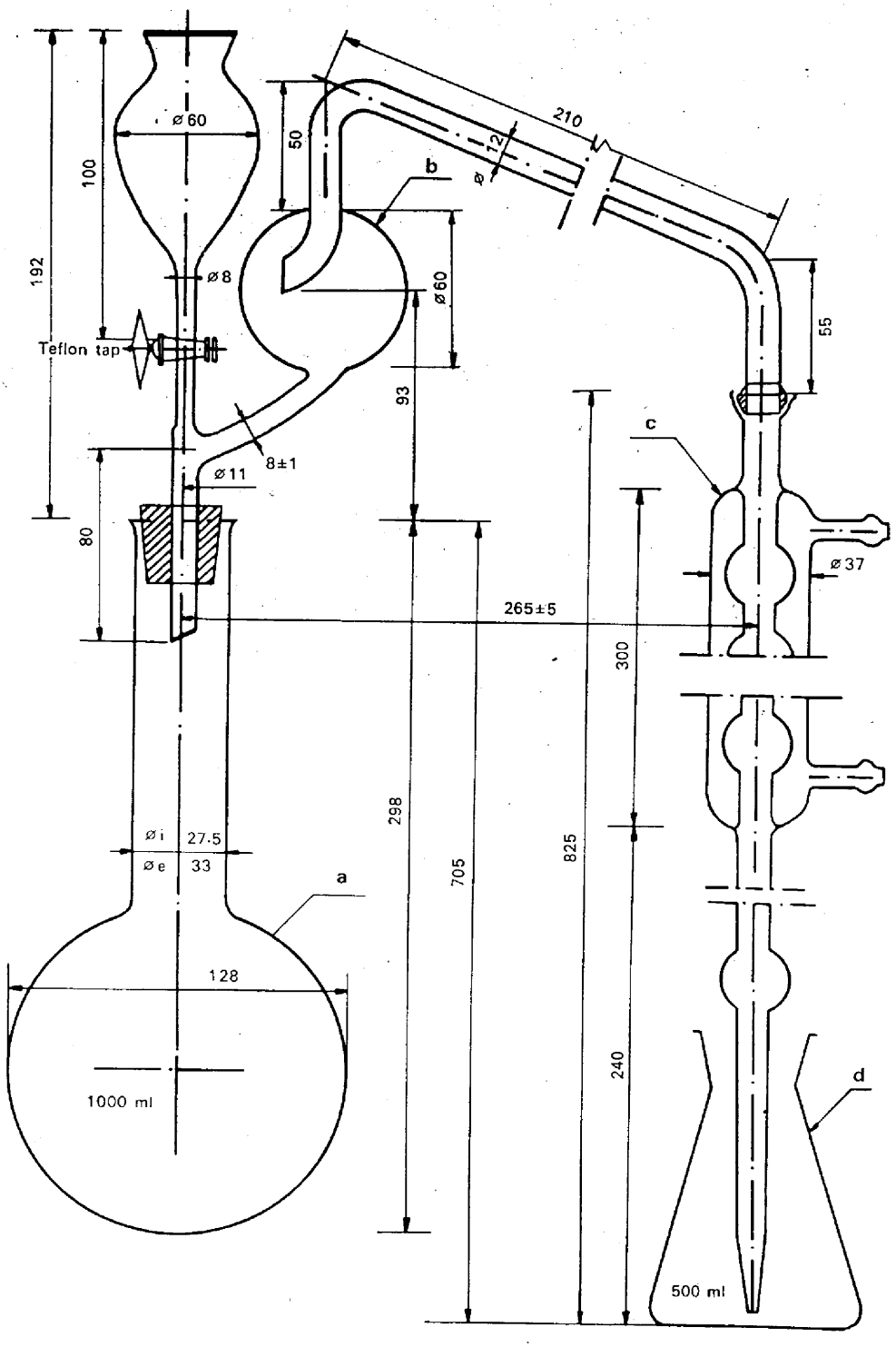
Σχήμα 2

▼B


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

Σχήμα 3

▼B


ø 60
100
192
50
ø 12
210
b
ø 8
ø 60
Teflon tap
93
55
c
8±1
ø 11
80
ø 37
265±5
300
298
705
825
ø i
27.5
ø e
33
a
128
1000 ml
240
d
500 ml

Σχήμα 4

▼B

Επεξηγήσεις των σχημάτων 1, 2, 3 και 4

Σχήμα 1

α) Μακρύλαιμη σφαιρική φιάλη των 1 000 ml, με στρογγυλό πυθμένα.

β) Σωλήνας τροφοδοτήσεως με σφαίρα ασφαλείας εφοδιασμένος με σφαιρικό σύνδεσμο (αριθ. 18) στην έξοδο (ο σφαιρικός αυτός σύνδεσμος για τη συναρμογή με τον ψυκτήρα μπορεί επίσης να αντικατασταθεί από ένα κατάλληλο ρακόρ από καουτσούκ).

γ) Χωνί με στρόφιγγα από τεφλόν για την εισαγωγή του υδροξειδίου του νατρίου (η στρόφιγγα μπορεί επίσης να αντικατασταθεί με ένα ρακόρ από καουτσούκ εφοδιασμένο με μία λαβίδα).

δ) Ψυκτήρας με σφαίρες (έξι) με σφαιρικό σύνδεσμο (αριθ. 18) στην είσοδο και ενωμένος στην έξοδο μέσω ενός μικρού ρακόρ από καουτσούκ με μία προέκταση από γυαλί (όταν η συναρμογή στο σωλήνα τροφοδοτήσεως πραγματοποιείται μέσω ενός σωλήνα από καουτσούκ, ο σφαιρικός σύνδεσμος μπορεί να αντικαθίσταται από ένα κατάλληλο ελαστικό πώμα).

ε) Κωνική φιάλη των 500 ml στην οποία συλλέγεται το απόσταγμα.

Τα σκεύη αυτά πρέπει να κατασκευάζονται από βοριοπυριτικό γυαλί.

Σχήμα 2

α) Σφαιρική φιάλη των 1 000 ml, με στρογγυλό πυθμένα και κοντό λαιμό με σφαιρικό σύνδεσμο (αριθ. 35).

β) Σωλήνας τροφοδοτήσεως με σφαίρα ασφαλείας, εφοδιασμένος με ένα σφαιρικό σύνδεσμο (αριθ. 35) στην είσοδο και ένα σφαιρικό σύνδεσμο (αριθ. 18) στην έξοδο και ενωμένος στα πλάγια με ένα χωνί με στρόφιγγα από τεφλόν για την εισαγωγή του υδροξειδίου του νατρίου.

γ) Ψυκτήρας με σφαίρες (έξι) με σφαιρικό σύνδεσμο (αριθ. 18) στην είσοδο και ενωμένος στην έξοδο μέσω ενός μικρού ρακόρ από καουτσούκ με μία προέκταση από γυαλί.

δ) Κωνική φιάλη των 500 ml στην οποία συλλέγεται το απόσταγμα.

Τα σκεύη αυτά πρέπει να κατασκευάζονται από βοριοπυριτικό γυαλί.

Σχήμα 3

α) Μακρύλαιμη και πλατύστομη σφαιρική φιάλη των 750 ml ή 1 000 ml με στρογγυλό πυθμένα.

β) Σωλήνας τροφοδοτήσεως με σφαίρα ασφαλείας και σφαιρικό σύνδεσμο (αριθ. 18) στην έξοδο.

γ) Κεκαμμένος σωλήνας με σφαιρικό σύνδεσμο (αριθ. 18) στην είσοδο και με άκρο κομμένο λοξά προς τον κύριο άξονα στην έξοδο (η συναρμογή στο σωλήνα τροφοδοτήσεως μπορεί να γίνει επίσης και με ένα ρακόρ από καουτσούκ σε αντικατάσταση του σφαιρικού συνδέσμου).

δ) Ψυκτήρας με σφαίρες (έξι) ενωμένος στην έξοδο μέσω ενός ρακόρ από καουτσούκ με μία προέκταση από γυαλί.

ε) Φιάλη των 500 ml στην οποία συλλέγεται το απόσταγμα.

Τα σκεύη αυτά πρέπει να κατασκευάζονται από βοριοπυριτικό γυαλί.

Σχήμα 4

α) Μακρύλαιμη και πλατύστομη σφαιρική φιάλη των 1 000 ml, με στρογγυλό πυθμένα.

β) Σωλήνας τροφοδοτήσεως με σφαίρα ασφαλείας και σφαιρικό σύνδεσμο (αριθ. 18) στην έξοδο και ενωμένος στα πλάγια με ένα χωνί με στρόφιγγα από τεφλόν για την εισαγωγή του υδροξειδίου του νατρίου (σε αντικατάσταση του σφαιρικού συνδέσμου, μπορεί να χρησιμοποιηθεί επίσης και κατάλληλο ρακόρ από καουτσούκ· η στρόφιγγα μπορεί να αντικατασταθεί με ένα ρακόρ από καουτσούκ εφοδιασμένο με κατάλληλη λαβίδα).

γ) Ψυκτήρας με σφαίρες (έξι) με σφαιρικό σύνδεσμο (αριθ. 18) στην είσοδο και ενωμένος στην έξοδο μέσω ενός ρακόρ από καουτσούκ με μία προέκταση από γυαλί (όταν η συναρμογή με τον σωλήνα τροφοδοτήσεως γίνεται μέσω

▼B

ενός σωλήνα από καουτσούκ, ο σφαιρικός σύνδεσμος μπορεί να αντικαθίσταται από ένα κατάλληλο ελαστικό πώμα).

δ) Φιάλη των 500 ml στην οποία συλλέγεται το απόσταγμα.

Τα σκεύη αυτά πρέπει να κατασκευάζονται από βοριοπυριτικό γυαλί.

Μέθοδοι 2.2

Προσδιορισμός του νιτρικού και αμμωνιακού αζώτου

Μέθοδος 2.2.1

Προσδιορισμός του νιτρικού και αμμωνιακού αζώτου κατά Ulsch

1. **Αντικείμενο**

Το παρόν έγγραφο έχει ως αντικείμενο τον καθορισμό μεθόδου προσδιορισμού του νιτρικού και αμμωνιακού αζώτου, μετά από αναγωγή, κατά Ulsch.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται σε όλα τα αζωτούχα λιπάσματα, συμπεριλαμβανομένων και των συνθέτων λιπασμάτων όπου το άζωτο βρίσκεται αποκλειστικά υπό μορφή νιτρικών ή υπό μορφή νιτρικών και αμμωνιακών ιόντων.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Αναγωγή των νιτρικών και των νιτρωδών που υπάρχουν ενδεχομένως, προς ιόντα αμμωνίου με μεταλλικό σίδηρο σε όξινο περιβάλλον. Ελευθέρωση της αμμωνίας με προσθήκη περίσσειας υδροξειδίου του νατρίου. Απόσταξη της αμμωνίας και δέσμευση της αμμωνίας σε γνωστό όγκο πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος. Ογκομέτρηση της περίσσειας του θειικού οξέος με πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο διοξειδίου του άνθρακα και κάθε αζωτούχου ενώσεως.

4.1. Αραιό υδροχλωρικό οξύ: ένας όγκος HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) με έναν όγκο νερού

▼M4

4.2. Θειικό οξύ: 0,05 mol/l

▼B

4.3. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,1 mol/l

4.4. Διάλυμα θειικού οξέος, 30 % περίπου H_2SO_4 (κ.ό.), απαλλαγμένο αμμωνιακών

4.5. Κονιοποιημένος σίδηρος ανηγμένος με υδρογόνο (η καθορισμένη ποσότητα σιδήρου πρέπει να μπορεί να ανάγει τουλάχιστον 0,05 g νιτρικού αζώτου)

4.6. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου, 30 % περίπου NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), απαλλαγμένο αμμωνιακών

4.7. *Διαλύματα δείκτη*

4.7.1. Μικτός δείκτης

Διάλυμα Α: Διαλύεται 1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 37 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l και το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό.

Διάλυμα Β: Διαλύεται 1 g κυανού του μεθυλενίου σε νερό και συμπληρώνεται με νερό μέχρις όγκου 1 λίτρου.

Ένας όγκος διαλύματος Α αναμειγνύεται με δύο όγκους διαλύματος Β.

Ο δείκτης αυτός είναι ιώδης σε όξινο διάλυμα, γκρίζος σε ουδέτερο και πράσινος σε αλκαλικό. Χρησιμοποιούνται 0,5 ml (10 σταγόνες) από το διάλυμα αυτό του δείκτη.

▼B

4.7.2. Διάλυμα δείκτη ερυθρού του μεθυλίου

Διαλύεται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 50 ml αιθανόλης 95 %. Συμπληρώνεται μέχρι 100 ml με νερό και αν χρειάζεται διηθείται.

Ο δείκτης αυτός μπορεί να χρησιμοποιηθεί (4 έως 5 σταγόνες) αντί του προηγουμένου.

4.8. Κόκκοι ελαφρόπετρας, πλυμένοι με υδροχλωρικό οξύ και πυρωμένοι

4.9. Νιτρικό νάτριο για ανάλυση

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Βλέπε μέθοδο 2.1 «Προσδιορισμός του αμμωνιακού αζώτου».

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1 «Παρασκευή του δείγματος».

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του διαλύματος*

Βλέπε μέθοδο 2.1 «Προσδιορισμός του αμμωνιακού αζώτου».

7.2. *Ανάλυση του διαλύματος*

Στη φιάλη συλλογής, φέρεται η επακριβώς μετρηθείσα ποσότητα πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος που αναφέρεται στον πίνακα της μεθόδου 2.1 [περίπτωση α)], κατόπιν προστίθεται η κατάλληλη ποσότητα του επιλεγέντος διαλύματος δείκτη 4.7.1 ή 4.7.2. Το άκρο της προεκτάσεως που συνδέεται με την έξοδο του ψυκτήρα πρέπει να βρίσκεται κάτω από την επιφάνεια του πρότυπου οξέος που περιέχεται στη φιάλη συλλογής του αποστάγματος.

Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας λαμβάνεται, σύμφωνα με τις λεπτομέρειες του πίνακα 1 της μεθόδου 2.1 [περίπτωση α)], κατάλληλη ποσότητα του διαυγούς διαλύματος και μεταγγίζεται στη φιάλη αποστάξεως. Προστίθενται 350 ml νερού, 20 ml διαλύματος θειικού οξέος 30 % (4.4), αναδεύονται και προστίθενται 5 g ανηγμένου σιδήρου (4.5). Πλένεται ο λαιμός της φιάλης με μερικά χιλιοστόλιτρα νερού και επί του λαιμού της φιάλης τοποθετείται ένα μικρό χωνί από γυαλί με μακρύ στέλεχος. Θερμαίνεται στο ζέον υδατόλουτρο επί μία ώρα και στη συνέχεια το στέλεχος του χωνιού εκπλύνεται με μερικά χιλιοστόλιτρα νερού.

Αφού ληφθούν όλες οι απαραίτητες προφυλάξεις για την αποφυγή κάθε απώλειας αμμωνίας, στο περιεχόμενο της φιάλης αποστάξεως προστίθενται 50 ml πυκνού διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (4.6) ή 60 ml του ίδιου διαλύματος στην περίπτωση που χρησιμοποιήθηκαν 20 ml υδροχλωρικού οξέος (1 + 1) (4.1) κατά την παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση. Συναρμολογείται η συσκευή αποστάξεως. Κατόπιν το αμμωνιακό διάλυμα αποστάζεται σύμφωνα με τις υποδείξεις της μεθόδου 2.1.

7.3. *Τυφλός προσδιορισμός*

Εκτελείται τυφλό πείραμα (παραλείποντας το δείγμα) υπό τις ίδιες συνθήκες και λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

7.4. *Δοκιμή ελέγχου*

Πριν από τις αναλύσεις, ελέγχεται η καλή λειτουργία της συσκευής και η σωστή εφαρμογή της τεχνικής της μεθόδου, χρησιμοποιώντας κατάλληλη ποσότητα ενός προσφάτως παρασκευασθέντος διαλύματος νιτρικού νατρίου (4.9) περιέχοντος 0,045 έως 0,050 g αζώτου.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Το αναλυτικό αποτέλεσμα εκφράζεται σε επί τοις εκατό νιτρικού αζώτου ή αμμωνιακού και νιτρικού αζώτου μαζί, που περιέχεται στο λίπασμα όπως έγινε δεκτό για ανάλυση.

▼B

Μέθοδος 2.2.2

Προσδιορισμός του νιτρικού και αμμωνιακού αζώτου κατά Arnd

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του νιτρικού και αμμωνιακού αζώτου, μετά από αναγωγή, κατά Arnd [τροποποιημένη για τις τρεις περιπτώσεις α), β), γ)].

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Βλέπε μέθοδο 2.2.1.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Αναγωγή των νιτρικών και των νιτρωδών προς αμμωνιακά σε ουδέτερο υδατικό διάλυμα, με τη βοήθεια μεταλλικού κράματος αποτελουμένου από 60 % Cu και 40 % Mg (κράμα του Arnd), παρουσία χλωριούχου μαγνησίου.

Απόσταξη της αμμωνίας και δέσμευσή της σε γνωστό όγκο πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος. Ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος με πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο διοξειδίου του άνθρακα και κάθε αζωτούχου ενώσεως.

4.1. Αραιό υδροχλωρικό οξύ: ένας όγκος HCl (d_{20} = 1,18) με έναν όγκο νερού

▼M4

4.2.	Θειικό οξύ: 0,05 mol/l	για την περίπτωση α.
4.3.	Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,1 mol/l	
4.4.	Θειικό οξύ: 0,1 mol/l	για την περίπτωση β (βλέπε σημείωση 2, μέθοδο 2.1).
4.5.	Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,2 mol/l	
4.6.	Θειικό οξύ: 0,25 mol/l	για την περίπτωση γ (βλέπε σημείωση 2, μέθοδο 2.1).
4.7.	Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,5 mol/l	

▼B

4.8. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου: περίπου 2 mol/l

4.9. Κράμα του Arnd για ανάλυση, κονιοποιημένο ώστε να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών κάτω του 1 mm

4.10. *Διάλυμα χλωριούχου μαγνησίου 20 %*

Εισάγονται 200 g χλωριούχου μαγνησίου ($MgCl_2$. $6H_2O$) σε σφαιρική φιάλη του 1 λίτρου με επίπεδο πυθμένα και διαλύονται σε περίπου 600 έως 700 ml νερού. Για να παρεμποδιστεί η δημιουργία αφρού, προστίθενται 15 g θειικού μαγνησίου ($MgSO_4$. $7H_2O$).

Μετά τη διάλυση, προστίθενται 2 g οξειδίου του μαγνησίου και μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας και το εναιώρημα συμπυκνώνεται μέχρι τα 200 ml με βρασμό, απομακρύνοντας κατά τον τρόπο αυτό ίχνη αμμωνίας που υπήρχαν ενδεχομένως στα αντιδραστήρια. Αφού ψυχθεί, συμπληρώνονται μέχρις όγκου 1 λίτρου και διηθείται.

▼B

4.11. *Διαλύματα δείκτη*

4.11.1. Μικτός δείκτης

Διάλυμα Α: Διαλύεται 1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 37 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l και το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό.

Διάλυμα Β: Διαλύεται 1 g κυανού του μεθυλενίου σε νερό και συμπληρώνεται με νερό μέχρις όγκου 1 λίτρου.

Ένας όγκος διαλύματος Α αναμειγνύεται με δύο όγκους διαλύματος Β.

Ο δείκτης αυτός είναι ιώδης σε όξινο διάλυμα, γκρίζος σε ουδέτερο και πράσινος σε αλκαλικό. Χρησιμοποιούνται 0,5 ml (10 σταγόνες) από το διάλυμα αυτό του δείκτη.

4.11.2. Διάλυμα δείκτη ερυθρού του μεθυλίου

Διαλύονται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 50 ml αιθανόλης 95 %. Συμπληρώνεται μέχρι 100 ml με νερό και αν χρειάζεται διηθείται. Ο δείκτης αυτός (4 έως 5 σταγόνες) μπορεί να χρησιμοποιηθεί αντί του προηγουμένου.

4.11.3. Διάλυμα δείκτη ερυθρού του Κονγκό

Διαλύονται 3 g ερυθρού του Κονγκό σε 1 λίτρο ζεστό νερό και διηθούνται, εάν είναι αναγκαίο, μετά από ψύξη. Ο δείκτης αυτός χρησιμοποιείται προαιρετικά αντί των δύο προηγουμένων στην εξουδετέρωση των όξινων εκχυλισμάτων πριν από την απόσταξη, χρησιμοποιώντας 0,5 ml ανά 100 ml υγρού για εξουδετέρωση.

4.12. Κόκκοι ελαφρόπετρας, πλυμένοι με υδροχλωρικό οξύ και πυρωμένοι

4.13. Νιτρικό νάτριο για ανάλυση

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Βλέπε μέθοδο 2.1 «Προσδιορισμός του αμμωνιακού αζώτου».

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση*

Βλέπε μέθοδο 2.1 «Προσδιορισμός του αμμωνιακού αζώτου».

7.2. *Ανάλυση του διαλύματος*

Ανάλογα με την περίπτωση που επιλέγεται, φέρεται στη φιάλη συλλογής του αποστάγματος η επακριβώς μετρηθείσα ποσότητα πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος που υποδεικνύεται στον πίνακα 1 της μεθόδου 2.1. Προστίθεται η ανάλογη ποσότητα του επιλεγέντος διαλύματος δείκτη (4.11.1 ή 4.11.2) και, τέλος, νερό για να ληφθεί όγκος τουλάχιστον 50 ml. Το άκρο της προεκτάσεως που ενώνεται με την έξοδο του ψυκτήρα πρέπει να βρίσκεται κάτω από την επιφάνεια του διαλύματος.

Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας λαμβάνεται, σύμφωνα με τις λεπτομέρειες του πίνακα 1, κατάλληλη ποσότητα διαυγούς διαλύματος. Φέρεται στη φιάλη αποστάξεως της συσκευής.

Προστίθεται νερό για να ληφθεί συνολικός όγκος 350 ml περίπου (βλέπε σημείωση 1), 10 g κράματος Arnd (4.9), 50 ml διαλύματος χλωριούχου μαγνησίου (4.10) και μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.12). Συνδέεται ταχέως η φιάλη στη συσκευή αποστάξεως. Θερμαίνεται ελαφρά για τριάντα λεπτά περίπου. Κατόπιν θερμαίνεται ισχυρότερα και η αμμωνία αποστάζει. Η απόσταξη παρατείνεται για μία ώρα περίπου. Μετά από το χρονικό αυτό διάστημα το υπόλειμμα στη φιάλη πρέπει να έχει λάβει σιροπώδη σύσταση. Όταν τελειώσει η απόσταξη, ογκομετρείται η περίσσεια του οξέος στη φιάλη συλλογής του αποστάγματος σύμφωνα με τις υποδείξεις της μεθόδου 2.1.

Σημείωση 1

Όταν το διάλυμα του δείγματος είναι όξινο [προσθήκη 20 ml HCl (1 + 1) (4.1) για τη διαλυτοποίηση του δείγματος], η κατάλληλη ποσότητα που λαμβάνεται για ανάλυση εξουδετερώνεται με τον ακόλουθο

▼B

τρόπο: στη φιάλη αποστάξεως που περιέχει την κατάλληλη ποσότητα που ελήφθη, προστίθενται περίπου 250 ml νερού, η αναγκαία ποσότητα ενός από τους δείκτες (4.11.1, 4.11.2, 4.11.3) και αναδεύεται προσεκτικά.

Το διάλυμα εξουδετερώνεται με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 2 mol/l (4.8) και οξινίζεται εκ νέου με μία σταγόνα υδροχλωρικού οξέος (1 + 1) (4.1). Στη συνέχεια η εργασία συνεχίζεται όπως δεικνύεται υπό 7.2 (δεύτερο εδάφιο).

7.3. *Τυφλός προσδιορισμός*

Εκτελείται τυφλό πείραμα (παραλείποντας το δείγμα) υπό τις ίδιες συνθήκες και λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

▼M4

7.4. *Δοκιμές ελέγχου*

Πριν από την ανάλυση, ελέγχεται η καλή λειτουργία της συσκευής και η σωστή εφαρμογή της τεχνικής χρησιμοποιώντας κατάλληλη ποσότητα ενός πρόσφατα παρασκευασθέντος διαλύματος νιτρικού νατρίου (4.13) περιέχοντος 0,050 έως 0,150 g νιτρικού αζώτου ανάλογα με την επιλεγείσα περίπτωση.

▼B

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Βλέπε μέθοδο 2.2.1.

Μέθοδος 2.2.3

Προσδιορισμός του νιτρικού και αμμωνιακού αζώτου κατά Devarda

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του νιτρικού και αμμωνιακού αζώτου, μετά από αναγωγή, κατά Devarda (τροποποιημένη για τις περιπτώσεις α), β) και γ)).

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Βλέπε μέθοδο 2.2.1.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Αναγωγή των νιτρικών και των νιτρωδών προς αμμωνιακά, σε ισχυρά αλκαλικό διάλυμα με τη βοήθεια μεταλλικού κράματος αποτελουμένου από 45 % Al, 5 % Zn και 50 % Cu (κράμα Devarda). Απόσταξη της αμμωνίας και δέσμευσή της από γνωστό όγκο πρότυπου θειικού οξέος. Ογκομέτρηση της περίσσειας του θειικού οξέος με πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο διοξειδίου του άνθρακα και κάθε αζωτούχου ενώσεως.

4.1. Αραιό υδροχλωρικό οξύ: ένας όγκος HCl (d = 1,18) με έναν όγκο νερού

▼M4

4.2. Θειικό οξύ: 0,05 mol/l

4.3. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,1 mol/l

} για την περίπτωση α.

4.4. Θειικό οξύ: 0,1 mol/l

4.5. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,2 mol/l

} για την περίπτωση β (βλέπε σημείωση 2, μέθοδο 2.1).

▼M4

4.6. Θειικό οξύ: 0,25 mol/l

4.7. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,5 mol/l

} για την περίπτωση γ (βλέπε σημείωση 2, μέθοδο 2.1).

▼B

4.8. *Κράμα Devarda για ανάλυση*

Κονιοποιημένο ώστε το 90 έως 100 % να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών κάτω των 0,25 mm, το 50 έως 75 % να διέρχεται από κόσκινο με διάμετρο οπών κάτω των 0,075 mm.

Συνιστάται η συσκευασία σε φιαλίδια των 100 g κατ' ανώτατο όριο.

4.9. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου, 30 % περίπου NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), απαλλαγμένο αμμωνιακών

4.10. *Διαλύματα δείκτη*

4.10.1. Μικτός δείκτης

Διάλυμα Α: Διαλύεται 1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 37 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l και το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό.

Διάλυμα Β: Διαλύεται 1 g κυανού του μεθυλενίου σε νερό και συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου.

Ένας όγκος διαλύματος Α αναμειγνύεται με δύο όγκους διαλύματος Β.

Ο δείκτης αυτός είναι ιώδης σε όξινο διάλυμα, γκρίζος σε ουδέτερο και πράσινος σε αλκαλικό. Χρησιμοποιούνται 0,5 ml (10 σταγόνες) από το διάλυμα αυτό του δείκτη.

4.10.2. Δείκτης με ερυθρό του μεθυλίου

Διαλύεται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 50 ml αιθανόλης 95 %. Συμπληρώνεται μέχρι 100 ml με νερό και αν χρειάζεται διηθείται.

Ο δείκτης αυτός μπορεί να χρησιμοποιηθεί (4 ή 5 σταγόνες) αντί του προηγουμένου.4.11.
Αιθανόλη 95 έως 96 %

4.12. Νιτρικό νάτριο για ανάλυση

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Βλέπε μέθοδο 2.1.

5.1. Συσκευή αποστάξεως που αποτελείται από φιάλη κατάλληλης χωρητικότητας, με στρογγυλό πυθμένα, συνδεδεμένη με ψυκτήρα μέσω σωλήνα τροφοδοτήσεως με σφαίρα ασφαλείας και εφοδιασμένη, επιπλέον, στη φιάλη συλλογής του αποστάγματος με πλυντρίδα νερού για την παρεμπόδιση ενδεχομένων απωλειών αμμωνίας.

Ο εγκεκριμένος τύπος συσκευής για τον προσδιορισμό αυτό απεικονίζεται με όλα τα χαρακτηριστικά κατασκευής στο σχήμα 5 κατωτέρω.

5.2. Σιφώνια ακριβείας των 10, 20, 25, 50, 100 και 200 ml

5.3. Ογκομετρική φιάλη των 500 ml

5.4. Περιστροφικός αναδευτήρας (ρυθμισμένος στις 35 έως 40 στροφές ανά λεπτό)

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση*

Βλέπε μέθοδο 2.1 «Προσδιορισμός του αμμωνιακού αζώτου».

7.2. *Ανάλυση του διαλύματος*

Η ποσότητα του νιτρικού αζώτου που υπάρχει στην κατάλληλη ποσότητα που ελήφθη για ανάλυση δεν πρέπει να υπερβαίνει τη μέγιστη ποσότητα που προκύπτει από τον πίνακα 1.

▼B

Ανάλογα με την επιλεγείσα περίπτωση, φέρεται στη φιάλη όπου συλλέγεται το απόσταγμα η ακριβώς μετρηθείσα ποσότητα πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος που υποδεικνύεται στον πίνακα 1. Προστίθεται η ανάλογη ποσότητα του επιλεγέντος διαλύματος δείκτη (4.10.1 ή 4.10.2) και, τέλος, νερό για να ληφθεί όγκος τουλάχιστον 50 ml. Το άκρο της προεκτάσεως που ενώνεται με την έξοδο του ψυκτήρα πρέπει να βρίσκεται κάτω από την επιφάνεια του διαλύματος. Η πλυντρίδα γεμίζεται με απεσταγμένο νερό.

Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, λαμβάνεται κατάλληλη ποσότητα όπως υποδεικνύεται στον πίνακα 1 της μεθόδου 2.1. Φέρεται στη φιάλη αποστάξεως της συσκευής.

Στη φιάλη αποστάξεως προστίθενται νερό για να ληφθεί όγκος 250 έως 300 ml, 5 ml αιθανόλης (4.11) και 4 g κράματος Devarda (4.8). (Βλέπε σημείωση 2).

Αφού ληφθούν οι απαραίτητες προφυλάξεις για την αποφυγή κάθε απώλειας αμμωνίας, προστίθενται στη φιάλη 30 ml περίπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 30 % (4.9) και, τέλος, στην περίπτωση όξινης διαλυτοποίησης του δείγματος, μια συμπληρωματική ποσότητα επαρκής για την εξουδετέρωση της ποσότητας του υδροχλωρικού οξέος (4.1) που υπάρχει στην κατάλληλη ποσότητα που ελήφθη για ανάλυση. Η φιάλη αποστάξεως συναρμόζεται στη συσκευή και διασφαλίζεται η στεγανότητα των συναρμογών. Η φιάλη αναδεύεται με προσοχή για να αναμειχθεί το περιεχόμενο.

Θερμαίνεται με ήπια φωτιά ούτως ώστε η έκλυση υδρογόνου να ελαττωθεί αισθητά σε μισή ώρα περίπου και το υγρό να αρχίσει να βράζει. Αυξάνεται η φλόγα ώστε να αποσταχθούν τουλάχιστον 200 ml υγρού σε 30 λεπτά περίπου (η απόσταξη να μην υπερβεί τα 45 λεπτά).

Αφού τελειώσει η απόσταξη, αποσυναρμολογείται η φιάλη συλλογής του αποστάγματος από τη συσκευή, πλένονται προσεκτικά η προέκταση και η πλυντρίδα αφήνοντας να ρέει το υγρό στη φιάλη ογκομετρήσεως. Ογκομετρείται κατόπιν η περίσσεια του οξέος σύμφωνα με τη μέθοδο 2.1.

Σημείωση 2

Σε περίπτωση παρουσίας αλάτων ασβεστίου, όπως το νιτρικό ασβέστιο και το εναμμώνιο νιτρικό ασβέστιο, χρειάζεται να προστεθούν, πριν από την απόσταξη, για κάθε γραμμάριο λιπάσματος που υπάρχει στην κατάλληλη ποσότητα, 0,700 g μονόξινου φωσφορικού νατρίου ($Na_2HPO_4 . 2H_2O$) για την παρεμπόδιση του σχηματισμού $Ca(OH)_2$.

7.3. *Τυφλός προσδιορισμός*

Πραγματοποιείται τυφλό πείραμα (παραλείποντας το δείγμα) υπό τις ίδιες συνθήκες και λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

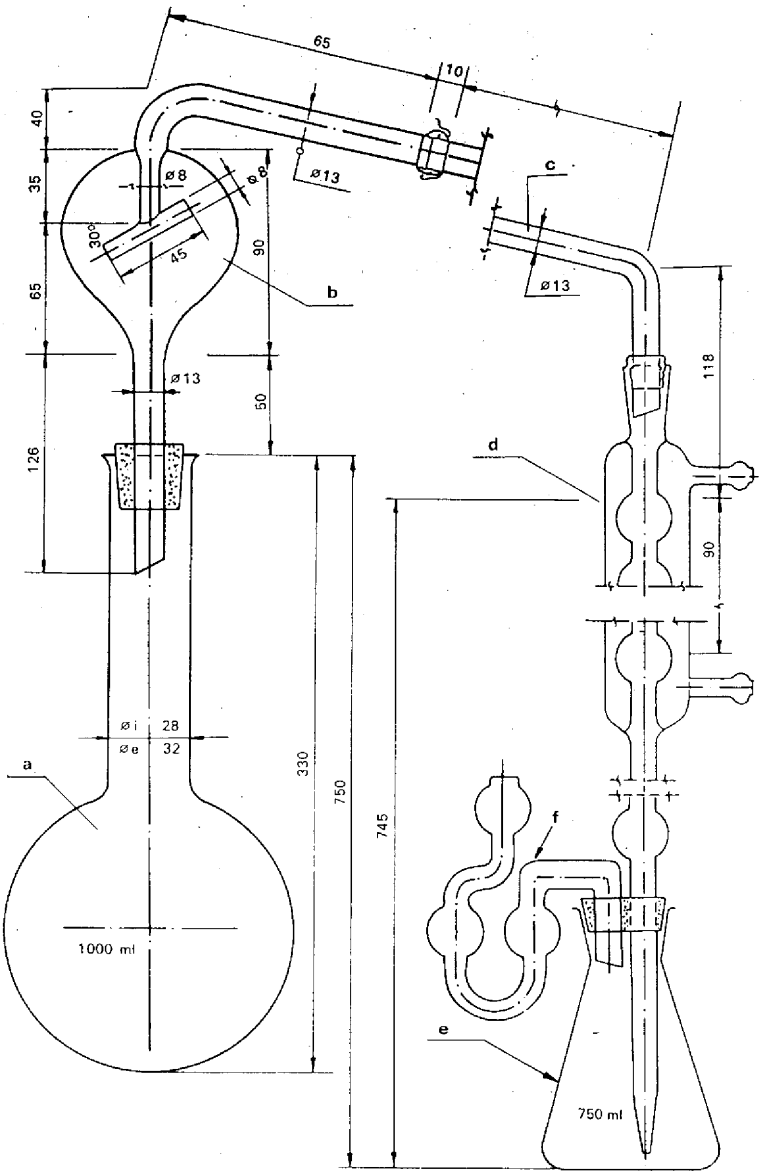
7.4. *Δοκιμή ελέγχου*

Πριν την ανάλυση ελέγχεται η καλή λειτουργία της συσκευής και η σωστή εφαρμογή της τεχνικής χρησιμοποιώντας μια κατάλληλη ποσότητα ενός πρόσφατα παρασκευασθέντος διαλύματος νιτρικού νατρίου (4.12) περιέχοντος, ανάλογα με την επιλεγείσα περίπτωση, 0,050 έως 0,150 g αζώτου υπό μορφή νιτρικών.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Βλέπε μέθοδο 2.2.1.

▼B



Σχήμα 5

Επεξήγηση του σχήματος 5

α) Σφαιρική μακρύλαιμη και πλατύστομη φιάλη των 750 ml (1 000 ml), με στρογγυλό πυθμένα.

β) Σωλήνας τροφοδοτήσεως με σφαίρα ασφαλείας και σφαιρικό σύνδεσμο (αριθ. 18) στην έξοδο.

γ) Κεκαμμένος σωλήνας με σφαιρικό σύνδεσμο (αριθ. 18) στην είσοδο και με άκρο κομμένο λοξά προς τον κύριο άξονα στην έξοδο (αντί του σφαιρικού συνδέσμου, μπορεί να χρησιμοποιηθεί κατάλληλο ρακόρ από καουτσούκ).

δ) Ψυκτήρας με σφαίρες (έξι) που ενώνεται στην έξοδο, μέσω ενός ρακόρ από καουτσούκ, με μία προέκταση από γυαλί που στηρίζεται πάνω σε πώμα το οποίο συγκρατεί επίσης και μία πλυντρίδα.

ε) Φιάλη συλλογής των 750 ml.

στ) Πλυντρίδα με νερό για την παρεμπόδιση των απωλειών αμμωνίας.

Τα σκεύη αυτά πρέπει να κατασκευάζονται από βοριοπυριτικό γυαλί.

▼B

Μέθοδοι 2.3

Προσδιορισμός του ολικού αζώτου

Μέθοδος 2.3.1

Προσδιορισμός του ολικού αζώτου στο απαλλαγμένο από νιτρικά ασβεστοκυαναμίδιο

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του ολικού αζώτου στο απαλλαγμένο από νιτρικά ασβεστοκυαναμίδιο.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται αποκλειστικά στο απαλλαγμένο από νιτρικά ασβεστοκυαναμίδιο.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά την εφαρμογή της μεθόδου Kjeldahl για μετατροπή του αζώτου σε αμμωνιακό άζωτο, το σχηματιζόμενο αμμωνιακό άζωτο ελευθερώνεται προς αμμωνία με την επίδραση υδροξειδίου του νατρίου, συλλέγεται και προσδιορίζεται σε πρότυπο διάλυμα θειικού οξέος.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο διοξειδίου του άνθρακα και κάθε αζωτούχου ενώσεως.

4.1. Αραιό θειικό οξύ (d_{20} = 1,54 g/ml): ένας όγκος θειικού οξέος (d_{20} = 1,84 g/ml) με έναν όγκο νερού

4.2. Θειικό κάλιο για ανάλυση

4.3. Οξείδιο του χαλκού (CuO): 0,3 έως 0,4 g για κάθε προσδιορισμό ή ισοδύναμη ποσότητα πενταϋδρίτη θειικού χαλκού, δηλ. 0,95 έως 1,25 g ανά προσδιορισμό

4.4. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου, 30 % περίπου NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), απαλλαγμένο αμμωνιακών

▼M4

4.5.	Θειικό οξύ: 0,05 mol/l	για την περίπτωση α (βλέπε μέθοδο 2.1).
4.6.	Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,1 mol/l	
4.7.	Θειικό οξύ: 0,1 mol/l	για την περίπτωση β (βλέπε σημείωση 2, μέθοδο 2.1).
4.8.	Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,2 mol/l	
4.9.	Θειικό οξύ: 0,25 mol/l	για την περίπτωση γ (βλέπε σημείωση 2, μέθοδο 2.1).
4.10.	Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,5 mol/l	

▼B

4.11. *Διαλύματα δείκτη*

4.11.1. Μικτός δείκτης

Διάλυμα Α: Διαλύεται 1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 37 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l και το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό.

Διάλυμα Β: Διαλύεται 1 g κυανού του μεθυλενίου σε νερό και συμπληρώνεται με νερό μέχρις όγκου 1 λίτρου.

▼B

Ένας όγκος διαλύματος Α αναμειγνύεται με δύο όγκους διαλύματος Β.

Ο δείκτης αυτός είναι ιώδης σε όξινο διάλυμα, γκρίζος σε ουδέτερο και πράσινος σε αλκαλικό. Χρησιμοποιούνται 0,5 ml (10 σταγόνες) από το διάλυμα αυτό του δείκτη.

4.11.2. Δείκτης με ερυθρό του μεθυλίου

Διαλύεται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 50 ml αιθανόλης 95 %, συμπληρώνεται μέχρι 100 ml με νερό. Εάν χρειάζεται διηθείται. Ο δείκτης αυτός μπορεί να χρησιμοποιηθεί (4 ή 5 σταγόνες) αντί του προηγουμένου.

4.12. Κόκκοι ελαφρόπετρας, πλυμένοι με υδροχλωρικό οξύ και πυρωμένοι

4.13. Θειοκυανιούχο κάλιο για ανάλυση

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Συσκευή αποστάξεως, βλέπε μέθοδο 2.1 «Προσδιορισμός του αμμωνιακού αζώτου»

5.2. Μακρύλαιμη σφαιρική φιάλη Kjeldahl κατάλληλης χωρητικότητας

5.3. Σιφώνια ακριβείας των 50, 100 και 200 ml

5.4. Ογκομετρική φιάλη των 250 ml

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση*

Ζυγίζεται, με προσέγγιση 0,001 g, δείγμα 1 g και εισάγεται στη φιάλη Kjeldahl. Προστίθενται 50 ml αραιού θειικού οξέος (4.1), 10 έως 15 g θειικού καλίου (4.2) και ο προβλεπόμενος καταλύτης (4.3). Θερμαίνεται ήπια για να εκδιωχθεί το νερό, διατηρείται σε μέτριο βρασμό επί δύο ώρες, αφήνεται να ψυχθεί και αραιώνεται με 100 έως 150 ml νερού. Αφήνεται να ψυχθεί εκ νέου, μεταγγίζεται ποσοτικά το εναιώρημα σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml, συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό, αναδεύεται και διηθείται επί ξηρού ηθμού σε ξηρό υποδοχέα.

7.2. *Ανάλυση του διαλύματος*

Ανάλογα με την επιλεγείσα περίπτωση (βλέπε μέθοδο 2.1), λαμβάνεται, με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, κατάλληλη ποσότητα 50, 100 ή 200 ml από το διάλυμα που ελήφθη και αποστάζεται η αμμωνία σύμφωνα με τον τρόπο εργασίας που περιγράφεται στη μέθοδο 2.1, λαμβάνοντας φροντίδα να προστεθεί στη φιάλη αποστάξεως επαρκής ποσότητα διαλύματος NaOH (4.4) ούτως ώστε να βρίσκεται σε σημαντική περίσσεια.

7.3. *Τυφλός προσδιορισμός*

Εκτελείται τυφλό πείραμα (παραλείποντας το δείγμα) υπό τις ίδιες συνθήκες και λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

7.4. *Δοκιμή ελέγχου*

Πριν από την ανάλυση, ελέγχεται η καλή λειτουργία της συσκευής και η σωστή εφαρμογή της τεχνικής, χρησιμοποιώντας κατάλληλη ποσότητα πρότυπου διαλύματος θειοκυανιούχου καλίου για ανάλυση (4.13), που να αντιστοιχεί πάνω-κάτω στη συγκέντρωση του αζώτου στο δείγμα.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Το αποτέλεσμα της αναλύσεως εκφράζεται σε άζωτο (N) επί τοις εκατό που περιέχεται στο λίπασμα όπως έγινε δεκτό για ανάλυση.

Περίπτωση α): % N = (50 — A) × 0,7

Περίπτωση β): % N = (50 — A) × 0,7

Περίπτωση γ): % N = (35 — A) × 0,875

▼B

Μέθοδος 2.3.2

Προσδιορισμός του ολικού αζώτου στο ασβεστοκυαναμίδιο που περιέχει νιτρικά

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του ολικού αζώτου στο ασβεστοκυαναμίδιο.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στο ασβεστοκυαναμίδιο που περιέχει νιτρικά.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Η απευθείας προσβολή κατά Kjeldahl δεν μπορεί να εφαρμοστεί στο ασβεστοκυαναμίδιο που περιέχει νιτρικά. Για το λόγο αυτό, το άζωτο ανάγεται σε αμμωνιακό άζωτο με τη βοήθεια μεταλλικού σιδήρου και χλωριούχου κασσιτέρου πριν από την εφαρμογή της μεθόδου Kjeldahl.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο διοξειδίου του άνθρακα και κάθε αζωτούχου ενώσεως.

4.1. Θειικό οξύ (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. Κονιοποιημένος σίδηρος, ανηγμένος με υδρογόνο

4.3. Θειικό κάλιο για ανάλυση, κονιοποιημένο καλά

▼M4

4.4.	Θειικό οξύ: 0,05 mol/l	για την περίπτωση α (βλέπε μέθοδο 2.1).
4.5.	Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,1 mol/l	
4.6.	Θειικό οξύ: 0,1 mol/l	για την περίπτωση β (βλέπε σημείωση 2, μέθοδο 2.1).
4.7.	Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,2 mol/l	
4.8.	Θειικό οξύ: 0,25 mol/l	για την περίπτωση γ (βλέπε σημείωση 2, μέθοδο 2.1).
4.9.	Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,5 mol/l	

▼B

4.10. *Διαλύματα δείκτη*

4.10.1. Μικτός δείκτης

Διάλυμα Α: Διαλύεται 1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 37 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l και το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό.

Διάλυμα Β: Διαλύεται 1 g κυανού του μεθυλενίου σε νερό και συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου.

Ένας όγκος διαλύματος Α αναμειγνύεται με δύο όγκους διαλύματος Β.

Ο δείκτης αυτός είναι ιώδης σε όξινο διάλυμα, γκρίζος σε ουδέτερο και πράσινος σε αλκαλικό. Χρησιμοποιούνται 0,5 ml (10 σταγόνες) του διαλύματος αυτού.

4.10.2. Δείκτης με ερυθρό του μεθυλίου

Διαλύεται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 50 ml αιθανόλης 95 %, συμπληρώνεται μέχρις 100 ml με νερό και αν χρειάζεται διηθείται. Ο δείκτης αυτός μπορεί να χρησιμοποιηθεί (4 ή 5 σταγόνες) αντί του προηγουμένου.

▼B

4.11. *Διάλυμα χλωριούχου κασσιτέρου*

Διαλύονται 120 g $SnCl_2$. $2H_2O$ σε 400 ml πυκνού υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) και συμπληρώνονται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό. Το διάλυμα πρέπει να είναι τελείως διαυγές και να παρασκευάζεται αμέσως πριν χρησιμοποιηθεί. Είναι απαραίτητο να ελέγχεται η αναγωγική ισχύς του χλωριούχου κασσιτέρου.

Σημείωση

Διαλύονται 0,5 g SnCl2 . $2H_2O$ σε 2 ml πυκνού υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) και συμπληρώνονται μέχρι 50 ml με νερό. Προστίθενται στη συνέχεια 5 g άλατος Seignette (τρυγικό καλιονάτριο), και κατόπιν επαρκής ποσότητα διττανθρακικού νατρίου για ανάλυση ώστε να είναι το διάλυμα αλκαλικό σε χάρτη ηλιοτροπίου.

▼M5

Τιτλοδοτείται με διάλυμα ιωδίου (I_2) 0,05 mol/l, παρουσία διαλύματος αμύλου ως δείκτη.

1 ml διαλύματος ιωδίου (I_2) 0,05 mol/l αντιστοιχεί σε 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

Το 80 % τουλάχιστον του κασσιτέρου που υπάρχει συνολικά στο διάλυμα πρέπει να βρίσκεται σε δισθενή μορφή. Για την τιτλοδότηση, πρέπει λοιπόν να χρησιμοποιηθούν τουλάχιστον 35 ml διαλύματος ιωδίου (I_2) 0,05 mol/l.

▼B

4.12. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου, 30 % περίπου NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), απαλλαγμένο αμμωνιακών

4.13. *Πρότυπο αμμωνιονιτρικό διάλυμα*

Ζυγίζονται 2,5 g νιτρικού καλίου για ανάλυση και 10,16 g θειικού αμμωνίου για ανάλυση και φέρονται σε ογκομετρική φιάλη 250 ml. Διαλύονται με νερό και συμπληρώνονται μέχρι 250 ml. 1 ml του διαλύματος αυτού περιέχει 0,01 g αζώτου.

4.14. Κόκκοι ελαφρόπετρας, πλυμένοι με υδροχλωρικό οξύ και πυρωμένοι

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Βλέπε μέθοδο 2.3.1.

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του διαλύματος*

Ζυγίζεται, με προσέγγιση 0,001 g, δείγμα 1 g και εισάγεται στη φιάλη Kjeldahl. Προστίθενται 0,5 g κονιοποιημένου σιδήρου (4.2) και 50 ml διαλύματος χλωριούχου κασσιτέρου (4.11), αναδεύεται και αφήνεται να ηρεμήσει επί μισή ώρα. Κατά τη διάρκεια της περιόδου ηρεμίας, αναδεύεται εκ νέου μετά δέκα και είκοσι λεπτά. Προστίθενται κατόπιν 10 g θειικού καλίου (4.3) και 30 ml θειικού οξέος (4.1). Φέρεται σε βρασμό και η προσβολή συνεχίζεται επί μία ώρα μετά την εμφάνιση λευκών καπνών. Αφήνεται να ψυχθεί και αραιώνεται με 100 έως 150 ml νερού. Το εναιώρημα μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml, ξαναψύχεται, συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό, αναδεύεται και διηθείται επί ξηρού επιπέδου φίλτρου μέσα σε ξηρό δοχέα. Αντί να μεταγγιστεί στη συνέχεια το εναιώρημα για να εφαρμοστούν οι περιπτώσεις α), β), ή γ) που χρησιμοποιούνται στη μέθοδο 2.1, μπορεί επίσης το αμμωνιακό άζωτο του διαλύματος αυτού να αποσταχθεί κατευθείαν, αφού προηγουμένως προστεθεί επαρκής ποσότητα υδροξειδίου του νατρίου (4.12) ώστε να εξασφαλιστεί σημαντική περίσσεια.

7.2. *Ανάλυση του διαλύματος*

Λαμβάνεται, με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, ανάλογα με την περίπτωση α), β), ή γ) που χρησιμοποιείται στη μέθοδο 2.1, κατάλληλη ποσότητα 50, 100 ή 200 ml του διαλύματος που ελήφθη. Το αμμωνιακό διάλυμα αποστάζεται σύμφωνα με τον τρόπο εργασίας της μεθόδου 2.1, λαμβάνοντας φροντίδα να προστεθεί στη φιάλη αποστάξεως

▼B

επαρκής ποσότητα διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (4.12) ώστε να εξασφαλιστεί σημαντική περίσσεια.

7.3. *Τυφλός προσδιορισμός*

Εκτελείται τυφλό πείραμα (παραλείποντας το δείγμα) υπό τις ίδιες συνθήκες και λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

7.4. *Δοκιμή ελέγχου*

Πριν από την ανάλυση, ελέγχεται η καλή λειτουργία της συσκευής και η σωστή εφαρμογή της τεχνικής με το πρότυπο διάλυμα που περιέχει ποσότητες αμμωνιακού και νιτρικού αζώτου, παρόμοιες με εκείνες του κυαναμιδικού και νιτρικού αζώτου που περιέχονται στο νιτρωμένο ασβεστοκυαναμίδιο.

Για το σκοπό αυτό, φέρονται στη φιάλη Kjeldahl, 20 ml του πρότυπου διαλύματος (4.13).

Πραγματοποιείται η ανάλυση σύμφωνα με την τεχνική που περιγράφεται υπό 7.1 και 7.2.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Το αποτέλεσμα της ανάλυσης πρέπει να εκφράζεται σε ολικό άζωτο (N) επί τοις εκατό που υπάρχει στο λίπασμα όπως αυτό γίνεται δεκτό για ανάλυση.

Περίπτωση α): % N = (50 — A) × 0,7

Περίπτωση β): % N = (50 — A) × 0,7

Περίπτωση γ): % N = (35 — A) × 0,875

Μέθοδος 2.3.3

Προσδιορισμός του ολικού αζώτου στην ουρία

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του ολικού αζώτου στην ουρία.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται αποκλειστικά στα λιπάσματα ουρίας, που είναι απαλλαγμένα νιτρικών.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Με βρασμό παρουσία θειικού οξέος, η ουρία μετασχηματίζεται ποσοτικά σε αμμωνία. Μετατίθεται η ισορροπία προς αμμωνία σε αλκαλικό διάλυμα και συλλέγεται σε πρότυπο διάλυμα θειικού οξέος που είναι σε περίσσεια. Η περίσσεια του οξέος προσδιορίζεται με πρότυπο αλκαλικό διάλυμα.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο διοξειδίου του άνθρακα και κάθε αζωτούχου ενώσεως.

4.1. Θειικό οξύ, πυκνό (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου, 30 % περίπου NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), απαλλαγμένο αμμωνιακών

▼M4

4.3. Θειικό οξύ: 0,05 mol/l

4.4. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,1 mol/l

} για την περίπτωση α (βλέπε μέθοδο 2.1).

▼M4

4.5.	Θειικό οξύ: 0,1 mol/l	για την περίπτωση β (βλέπε σημείωση 2, μέθοδο 2.1).
4.6.	Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,2 mol/l	
4.7.	Θειικό οξύ: 0,25 mol/l	για την περίπτωση γ (βλέπε σημείωση 2, μέθοδο 2.1).
4.8.	Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου, απαλλαγμένο ανθρακικών: 0,5 mol/l	

▼B

4.9. *Διαλύματα δείκτη*

4.9.1. Μικτός δείκτης

Διάλυμα Α: Διαλύεται 1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 37 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l και το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό.

Διάλυμα Β: Διαλύεται 1 g κυανού του μεθυλενίου σε νερό και συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου.

Ένας όγκος διαλύματος Α αναμειγνύεται με δύο όγκους διαλύματος Β.

Ο δείκτης αυτός είναι ιώδης σε όξινο διάλυμα, γκρίζος σε ουδέτερο και πράσινος σε αλκαλικό. Χρησιμοποιούνται 0,5 ml (10 σταγόνες) από το διάλυμα αυτό του δείκτη.

4.9.2. Διάλυμα δείκτη ερυθρού του μεθυλίου

Διαλύεται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 50 ml αιθανόλης 95 %, συμπληρώνεται μέχρι 100 ml με νερό. Εάν χρειάζεται διηθείται. Ο δείκτης αυτός μπορεί να χρησιμοποιηθεί (4 ή 5 σταγόνες) αντί του προηγουμένου.

4.10. Κόκκοι ελαφρόπετρας, πλυμένοι με υδροχλωρικό οξύ και πυρωμένοι

4.11. Ουρία για ανάλυση

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Συσκευή αποστάξεως, βλέπε μέθοδο 2.1 «Προσδιορισμός του αμμωνιακού αζώτου»

5.2. Ογκομετρική φιάλη των 500 ml

5.3. Σιφώνια ακριβείας των 25, 50 και 100 ml

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του διαλύματος*

Ζυγίζονται 2,5 g προπαρασκευασθέντος δείγματος με προσέγγιση 0,001 g, εισάγονται σε φιάλη Kjeldahl των 300 ml και προστίθενται 20 ml νερό. Προστίθενται κατόπιν, υπό ανάδευση, 20 ml πυκνού θειικού οξέος (4.1) και μερικά τεμάχια γυαλιού για τη ρύθμιση του βρασμού. Για να αποφευχθούν ενδεχόμενες εκτινάξεις, εισάγεται στο λαιμό της φιάλης ένα γυάλινο χωνί με επιμηκυμένο στέλεχος. Το σύνολο θερμαίνεται, αρχικά με μικρή φλόγα, κατόπιν ισχυρότερα, μέχρις εκλύσεως λευκών ατμών (30 με 40 λεπτά).

Μετά από ψύξη αραιώνεται με 100 έως 150 ml νερού. Μεταγγίζεται ποσοτικά το υγρό σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml, αφήνοντας το ενδεχομένως αδιάλυτο προϊόν. Αφήνεται να ψυχθεί μέχρι τη θερμοκρασία περιβάλλοντος. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό, αναδεύεται και αν χρειάζεται διηθείται με ξηρό ηθμό σε ξηρό δοχέα.

7.2. *Ανάλυση του διαλύματος*

Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, φέρονται στη φιάλη συλλογής του αποστάγματος 25, 50 ή 100 ml του διαλύματος που λαμβάνεται κατ' αυτόν τον τρόπο, ανάλογα με την επιλεγείσα περίπτωση (βλέπε μέθοδο 2.1). Κατόπιν το αμμωνιακό διάλυμα αποστάζεται σύμφωνα

▼B

με τις υποδείξεις της μεθόδου 2.1, φροντίζοντας να προστεθεί στη φιάλη αποστάξεως επαρκής ποσότητα NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml) (4.2) ούτως ώστε να βρίσκεται σε σημαντική περίσσεια.

7.3. *Τυφλός προσδιορισμός*

Εκτελείται τυφλό πείραμα (παραλείποντας το δείγμα) υπό τις ίδιες συνθήκες και λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

7.4. *Δοκιμή ελέγχου*

Πριν από την ανάλυση, ελέγχεται η καλή λειτουργία της συσκευής και η σωστή εφαρμογή της τεχνικής χρησιμοποιώντας κατάλληλη ποσότητα προσφάτως παρασκευασθέντος διαλύματος ουρίας (4.11).

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Το αποτέλεσμα της ανάλυσης εκφράζεται σε άζωτο (N) επί τοις εκατό που περιέχεται στο λίπασμα όπως έγινε δεκτό για ανάλυση.

Περίπτωση α): % N = (50 — A) × 1,12

Περίπτωση β): % N = (50 — A) × 1,12

Περίπτωση γ): % N = (35 — A) × 1,40

Μέθοδος 2.4

Προσδιορισμός του κυαναμιδικού αζώτου

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του κυαναμιδικού αζώτου.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος μπορεί να εφαρμοστεί στο ασβεστοκυαναμίδιο και στο νιτρωμένο ασβεστοκυαναμίδιο.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Το κυαναμιδικό άζωτο καθιζάνει υπό μορφή ενώσεως με άργυρο και προσδιορίζεται στο ίζημα κατά τη μέθοδο Kjeldahl.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο διοξειδίου του άνθρακα και κάθε αζωτούχου ενώσεως.

4.1. Παγόμορφο οξικό οξύ

4.2. Διάλυμα αμμωνίας περιεκτικότητας 10 % σε αμμωνία κατά μάζα (d_{20} = 0,96 g/ml)

4.3. *Αμμωνιακό διάλυμα αργύρου, κατά Tollens*

Αναμειγνύονται 500 ml υδατικού διαλύματος νιτρικού αργύρου ($AgNO_3$) 10 % με 500 ml υδατικού διαλύματος αμμωνίας 10 % (4.2).

Το διάλυμα πρέπει να μην εκτίθεται χωρίς λόγο στο φως, να μη θερμαίνεται χωρίς να είναι ανάγκη και να διατηρείται όσο το δυνατό προφυλαγμένο από τον αέρα. Το διάλυμα διατηρείται συνήθως για χρόνια. Όσο το διάλυμα παραμένει διαυγές, το αντιδραστήριο είναι καλής ποιότητας.

4.4. Πυκνό θειικό οξύ (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.5. Θειικό κάλιο για ανάλυση

4.6. Οξείδιο του χαλκού (CuO), 0,3 έως 0,4 g για κάθε προσδιορισμό ή ισοδύναμη ποσότητα πενταϋδρίτη θειικού χαλκού, δηλ. 0,95 έως 1,25 g κατά προσδιορισμό

4.7. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου, 30 % περίπου NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), απαλλαγμένο αμμωνιακών

▼M4

4.8. Θειικό οξύ: 0,05 mol/l

▼B

4.9. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου: 0,1 mol/l

4.10. *Διαλύματα δείκτη*

4.10.1. Μικτός δείκτης

Διάλυμα Α: Διαλύεται 1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 37 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l και το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό.

Διάλυμα Β: Διαλύεται 1 g κυανού του μεθυλενίου σε νερό και συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου.

Ένας όγκος διαλύματος Α αναμειγνύεται με δύο όγκους διαλύματος Β.

Ο δείκτης αυτός είναι ιώδης σε όξινο διάλυμα, γκρίζος σε ουδέτερο και πράσινος σε αλκαλικό. Χρησιμοποιούνται 0,5 ml (10 σταγόνες) από το διάλυμα αυτό του δείκτη.

4.10.2. Διάλυμα δείκτη ερυθρού του μεθυλίου

Διαλύεται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 50 ml αιθανόλης 95 %, συμπληρώνεται μέχρι 100 ml με νερό. Εάν χρειάζεται διηθείται. Ο δείκτης αυτός μπορεί να χρησιμοποιηθεί (4 έως 5 σταγόνες), αντί του προηγουμένου.

4.11. Κόκκοι ελαφρόπετρας, πλυμένοι με υδροχλωρικό οξύ και πυρωμένοι

4.12. Θειοκυανιούχο κάλιο για ανάλυση

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Συσκευή αποστάξεως, βλέπε μέθοδο 2.1 «Προσδιορισμός του αμμωνιακού αζώτου»

5.2. Ογκομετρική φιάλη των 500 ml (π.χ. Stohmann)

5.3. Μακρύλαιμη φιάλη Kjeldahl κατάλληλης χωρητικότητας (300 έως 500 ml)

5.4. Σιφώνιο ακριβείας των 50 ml

5.5. Περιστροφικός αναδευτήρας (ρυθμισμένος στις 35 έως 40 στροφές ανά λεπτό)

6. **Παρασκευή**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Μέτρα ασφαλείας*

Κατά τη χρησιμοποίηση οποιουδήποτε αμμωνιακού διαλύματος αργύρου, επιβάλλεται αυστηρά να φοριούνται γυαλιά ασφαλείας. Μόλις σχηματιστεί μια λεπτή μεμβράνη στην επιφάνεια του υγρού μπορεί να γίνει μετά από ανάδευση έκρηξη και επιβάλλεται η μεγαλύτερη δυνατή επιφυλακτικότητα.

7.2. *Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση*

Ζυγίζονται 2,5 g δείγματος, με προσέγγιση 0,001 g, και φέρονται σε μικρό γυάλινο γουδί. Λειοτριβείται τρεις φορές με νερό και μετά από κάθε λειοτρίβηση το υπερκείμενο υγρό μεταγγίζεται σε ογκομετρική φιάλη Stohmann των 500 ml. Το ιγδίο, ο ύπερος και το χωνί εκπλύνονται με την βοήθεια υδροβολέα κατά τρόπο ώστε όλο το υλικό να μεταφερθεί ποσοτικά στην ογκομετρική φιάλη Stohmann. Στη φιάλη προστίθενται νερό για να ληφθεί όγκος περίπου 400 ml και 15 ml οξικού οξέος (4.1). Αναδεύεται με περιστροφικό αναδευτήρα (5.5) επί δύο ώρες.

Φέρεται με νερό μέχρις όγκου 500 ml, αναμειγνύεται και διηθείται.

Η ανάλυση πρέπει να ακολουθεί όσο το δυνατό ταχύτερα.

7.3. *Ανάλυση του διαλύματος*

Λαμβάνονται 50 ml του διηθήματος και φέρονται σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml.

Ρυθμίζεται το pH του διαλύματος λίγο πάνω από το 7 με προσθήκη αμμωνιακού διαλύματος (4.2) και στη συνέχεια προστίθενται υπό ανά-

▼B

δευση 30 ml ζεστού αμμωνιακού διαλύματος νιτρικού αργύρου (4.3) για την καταβύθιση της κίτρινης με άργυρο ενώσεως του κυαναμιδίου.

Αφήνεται σε ηρεμία μέχρι την επομένη. Διηθείται και το ίζημα πλένεται με κρύο νερό μέχρι να απαλλαγεί τελείως από τα ιόντα αμμωνίου.

Το διήθημα και το ίζημα υγρά ακόμη, φέρονται στη φιάλη Kjeldahl, προστίθενται 10 έως 15 g θειικού καλίου (4.5), ο καταλύτης (4.6) στην προβλεπόμενη ποσότητα και στη συνέχεια 50 ml νερού και 25 ml πυκνού θειικού οξέος (4.4).

Η φιάλη θερμαίνεται αργά αναδεύοντας ελαφρά μέχρι να αρχίσει να βράζει το περιεχόμενο. Αυξάνεται η θέρμανση και ο βρασμός συνεχίζεται μέχρις ότου το περιεχόμενο της φιάλης αποχρωματιστεί ή γίνει ελαφρώς πράσινο.

Ο βρασμός παρατείνεται επί μία ώρα και αφήνεται να ψυχθεί.

Το υγρό της φιάλης Kjeldahl μεταγγίζεται ποσοτικά στη φιάλη αποστάξεως, προστίθενται μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.11), αραιώνεται με νερό για να ληφθεί συνολικός όγκος περίπου 350 ml. Αναμειγνύεται και ψύχεται.

Το αμμωνιακό διάλυμα αποστάζεται σύμφωνα με τη μέθοδο 2.1, περίπτωση α), φροντίζοντας να προστεθεί στη φιάλη αποστάξεως επαρκής ποσότητα διαλύματος NaOH (4.7) για να διασφαλιστεί η ύπαρξη ικανής περίσσειας.

7.4. *Τυφλός προσδιορισμός*

Εκτελείται τυφλό πείραμα (παραλείποντας το δείγμα) υπό τις ίδιες συνθήκες και λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

7.5. *Δοκιμή ελέγχου*

Πριν από την ανάλυση, ελέγχεται η καλή λειτουργία της συσκευής και η σωστή εφαρμογή της τεχνικής χρησιμοποιώντας κατάλληλη ποσότητα πρότυπου διαλύματος θειοκυανιούχου καλίου (4.12) που να αντιστοιχεί σε 0,05 g αζώτου.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Το αποτέλεσμα εκφράζεται σε κυαναμιδικό άζωτο επί τοις εκατό, περιεχόμενο στο λίπασμα όπως αυτό έχει γίνει δεκτό για ανάλυση.

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

Μέθοδος 2.5

Φασματομετρικός προσδιορισμός της διουρίας στην ουρία

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού της διουρίας στην ουρία.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται αποκλειστικά στην ουρία.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Σε αλκαλικό περιβάλλον, παρουσία τρυγικού καλιονατρίου, η διουρία σχηματίζει με το δισθενή χαλκό ένα ιώδες σύμπλοκο χαλκού. Η απορρόφηση του διαλύματος μετράται σε μήκος κύματος περίπου 546 nm (νανόμετρα).

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο η απιονισμένο νερό απαλλαγμένο διοξειδίου του άνθρακα και αμμωνίας. Η ποιότητα του νερού είναι ιδιαίτερα σημαντική για τον παρόντα προσδιορισμό.

4.1. Μεθανόλη

▼M4

4.2. Διάλυμα θειικού οξέος, περίπου 0,05 mol/l

▼B

4.3. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου, περίπου 0,1 mol/l

4.4. *Αλκαλικό διάλυμα τρυγικού καλιονατρίου*

Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου, διαλύονται 40 g υδροξειδίου του νατρίου σε 500 ml νερού, και αφήνονται να ψυχθούν. Προστίθενται 50 g τρυγικού καλιονατρίου ($NaKC_4H_4O_6 . 4H_2O$). Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή. Αφήνεται σε ηρεμία επί 24 ώρες πριν χρησιμοποιηθεί.

4.5. *Διάλυμα θειικού χαλκού*

Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου, διαλύονται 15 g θειικού χαλκού ($CuSO_4 . 5H_2O$) σε 500 ml νερού. Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή.

4.6. *Πρότυπο διάλυμα διουρίας παρασκευασθέν πρόσφατα*

Σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml, διαλύονται 0,250 g καθαρής διουρίας ([1]) σε νερό. Συμπληρώνεται μέχρις 250 ml. 1 ml του διαλύματος αυτού περιέχει 0,001 g διουρίας.

4.7. *Διάλυμα δείκτη*

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml, διαλύεται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 50 ml αιθανόλης 95 % και συμπληρώνεται μέχρι 100 ml με νερό. Εάν παραμείνει αδιάλυτο προϊόν διηθείται.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Φασματόμετρο, ή φωτόμετρο με φίλτρα, επαρκούς ευαισθησίας και ακριβείας που επιτρέπει αναπαραγώγιμες μετρήσεις μικρότερες από 0,5 % T ([2])

5.2. Ογκομετρικές φιάλες των 100, 250 και 1 000 ml

5.3. Προτυποποιημένα σιφώνια ακριβείας των 2, 5, 10, 20, 25 και 50 ml ή προτυποποιημένη προχοΐδα ακριβείας 25/0,05 ml

5.4. Ποτήρι ζέσεως των 250 ml

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Προετοιμασία της καμπύλης βαθμονόμησης*

Κατάλληλες ποσότητες 0, 2, 5, 10, 20, 25 και 50 ml πρότυπου διαλύματος διουρίας (4.6) φέρονται σε μια σειρά επτά ογκομετρικών φιαλών 100 ml. ►**M4** Οι όγκοι συμπληρώνονται έως τα 50 ml με νερό, προστίθεται μία σταγόνα δείκτη (4.7) και γίνεται εξουδετεροποίηση, αν χρειάζεται, με θειικό οξύ 0,05 mol/l (4.2). ◄ Προστίθενται αναδεύοντας 20 ml αλκαλικού τρυγικού διαλύματος (4.4) και στη συνέχεια 20 ml του διαλύματος θειικού χαλκού (4.5).

Σημείωση

Τα διαλύματα αυτά πρέπει να μετρώνται με τη βοήθεια δύο προχοΐδων ακριβείας, ή ακόμη καλύτερα με τη βοήθεια δύο σιφωνίων ακριβείας.

Το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με απεσταγμένο νερό, αναμειγνύεται και αφήνεται σε ηρεμία επί 15 λεπτά στους 30 (± 2) °C.

Οι φωτομετρικές μετρήσεις κάθε διαλύματος πραγματοποιούνται ως προς το πρότυπο διάλυμα «0» διουρίας σε μήκος κύματος περίπου 546 nm χρησιμοποιώντας κυψελίδες καταλλήλου μήκους διαδρομής.

Χαράσσεται στη συνέχεια η καμπύλη βαθμονόμησης θέτοντας ως τετμημένη την οπτική πυκνότητα και ως τεταγμένη την ποσότητα διουρίας, εκφραζόμενης σε mg, που υπάρχει σε κάθε δοκιμή.

7.2. *Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση*

Ζυγίζονται με προσέγγιση 0,001 g, 10 g του παρασκευασθέντος δείγματος. Διαλύονται σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml με 150 ml νερού περίπου. Μετά τη διάλυση, φέρεται ο όγκος μέχρι τη χαραγή. Εάν χρειάζεται διηθείται.

([1]) Η διουρία μπορεί να καθαριστεί προηγουμένως με έκπλυση με αμμωνιακό διάλυμα (10 %), ακετόνη και ξήρανση υπό κενό.

([2]) Βλέπε σημείο 9 «Προσάρτημα».

▼B

Παρατήρηση 1

Εάν το προς ανάλυση δείγμα περιέχει πάνω από 0,015 g αμμωνιακού αζώτου, διαλύεται σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml με 50 ml μεθανόλης (4.1). Ο όγκος μειώνεται με εξάτμιση μέχρι 25 ml περίπου. Μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml. Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό. Διηθείται, αν χρειάζεται, με ξηρό πτυχωτό ηθμό μέσα σε ξηρό υποδοχέα.

Παρατήρηση 2

Εξάλειψη της οπαλιοχροΐας: σε περίπτωση παρουσίας κολλοειδούς ουσίας, μπορεί κατά τη διήθηση να παρουσιαστούν δυσκολίες. Το διάλυμα που προορίζεται για ανάλυση παρασκευάζεται τότε ως εξής: το προς ανάλυση δείγμα διαλύεται σε 150 ml νερού, προστίθενται 2 ml υδροχλωρικού οξέος 1 mol/l, και το διάλυμα διηθείται επί δύο επιπέδων ηθμών με πυκνή ύφανση σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml. Οι ηθμοί εκπλύνονται με νερό και ο όγκος συμπληρώνεται μέχρις 250 ml. Η εργασία συνεχίζεται σύμφωνα με τη μέθοδο που περιγράφεται υπό 7.3 «Προσδιορισμός».

7.3. *Προσδιορισμός*

▼M4

Ανάλογα με την προϋποτιθέμενη περιεκτικότητα σε διουρία, λαμβάνονται από το διάλυμα του σημείου 7.2, με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, 25 ή 50 ml και φέρονται σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Εξουδετερώνεται αν χρειάζεται με ένα αντιδραστήριο 0,05 mol/l ή 0,1 mol/l (4.2 ή 4.3), ανάλογα με την περίπτωση, χρησιμοποιώντας ως δείκτη το ερυθρό του μεθυλίου και προστίθενται, με την ίδια ακρίβεια όπως και για τη χάραξη της καμπύλης βαθμονόμησης, 20 ml από το αλκαλικό διάλυμα τρυγικού καλιονατρίου (4.4) και 20 ml από το διάλυμα χαλκού (4.5). Φέρεται ο όγκος έως τη χαραγή, αναδεύεται προσεκτικά και αφήνεται σε ηρεμία επί 15 λεπτά στους 30 (± 2) °C.

▼B

Εκτελούνται τότε οι φωτομετρικές μετρήσεις και υπολογίζεται η ποσότητα διουρίας στην ουρία.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

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

όπου

«C» είναι η μάζα, σε χιλιοστόγραμμα, της διουρίας με βάση την καμπύλη βαθμονόμησης,

«V» είναι ο όγκος της κατάλληλης ποσότητας δειγματοληψίας.

9. **Προσάρτημα**

Έστω «Jo» η πυκνότητα της δέσμης μονόχρωμων ακτινών (καθορισμένου μήκους κύματος) πριν περάσει μέσα από ένα διαφανές σώμα, και «J» η πυκνότητα της δέσμης αυτής μετά το πέρασμα, τότε:

— συντελεστής μετάδοσης: $T = \frac{J}{Jo}$

— αδιαφάνεια: $O = \frac{Jo}{J}$

— απορρόφηση: $E = \log O$

— απορρόφηση ανά μονάδα οπτικής διαδρομής: $\kappa = \frac{E}{s}$

— συντελεστής ειδικής απορρόφησης: $K = \frac{E}{C \times S}$

όπου

s = πάχος του στρώματος σε εκατοστόμετρα.

c = συγκέντρωση σε χιλιοστόγραμμα ανά λίτρο.

k = ειδικός συντελεστής κάθε ουσίας στο νόμο του Lambert-Beer.

▼B

Μέθοδοι 2.6

Προσδιορισμός των διάφορων μορφών αζώτου σε περίπτωση ταυτόχρονης παρουσίας τους στο λίπασμα

Μέθοδος 2.6.1

Προσδιορισμός των διάφορων μορφών αζώτου σε περίπτωση ταυτόχρονης παρουσίας τους στα λιπάσματα που περιέχουν άζωτο υπό μορφή νιτρική, αμμωνιακή, ουρίας και κυαναμιδίου

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού των περιεκτικοτήτων σε άζωτο υπό τις διάφορες μορφές του σε περίπτωση ταυτόχρονης παρουσίας τους.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται σε κάθε λίπασμα του παραρτήματος Ι το οποίο περιέχει άζωτο υπό διάφορες μορφές.

3. **Αρχή της μεθόδου**

3.1. *Ολικό διαλυτό και αδιάλυτο άζωτο*

Σύμφωνα με τον κατάλογο των τύπων των λιπασμάτων (παράρτημα Ι), ο προσδιορισμός αυτός περιορίζεται στα προϊόντα που περιέχουν ασβεστοκυαναμίδιο.

3.1.1. Απουσία νιτρικών, το δείγμα ελέγχου ανοργανοποιείται με απευθείας προσβολή κατά Kjeldahl

3.1.2. Παρουσία νιτρικών, το δείγμα ελέγχου ανοργανοποιείται με προσβολή κατά Kjeldahl μετά από αναγωγή με μεταλλικό σίδηρο και χλωριούχο κασσίτερο

Και στις δύο αυτές περιπτώσεις, η αμμωνία προσδιορίζεται σύμφωνα με τη μέθοδο 2.1.

Σημείωση

Εάν η ανάλυση παρουσιάζει περιεκτικότητα σε αδιάλυτο άζωτο μεγαλύτερη από 0,5 %, συμπεραίνεται ότι το λίπασμα περιέχει και άλλες μορφές αδιάλυτου αζώτου που δεν περιλαμβάνονται στον κατάλογο του παραρτήματος Ι.

3.2. *Μορφές διαλυτού αζώτου*

Από το ίδιο διάλυμα του δείγματος, προσδιορίζεται με διάφορες δειγματοληψίες:

3.2.1. το ολικό διαλυτό άζωτο:

3.2.1.1. απουσία νιτρικών, με απευθείας προσβολή κατά Kjeldahl·

3.2.1.2. παρουσία νιτρικών, με προσβολή κατά Kjeldahl σε κατάλληλη ποσότητα του διαλύματος, μετά από αναγωγή κατά Ulsch, προσδιοριζόμενης της αμμωνίας και στις δύο περιπτώσεις σύμφωνα με τη μέθοδο 2.1·

3.2.2. το ολικό διαλυτό άζωτο, με εξαίρεση το νιτρικό, με προσβολή κατά Kjeldahl μετά από εξάλειψη σε όξινο περιβάλλον του νιτρικού αζώτου μέσω θειικού σιδήρου, προσδιοριζόμενης της αμμωνίας σύμφωνα με τη μέθοδο 2.1·

3.2.3. το νιτρικό άζωτο, εκ διαφοράς:

3.2.3.1. απουσία ασβεστοκυαναμιδίου, μεταξύ των σημείων 3.2.1.2 και 3.2.2 ή μεταξύ του ολικού διαλυτού αζώτου (3.2.1.2) και του αθροίσματος του αμμωνιακού και του υπό μορφή ουρίας αζώτου (3.2.4 + 3.2.5)·

3.2.3.2. παρουσία ασβεστοκυαναμιδίου, μεταξύ των σημείων 3.2.1.2 και 3.2.2 ή μεταξύ του σημείου 3.2.1.2 και του αθροίσματος των σημείων 3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6·

3.2.4. το αμμωνιακό άζωτο:

▼B

3.2.4.1. παρουσία αποκλειστικά αμμωνιακού αζώτου και αμμωνιακού επιπλέον του νιτρικού, με εφαρμογή της μεθόδου 1·

3.2.4.2. παρουσία αζώτου υπό μορφή ουρίας ή/και κυαναμιδίου, με ελευθέρωση της αμμωνίας εν ψυχρώ αφού το διάλυμα καταστεί ελαφρώς αλκαλικό, συλλεγόμενης της αμμωνίας σε ένα πρότυπο διάλυμα θειικού οξέος και προσδιοριζόμενης σύμφωνα με τη μέθοδο 2.1·

3.2.5. το άζωτο υπό μορφή ουρίας:

3.2.5.1. με μετατροπή με ουρέαση σε αμμωνία, που ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα υδροχλωρικού οξέος,

ή

3.2.5.2. σταθμικά με ξανθυδρόλη: η διουρία που συγκαταβυθίζεται μπορεί να συνυπολογιστεί με το υπό μορφή ουρίας άζωτο χωρίς μεγάλο σφάλμα, επειδή η περιεκτικότητά της παραμένει γενικά σε χαμηλά απόλυτα επίπεδα στα σύνθετα λιπάσματα,

ή

3.2.5.3. εκ διαφοράς σύμφωνα με τον παρακάτω πίνακα:

Περιπτωση	Νιτρικό αζωτο	Αμμωνιακό αζωτο	Κυαναμιδικό αζωτο	Διαφορά
1	Απόν	Παρόν	Παρόν	(3.2.1.1) — (3.2.4.2 + 3.2.6)
2	Παρόν	Παρόν	Παρόν	(3.2.2) — (3.2.4.2 + 3.2.6)
3	Απόν	Παρόν	Απόν	(3.2.1.1) — (3.2.4.2)
4	Παρόν	Παρόν	Απόν	(3.2.2) — (3.2.4.2)

3.2.6. το κυαναμιδικό άζωτο, με καταβύθιση υπό μορφή ενώσεως με άργυρο και με προσδιορισμό του αζώτου στο ίζημα με τη μέθοδο Kjeldahl

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό.

4.1. Θειικό κάλιο για ανάλυση

4.2. Κονιοποιημένος σίδηρος, ανηγμένος με υδρογόνο (η ποσότητα του σιδήρου πρέπει να μπορεί να ανάγει τουλάχιστον 50 mg αζώτου υπό μορφή νιτρικών)

4.3. Θειοκυανιούχο κάλιο για ανάλυση

4.4. Νιτρικό κάλιο για ανάλυση

4.5. Θειικό αμμώνιο για ανάλυση

4.6. Ουρία για ανάλυση

4.7. Αραιό θειικό οξύ 1:1 κατ' όγκο: ένας όγκος θειικού οξέος (d_{20} = 1,84 g/ml) σε έναν όγκο νερού

▼M4

4.8. Πρότυπο διάλυμα θειικού οξέος: 0,1 mol/l

▼B

4.9. Πυκνό διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου. Υδατικό διάλυμα περιεκτικότητας 30 % (κ.ό.) περίπου σε NaOH, απαλλαγμένο αμμωνιακών

4.10. Πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου: 0,2 mol/l, απαλλαγμένο ανθρακικών

4.11. *Διάλυμα χλωριούχου κασσιτέρου*

Διαλύονται 120 g $SnCl_2 . 2H_2O$ σε 400 ml πυκνού υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) και συμπληρώνονται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό. Το διάλυμα πρέπει να είναι τελείως διαυγές και να έχει παρασκευαστεί αμέσως πριν από την χρησιμοποίησή του.

▼B

Σημείωση

Είναι απαραίτητο να ελέγχεται η αναγωγική ισχύς του χλωριούχου κασσιτέρου: διαλύονται 0,5 g $SnCl_2 . 2H_2O$ σε 2 ml πυκνού υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) και το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου 50 ml με νερό. Προστίθενται στη συνέχεια 5 g άλατος του Seignette (τρυγικό καλιονάτριο), και κατόπιν επαρκής ποσότητα διττανθρακικού νατρίου για να είναι το διάλυμα αλκαλικό σε χάρτη ηλιοτροπίου.

▼M5

Τιτλοδοτείται με διάλυμα ιωδίου (I_2) 0,05 mol/l, παρουσία διαλύματος αμύλου ως δείκτη.

1 ml διαλύματος ιωδίου (I_2) 0,05 mol/l αντιστοιχεί σε 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

Το 80 % τουλάχιστον του κασσιτέρου που υπάρχει συνολικά στο διάλυμα πρέπει να βρίσκεται σε δισθενή μορφή. Για την τιτλοδότηση, πρέπει λοιπόν να χρησιμοποιηθούν τουλάχιστον 35 ml διαλύματος ιωδίου (I_2) 0,05 mol/l.

▼B

4.12. Θειικό οξύ (d_{20}= 1,84 g/ml)

4.13. Αραιό υδροχλωρικό οξύ: ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) με έναν όγκο νερού

4.14. Οξικό οξύ: 96 έως 100 %

4.15. Διάλυμα θειικού οξέος περιεκτικότητας 30 % περίπου σε H_2SO_4 (κ.ό.)

4.16. Θειικός σίδηρος: κρυσταλλικός, $FeSO_4 . 7H_2O$

▼M4

4.17. Πρότυπο διάλυμα θειικού οξέος: 0,05 mol/l

▼B

4.18. Οκτυλική αλκοόλη

4.19. Κορεσμένο διάλυμα ανθρακικού καλίου

4.20. Πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου: 0,1 mol/l (απαλλαγμένο ανθρακικών)

4.21. Κορεσμένο διάλυμα υδροξειδίου του βαρίου

4.22. Διάλυμα ανθρακικού νατρίου: 10 % (κ.ό.)

4.23. Υδροχλωρικό οξύ: 2 mol/l

4.24. Πρότυπο διάλυμα υδροχλωρικού οξέος: 0,1 mol/l

4.25. *Διάλυμα ουρέασης*

Φέρονται 0,5 g ενεργού ουρέασης σε 100 ml απεσταγμένου νερού. Με τη βοήθεια υδροχλωρικού οξέος 0,1 mol/l (4.24), το pH ρυθμίζεται στο 5,4 μετρούμενο με πεχάμετρο.

4.26. *Ξανθυδρόλη*

Διάλυμα 5 % σε αιθανόλη ή μεθανόλη (4.31) (δεν πρέπει να χρησιμοποιούνται προϊόντα που παρουσιάζουν μεγάλη αναλογία αδιαλύτων). Το διάλυμα διατηρείται τρεις μήνες σε φιαλίδιο βουλωμένο καλά και προφυλαγμένο από το φως.

4.27. Οξείδιο του χαλκού (CuO): 0,3 έως 0,4 g κατά προσδιορισμό ή ισοδύναμη ποσότητα πεντενύδρου θειικού χαλκού 0,95 έως 1,25 g κατά προσδιορισμό.

4.28. Κόκκοι ελαφρόπετρας, πλυμένοι με υδροχλωρικό οξύ και πυρωμένοι.

4.29. *Διαλύματα δείκτη*

4.29.1. Διάλυμα Α: Διαλύεται 1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 37 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l και το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό.

Διάλυμα Β: Διαλύεται 1 g κυανού του μεθυλενίου σε νερό και συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου.

Αναμειγνύεται ένας όγκος διαλύματος Α με δύο όγκους διαλύματος Β.

▼B

Ο δείκτης αυτός είναι ιώδης σε όξινο διάλυμα, γκρίζος σε ουδέτερο και πράσινος σε αλκαλικό. Χρησιμοποιούνται 0,5 ml (10 σταγόνες) από το διάλυμα αυτό του δείκτη.

4.29.2. Διάλυμα δείκτη ερυθρού του μεθυλίου

Διαλύεται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 50 ml αιθανόλης 95 %. Συμπληρώνεται μέχρις όγκου 100 ml με νερό και αν χρειάζεται διηθείται. Ο δείκτης αυτός μπορεί να χρησιμοποιηθεί (4 ή 5 σταγόνες) αντί του προηγουμένου.

4.30. *Δείκτες-χαρτιά*

Ηλιοτροπίου, κυανού της βρωμοθυμόλης (ή άλλα χαρτιά ευαίσθητα σε pH 6 έως 8).

4.31. Αιθανόλη ή μεθανόλη: διάλυμα 95 %

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. *Συσκευή αποστάξεως*

Βλέπε μέθοδο 2.1.

5.2. *Συσκευή για τον προσδιορισμό του αμμωνιακού αζώτου σύμφωνα με την αναλυτική τεχνική 7.2.5.3 (βλέπε σχήμα 6)*

Η συσκευή αποτελείται από ένα δοχείο ειδικού σχήματος με εσμυρισμένο λαιμό, εφοδιασμένο στα πλάγια με λαιμό που μπορεί να φράσσεται, ένα σωλήνα συνδέσεως με σφαίρα ασφαλείας και ένα κάθετο σωλήνα που χρησιμεύει για την εισαγωγή του αέρα. Οι σωλήνες μπορούν να συνδεθούν με το δοχείο με ένα μικρό τρυπημένο πώμα από καουτσούκ. Είναι σημαντικό να δοθεί κατάλληλο σχήμα στο τελικό τμήμα των σωλήνων εισαγωγής του αέρα γιατί οι φυσαλλίδες του αέρα πρέπει να διαχωρίζονται πλήρως μέσα στα διαλύματα που περιέχονται στο δοχείο και στον απορροφητήρα. Η καλύτερη διάταξη συνίσταται από μικρά μυκητόμορφα τεμάχια εξωτερικής διαμέτρου 20 mm, που φέρουν στο άκρο τους 6 τρύπες διαμέτρου 1 mm.

5.3. *Συσκευή για τον προσδιορισμό του υπό μορφή ουρίας αζώτου σύμφωνα με την τεχνική της ουρέασης (7.2.6.1)*

Αποτελείται από φιάλη Erlenmeyer των 300 ml εφοδιασμένη με χοάνη με στρόφιγγα και μικρό απορροφητήρα (βλέπε σχήμα 7).

5.4. Περιστροφικός αναδευτήρας (ταχύτητας 35-40 στροφών ανά λεπτό)

5.5. Πεχάμετρο

5.6. Ρυθμιζόμενο πυριατήριο

5.7. *Γυάλινα σκεύη:*

σιφώνια ακριβείας των 2, 5, 10, 20, 25, 50 και 100 ml,

μακρύλαιμες φιάλες Kjeldahl των 300 και 500 ml,

ογκομετρικές φιάλες των 100, 250, 500 και 1 000 ml,

ηθμοί από πορώδες γυαλί με διάμετρο πόρων 5 έως 15 μ,

υγδία.

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Αναλυτική τεχνική**

7.1. *Ολικό διαλυτό και αδιάλυτο άζωτο*

7.1.1. Απουσία νιτρικών

7.1.1.1. Προσβολή

Ζυγίζεται, με προσέγγιση 0,001 g, ποσότητα δείγματος περιέχουσα 100 mg αζώτου κατ' ανώτατο όριο. Εισάγεται στη φιάλη της συσκευής αποστάξεως (5.1). Προστίθενται 10 έως 15 g θειικού καλίου (4.1), ο καταλύτης (4.27) και μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.28). Προστίθενται στη συνέχεια 50 ml αραιού θειικού οξέος (4.7) και το διάλυμα αναδεύεται προσεκτικά. Στην αρχή θερμαίνεται μέτρια αναμειγνύοντας από καιρό σε καιρό μέχρις ότου να μη σχηματίζεται πια αφρός. Στη συνέχεια θερμαίνεται κατά τρόπο ώστε το υγρό να βράζει κανονικά

▼B

και ο βρασμός διατηρείται επί μία ώρα αφού γίνει διαυγές το διάλυμα, αποφεύγοντας την πρόσφυση οργανικής ύλης στα τοιχώματα της φιάλης. Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί. Προστίθενται προσεκτικά και υπό ανάδευση περίπου 350 ml νερού. Αναδεύεται ξανά ούτως ώστε η διάλυση να γίνει όσο το δυνατό πιο τέλεια. Αφήνεται να ψυχθεί και η φιάλη συνδέεται με τη συσκευή αποστάξεως (5.1).

7.1.1.2. Απόσταξη της αμμωνίας

►M4 Φέρονται στη φιάλη συλλογής του αποστάγματος, με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, 50 ml πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος 0,1 mol/l (4.8). ◄ Προστίθεται ο δείκτης (4.29.1 ή 4.29.2). Διασφαλίζεται ότι το άκρο του ψυκτήρα να βρίσκεται 1 cm τουλάχιστον κάτω από την επιφάνεια του διαλύματος.

Αφού ληφθούν όλες οι αναγκαίες προφυλάξεις για την αποφυγή απώλειας της αμμωνίας, προστίθεται προσεκτικά στη φιάλη αποστάξεως ποσότητα πυκνού διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (4.9) ικανή να καταστήσει το υγρό ισχυρά αλκαλικό (120 ml γενικά επαρκούν· ελέγχεται προσθέτοντας μερικές σταγόνες φαινολοφθαλεΐνης. Στο τέλος της αποστάξεως, το διάλυμα μέσα στη φιάλη πρέπει να είναι ακόμη σαφώς αλκαλικό). Η θέρμανση της φιάλης ρυθμίζεται ούτως ώστε να αποστάζουν 150 ml σε μισή ώρα. Ελέγχεται με χάρτη του ηλιοτροπίου (4.30) αν είναι πλήρης η απόσταξη. Αν όχι, αποστάζονται 50 ml ακόμη και ο έλεγχος επαναλαμβάνεται μέχρις ότου το επιπρόσθετο απόσταγμα να δίνει αντίδραση ουδέτερη απέναντι στο χάρτη ηλιοτροπίου (4.30). Χαμηλώνεται τότε ο υποδοχέας, αποστάζονται ακόμη λίγα χιλιοστόλιτρα και εκπλύνεται το άκρο του ψυκτήρα. Ογκομετρείται η περίσσεια του οξέος με πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l (4.10) μέχρις αλλαγής του χρώματος του δείκτη.

7.1.1.3. Τυφλός προσδιορισμός

Πραγματοποιείται τυφλό πείραμα (παραλείποντας το δείγμα) υπό τις ίδιες συνθήκες, το οποίο λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

7.1.1.4. Έκφραση των αποτελεσμάτων

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

όπου

▼M4

a = ml πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l που καταναλίσκονται στο τυφλό, το οποίο γίνεται φέρνοντας στον υποδοχέα της συσκευής (5.1), με τη βοήθεια σιφωνίου, 50 ml πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος 0,1 mol/l (4.8),

▼B

A = χιλιοστόλιτρα πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l που καταναλίσκονται στην ανάλυση,

M = μάζα του δείγματος σε γραμμάρια.

7.1.2. Παρουσία νιτρικών

7.1.2.1. Δείγμα ελέγχου

Ζυγίζεται, με προσέγγιση 0,001 g, ποσότητα δείγματος που να μην περιέχει περισσότερα από 40 mg νιτρικού αζώτου.

7.1.2.2. Αναγωγή των νιτρικών

Διαβρέχεται το δείγμα ελέγχου σε μικρό ιγδίο με 50 ml νερού. Μεταγγίζεται με το ελάχιστο δυνατό απεσταγμένο νερό σε φιάλη Kjeldahl των 500 ml. Προστίθενται 5 g ανηγμένου σιδήρου (4.2) και 50 ml διαλύματος χλωριούχου κασσιτέρου (4.11). Το διάλυμα αναδεύεται και αφήνεται σε ηρεμία επί μισή ώρα. Κατά τη διάρκεια της περιόδου ηρεμίας αναδεύεται ξανά μετά 10 και 20 λεπτά.

7.1.2.3. Προσβολή κατά Kjeldahl

Προστίθενται 30 ml θειικού οξέος (4.12), 5 g θειικού καλίου (4.1), η καθορισμένη ποσότητα καταλύτη (4.27) και λίγοι κόκκοι ελαφρόπετρας (4.28). Η φιάλη, ελαφρά γυρτή, θερμαίνεται ήπια. Αυξάνεται

▼B

αργά η θέρμανση και το διάλυμα αναδεύεται συχνά για να ξαναδιαλυθεί ενδεχόμενο ίζημα: το υγρό σκουραίνει και στη συνέχεια ξανοίγει με σχηματισμό κιτρινοπράσινου εναιωρήματος άνυδρου θειικού σιδήρου. Η θέρμανση συνεχίζεται επί μία ώρα μετά τη λήψη διαυγούς διαλύματος, διατηρώντας ελαφρό βρασμό. Αφήνεται να ψυχθεί. Προστίθεται με προσοχή λίγο νερό και προστίθενται λίγα-λίγα, 100 ml. Αναδεύεται και το περιεχόμενο της φιάλης μεταγγίζεται σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml. Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό, αναμειγνύεται και διηθείται επί ξηρού ηθμού σε ξηρό δοχείο.

7.1.2.4. Ανάλυση του διαλύματος

Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, μεταγγίζεται στη φιάλη της συσκευής αποστάξεως (5.1) κατάλληλη ποσότητα του διαλύματος που να περιέχει το πολύ 100 mg αζώτου. Αραιώνεται μέχρι τα 350 ml περίπου με απεσταγμένο νερό, προστίθενται μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.28), συνδέεται η φιάλη με τη συσκευή αποστάξεως και ο προσδιορισμός συνεχίζεται όπως περιγράφεται υπό 7.1.1.2.

7.1.2.5. Τυφλός προσδιορισμός

Βλέπε 7.1.1.3.

7.1.2.6. Έκφραση των αποτελεσμάτων

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

όπου

▼M4

a = ml πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l που καταναλίσκονται στο τυφλό, το οποίο γίνεται φέρνοντας στον υποδοχέα της συσκευής (5.1), με τη βοήθεια σιφωνίου, 50 ml πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος 0,1 mol/l (4.8),

▼B

A = χιλιοστόλιτρα πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l που καταναλίσκονται στην ανάλυση,

M = μάζα του δείγματος σε γραμμάρια, που περιέχεται στην κατάλληλη ποσότητα δειγματοληψίας υπό 7.1.2.4.

7.2. *Μορφές διαλυτού αζώτου*

7.2.1. Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση

Ζυγίζονται, με προσέγγιση 0,001 g, 10 g δείγματος και εισάγονται σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml.

7.2.1.1. Περίπτωση λιπασμάτων που δεν περιέχουν κυαναμιδικό άζωτο

Προστίθενται στη φιάλη 50 ml νερού και στη συνέχεια 20 ml αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.13). Το διάλυμα αναδεύεται και αφήνεται σε ηρεμία μέχρι παύσεως ενδεχομένης εκλύσεως διοξειδίου του άνθρακα. Προστίθενται κατόπιν 400 ml νερού και αναδεύεται επί μισή ώρα με το μηχανικό περιστροφικό αναδευτήρα (5.4). Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό, αναμειγνύεται και διηθείται με ξηρό ηθμό σε ξηρό δοχείο.

7.2.1.2. Περίπτωση λιπασμάτων που περιέχουν κυαναμιδικό άζωτο

Προστίθενται στη φιάλη 400 ml νερού και μερικές σταγόνες ερυθρού του εθυλίου (4.29.2). Αν χρειάζεται το διάλυμα οξινίζεται με οξικό οξύ (4.14). Προστίθενται 15 ml οξικού οξέος (4.14). Το διάλυμα αναδεύεται στον περιστροφικό αναδευτήρα επί δύο ώρες (5.4). Αν είναι ανάγκη το διάλυμα επανοξινίζεται κατά τη διάρκεια της εργασίας, με οξικό οξύ (4.14). Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό, αναμειγνύεται χωρίς καθυστέρηση και διηθείται επί ξηρού ηθμού σε ξηρό δοχείο και πραγματοποιείται αμέσως ο προσδιορισμός του κυαναμιδικού αζώτου.

Και στις δύο περιπτώσεις οι διάφορες μορφές διαλυτού αζώτου προσδιορίζονται την ίδια ακόμη μέρα της διαλύσεως αρχίζοντας από το κυαναμιδικό άζωτο και το άζωτο υπό μορφή ουρίας, εφόσον υπάρχουν.

▼B

7.2.2. Ολικό διαλυτό άζωτο

7.2.2.1. Απουσία νιτρικών

Με τη βοήθεια σιφωνίου φέρεται σε φιάλη Kjeldahl των 300 ml κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος (7.2.1.1 ή 7.2.1.2), που να περιέχει το πολύ 100 mg αζώτου. Προστίθενται 15 ml πυκνού θειικού οξέος (4.12), 0,4 g οξειδίου του χαλκού ή 1,25 g θειικού χαλκού (4.27) και μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.28). Η φιάλη θερμαίνεται αρχικά ήπια για να αρχίσει η αντίδραση και στη συνέχεια πιο ζωηρά μέχρις ότου το υγρό αποχρωματιστεί ή γίνει ελαφρά πρασινωπό και εμφανιστούν σαφώς λευκοί ατμοί. Αφού ψυχθεί, το διάλυμα μεταγγίζεται ποσοτικά στη φιάλη αποστάξεως, αραιώνεται μέχρι 500 ml περίπου με νερό και προστίθενται μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.28). Η φιάλη προσαρμόζεται στη συσκευή αποστάξεως (5.1) και ο προσδιορισμός συνεχίζεται όπως περιγράφεται υπό 7.1.1.2.

7.2.2.2. Παρουσία νιτρικών

Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας φέρεται σε φιάλη Erlenmeyer των 500 ml κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος (7.2.1.1 ή 7.2.1.2) που να μην περιέχει πάνω από 40 mg νιτρικού αζώτου. Στο στάδιο αυτό της αναλύσεως, η ολική ποσότητα του αζώτου δεν έχει σημασία. Προστίθενται 10 ml θειικού οξέος 30 % (4.15), 5 g ανηγμένου σιδήρου (4.2) και η φιάλη Erlenmeyer σκεπάζεται αμέσως με γυαλί ωρολογίου. Θερμαίνεται ήπια μέχρις ότου ζωηρέψει η αντίδραση, αλλά όχι μέχρι σημείου ταραχής. Τη στιγμή αυτή, σταματά η θέρμανση και αφήνεται σε ηρεμία τουλάχιστον 3 ώρες σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Με τη βοήθεια νερού, το υγρό μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml χωρίς να λαμβάνεται υπόψη ο μη διαλυμένος σίδηρος. Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό. Αναμειγνύεται προσεκτικά. Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, φέρεται σε φιάλη Kjeldahl των 30 ml κατάλληλη ποσότητα που να περιέχει κατ' ανώτατο όριο 100 mg αζώτου. Προστίθενται 15 ml πυκνού θειικού οξέος (4.12), 0,4 g οξειδίου του χαλκού ή 1,25 g θειικού χαλκού (4.27) και μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.28). Θερμαίνεται αρχικά ήπια για να αρχίσει η αντίδραση και στη συνέχεια πιο ζωηρά μέχρις ότου το υγρό γίνει άχρουν ή ελαφρά πρασινωπό και εμφανιστούν σαφώς λευκοί ατμοί. Αφού ψυχθεί, το διάλυμα μεταγγίζεται ποσοτικά στη φιάλη αποστάξεως, αραιώνεται μέχρι τα 500 ml περίπου με νερό και προστίθενται μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.28). Η φιάλη προσαρμόζεται στη συσκευή αποστάξεως (5.1) και ο προσδιορισμός συνεχίζεται όπως περιγράφεται υπό 7.1.1.2.

7.2.2.3. Τυφλός προσδιορισμός

Βλέπε 7.1.1.3.

7.2.2.4. Έκφραση των αποτελεσμάτων

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

όπου

▼M4

a = ml πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l που καταναλίσκονται στο τυφλό, το οποίο γίνεται φέρνοντας στον υποδοχέα της συσκευής (5.1), με τη βοήθεια σιφωνίου, 50 ml πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος 0,1 mol/l (4.8),

▼B

A = χιλιοστόλιτρα πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l που καταναλίσκονται στην ανάλυση,

M = μάζα του δείγματος, σε γραμμάρια, που περιέχεται στην κατάλληλη ποσότητα δειγματοληψίας υπό 7.2.2.1 ή 7.2.2.2.

7.2.3. Ολικό διαλυτό άζωτο εκτός από το υπάρχον νιτρικό άζωτο

Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, φέρεται σε φιάλη Kjeldahl των 300 ml κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος (7.2.1.1 ή 7.2.1.2) που να μην περιέχει πάνω από 50 mg αζώτου για προσδιορισμό. Το διάλυμα αραιώνεται μέχρις όγκου 100 ml με νερό, προστίθενται 5 g θειικού σιδήρου (4.16), 20 ml πυκνού θειικού οξέος (4.12) και μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.28). Αρχικά θερμαίνεται ήπια και στη συν-

▼B

έχεια η θέρμανση αυξάνεται μέχρι εμφανίσεως λευκών ατμών. Η προσβολή συνεχίζεται επί 15 λεπτά. Η θέρμανση σταματά, προστίθεται το οξείδιο του χαλκού (4.27) ως καταλύτης και διατηρείται ακόμη σε θερμοκρασία τέτοια που να οδηγεί σε έκλυση λευκών ατμών για 10-15 λεπτά. Μετά από ψύξη, το περιεχόμενο της φιάλης Kjeldahl μεταγγίζεται ποσοτικά στη φιάλη αποστάξεως της συσκευής (5.1). Αραιώνεται μέχρις όγκου 500 ml περίπου με νερό και προστίθενται μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.28). Η φιάλη προσαρμόζεται στη συσκευή αποστάξεως και ο προσδιορισμός συνεχίζεται όπως περιγράφεται υπό 7.1.1.2.

7.2.3.1. Τυφλός προσδιορισμός

Βλέπε 7.1.1.3.

7.2.3.2. Έκφραση των αποτελεσμάτων

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

όπου

▼M4

a = ml πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l που καταναλίσκονται στο τυφλό, το οποίο γίνεται φέρνοντας στον υποδοχέα της συσκευής (5.1), με τη βοήθεια σιφωνίου, 50 ml πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος 0,1 mol/l (4.8),

▼B

A = χιλιοστόλιτρα πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l που καταναλίσκονται στην ανάλυση,

M = μάζα του δείγματος, σε γραμμάρια, που υπάρχει στην κατάλληλη ποσότητα δειγματοληψίας για τον προσδιορισμό.

7.2.4. Νιτρικό άζωτο

7.2.4.1. Απουσία ασβεστοκυαναμιδίου

Λαμβάνεται εκ διαφοράς μεταξύ των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται υπό 7.2.2.4 και 7.2.3.2 ή/και του αποτελέσματος που λαμβάνεται υπό 7.2.2.4 και του αθροίσματος των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται υπό (7.2.5.2 ή 7.2.5.5) και (7.2.6.3 ή 7.2.6.5 ή 7.2.6.6).

7.2.4.2. Παρουσία ασβεστοκυαναμιδίου

Λαμβάνεται εκ διαφοράς μεταξύ των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται υπό 7.2.2.4 και 7.2.3.2 και μεταξύ του αποτελέσματος που λαμβάνεται υπό 7.2.2.4 και του αθροίσματος των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται υπό (7.2.5.5), (7.2.6.3 ή 7.2.6.5 ή 7.2.6.6) και (7.2.7).

7.2.5. Αμμωνιακό άζωτο

7.2.5.1. Παρουσία αποκλειστικά αμμωνιακού αζώτου και αμμωνιακού επιπλέον του νιτρικού

Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, φέρεται στη φιάλη της συσκευής αποστάξεως (5.1) κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος (7.2.1.1) που περιέχει το πολύ 100 mg αμμωνιακού αζώτου. Προστίθενται νερό μέχρις όγκου 350 ml περίπου και μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.28) για τη διευκόλυνση του βρασμού. Προσαρμόζεται η φιάλη στη συσκευή αποστάξεως, προστίθενται 20 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (4.9) και αποστάζεται όπως περιγράφεται υπό 7.1.1.2.

7.2.5.2. Έκφραση των αποτελεσμάτων

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

όπου

▼M4

a = ml πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l που καταναλίσκονται στο τυφλό, το οποίο γίνεται φέρνοντας στον υποδοχέα της συσκευής (5.1), με τη

▼M4

βοήθεια σιφωνίου, 50 ml πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος 0,1 mol/l (4.8),

▼B

A = χιλιοστόλιτρα πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l που καταναλίσκονται στην ανάλυση,

M = μάζα του δείγματος, σε γραμμάρια, που υπάρχει στην κατάλληλη ποσότητα δειγματοληψίας για τον προσδιορισμό.

7.2.5.3. Παρουσία αζώτου υπό μορφή ουρίας ή/και κυαναμιδίου

►M4 Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, φέρεται στην ξηρανθείσα φιάλη της συσκευής (5.2), κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος (7.2.1.1 ή 7.2.1.2) που περιέχει το πολύ 20 mg αμμωνιακού αζώτου. Συναρμολογείται στη συνέχεια η συσκευή. Με τη βοήθεια σιφωνίου, φέρονται στη φιάλη Erlenmeyer των 300 ml ποσότητα 50 ml πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος 0,05 mol/l (4.17) και απεσταγμένο νερό επαρκές ώστε η επιφάνεια του υγρού να βρίσκεται 5 cm περίπου πάνω από το άνοιγμα του σωλήνα εισαγωγής. ◄ Εισάγεται από τον πλευρικό λαιμό του δοχείου της αντιδράσεως απεσταγμένο νερό ούτως ώστε να φθάσει ο όγκος στα 50 ml περίπου. Αναμειγνύεται. Για να αποφευχθεί ο σχηματισμός αφρού κατά την εισαγωγή του αερίου ρεύματος, προστίθενται μερικές σταγόνες οκτυλικής αλκοόλης (4.18). Στη συνέχεια το διάλυμα καθίσταται αλκαλικό με προσθήκη 50 ml κορεσμένου διαλύματος ανθρακικού καλίου (4.19) και αρχίζει αμέσως να εκδιώκεται από το ψυχρό εναιώρημα η αμμωνία που απελευθερώνεται. Το έντονο ρεύμα του αέρα που είναι αναγκαίο για το σκοπό αυτό (3 λίτρα ανά λεπτό περίπου) καθαρίζεται προηγουμένως διερχόμενο από τις πλυντρίδες που περιέχουν αραιό θειικό οξύ και αραιό υδροξείδιο του νατρίου. Αντί να χρησιμοποιηθεί αέρας υπό πίεση, μπορεί επίσης η εργασία να διεξαχθεί με τη βοήθεια κενού (αντλία νερού), υπό την προϋπόθεση να πραγματοποιηθεί επαρκώς στεγανή σύνδεση του δοχείου συλλογής της αμμωνίας με το σωλήνα εισαγωγής. Η έκλυση της αμμωνίας ολοκληρώνεται γενικά μέσα σε τρεις ώρες. Χρήσιμο είναι πάντως αυτό να εξασφαλίζεται αλλάζοντας τη φιάλη υποδοχής. Όταν η εργασία αυτή τελειώσει, η φιάλη αποχωρίζεται από τη συσκευή, εκπλύνονται το άκρο του σωλήνα εισαγωγής και οι παρειές της φιάλης με λίγο απεσταγμένο νερό. Η περίσσεια του οξέος ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l (4.20) μέχρις αλλαγής του χρώματος του δείκτη σε γκρίζο (4.29.1).

7.2.5.4. Τυφλός προσδιορισμός

Βλέπε 7.1.1.3.

7.2.5.5. Έκφραση των αποτελεσμάτων

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

όπου

▼M4

a = ml πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,1 mol/l που καταναλίσκονται στο τυφλό, το οποίο γίνεται φέρνοντας στη φιάλη Erlenmeyer των 300 ml της συσκευής (5.2), με τη βοήθεια σιφωνίου, 50 ml πρότυπου διαλύματος θειικού οξέος 0,05 mol/l (4.17),

▼B

A = χιλιοστόλιτρα πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,1 mol/l που καταναλίσκονται στην ανάλυση,

M = μάζα του δείγματος, σε γραμμάρια, που υπάρχει στην κατάλληλη ποσότητα δειγματοληψίας για την ανάλυση.

7.2.6. Ουρικό άζωτο

7.2.6.1. Μέθοδος με ουρέαση

Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, φέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος (7.2.1.1 ή 7.2.1.2) που να μην περιέχει πάνω από 250 mg αζώτου υπό μορφή ουρίας. Για να καταβυθιστούν τα φωσφορικά, προστίθεται κορεσμένο διάλυμα υδροξειδίου του βαρίου (4.21) μέχρις ότου η προσθήκη να μην επιφέρει καταβύθιση ιζήματος. Η περίσσεια των ιόντων βαρίου (και των

▼B

ιόντων ασβεστίου που βρίσκονται ενδεχομένως διαλυμένα), απομακρύνεται στη συνέχεια με τη βοήθεια του διαλύματος 10 % ανθρακικού νατρίου (4.22).

Αφήνεται το ίζημα να κατακαθίσει και ελέγχεται αν η καταβύθιση είναι πλήρης. Το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή, αναμειγνύεται και διηθείται με πτυχωτό ηθμό. Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, λαμβάνονται 50 ml διηθήματος και φέρονται στη φιάλη Erlenmeyer των 300 ml της συσκευής (5.3). Το διάλυμα οξινίζεται με υδροχλωρικό οξύ 2 mol/l (4.23) μέχρι pH 3, μετρούμενο με πεχάμετρο (5.5). Το pH φέρεται στη συνέχεια στο 5,4 με τη βοήθεια υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l (4.20).

Για να αποφευχθούν απώλειες αμμωνίας κατά τη διάσπαση με την ουρέαση, η φιάλη Erlenmeyer φράσσεται με πώμα εφοδιασμένο με χοάνη με στρόφιγγα και μικρή πλυντρίδα που περιέχει ακριβώς 2 ml πρότυπου διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 0,1 mol/l (4.24). Εισάγονται με τη χοάνη 20 ml διαλύματος ουρέασης (4.25) και αφήνεται σε ηρεμία επί μία ώρα στους 20 έως 25 °C. Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας εισάγονται στη συνέχεια 25 ml του πρότυπου διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 0,1 mol/l (4.24) στη χοάνη με τη στρόφιγγα, αφήνονται να ρεύσουν μέσα στο διάλυμα και η χοάνη εκπλύνεται στη συνέχεια με λίγο νερό. Το περιεχόμενο του δοχείου προστασίας μεταγγίζεται επίσης ποσοτικά στο διάλυμα που περιέχεται στη φιάλη Erlenmeyer. Η περίσσεια του οξέος ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l (4.20) μέχρι λήψεως pH 5,4 μετρουμένου με πεχάμετρο.

7.2.6.2. Τυφλός προσδιορισμός

Βλέπε 7.1.1.3.

7.2.6.3. Έκφραση των αποτελεσμάτων

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

όπου

a = χιλιοστόλιτρα πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,1 mol/l που καταναλίσκονται στο τυφλό, το οποίο πραγματοποιείται ακριβώς υπό τις ίδιες συνθήκες όπως και η ανάλυση,

A = χιλιοστόλιτρα πρότυπου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,1 mol/l που καταναλίσκονται στην ανάλυση,

M = μάζα του δείγματος, σε γραμμάρια, που υπάρχει στην κατάλληλη ποσότητα δειγματοληψίας για την ανάλυση.

Παρατήρηση

(1) Μετά την καταβύθιση με τα διαλύματα υδροξειδίου του βαρίου και ανθρακικού νατρίου, το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή, διηθείται και εξουδετερώνεται όσο το δυνατό ταχύτερα.

(2) Το πείραμα τιτλοδότησης μπορεί να γίνει επίσης και με το δείκτη (4.29.2), αλλά το τέλος της τιτλοδότησης παρατηρείται τότε πιο δύσκολα.

7.2.6.4. Σταθμική μέθοδος με ξανθυδρόλη

Σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml φέρεται με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος (7.2.1.1 ή 7.2.1.2) που να μην περιέχει πάνω από 20 mg ουρίας. Προστίθενται 40 ml οξικού οξέος (4.14). Το διάλυμα αναδεύεται με γυάλινη ράβδο επί 1 λεπτό. Το ενδεχόμενο ίζημα αφήνεται να κατακαθίσει επί 5 λεπτά. Διηθείται με επίπεδο ηθμό σε ποτήρι ζέσεως των 100 ml, εκπλύνεται με μερικά χιλιοστόλιτρα οξικού οξέος (4.14), κατόπιν προστίθενται στο διήθημα στάγδην 10 ml ξανθυδρόλης (4.26) αναδεύοντας συνεχώς με γυάλινη ράβδο. Το διάλυμα αφήνεται σε ηρεμία μέχρι της εμφανίσεως του ιζήματος. Κατά τη στιγμή αυτή αναδεύεται ξανά για 1 ή 2 λεπτά. Αφήνεται σε ηρεμία επί μία ώρα και μισή. Διηθείται σε γυάλινο ηθμό, ο οποίος έχει προηγουμένως ξηρανθεί και ζυγιστεί βοηθώντας και με μια μικρή πίεση. Εκπλύνεται τρεις φορές με 5 ml αιθανόλης (4.31) χωρίς να χρειάζεται να απομακρυνθεί όλο το οξικό οξύ. Φέρεται στο πυριατήριο και κρατείται μία ώρα στους 130 °C (η θερμοκρασία

▼B

να μην υπερβεί τους 145 °C). Αφήνεται να ψυχθεί μέσα σε ξηραντήρα και ζυγίζεται.

7.2.6.5. Έκφραση των αποτελεσμάτων

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

όπου

m_1 = μάζα του ληφθέντος ιζήματος, σε γραμμάρια,

M_2 = μάζα του δείγματος, σε γραμμάρια, που υπάρχει στην κατάλληλη ποσότητα δειγματοληψίας για τον προσδιορισμό.

Πραγματοποιούνται οι διορθώσεις για το τυφλό. Η διουρία μπορεί γενικά να συνυπολογίζεται στο υπό μορφή ουρίας άζωτο χωρίς μεγάλο σφάλμα, επειδή η περιεκτικότητά της στα σύνθετα λιπάσματα παραμένει σε απόλυτη τιμή χαμηλή.

7.2.6.6. Μέθοδος εκ διαφοράς

Το ουρικό άζωτο μπορεί επίσης να υπολογιστεί σύμφωνα με τον παρακάτω πίνακα:

Περίπτωση	Νιτρικόν	Αμμωνιακόν	Κυαναμιδικό N	Ουρικόν
1	Απόν	Παρόν	Παρόν	(7.2.2.4) — (7.2.5.5 + 7.2.7)
2	Παρόν	Παρόν	Παρόν	(7.2.3.2) — (7.2.5.5 + 7.2.7)
3	Απόν	Παρόν	Απόν	(7.2.2.4) — (7.2.5.5)
4	Παρόν	Παρόν	Απόν	(7.2.3.2) — (7.2.5.5)

7.2.7. Κυαναμιδικό άζωτο

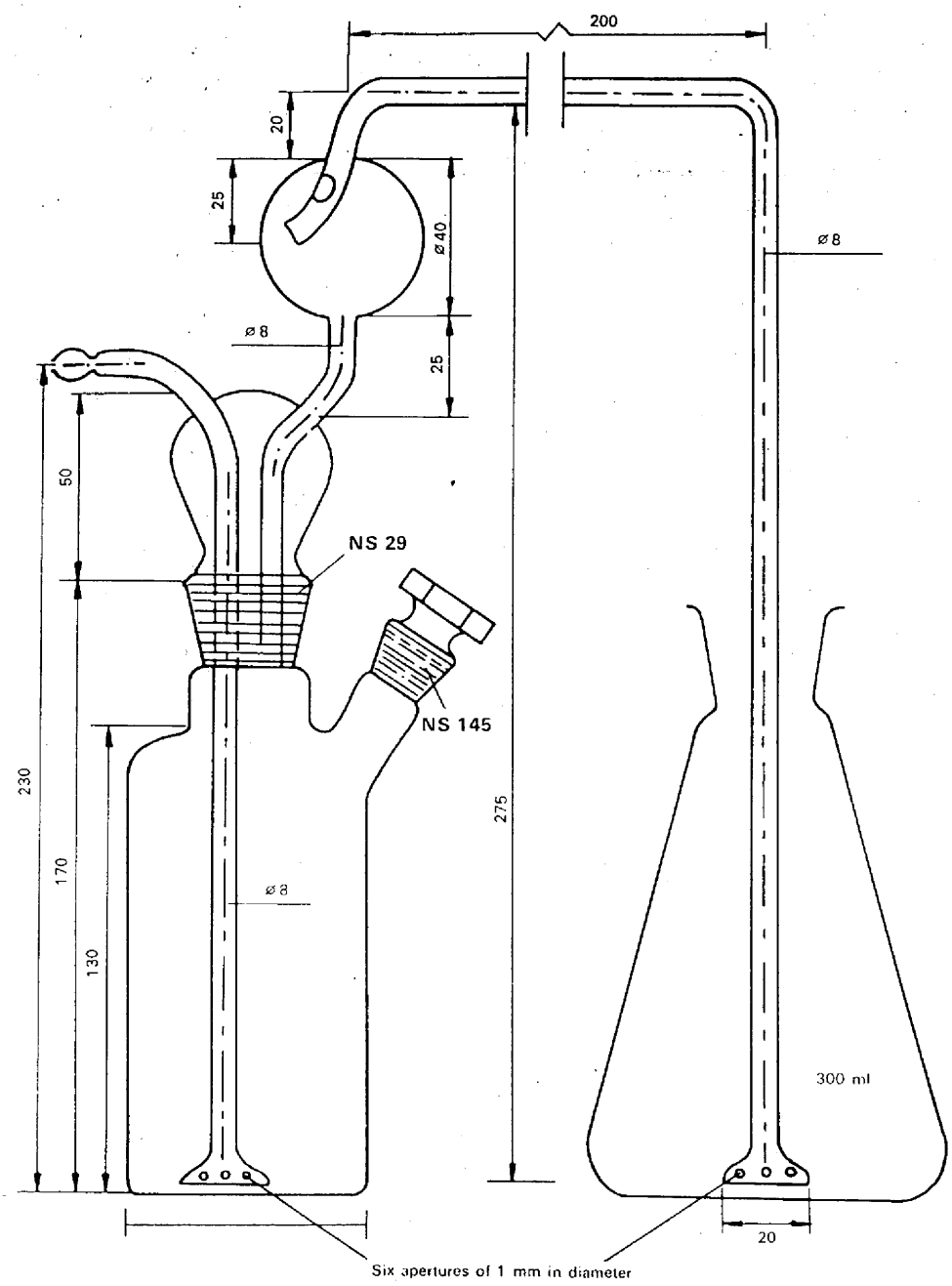
Λαμβάνεται κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος (7.2.1.2), που να περιέχει 10 έως 30 ml κυαναμιδικού αζώτου και φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml. Η ανάλυση συνεχίζεται σύμφωνα με τη μέθοδο 2.4.

8. **Έλεγχος των αποτελεσμάτων**

8.1. Σε ορισμένες περιπτώσεις, μπορεί να προκύψει διαφορά μεταξύ του ολικού αζώτου που λαμβάνεται απευθείας από τη ζύγιση του δείγματος (7.1) και του ολικού διαλυτού αζώτου (7.2.2). Εντούτοις, η διαφορά αυτή δεν μπορεί να είναι μεγαλύτερη από 0,5 %. Σε αντίθετη περίπτωση, το λίπασμα περιέχει μορφές αδιάλυτου αζώτου που δεν περιλαμβάνονται στον κατάλογο του παραρτήματος I.

8.2. Πριν από κάθε ανάλυση, ελέγχεται η καλή λειτουργία της συσκευής και η σωστή εφαρμογή της μεθόδου με ένα πρότυπο διάλυμα που περιέχει τις διάφορες μορφές αζώτου σε αναλογίες παραπλήσιες με εκείνες του δείγματος ελέγχου. Το πρότυπο αυτό διάλυμα παρασκευάζεται από πρότυπα διαλύματα θειοκυανιούχου καλίου (4.3), νιτρικού καλίου (4.4), θειικού αμμωνίου (4.5) και ουρίας (4.6).

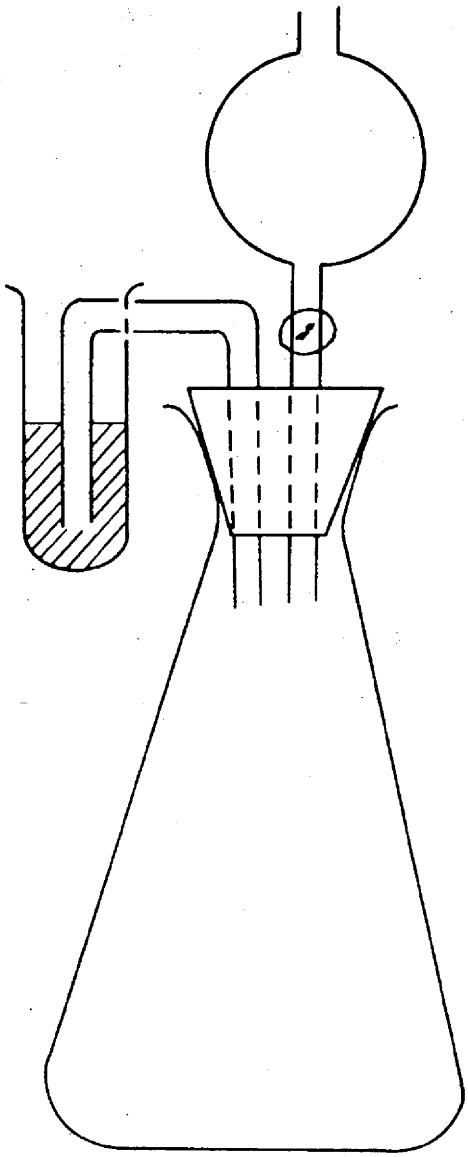
▼B



Σχήμα 6

Συσκευή για τον προσδιορισμό του αμμωνιακού αζώτου (7.2.5.3)

▼B



Σχήμα 7

Συσκευή για τον προσδιορισμό του ουρικού αζώτου (7.2.6.1)

▼B

Μέθοδος 2.6.2

Προσδιορισμός των διάφορων μορφών αζώτου στα λιπάσματα που περιέχουν άζωτο αποκλειστικά υπό μορφή νιτρική, αμμωνιακή και ουρίας

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται απλοποιημένη μέθοδος προσδιορισμού των διαφόρων μορφών αζώτου στα λιπάσματα τα οποία δεν περιέχουν αυτό παρά μόνο υπό μορφή νιτρική, αμμωνιακή και ουρίας.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται σε όλα τα λιπάσματα του παραρτήματος I, τα οποία περιέχουν άζωτο αποκλειστικά υπό μορφή νιτρική, αμμωνιακή και ουρίας.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Από ένα και το αυτό διάλυμα του δείγματος, προσδιορίζεται σε διαφορετικά κατάλληλα τμήματα:

3.1. *Το ολικό διαλυτό άζωτο:*

3.1.1. Απουσία νιτρικών, με απευθείας προσβολή κατά Kjeldahl του διαλύματος,

3.1.2. Παρουσία νιτρικών, με προσβολή κατά Kjeldahl ενός κατάλληλου τμήματος του διαλύματος, μετά από αναγωγή κατά Ulsch, προσδιοριζόμενης της αμμωνίας και στις δύο περιπτώσεις σύμφωνα με τη μέθοδο 2.1·

3.2. Το ολικό διαλυτό άζωτο, εκτός από το νιτρικό άζωτο, με προσβολή κατά Kjeldahl, μετά από εξάλειψη σε όξινο περιβάλλον του νιτρικού αζώτου με τη βοήθεια θειικού σιδήρου, προσδιοριζόμενης της αμμωνίας σύμφωνα με τη μέθοδο 2.1·

3.3. Το νιτρικό άζωτο, εκ διαφοράς μεταξύ των σημείων 3.1.2 και 3.2 ή μεταξύ του ολικού διαλυτού αζώτου (3.1.2) και του αθροίσματος του αμμωνιακού και ουρικού αζώτου (3.4 + 3.5)·

3.4. Το αμμωνιακό άζωτο, με ελευθέρωση της αμμωνίας εν ψυχρώ σε αλκαλικό ελαφρώς περιβάλλον· η αμμωνία δεσμεύεται από γνωστό όγκο διαλύματος θειικού οξέος και προσδιορίζεται σύμφωνα με τη μέθοδο 2.1·

3.5. *Το ουρικό άζωτο, είτε:*

3.5.1. Με μετατροπή, με ουρέαση, σε αμμωνία που ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα υδροχλωρικού οξέος,

3.5.2. Με ξανθυδρόλη σταθμικά: η διουρία που συγκαταβυθίζεται μπορεί να συνυπολογιστεί με το ουρικό άζωτο χωρίς μεγάλο σφάλμα, επειδή η περιεκτικότητα των συνθέτων λιπασμάτων σε διουρία παραμένει γενικά, σε απόλυτη τιμή, χαμηλή,

3.5.3. Εκ διαφοράς, σύμφωνα με τον παρακάτω πίνακα:

Περίπτωση	Νιτρικό άζωτο	Αμμωνιακό άζωτο	Διάφορα
1	Απόν	Παρόν	(3.1.1) — (3.4)
2	Παρόν	Παρόν	(3.2) — (3.4)

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό.

4.1. Θειικό κάλιο για ανάλυση

4.2. Σίδηρος για ανάλυση, ανηγμένος με υδρογόνο (η καθορισμένη ποσότητα σιδήρου πρέπει να μπορεί να ανάγει τουλάχιστον 50 mg νιτρικού αζώτου)

4.3. Νιτρικό κάλιο για ανάλυση

4.4. Θειικό αμμώνιο για ανάλυση

▼B

4.5. Ουρία για ανάλυση

▼M4

4.6. Διάλυμα θειικού οξέος: 0,1 mol/l

▼B

4.7. Πυκνό διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου: υδατικό διάλυμα περίπου 30 % (κ.ό.) σε NaOH, απαλλαγμένο αμμωνιακών

4.8. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου: 0,2 mol/l, απαλλαγμένο ανθρακικών

4.9. Θειικό οξύ (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.10. Αραιό υδροχλωρικό οξύ: ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) με έναν όγκο νερού

4.11. Οξικό οξύ: 96 έως 100 %

4.12. Διάλυμα θειικού οξέος, 30 % περίπου H_2SO_4 (κ.ό.), απαλλαγμένο αμμωνιακών

4.13. Θειικός σίδηρος: κρυσταλλικός, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

▼M4

4.14. Τιτλοδοτημένο διάλυμα θειικού οξέος 0,05 mol/l

▼B

4.15. Οκτυλική αλκοόλη

4.16. Κορεσμένο διάλυμα ανθρακικού καλίου

4.17. Υδροξείδιο του νατρίου ή καλίου: 0,1 mol/l

4.18. Κορεσμένο διάλυμα υδροξειδίου του βαρίου

4.19. Διάλυμα ανθρακικού νατρίου: 10 % (κ.ό.)

4.20. Υδροχλωρικό οξύ: 2 mol/l

4.21. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος: 0,1 mol/l

4.22. *Διάλυμα ουρέασης*

Προστίθενται 0,5 g ενεργού ουρέασης σε 100 ml απεσταγμένου νερού. Με τη βοήθεια υδροχλωρικού οξέος 0,1 mol/l (4.21), το pH ρυθμίζεται στο 5,4, μετρούμενο με πεχάμετρο.

4.23. *Ξανθυδρόλη*

Διάλυμα 5 % σε αιθανόλη ή μεθανόλη (4.28) (δεν πρέπει να χρησιμοποιούνται προϊόντα που παρουσιάζουν ικανή αναλογία αδιαλύτων). Το διάλυμα διατηρείται τρεις μήνες σε καλά πωματισμένο φιαλίδιο, προφυλαγμένο από το φως.

4.24. *Καταλύτης*

Οξείδιο του χαλκού (CuO): 0,3 έως 0,4 g κατά προσδιορισμό ή ισοδύναμη ποσότητα πενταϋδρίτη θειικού χαλκού ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) δηλαδή 0,95 έως 1,25 g κατά προσδιορισμό.

4.25. Κόκκοι ελαφρόπετρας, πλυμένοι με υδροχλωρικό οξύ και πυρωμένοι

4.26. *Διαλύματα δείκτη*

4.26.1. Μικτός δείκτης

Διάλυμα Α: Διαλύεται 1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 37 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l και το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό.

Διάλυμα Β: Διαλύεται 1 g κυανού του μεθυλενίου σε νερό και συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου.

Αναμειγνύεται ένας όγκος διαλύματος Α με δύο όγκους διαλύματος Β.

Ο δείκτης αυτός είναι ιώδης σε όξινο διάλυμα, γκρίζος σε ουδέτερο και πράσινος σε αλκαλικό. Χρησιμοποιούνται 0,5 ml (10 σταγόνες) από το διάλυμα αυτό του δείκτη.

▼B

4.26.2. Διάλυμα δείκτη ερυθρού του μεθυλίου

Διαλύεται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 50 ml αιθανόλης 95 %. Συμπληρώνεται μέχρις όγκου 100 ml με νερό και αν χρειάζεται διηθείται. Ο δείκτης αυτός μπορεί να χρησιμοποιηθεί (4 ή 5 σταγόνες) αντί του προηγουμένου.

4.27. *Δείκτες-χαρτιά*

Ηλιοτροπίου, κυανού της βρωμοθυμόλης (ή άλλα ευαίσθητα σε pH 6 έως 8).

4.28. Αιθανόλη ή μεθανόλη: 95 % (κ.ό.)

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. *Συσκευή αποστάξεως*

Βλέπε μέθοδο 2.1

5.2. *Συσκευή για τον προσδιορισμό του αμμωνιακού αζώτου (7.5.1)*

Βλέπε μέθοδο 2.6.1 και σχήμα 6.

5.3. *Συσκευή για τον προσδιορισμό του ουρικού αζώτου σύμφωνα με την τεχνική της ουρέασης (7.6.1)*

Βλέπε μέθοδο 2.6.1 και σχήμα 7.

5.4. Περιστροφικός αναδευτήρας (ταχύτητας 35-40 στροφών ανά λεπτό)

5.5. Πεχάμετρο

5.6. *Γυάλινα σκεύη:*

σιφώνια ακριβείας των 2, 5, 10, 20, 25, 50 και 100 ml,

μακρύλαιμες φιάλες Kjeldahl των 300 και 500 ml,

ογκομετρικές φιάλες των 100, 250, 500 και 1 000 ml,

ηθμοί από πορώδες γυαλί με διάμετρο πόρων 5 έως 15 μm,

ιγδία.

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόποι εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση*

Ζυγίζονται, με προσέγγιση 1 mg, 10 g δείγματος και φέρονται σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml. Προστίθενται στη φιάλη 50 ml νερού και κατόπιν 20 ml αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.10). Αναδεύεται. Αφήνεται σε ηρεμία μέχρι να παύσει ενδεχόμενη έκλυση CO_2. Προστίθενται 400 ml νερού. Αναδεύεται επί μισή ώρα. Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό, ομογενοποιείται και διηθείται με ξηρό ηθμό σε ξηρό δοχείο.

7.2. *Ολικό άζωτο*

7.2.1. Απουσία νιτρικών

Με τη βοήθεια σιφωνίου φέρεται σε φιάλη Kjeldahl κατάλληλη ποσότητα διηθήματος (7.1), που να μην περιέχει πάνω από 100 mg N. Προστίθενται 15 ml πυκνού θειικού οξέος (4.9), 0,4 g οξειδίου του χαλκού ή 1,25 g θειικού χαλκού (4.24) και μερικά τεμάχια γυαλιού για τη ρύθμιση του βρασμού. Αρχικά θερμαίνεται ήπια για να αρχίσει η αντίδραση και κατόπιν ζωηρότερα μέχρις ότου το υγρό καταστεί άχρουν ή ελαφρώς πρασινωπό και εμφανιστούν σαφώς λευκοί ατμοί. Μετά από ψύξη, το διάλυμα μεταγγίζεται ποσοτικά στη φιάλη αποστάξεως, αραιώνεται μέχρι περίπου τα 500 ml με νερό και προστίθενται μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.25). Συνδέεται η φιάλη με τη συσκευή αποστάξεως (5.1) και ο προσδιορισμός συνεχίζεται όπως περιγράφεται υπό 7.1.1.2, μέθοδος 2.6.1.

7.2.2. Παρουσία νιτρικών

Σε φιάλη Erlenmeyer των 500 ml φέρεται με σιφώνιο κατάλληλη ποσότητα διηθήματος (7.1) που να μην περιέχει πάνω από 40 mg νιτρικού αζώτου. Στο στάδιο αυτό της ανάλυσης, η ολική ποσότητα

▼B

του αζώτου δεν έχει σημασία. Προστίθενται 10 ml θειικού οξέος 30 % (4.12), 5 g ανηγμένου σιδήρου (4.2) και η φιάλη Erlenmeyer σκεπάζεται αμέσως με γυαλί ωρολογίου. Θερμαίνεται ήπια μέχρις ότου η αντίδραση γίνει ζωηρή αλλά όχι και ταραχώδης. Τη στιγμή αυτή, η θέρμανση σταματά και αφήνεται σε ηρεμία τουλάχιστον 3 ώρες σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Το υγρό μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml, χωρίς να ληφθεί υπόψη ο σίδηρος που δεν διαλύθηκε. Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό. Ομογενοποιείται προσεκτικά. Σε φιάλη Kjeldahl των 300 ml φέρεται με σιφώνιο κατάλληλη ποσότητα που να περιέχει το πολύ 100 mg αζώτου. Προστίθενται 15 ml πυκνού θειικού οξέος (4.9), 0,4 g οξειδίου του χαλκού ή 1,25 g θειικού χαλκού (4.24) και μερικά τεμάχια γυαλιού για τη ρύθμιση του βρασμού. Αρχικά θερμαίνεται ήπια για να αρχίσει η αντίδραση και κατόπιν ζωηρότερα μέχρις ότου το υγρό καταστεί άχρουν ή ελαφρώς πρασινωπό και εμφανιστούν σαφώς λευκοί ατμοί. Αφού ψυχθεί, το διάλυμα μεταγγίζεται ποσοτικά στη φιάλη αποστάξεως, αραιώνεται μέχρι περίπου τα 500 ml με νερό και προστίθενται μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.25). Συνδέεται η φιάλη με τη συσκευή αποστάξεως (5.1) και ο προσδιορισμός συνεχίζεται όπως περιγράφεται υπό 7.1.1.2, μέθοδος 2.6.1.

7.2.3. Τυφλός προσδιορισμός

Πραγματοποιείται τυφλός προσδιορισμός (παραλείποντας το δείγμα) υπό τις ίδιες συνθήκες και το αποτέλεσμα λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

7.2.4. Έκφραση των αποτελεσμάτων

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

όπου

▼M4

a = ml τιτλοδοτημένου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l (4.8) που καταναλίσκονται στον τυφλό προσδιορισμό, ο οποίος πραγματοποιείται φέρνοντας στον υποδοχέα της συσκευής 50 ml τιτλοδοτημένου διαλύματος θειικού οξέος 0,1 mol/l (4.6),

▼B

A = χιλιοστόλιτρα τιτλοδοτημένου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l (4.8) που καταναλίσκονται στην ανάλυση,

M = μάζα του δείγματος ελέγχου, σε γραμμάρια, που υπάρχει στην κατάλληλη ποσότητα δειγματοληψίας (7.2.1 ή 7.2.2).

7.3. *Ολικό άζωτο εκτός από το νιτρικό άζωτο*

7.3.1. Ανάλυση

Σε φιάλη Kjeldahl των 300 ml φέρεται με σιφώνιο κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος (7.1) που δεν περιέχει πάνω από 50 mg αζώτου για προσδιορισμό. Αραιώνεται μέχρι τα 100 ml με νερό, προστίθενται 5 g θειικού σιδήρου (4.13), 20 ml πυκνού θειικού οξέος (4.9) και μερικά τεμάχια γυαλιού για τη ρύθμιση του βρασμού. Αρχικά θερμαίνεται ήπια και στη συνέχεια η θέρμανση αυξάνεται μέχρις εμφανίσεως λευκών ατμών. Η αντίδραση συνεχίζεται επί 15 λεπτά. Η θέρμανση σταματά και εισάγονται 0,4 g οξειδίου του χαλκού ή 1,25 g θειικού χαλκού (4.24) ως καταλύτη. Θερμαίνεται ξανά και διατηρείται με λευκούς ατμούς επί 10-15 λεπτά. Αφού ψυχθεί, το περιεχόμενο της φιάλης Kjeldahl μεταγγίζεται ποσοτικά στη φιάλη αποστάξεως (5.1). Αραιώνεται μέχρι τα 500 ml περίπου με νερό και προστίθενται μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας (4.2). Συνδέεται η φιάλη στη συνέχεια στη συσκευή αποστάξεως και ο προσδιορισμός συνεχίζεται όπως περιγράφεται υπό 7.1.1.2, μέθοδος 2.6.1.

7.3.2. Τυφλός προσδιορισμός

Βλέπε 7.2.3.

▼B

7.3.3. Έκφραση των αποτελεσμάτων

$$\%\ \mathrm{N}\ (\text{ολικό}) = \frac{(a - A) \times 0.28}{M}$$

όπου

▼M4

a = ml τιτλοδοτημένου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l (4.8) που καταναλίσκονται στον τυφλό προσδιορισμό, ο οποίος πραγματοποιείται φέρνοντας, με σιφώνιο, στον υποδοχέα της συσκευής 50 ml τιτλοδοτημένου διαλύματος θειικού οξέος 0,1 mol/l (4.6),

▼B

A = χιλιοστόλιτρα τιτλοδοτημένου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,2 mol/l (4.8) που καταναλίσκονται στην ανάλυση,

M = μάζα του δείγματος, σε γραμμάρια, που περιέχεται στην κατάλληλη ποσότητα που λαμβάνεται για τον προσδιορισμό.

7.4. *Νιτρικό άζωτο*

Λαμβάνεται εκ διαφοράς μεταξύ:

7.2.4 — (7.5.3 + 7.6.3)

ή

7.2.4 — (7.5.3 + 7.6.5)

ή

7.2.4 — (7.5.3 + 7.6.6)

7.5. *Αμμωνιακό άζωτο*

7.5.1. Ανάλυση

Φέρεται με σιφώνιο στην ξηρανθείσα φιάλη της συσκευής (5.2) κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος (7.1) που περιέχει το πολύ 20 mg αμμωνιακού αζώτου. Συνδέεται στη συσκευή. ►M4 Σε φιάλη Erlenmeyer των 300 ml φέρονται με σιφώνιο ακριβώς 50 ml τιτλοδοτημένου διαλύματος θειικού οξέος 0,05 mol/l (4.14) και επαρκής ποσότητα απεσταγμένου νερού ώστε η επιφάνεια του υγρού να βρίσκεται 5 cm περίπου πάνω από την τρύπα του σωλήνα εισαγωγής. ◄ Εισάγεται από τον πλευρικό λαιμό του δοχείου της αντιδράσεως απεσταγμένο νερό ούτως ώστε να φθάσει ο όγκος στα 50 ml περίπου. Αναδεύεται. Για να αποφευχθεί ο σχηματισμός αφρού κατά την εισαγωγή του αερίου ρεύματος, προστίθενται μερικές σταγόνες οκτυλικής αλκοόλης (4.15). Προστίθενται 50 ml κορεσμένου διαλύματος ανθρακικού καλίου (4.16) και αρχίζει αμέσως να εκδιώκεται από το ψυχρό εναιώρημα η αμμωνία που απελευθερώνεται. Το έντονο ρεύμα αέρα που απαιτείται για το σκοπό αυτό (3 λίτρα ανά λεπτό περίπου) καθαρίζεται προηγουμένως περνώντας μέσα από πλυντρίδες που περιέχουν αραιό θειικό οξύ και αραιό υδροξείδιο του νατρίου. Αντί να χρησιμοποιηθεί αέρας υπό πίεση, μπορεί η εργασία να συντελεστεί επίσης χρησιμοποιώντας κενό (αντλία αναρρόφησης νερού), υπό την προϋπόθεση ότι οι συνδέσεις της συσκευής είναι στεγανές.

Η εκδίωξη της αμμωνίας ολοκληρώνεται γενικά μετά από 3 ώρες.

Εντούτοις είναι χρήσιμο να διασφαλιστεί τούτο αλλάζοντας φιάλη Erlenmeyer. Αφού τελειώσει η εργασία, αποχωρίζεται η Erlenmeyer από τη συσκευή, εκπλύνονται το άκρο του σωλήνα εισαγωγής και οι παρειές της Erlenmeyer με λίγο απεσταγμένο νερό και η περίσσεια του οξέος ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l (4.17).

7.5.2. Τυφλός προσδιορισμός

Βλέπε 7.2.3.

▼B

7.5.3. Έκφραση των αποτελεσμάτων

$$\%\ \mathrm{N}\ (\text{αμμωνιακό}) = \frac{(a - A) \times 0.14}{M}$$

όπου

▼M4

a = τιτλοδοτημένου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,1 mol/l (4.17) που καταναλίσκονται στον τυφλό προσδιορισμό, ο οποίος πραγματοποιείται φέρνοντας, με σιφώνιο, σε φιάλη Erlenmeyer των 300 ml της συσκευής (5.2), 50 ml τιτλοδοτημένου διαλύματος θειικού οξέος 0,05 mol/l (4.14),

▼B

A = χιλιοστόλιτρα τιτλοδοτημένου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,1 mol/l που καταναλίσκονται στην ανάλυση (4.17),

M = μάζα του δείγματος, σε γραμμάρια, που υπάρχει στην κατάλληλη ποσότητα που χρησιμοποιήθηκε για την ανάλυση.

7.6. *Ουρικό άζωτο*

7.6.1. Μέθοδος με ουρέαση

Σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml φέρεται με σιφώνιο κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος (7.1) που να μην περιέχει πάνω από 250 mg ουρικού αζώτου. Για την καταβύθιση των φωσφορικών προστίθεται κατάλληλη ποσότητα κορεσμένου διαλύματος υδροξειδίου του βαρίου (4.18) μέχρις ότου να μην καταβυθίζεται πια ίζημα. Η περίσσεια των ιόντων βαρίου (και ενδεχομένως των διαλυμένων ιόντων ασβεστίου) εξαλείφεται στη συνέχεια με προσθήκη διαλύματος 10 % ανθρακικού νατρίου (4.19). Αφήνεται να κατακαθίσει και ελέγχεται αν η καταβύθιση είναι πλήρης. Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή, ομογενοποιείται και διηθείται με πτυχωτό ηθμό. Φέρονται με σιφώνιο 50 ml του διηθήματος στη φιάλη Erlenmeyer των 300 ml της συσκευής (5.3). Οξινίζεται με υδροχλωρικό οξύ 2 mol/l (4.20) μέχρι pH 3, που μετράται με πεχάμετρο. Το pH φέρεται κατόπιν στο 5,4 με προσθήκη υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l (4.17). Για να αποφευχθούν απώλειες αμμωνίας κατά την υδρόλυση με την ουρέαση, η φιάλη Erlenmeyer φράσσεται με πώμα εφοδιασμένο με στροφιγγοφόρο χωνί και μικρό δοχείο προστασίας που περιέχει 2 ml ακριβώς διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 0,1 mol/l (4.21). Προστίθενται με το στροφιγγοφόρο χωνί 20 ml διαλύματος ουρέασης (4.22). Αφήνεται σε ηρεμία επί μία ώρα στους 20 έως 25 °C. Φέρονται με σιφώνιο 25 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 0,1 mol/l (4.21) στο στροφιγγοφόρο χωνί, αφήνονται να ρεύσουν μέσα στο διάλυμα και το χωνί εκπλύνεται με λίγο νερό. Το περιεχόμενο του δοχείου προστασίας μεταφέρεται ποσοτικά στο διάλυμα της Erlenmeyer. Η περίσσεια του οξέος ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l (4.17) μέχρις επιτεύξεως pH ίσου με 5,4 μετρουμένου με πεχάμετρο.

Παρατηρήσεις

1. Μετά την καταβύθιση με τα διαλύματα υδροξειδίου του βαρίου και ανθρακικού νατρίου, συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή, διηθείται και εξουδετερώνεται το ταχύτερο δυνατό.

2. Η τιτλοδότηση μπορεί να πραγματοποιηθεί επίσης και με το δείκτη (4.26), αλλά το σημείο αλλαγής του χρώματος είναι τότε δυσκολότερο να παρατηρηθεί.

7.6.2. Τυφλός προσδιορισμός

Βλέπε 7.2.3.

7.6.3. Έκφραση των αποτελεσμάτων

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

▼B

όπου

a = χιλιοστόλιτρα τιτλοδοτημένου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,1 mol/l (4.17) που καταναλίσκονται στον τυφλό προσδιορισμό, ο οποίος εκτελείται ακριβώς υπό τις ίδιες συνθήκες όπως και η ανάλυση,

A = χιλιοστόλιτρα τιτλοδοτημένου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ή καλίου 0,1 mol/l (4.17) που καταναλίσκονται στην ανάλυση,

M = μάζα του δείγματος, σε γραμμάρια, που περιέχεται στην κατάλληλη ποσότητα που χρησιμοποιήθηκε για την ανάλυση.

7.6.4. Σταθμική μέθοδος με ξανθυδρόλη

Σε ποτήρι ζέσεως των 100 ml φέρεται με σιφώνιο κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος (7.1) που δεν περιέχει περισσότερο από 20 mg ουρίας. Προστίθενται 40 ml οξικού οξέος (4.11). Αναδεύεται με γυάλινη ράβδο επί ένα λεπτό. Το ενδεχόμενο ίζημα αφήνεται να κατακαθίσει για πέντε λεπτά. Διηθείται, εκπλύνεται με μερικά χιλιοστόλιτρα οξικού οξέος (4.11). Προστίθενται στο διήθημα, στάγδην, 10 ml ξανθυδρόλης (4.23), αναδεύοντας συνεχώς με γυάλινη ράβδο. Αφήνεται να κατακαθίσει μέχρι να εμφανιστεί ίζημα. Αναδεύεται ξανά για ένα ή δύο λεπτά. Αφήνεται σε ηρεμία επί μιάμιση ώρα. Διηθείται με γυάλινο ηθμό, που έχει ξηρανθεί και προζυγιστεί, βοηθώντας με μία ελαφρά πίεση. Εκπλύνεται τρεις φορές με 5 ml αιθανόλης (4.28), χωρίς να είναι απαραίτητο να απομακρυνθεί όλο το οξικό οξύ. Φέρεται στο πυριατήριο και διατηρείται μία ώρα στους 130 °C (χωρίς να υπερβεί τους 145 °C). Αφήνεται να ψυχθεί μέσα σε ξηραντήρα και ζυγίζεται.

7.6.5. Έκφραση των αποτελεσμάτων

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

όπου

m = μάζα του ληφθέντος ιζήματος, σε γραμμάρια,

M = μάζα του δείγματος, σε γραμμάρια, που περιέχεται στην κατάλληλη ποσότητα που χρησιμοποιήθηκε για τον προσδιορισμό.

Πραγματοποιούνται οι διορθώσεις λόγω τυφλού. Η διουρία μπορεί γενικά να συνυπολογιστεί με το ουρικό άζωτο χωρίς μεγάλο σφάλμα, επειδή η περιεκτικότητα των συνθέτων λιπασμάτων σ' αυτή παραμένει σε απόλυτη τιμή χαμηλή.

7.6.6. Μέθοδος εκ διαφοράς

Το ουρικό άζωτο μπορεί επίσης να υπολογιστεί σύμφωνα με τον παρακάτω πίνακα:

Περίπτωση	Νιτρικόν	Αμμωνιακόν	Ουρικόν
1	Απόν	Παρόν	(7.2.4) — (7.5.3)
2	Παρόν	Παρόν	(7.3.3) — (7.5.3)

8. **Έλεγχος των αποτελεσμάτων**

Πριν από κάθε ανάλυση, ελέγχεται η καλή λειτουργία της συσκευής και η σωστή εφαρμογή των μεθόδων με πρότυπο διάλυμα που περιέχει τις διάφορες μορφές αζώτου σε αναλογίες παραπλήσιες με εκείνες του δείγματος. Το πρότυπο αυτό διάλυμα παρασκευάζεται από τιτλοδοτημένα διαλύματα νιτρικού καλίου (4.3), θειικού αμμωνίου (4.4) και ουρίας (4.5).

▼B

Μέθοδοι 3

Φώσφορος

Μέθοδοι 3.1

Εκχυλίσεις

Μέθοδος 3.1.1

Εκχύλιση του φωσφόρου του διαλυτού στα ανόργανα οξέα

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχυλίσεως του διαλυτού φωσφόρου σε ανόργανα οξέα.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται αποκλειστικά στα φωσφορικά λιπάσματα που απαριθμούνται στο παράρτημα Ι.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Εκχύλιση του φωσφόρου του λιπάσματος με μείγμα νιτρικού και θειικού οξέος.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό.

4.1. Θειικό οξύ (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. Νιτρικό οξύ (d_{20} = 1,40 g/ml)

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός.

5.1. Φιάλη Kjeldahl χωρητικότητας τουλάχιστον 500 ml ή φιάλη των 250 ml με στρογγυλό πυθμένα εφοδιασμένη με γυάλινο σωλήνα που σχηματίζει κάθετο ψυκτήρα.

5.2. Ογκομετρική φιάλη των 500 ml.

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα*

Ζυγίζονται 2,5 g προπαρασκευασθέντος δείγματος, με προσέγγιση 0,001 g, και εισάγονται σε ξηρή φιάλη Kjeldahl.

7.2. *Εκχύλιση*

Προστίθενται 15 ml νερού και αναδεύεται για να δημιουργηθεί εναιώρημα της ουσίας στο νερό. Προστίθενται 20 ml νιτρικού οξέος (4.2) και με προσοχή 30 ml θειικού οξέος (4.1).

Μόλις παύσει η ισχυρή αρχική αντίδραση, το περιεχόμενο της φιάλης φέρεται αργά σε βρασμό όπου και διατηρείται επί 30 λεπτά. Αφήνεται να ψυχθεί και προστίθενται στη συνέχεια, με προσοχή και υπό ανάδευση, 150 ml νερού. Φέρεται ξανά σε βρασμό επί 15 λεπτά.

Ψύχεται τελείως και το υγρό μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml. Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή, αναμειγνύεται και διηθείται επί ξηρού πτυχωτού ηθμού απαλλαγμένου φωσφορικών, απορρίπτοντας το πρώτο μέρος του διηθήματος.

7.3. *Προσδιορισμός*

Ο προσδιορισμός του εκχυλισθέντος φωσφόρου πραγματοποιείται με τη μέθοδο 3.2 σε κατάλληλη ποσότητα του διαλύματος που λαμβάνεται κατ' αυτόν τον τρόπο.

▼B

Μέθοδος 3.1.2

Εκχύλιση του φωσφόρου του διαλυτού στο μυρμηκικό οξύ 2 % (20 g ανά λίτρο)

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχυλίσεως του φωσφόρου του διαλυτού στο μυρμηκικό οξύ 2 % (20 g/l).

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται αποκλειστικά στα φυσικά μαλακά φωσφορικά.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Για να διαφοροποιηθούν τα σκληρά φυσικά φωσφορικά από τα μαλακά φυσικά φωσφορικά, η εκχύλιση του φωσφόρου του διαλυτού στο μυρμηκικό οξύ γίνεται υπό καθορισμένες συνθήκες.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Μυρμηκικό οξύ, 2 % (20 g ανά λίτρο)*

Σημείωση

82 ml μυρμηκικού οξέος (συγκεντρώσεως 98 έως 100 %· d_{20} = 1,22 g/ml) αραιώνονται μέχρις όγκου 5 l με απεσταγμένο νερό.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός.

5.1. Ογκομετρική φιάλη των 500 ml (π.χ. Stohmann)

5.2. Περιστροφικός αναδευτήρας (ταχύτητας 35-40 στροφών ανά λεπτό)

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα*

Ζυγίζονται 5 g του προπαρασκευασθέντος δείγματος, με προσέγγιση 0,001 g, και εισάγονται σε ξηρή ογκομετρική φιάλη Stohmann των 500 ml (5.1) πλατύλαιμη.

7.2. *Εκχύλιση*

Δίνοντας με το χέρι μια συνεχή περιστροφική κίνηση στη φιάλη, προστίθεται μυρμηκικό οξύ (4.1) σε θερμοκρασία 20 ± 1 °C μέχρι περίπου 1 cm κάτω από τη χαραγή και στη συνέχεια ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή. Η φιάλη πωματίζεται με τη βοήθεια πώματος από καουτσούκ και αναδεύεται επί 30 λεπτά με περιστροφικό αναδευτήρα (5.2) κρατώντας τη θερμοκρασία στους 20 (± 2) °C.

Το διάλυμα διηθείται με ξηρό πτυχωτό ηθμό, απαλλαγμένο φωσφορικών, μέσα σε ξηρό γυάλινο δοχείο. Η πρώτη ποσότητα του διηθήματος απορρίπτεται.

7.3. *Προσδιορισμός*

Ο φωσφόρος προσδιορίζεται κατά τη μέθοδο 3.2 σε κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος τελείως διαυγούς.

Μέθοδος 3.1.3

Εκχύλιση του φωσφόρου του διαλυτού στο κιτρικό οξύ 2 % (20 g ανά λίτρο)

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχυλίσεως του φωσφόρου του διαλυτού στο κιτρικό οξύ 2 % (20 g/l).

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται αποκλειστικά σε σκωρίες αποφωσφατώσεως (βλέπε παράρτημα I A).

▼B

3. **Αρχή της μεθόδου**

Εκχύλιση του φωσφόρου του λιπάσματος με διάλυμα κιτρικού οξέος 2 % (20 g/l) υπό καθορισμένες συνθήκες.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό.

4.1. *Διάλυμα κιτρικού οξέος 2 % (20 g/l), που παρασκευάζεται με κιτρικό οξύ, κρυσταλλικό ($C_6H_8O_7.H_2O$)*

Σημείωση

Η περιεκτικότητα του διαλύματος αυτού σε κιτρικό οξύ ελέγχεται με τιτλοδότηση 10 ml αυτού με πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,1 mol/l, χρησιμοποιώντας ως δείκτη φαινολοφθαλεΐνη.

Εάν το διάλυμα είναι σωστό, πρέπει να καταναλωθούν 28,55 ml του πρότυπου διαλύματος.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. *Περιστροφικός αναδευτήρας (ταχύτητας 35-40 στροφών ανά λεπτό)*

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Η ανάλυση εκτελείται επί προϊόντος που προέρχεται από αρχικό δείγμα που έχει αναμειχθεί προσεκτικά για να εξασφαλιστεί η ομοιογένειά του. Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα*

Ζυγίζονται 5 g του προπαρασκευασθέντος δείγματος, με προσέγγιση 0,001 g, και εισάγονται σε αρκετά πλατύλαιμο ξηρό φιαλίδιο, χωρητικότητας τουλάχιστον 600 ml, που επιτρέπει τέλεια ανάδευση.

7.2. *Εκχύλιση*

Προστίθενται 500 ± 1 ml διαλύματος κιτρικού οξέος σε θερμοκρασία 20 (± 1) °C. Κατά την εισαγωγή των πρώτων χιλιοστόλιτρων του αντιδραστηρίου, αναδεύεται ισχυρά με το χέρι για να σταματήσει ο σχηματισμός θρόμβων και να αποφευχθεί οποιαδήποτε πρόσφυση της ουσίας στα τοιχώματα. Η φιάλη πωματίζεται με ένα πώμα από καουτσούκ και αναδεύεται με περιστροφικό αναδευτήρα (5.1) επί 30 λεπτά ακριβώς σε θερμοκρασία 20 (± 2) °C.

Διηθείται αμέσως με ξηρό πτυχωτό ηθμό, απαλλαγμένο φωσφορικών, σε ξηρό γυάλινο δοχείο και τα πρώτα 20 ml του διηθήματος απορρίπτονται. Η διήθηση συνεχίζεται μέχρι να ληφθεί επαρκής ποσότητα διηθήματος για τον προσδιορισμό του φωσφόρου.

7.3. *Προσδιορισμός*

Ο προσδιορισμός του εκχυλισθέντος φωσφόρου πραγματοποιείται κατά τη μέθοδο 3.2 σε κατάλληλη ποσότητα του διαλύματος που λαμβάνεται κατ' αυτόν τον τρόπο.

Μέθοδος 3.1.4

Εκχύλιση του φωσφόρου του διαλυτού στο ουδέτερο κιτρικό αμμωνιο

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχυλίσεως του φωσφόρου του διαλυτού στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται σε όλα τα λιπάσματα για τα οποία προβλέπεται η διαλυτότητα στο ουδέτερο κιτρικό αμμώνιο (βλέπε παράρτημα Ι).

3. **Αρχή της μεθόδου**

Εκχύλιση του φωσφόρου σε θερμοκρασία 65 °C με διάλυμα ουδετέρου κιτρικού αμμωνίου (pH 7) υπό καθορισμένες συνθήκες.

▼B

4. **Αντιδραστήριο**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό.

4.1. *Ουδέτερο διάλυμα κιτρικού αμμωνίου (pH 7.0)*

Το διάλυμα αυτό πρέπει να περιέχει ανά λίτρο 185 g κρυσταλλικού κιτρικού οξέος και πρέπει να έχει ειδικό βάρος 1,09 στους 20 °C και pH 7.0

Το αντιδραστήριο παρασκευάζεται κατά τον ακόλουθο τρόπο:

Διαλύονται 370 g κρυσταλλικού κιτρικού οξέος ($C_6H_8O_7$. H_2O) σε 1,5 λίτρο νερού περίπου και εξουδετερώνεται σχεδόν με προσθήκη 345 ml διαλύματος υδροξειδίου του αμμωνίου (28 έως 29 % NH_3). Εάν η συγκέντρωση της NH_3 είναι κατώτερη από 28 %, προστίθεται η αντίστοιχη μεγαλύτερη ποσότητα διαλύματος υδροξειδίου του αμμωνίου και το κιτρικό οξύ αραιώνεται με αντίστοιχες μικρότερες ποσότητες νερού.

Ψύχεται και εξουδετερώνεται επακριβώς, κρατώντας βυθισμένα μέσα στο διάλυμα τα ηλεκτρόδια ενός πεχαμέτρου. Προστίθεται στάγδην και υπό συνεχή ανάδευση (με μηχανικό αναδευτήρα) το διάλυμα αμμωνίας 28 έως 29 % NH_3 μέχρι να επιτευχθεί pH 7.0 σε θερμοκρασία 20 °C. Στο σημείο αυτό ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 2 λίτρα και ελέγχεται ξανά το pH. Το αντιδραστήριο διατηρείται σε κλειστό δοχείο και το pH ελέγχεται περιοδικά.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Ποτήρι ζέσεως των 2 λίτρων

5.2. Πεχάμετρο

5.3. Φιάλη Erlenmeyer των 200 ή 250 ml

5.4. Ογκομετρικές φιάλες των 500 ml και ογκομετρική φιάλη των 2 000 ml

5.5. Υδατόλουτρο ρυθμιζόμενο με θερμοστάτη στους 65 °C, εφοδιασμένο με κατάλληλο αναδευτήρα (βλέπε σχήμα 8)

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα*

Σε φιάλη Erlenmeyer των 200 ή 250 ml που περιέχει 100 ml διαλύματος κιτρικού αμμωνίου που έχει προθερμανθεί στους 65 °C, μεταφέρονται 1 ή 3 g του λιπάσματος για ανάλυση (βλέπε παράρτημα I A και B του κανονισμού).

7.2. *Ανάλυση του διαλύματος*

Η φιάλη Erlenmeyer πωματίζεται ερμητικά και αναδεύεται για να διατηρηθεί σε αιώρηση το λίπασμα χωρίς σχηματισμό θρόμβων. Αφαιρείται για μια στιγμή το πώμα για να εξισωθεί η πίεση και η φιάλη Erlenmeyer πωματίζεται ξανά. Φέρεται η φιάλη σε υδατόλουτρο για να διατηρείται η θερμοκρασία του περιεχομένου της φιάλης ακριβώς στους 65 °C και προσαρμόζεται στον αναδευτήρα (βλέπε σχήμα 8). Κατά την ανάδευση, η επιφάνεια του εναιωρήματος στη φιάλη πρέπει να βρίσκεται συνεχώς κάτω από την επιφάνεια του νερού στο υδατόλουτρο ([1]). Ρυθμίζεται η μηχανική ανάδευση ώστε να εξασφαλίζεται πλήρης εναιώρηση.

Μετά από ανάδευση μίας ώρας ακριβώς, η Erlenmeyer αποσύρεται από το υδατόλουτρο.

Ψύχεται αμέσως με τρεχούμενο νερό μέχρι θερμοκρασίας περιβάλλοντος και, χωρίς καθυστέρηση, το περιεχόμενο της φιάλης Erlenmeyer μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml με τη βοήθεια νερού (υδροβολέας). Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό. Το διήθημα αναμειγνύεται. Διηθείται με ξηρό πτυχωτό ηθμό με μέση ταχύτητα διηθήσεως, απαλλαγμένο φωσφορικών, μέσα σε ξηρό

([1]) Ελλείψει μηχανικού αναδευτήρα, η φιάλη μπορεί να κουνιέται με το χέρι κάθε πέντε λεπτά.

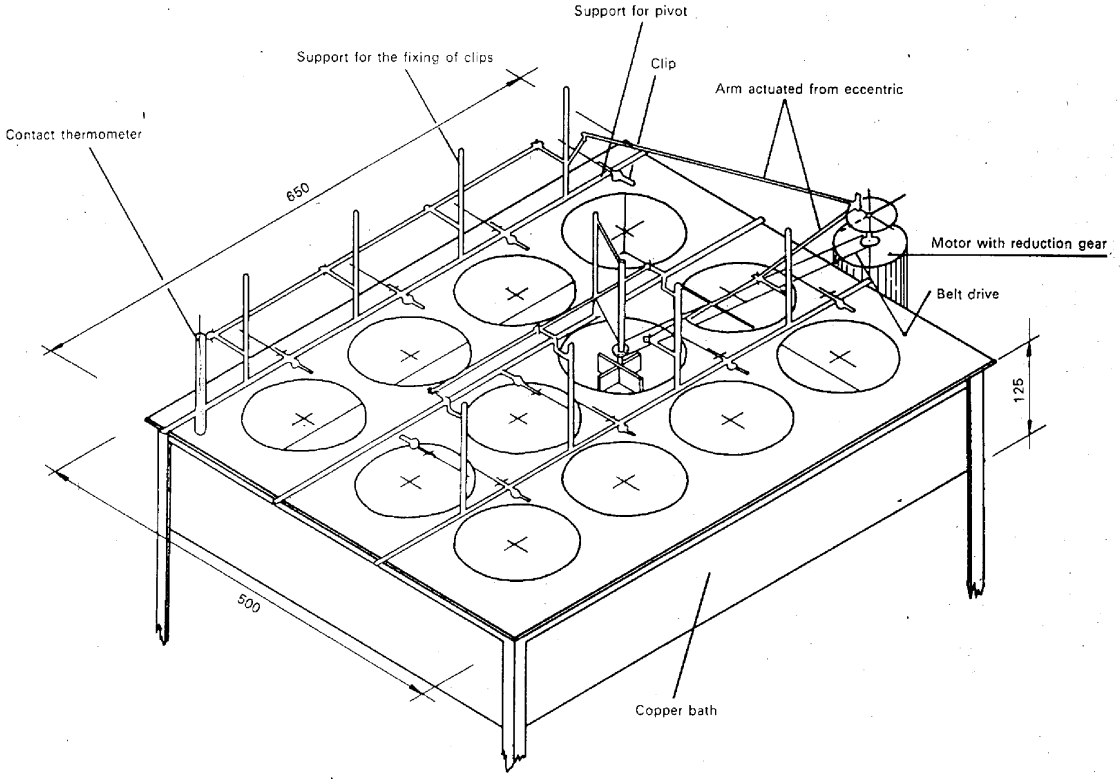
▼B

δοχείο, απορρίπτοντας την πρώτη ποσότητα του διηθήματος (50 ml περίπου).

Συλλέγονται στη συνέχεια 100 ml περίπου διαυγούς διηθήματος.

7.3. *Προσδιορισμός*

Στο εκχύλισμα που λαμβάνεται κατ' αυτό τον τρόπο προσδιορίζεται ο φώσφορος κατά τη μέθοδο 3.2.



Σχήμα 8

▼B

Μέθοδοι 3.1.5

Εκχύλιση με αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο

Μέθοδος 3.1.5.1

Εκχύλιση του διαλυτού φωσφόρου κατά Petermann στους 65 °C

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχυλίσεως του φωσφόρου του διαλυτού στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται αποκλειστικά στο διένυδρο όξινο φωσφορικό ασβέστιο εκ καθιζήσεως ($CaHPO_4.2H_2O$).

3. **Αρχή της μεθόδου**

Εκχύλιση του φωσφόρου σε θερμοκρασία 65 °C με αλκαλικό διάλυμα κιτρικού αμμωνίου (Petermann) υπό καθορισμένες συνθήκες.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο νερό ή απιονισμένο νερό με τα ίδια χαρακτηριστικά όπως και το απεσταγμένο.

4.1. Διάλυμα Petermann.

4.2. *Χαρακτηριστικά*

▼M4

Κιτρικό οξύ ($C_6H_8O_7.H_2O$): 173 g ανά λίτρο

Αμμωνία: 42 g ανά λίτρο αμμωνιακού αζώτου.

Θειικό οξύ: 0,25 mol/l

pH μεταξύ 9,4 και 9,7.

▼B

Παρασκευή από κιτρικό διαμμώνιο

Σε φιάλη των 5 λίτρων διαλύονται 931 g κιτρικού διαμμωνίου (μοριακή μάζα 226,19) σε περίπου 3 500 ml νερού. Τοποθετείται σε υδατόλουτρο με τρεχούμενο νερό, αναμειγνύεται, ψύχεται και προστίθεται η αμμωνία σε μικρές ποσότητες. Παραδείγματος χάριν, για d_{20} = 906 g/ml που αντιστοιχεί σε επίπεδο 20,81 % κατά μάζα του αμμωνιακού αζώτου, είναι ανάγκη να χρησιμοποιηθούν 502 ml διαλύματος αμμωνίας. Ρυθμίζεται η θερμοκρασία στους 20 °C, συμπληρώνεται ο όγκος με απεσταγμένο νερό. Αναμειγνύεται.

Παρασκευή από κιτρικό οξύ και αμμωνία

Σε δοχείο περιεκτικότητας των 5 λίτρων περίπου διαλύονται 865 g μονοενύδρου κιτρικού οξέος σε περίπου 2 500 ml απεσταγμένου νερού. Τοποθετείται το δοχείο σε παγόλουτρο και με τη βοήθεια χωνιού, το στέλεχος του οποίου είναι βυθισμένο στο διάλυμα κιτρικού οξέος, προστίθεται το διάλυμα αμμωνίας σε μικρές ποσότητες, αναδεύοντας συνεχώς. Παραδείγματος χάριν, για d_{20} = 906 g/ml που αντιστοιχεί σε επίπεδο 20,81 % κατά μάζα του αμμωνιακού αζώτου, είναι ανάγκη να χρησιμοποιηθούν 1 114 ml διαλύματος αμμωνίας. Ρυθμίζεται η θερμοκρασία στους 20 °C, μεταγγίζεται το περιεχόμενο σε φιάλη των 5 λίτρων, συμπληρώνεται ο όγκος με απεσταγμένο νερό μέχρι τη χαραγή και αναμειγνύεται.

Έλεγχος της περιεκτικότητας σε αμμωνιακό άζωτο

Λαμβάνονται 25 ml του διαλύματος, εισάγονται σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml και το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με απεσταγμένο νερό. Αναμειγνύεται. Προσδιορίζεται το αμμωνιακό περιεχόμενο σε 25 ml του διαλύματος αυτού κατά τη μέθοδο 2.1. Εάν το διάλυμα είναι σωστό πρέπει να χρησιμοποιηθούν 15 ml H_2SO_4 0,5 N.

Εάν η περιεκτικότητα σε αμμωνιακό άζωτο είναι μεγαλύτερη των 42 g/l, η NH_3 μπορεί να εκδιωχθεί με ένα ρεύμα αδρανούς αερίου ή με

▼B

μέτρια θέρμανση για να έλθει το pH στα 9,7. Πραγματοποιείται δεύτερος προσδιορισμός.

Εάν η περιεκτικότητα σε αμμωνιακό άζωτο είναι μικρότερη από 42 g/l, θα πρέπει να προστεθεί μία μάζα M αμμωνιακού διαλύματος:

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

ή ένας όγκος $V = \frac{M}{0,906}$ στους 20 °C.

Εάν V είναι μικρότερος από 25 ml, προστίθεται απευθείας στη φιάλη των 5 λίτρων με μία μάζα V × 0,173 g κονιοποιημένου κιτρικού οξέος.

Εάν V είναι μεγαλύτερος από 25 ml, πρέπει να παρασκευαστεί ένα καινούργιο λίτρο αντιδραστηρίου με τον ακόλουθο τρόπο.

Ζυγίζονται 173 g κιτρικού οξέος. Διαλύονται σε 500 ml νερού. Προστίθενται με τις προαναφερθείσες προφυλάξεις το πολύ 225 + V × 1 206 ml αμμωνιακού διαλύματος που χρησίμευσε για την παρασκευή των 5 λίτρων αντιδραστηρίου. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό. Αναμειγνύεται.

Το λίτρο αυτό αναμειγνύεται με τα 4 975 ml που παρασκευάσθηκαν προηγουμένως.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Υδατόλουτρο που επιτρέπει τη διατήρηση της θερμοκρασίας στους 65 (± 1) °C

5.2. Ογκομετρική φιάλη των 500 ml (π.χ. Stohmann)

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα*

Ζυγίζεται 1 g του προπαρασκευασθέντος δείγματος, με προσέγγιση 0,001 g, και εισάγεται στην ογκομετρική φιάλη των 500 ml (5.2).

7.2. *Εκχύλιση*

Προστίθενται 200 ml αλκαλικού διαλύματος κιτρικού αμμωνίου (4.1). Η φιάλη πωματίζεται και αναδεύεται ισχυρά με το χέρι για να αποφευχθεί ο σχηματισμός θρόμβων και για να παρεμποδιστεί τυχόν πρόσφυση της ουσίας στα τοιχώματα.

Η φιάλη τοποθετείται στο υδατόλουτρο που είναι ρυθμισμένο στους 65 °C και αναδεύεται κάθε 5 λεπτά κατά τη διάρκεια της πρώτης μισής ώρας. Μετά από κάθε ανάδευση αφαιρείται το πώμα για να εξισωθεί η πίεση. Η επιφάνεια του νερού στο υδατόλουτρο πρέπει να βρίσκεται πάνω από την επιφάνεια του διαλύματος στη φιάλη. Η φιάλη αφήνεται μία ώρα ακόμη στο υδατόλουτρο στους 65 °C και αναδεύεται κάθε 10 λεπτά. Αποσύρεται η φιάλη από το υδατόλουτρο, ψύχεται μέχρι θερμοκρασίας περίπου 20 °C, συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τα 500 ml με απεσταγμένο νερό. Αναμειγνύεται και διηθείται επί ξηρού πτυχωτού ηθμού απαλλαγμένου φωσφορικών, απορρίπτοντας την πρώτη ποσότητα του διηθήματος.

7.3. *Προσδιορισμός*

Ο προσδιορισμός του εκχυλισθέντος φωσφόρου πραγματοποιείται με τη μέθοδο 3.2 σε κατάλληλη ποσότητα του διαλύματος που λαμβάνεται κατ' αυτόν τον τρόπο.

▼B

Μέθοδος 3.1.5.2

Εκχύλιση του διαλυτού φωσφόρου κατά Petermann σε θερμοκρασία περιβάλλοντος

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχυλίσεως εν ψυχρώ του φωσφόρου του διαλυτού στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται αποκλειστικά στα διασπασμένα φωσφορικά.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Εκχύλιση του φωσφόρου σε θερμοκρασία περίπου 20 °C με αλκαλικό διάλυμα κιτρικού αμμωνίου (Petermann) υπό καθορισμένες συνθήκες.

4. **Αντιδραστήριο**

Βλέπε μέθοδο 3.1.5.1.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός και μια ογκομετρική φιάλη των 250 ml (π.χ. Stohmann)

5.2. Περιστροφικός αναδευτήρας (ταχύτητας 35-40 στροφών ανά λεπτό)

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα*

Ζυγίζονται 2,5 g του προπαρασκευασθέντος δείγματος, με προσέγγιση 0,001 g, και εισάγονται σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml (5.1).

7.2. *Εκχύλιση*

Προστίθεται λίγο διάλυμα Petermann στους 20 °C, αναδεύεται πολύ ισχυρά για να αποφευχθεί ο σχηματισμός θρόμβων και για να παρεμποδιστεί κάθε πρόσφυση της ουσίας στα τοιχώματα. Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με διάλυμα Petermann και η φιάλη πωματίζεται με πώμα από καουτσούκ.

Αναδεύεται επί δύο ώρες με περιστροφικό αναδευτήρα (5.2). Διηθείται αμέσως με ξηρό πτυχωτό ηθμό, απαλλαγμένο φωσφορικών, μέσα σε ξηρό δοχείο, απορρίπτοντας την πρώτη ποσότητα του διηθήματος.

7.3. *Προσδιορισμός*

Ο προσδιορισμός του εκχυλισθέντος φωσφόρου πραγματοποιείται με την μέθοδο 3.2 σε κατάλληλη ποσότητα του διαλύματος που λαμβάνεται κατ' αυτόν τον τρόπο.

Μέθοδος 3.1.5.3

Εκχύλιση του φωσφόρου του διαλυτού στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο Joulie

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται διαδικασία για τον προσδιορισμό του φωσφόρου του διαλυτού στο αλκαλικό κιτρικό αμμώνιο Joulie.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται σε όλα τα απλά ή σύνθετα φωσφορικά λιπάσματα στα οποία ο φωσφορικός ανυδρίτης βρίσκεται υπό αργιλοασβεστούχο μορφή.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Εκχύλιση με ισχυρή ανάδευση με αλκαλικό διάλυμα κιτρικού αμμωνίου καθορισμένου τύπου (και, ενδεχομένως, παρουσία οξίνης) σε θερμοκρασία πλησίον των 20 °C.

▼B

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό.

4.1. *Αλκαλικό διάλυμα κιτρικού αμμωνίου κατά Joulie.*

Το διάλυμα αυτό περιέχει 400 g κιτρικού οξέος και 153 g NH_3 ανά λίτρο. Η περιεκτικότητά του σε ελεύθερη αμμωνία είναι περίπου 55 g/l. Μπορεί να παρασκευαστεί με μία από τις παρακάτω τεχνικές.

4.1.1. Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου, διαλύονται 400 g κιτρικού οξέος ($C_6H_8O_7$. H_2O) σε περίπου 600 ml αμμωνίας (d_{20} = 0,925 g/ml, ήτοι 200 g NH_3 ανά λίτρο). Το κιτρικό οξύ προστίθεται με διαδοχικές προσθήκες 50 έως 80 g φροντίζοντας ταυτόχρονα να μην υπερβεί η θερμοκρασία τους 50 °C. Συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με αμμωνία.

4.1.2. Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου, διαλύονται 432 g κιτρικού διαμμωνίου καθαρού ($C_6H_{14}N_2O_7$) σε 300 ml νερού. Προστίθενται 440 ml αμμωνίας (d_{20} = 0,925 g/ml). Συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό.

Σημείωση

Έλεγχος της περιεκτικότητας σε ολική αμμωνία.

Λαμβάνονται 10 ml από το κιτρικό διάλυμα και φέρονται σε φιάλη των 250 ml. Συμπληρώνεται με απεσταγμένο νερό μέχρι τη χαραγή. Λαμβάνονται 25 ml και το αμμωνιακό άζωτο προσδιορίζεται σύμφωνα με τη μέθοδο 2.1.

▼M4

1 ml of H_2SO_4 0,25 mol/l = 0,008516 g of NH_3.

▼B

Στις συνθήκες αυτές, το αντιδραστήριο θεωρείται σωστό όταν ο αριθμός των χιλιοσόλιτρων που βρίσκεται κατά την ογκομέτρηση είναι μεταξύ 17,7 και 18 ml.

Αν όχι, πρέπει να προστεθούν 4,25 ml διαλύματος αμμωνίας (d_{20} = 0,925 g/l) ανά 0,1 ml κάτω των 18 ml που αναφέρονται παραπάνω.

4.2. Κονιοποιημένη υδροξυ-8-κινολίνη (οξίνη)

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός και μικρό ιγδίο από γυαλί ή πορσελάνη και ύπερος

5.2. Ογκομετρικές φιάλες των 500 ml

5.3. Ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml

5.4. Περιστροφικός αναδευτήρας (ταχύτητας 35-40 στροφών ανά λεπτό)

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα*

Ζυγίζεται 1 g προπαρασκευασθέντος λιπάσματος, με προσέγγιση 0,0005 g, και φέρεται σε μικρό ιγδίο. Προστίθενται περίπου 10 σταγόνες κιτρικού διαλύματος (4.1) για να διαβραχεί και λειοτριβείται πολύ προσεκτικά με τον ύπερο.

7.2. *Εκχύλιση*

Προστίθενται 20 ml κιτρικού αμμωνίου (4.1) και διαλύεται η πάστα αυτή στο υγρό. Αφήνεται σε ηρεμία ένα λεπτό περίπου.

Το υγρό αποχέεται μέσα σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml, αποφεύγοντας να παρασυρθούν τα μέρη που θα μπορούσαν να έχουν ξεφύγει από την προηγούμενη υγρή λειοτρίβηση. Προστίθενται 20 ml κιτρικού διαλύματος (4.1) στο υπόλοιπο, λειοτριβείται ξανά και το υγρό αποχέεται μέσα στην ογκομετρική φιάλη. Η εργασία επαναλαμβάνεται τέσσερις φορές ούτως ώστε όλο το υλικό να έχει μεταφερθεί στη φιάλη με την πέμπτη φορά. Η ολική ποσότητα του κιτρικού διαλύμα-

▼B

τος που χρησιμοποιείται για τις εργασίες αυτές πρέπει να είναι περίπου 100 ml.

Το ιγδίο και ο ύπερος εκπλύνονται πάνω από την ογκομετρική φιάλη με 40 ml απεσταγμένου νερού.

Η πωματισμένη φιάλη αναδεύεται με περιστροφικό αναδευτήρα (5.4) επί 3 ώρες.

Αφήνεται σε ηρεμία για 15 έως 16 ώρες και η ανάδευση επαναλαμβάνεται με τις αυτές συνθήκες επί 3 ώρες. Η θερμοκρασία καθόλη τη διάρκεια της εργασίας διατηρείται στους 20 (± 2) °C.

Συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με απεσταγμένο νερό. Διηθείται με ξηρό ηθμό, απορρίπτονται τα πρώτα χιλιοστόλιτρα του διηθήματος και το διαυγές διήθημα συλλέγεται σε ξηρή φιάλη.

7.3. *Προσδιορισμός*

Ο προσδιορισμός του εκχυλισθέντος φωσφόρου πραγματοποιείται με τη μέθοδο 3.2 σε κατάλληλη ποσότητα του διαλύματος που λαμβάνεται κατ' αυτόν τον τρόπο.

8. **Προσάρτημα**

Η χρήση οξίνης καθιστά δυνατή την εφαρμογή της μεθόδου αυτής στα λιπάσματα που περιέχουν μαγνήσιο. Συνιστάται να χρησιμοποιείται όταν η σχέση των περιεκτικοτήτων σε μαγνήσιο και σε φωσφορικό ανυδρίτη είναι μεγαλύτερη του 0,03 ($Mg/P_2O_5 > 0,03$). Στην περίπτωση αυτή, προστίθενται 3 g οξίνης στο διαβραχέν δείγμα ανάλυσης. Η χρήση οξίνης απουσία μαγνησίου δεν μπορεί εξάλλου να διαταράξει μεταγενέστερα τον προσδιορισμό. Σε περίπτωση που είναι γνωστή η απουσία μαγνησίου, είναι εντούτοις δυνατό να μη χρησιμοποιηθεί οξίνη.

Μέθοδος 3.1.6

Εκχύλιση του υδατοδιαλυτού φωσφόρου

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχυλίσεως του υδατοδιαλυτού φωσφόρου.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται σε όλα τα λιπάσματα, συμπεριλαμβανομένων και των συνθέτων λιπασμάτων, για τα οποία προβλέπεται ο προσδιορισμός του υδατοδιαλυτού φωσφόρου.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Εκχύλιση στο νερό με ανάδευση υπό καθορισμένες συνθήκες.

4. **Αντιδραστήριο**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Ογκομετρική φιάλη των 500 ml (π.χ. Stohmann)

5.2. Περιστροφικός αναδευτήρας (ταχύτητας 35-40 στροφών ανά λεπτό)

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα*

Ζυγίζονται 5 g του προπαρασκευασθέντος δείγματος, με προσέγγιση 0,001 g, και εισάγονται σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml (5.1).

7.2. *Εκχύλιση*

Προστίθενται στη φιάλη 450 ml νερού θερμοκρασίας μεταξύ 20 και 25 °C.

Αναδεύεται με τον περιστροφικό αναδευτήρα (5.2) επί 30 λεπτά.

▼B

Συμπληρώνεται στη συνέχεια μέχρι τη χαραγή με νερό. Αναμειγνύεται προσεκτικά με ανάδευση και διηθείται με πτυχωτό ξηρό ηθμό, απαλλαγμένο φωσφορικών, μέσα σε ξηρό δοχείο.

7.3. *Προσδιορισμός*

Ο προσδιορισμός του εκχυλισθέντος φωσφόρου πραγματοποιείται με τη μέθοδο 3.2 σε κατάλληλη ποσότητα του διαλύματος που λαμβάνεται κατ' αυτόν τον τρόπο.

Μέθοδος 3.2

Προσδιορισμός του εκχυλισθέντος φωσφόρου

(σταθμική μέθοδος με φωσφοροµολυβδαινική κινολίνη)

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του φωσφόρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται σε όλα τα εκχυλίσματα λιπασμάτων ([1]) που χρησιμεύουν στον προσδιορισμό των διαφόρων μορφών φωσφόρου.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά από ενδεχόμενη υδρόλυση, το φωσφόρο καθιζάνει σε όξινο περιβάλλον υπό μορφή φωσφοροµολυβδαινικής κινολίνης.

Μετά από διήθηση και έκπλυση, το ίζημα ξηραίνεται στους 250 °C και ζυγίζεται.

Υπό τις καθορισμένες συνθήκες, καμία παρενοχλητική δράση δεν αναπτύσσεται από τις ενώσεις που μπορούν να παρευρίσκονται στο διάλυμα (ανόργανα οξέα και οργανικά οξέα, ιόντα αμμωνίου, διαλυτά πυριτικά κ.λπ.), εάν χρησιμοποιείται για την καταβύθιση αντιδραστήριο με βάση μολυβδαινικό νάτριο ή μολυβδαινικό αμμώνιο.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό.

4.1. Πυκνό νιτρικό οξύ (d_{20} = 1,40 g/ml)

4.2. *Παρασκευή του αντιδραστηρίου*

4.2.1. Παρασκευή του αντιδραστηρίου με βάση μολυβδαινικό νάτριο

Διάλυμα Α: Διαλύονται 70 g μολυβδαινικού νατρίου διενύδρου σε 100 ml απεσταγμένου νερού.

Διάλυμα Β: Διαλύονται 60 g κιτρικού οξέος μονοενύδρου σε 100 ml νερού απεσταγμένου και προστίθενται 85 ml πυκνού νιτρικού οξέος (4.1).

Διάλυμα Γ: Προστίθεται υπό ανάδευση το διάλυμα Α στο διάλυμα Β για να ληφθεί το διάλυμα Γ.

Διάλυμα Δ: Σε 50 ml απεσταγμένου νερού, προστίθενται 35 ml πυκνού νιτρικού οξέος (4.1), κατόπιν 5 ml κινολίνης προσφάτως απεσταγμένης. Προστίθεται το διάλυμα αυτό στο διάλυμα Γ, αναμειγνύεται προσεκτικά και αφήνεται σε ηρεμία επί μία νύκτα στο σκοτάδι. Κατόπιν συμπληρώνεται μέχρι τα 500 ml με απεσταγμένο νερό, αναμειγνύεται ξανά και διηθείται με διηθητικό χωνί από πορώδες γυαλί (5.6).

4.2.2. Παρασκευή του αντιδραστηρίου με βάση μολυβδαινικό αμμώνιο

Διάλυμα Α: Σε 300 ml απεσταγμένου νερού, διαλύονται 100 g μολυβδαινικού αμμωνίου θερμαίνοντας ήπια και αναδεύοντας από καιρού σε καιρό.

([1]) Φώσφορος διαλυτός στα ανόργανα οξέα, υδατοδιαλυτός φώσφορος, φώσφορος διαλυτός σε διαλύματα κιτρικού αμμωνίου, φώσφορος διαλυτός στο κιτρικό οξύ 2 % και φώσφορος διαλυτός στο μυρμηκικό οξύ 2 %.

▼B

Διάλυμα Β: Διαλύονται 120 g μονοενύδρου κιτρικού οξέος σε 200 ml νερού απεσταγμένου και προστίθενται 170 ml πυκνού νιτρικού οξέος (4.1).

Διάλυμα Γ: Σε 70 ml πυκνού νιτρικού οξέος (4.1) προστίθενται 10 ml κινολίνης προσφάτως απεσταγμένης.

Διάλυμα Δ: Προστίθεται αργά, αναδεύοντας καλά, το διάλυμα Α στο διάλυμα Β. Αφού το προκύπτον διάλυμα ομογενοποιηθεί προσεκτικά, προστίθεται στο μείγμα αυτό το διάλυμα Γ και συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου. Αφήνεται σε ηρεμία επί δύο ημέρες στο σκοτάδι και διηθείται επί διηθητικού χωνιού από πορώδες γυαλί (5.6).

Τα αντιδραστήρια 4.2.1 και 4.2.2 είναι ισοδύναμης εφαρμογής· και τα δύο πρέπει να διατηρούνται στο σκοτάδι μέσα σε φιάλες από πολυαιθυλένιο κλεισμένες ερμητικά.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός και φιάλη Erlenmeyer των 500 ml πλατύλαιμη

5.2. Σιφώνια ακριβείας των 10, 25 και 50 ml

5.3. Γυάλινος ηθμός με διάμετρο πόρων 5 έως 20 μm

5.4. Φιάλη διηθήσεως υπό κενό (Buchner)

5.5. Πυριατήριο ρυθμισμένο στους 250 (± 10) °C

5.6. Διηθητικό χωνί από φρυγμένο γυαλί με διάμετρο πόρων 5 έως 20 μm

6. **Τρόπος εργασίας**

6.1. *Επεξεργασία του διαλύματος*

Λαμβάνεται με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος του λιπάσματος (βλέπε πίνακα 2) που περιέχει περίπου 0,01 g P_2O_5 και εισάγεται σε φιάλη Erlenmeyer των 500 ml. Προστίθενται 15 ml πυκνού νιτρικού οξέος [1] (4.1) και αραιώνεται με νερό μέχρι τα 100 ml περίπου.

Πίνακας 2

Προσδιορισμός των κατάλληλων ποσοτήτων των διαλυμάτων φωσφορικών

% P_2O_5 στο λίπασμα	% P στο λίπασμα	Δείγμα για ανάλυση (g)	Αραίωση (σε ml)	Δείγμα (ml)	Αραίωση (σε ml)	Δείγμα για καταβύθιση (ml)	Συντελεστής μετατροπής (F) της φωσφορομολυβδαινικής κινολίνης, σε % P_2O_5	Συντελεστής μετατροπής (F') της φωσφορομολυβδαινικής κινολίνης, σε % 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. *Υδρόλυση*

Εάν υπάρχει φόβος για την παρουσία μεταφωσφορικών, πυροφωσφορικών ή πολυφωσφορικών στο διάλυμα, πραγματοποιείται υδρόλυση κατά τον ακόλουθο τρόπο.

Το περιεχόμενο της φιάλης Erlenmeyer φέρεται σε ήπιο βρασμό και διατηρείται μέχρι η υδρόλυση να είναι πλήρης (συνήθως μία ώρα). Δίνεται προσοχή στην αποφυγή απωλειών από εκτινάξεις καθώς επί-

[1] 21 ml όταν το διάλυμα για καταβύθιση περιέχει άνω των 15 ml κιτρικού διαλύματος (ουδέτερου, αλκαλικού Petermann ή Joulie).

▼B

σης και στην υπερβολική εξάτμιση που θα μείωνε τον αρχικό όγκο πάνω από το μισό, με τη χρησιμοποίηση συστήματος καθέτου ψυκτήρα. Μετά το τέλος της υδρολύσεως, ο όγκος επαναφέρεται στον αρχικό με απεσταγμένο νερό.

6.3. *Προζύγιση του ηθμού*

Ξηραίνεται ο ηθμός (5.3) επί 15 λεπτά τουλάχιστον μέσα στο πυριατήριο σε θερμοκρασία 250 (± 10) °C. Προζυγίζεται μετά από ψύξη μέσα σε ξηραντήρα.

6.4. *Καταβύθιση*

Το όξινο διάλυμα που περιέχεται στη φιάλη Erlenmeyer θερμαίνεται μέχρις ενάρξεως βρασμού, και κατόπιν αρχίζει η καταβύθιση της φωσφορομολυβδαινικής κινολίνης προσθέτοντας, στάγδην και υπό συνεχή ανάδευση, 40 ml αντιδραστηρίου (4.2.1 ή 4.2.2) ([1]). Τοποθετείται η Erlenmeyer σε ατμόλουτρο επί 15 λεπτά, αναδεύοντας από καιρού σε καιρό. Μπορεί να διηθηθεί αμέσως ή μετά από ψύξη.

6.5. *Διήθηση και έκπλυση*

Διηθείται το διάλυμα μεταγγίζοντας υπό κενό. Εκπλύνεται το ίζημα στην Erlenmeyer με 30 ml νερού. Το διάλυμα μεταγγίζεται και διηθείται. Η εργασία αυτή επαναλαμβάνεται πέντε φορές. Το υπόλοιπο του διηθήματος μεταφέρεται ποσοτικά στον ηθμό με έκπλυση με νερό. Πλένεται τέσσερις φορές με 20 ml νερού, προσθέτοντας το νερό της εκπλύσεως μόνο μετά από πλήρη πρακτικώς διήθηση. Το ίζημα στεγνώνεται καλά.

6.6. *Ξήρανση και ζύγιση*

Σκουπίζεται το εξωτερικό του ηθμού με διηθητικό χαρτί. Τοποθετείται ο ηθμός αυτός σε πυριατήριο και διατηρείται μέχρις επιτεύξεως σταθερής μάζας σε θερμοκρασία 250 °C (5.5) (συνήθως 15 λεπτά). Αφήνεται να ψυχθεί μέσα στον ξηραντήρα σε θερμοκρασία περιβάλλοντος και ζυγίζεται γρήγορα.

6.7. *Τυφλός προσδιορισμός*

Για κάθε σειρά προσδιορισμών, εκτελείται και ένας τυφλός προσδιορισμός χρησιμοποιώντας μόνο τα αντιδραστήρια και τους διαλύτες στις αναλογίες που χρησιμοποιούνται και για την εκχύλιση (κιτρικό διάλυμα κ.λπ.) και λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

6.8. *Έλεγχος*

Εκτελείται ο προσδιορισμός σε κατάλληλη ποσότητα ενός διαλύματος δισόξινου φωσφορικού καλίου που να περιέχει 0,01 g P_2O_5.

7. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Εάν χρησιμοποιούνται τα δείγματα και οι αραιώσεις που υποδεικνύονται στον πίνακα 2, εφαρμόζεται ο ακόλουθος τύπος:

$$\% \text{ P στο λίπασμα} = (A - a)F'$$

ή

$$\% \text{ P 2 O5 στο λίπασμα} = (A - a)F$$

όπου

A = μάζα, σε γραμμάρια, της φωσφορομολυβδαινικής κινολίνης,

a = μάζα, σε γραμμάρια, της φωσφορομολυβδαινικής κινολίνης, που ευρίσκεται στον τυφλό προσδιορισμό,

F και F′ = συντελεστές των δύο τελευταίων στηλών του πίνακα 2.

([1]) Για καταβύθιση από διαλύματα φωσφορικών που περιέχουν άνω των 15 ml κιτρικού διαλύματος (ουδέτερου, Petermann ή Joulie) και που έχουν οξινιστεί με 21 ml πυκνού νιτρικού οξέος (βλέπε υποσημείωση υπό 6.1), χρησιμοποιούνται 80 ml αντιδραστηρίου.

▼B

Με δείγματα για ανάλυση και αραιώσεις διαφορετικές από εκείνες του πίνακα 2, εφαρμόζεται ο ακόλουθος τύπος:

$$\% \text{ Ρστο λίπασμα} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

ή

$$\% \text{ P 2O5 στο λίπασμα} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

όπου

f και f' = συντελεστές μετατροπής της φωσφορομολυβδαινικής κινολίνης σε P_2O_5 = 0,032074, (f) ή σε P = 0,013984 (f'),

D = συντελεστής αραίωσης,

M = μάζα, σε γραμμάρια, του αναλυομένου δείγματος.

Μέθοδος 4

Κάλιο

Μέθοδος 4.1

Προσδιορισμός της περιεκτικότητας σε υδατοδιαλυτό κάλιο

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού της περιεκτικότητας σε υδατοδιαλυτό κάλιο.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται σε όλα τα καλιούχα λιπάσματα που απαριθμούνται στο παράρτημα I.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Το κάλιο του δείγματος για ανάλυση φέρεται για διάλυση στο νερό. Μετά από απομάκρυνση ή δέσμευση των ουσιών που μπορούν να παρενοχλήσουν τον ποσοτικό προσδιορισμό, το κάλιο καθιζάνει σε ασθενώς αλκαλικό περιβάλλον, υπό μορφή τετραφαινυλοβορικού καλίου.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό.

4.1. *Φορμαλδεΰδη*

Διαυγές διάλυμα περιεκτικότητας 25 έως 35 % σε φορμαλδεΰδη.

4.2. Χλωριούχο κάλιο για ανάλυση

4.3. *Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου: 10 mol/l*

Πρέπει να χρησιμοποιείται μόνο υδροξείδιο του νατρίου, απαλλαγμένο καλίου.

4.4. *Διάλυμα δείκτη*

Διαλύονται 0,5 g φαινολοφθαλεΐνης σε αιθανόλη 90 % και συμπληρώνεται μέχρις όγκου 100 ml.

4.5. *Διάλυμα EDTA*

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml, διαλύονται 4 g διενύδρου δινατρίου άλατος του αιθυλενοδιαμινοτετραοξικού οξέος σε νερό. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή και αναμειγνύεται.

Το αντιδραστήριο αυτό διατηρείται σε πλαστικό δοχείο.

▼B

4.6. *Διάλυμα STPB*

Διαλύονται σε 480 ml νερού 32,5 g τετραφαινυλοβορικού νατρίου, προστίθενται 2 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (4.3) και 20 ml διαλύματος χλωριούχου μαγνησίου (100 g Mg Cl_2 . $6H_2O$ ανά λίτρο).

Αναδεύεται για 15 λεπτά και διηθείται με ηθμό χωρίς τέφρα.

Το αντιδραστήριο αυτό διατηρείται σε πλαστικό δοχείο.

4.7. *Υγρό εκπλύσεως*

Αραιώνονται 20 ml του διαλύματος STPB (4.6) μέχρι 1 000 ml με νερό.

4.8. *Βρωμιούχο νερό*

Κορεσμένο διάλυμα βρωμίου σε νερό.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Ογκομετρικές φιάλες των 1 000 ml

5.2. Ποτήρι ζέσεως των 250 ml

5.3. Γυάλινοι ηθμοί με διάμετρο πόρων 5 έως μ

5.4. Πυριατήριο ρυθμισμένο στους 120 (+ 10) °C

5.5. Ξηραντήρας

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

Στην περίπτωση των καλιούχων αλάτων, ο βαθμός λεπτότητας του δείγματος πρέπει να είναι τέτοιος ώστε να λαμβάνεται δείγμα αντιπροσωπευτικό για ανάλυση. Συνιστάται για τα προϊόντα αυτά να εφαρμόζεται η μέθοδος 1, σημείο 6, υπό α).

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα*

Ζυγίζονται, με προσέγγιση 0,001 g, 10 g του προπαρασκευασθέντος δείγματος (5 g για τα άλατα καλίου που περιέχουν περισσότερο από 50 % οξείδιο του καλίου). Η ποσότητα αυτή φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 600 ml με περίπου 400 ml νερού.

Φέρεται μέχρι βρασμού και αφήνεται να βράζει επί 30 λεπτά. Ψύχεται, μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml, συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή, αναμειγνύεται και διηθείται σε ξηρό δοχείο. Τα πρώτα 50 ml του διηθήματος απορρίπτονται (βλέπε σημείο 7.6, σημείωση για τον τρόπο εργασίας).

7.2. *Παρασκευή της κατάλληλης ποσότητας για καταβύθιση*

Λαμβάνεται με σιφώνιο κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος που να περιέχει 25 έως 50 mg καλίου (βλέπε πίνακα 3) και φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml. Συμπληρώνεται ενδεχομένως με νερό μέχρι τα 50 ml.

Για να αποφευχθούν ενδεχόμενες παρενέργειες, προστίθενται 10 ml διαλύματος EDTA (4.5), μερικές σταγόνες διαλύματος φαινολοφθαλεΐνης (4.4) και, στάγδην και υπό ανάδευση, διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου (4.3) μέχρις ερυθρού χρώματος, και τελικά μερικές σταγόνες επιπλέον υδροξειδίου του νατρίου για να εξασφαλιστεί η ύπαρξη περίσσειας (συνήθως 1 ml υδροξειδίου του νατρίου αρκεί για την εξουδετέρωση και την ύπαρξη περίσσειας).

Για την εκδίωξη του μεγαλύτερου μέρους της αμμωνίας [βλέπε σημείο 7.6, υπό β), σημείωση για τον τρόπο εργασίας], φέρεται σε ήπιο βρασμό επί 15 λεπτά.

Προστίθεται, αν χρειάζεται, νερό μέχρις όγκου 60 ml.

Φέρεται το διάλυμα σε βρασμό, απομακρύνεται το ποτήρι ζέσεως από τη φωτιά και προστίθενται 10 ml φορμαλδεΰδης (4.1). Προστίθενται μερικές σταγόνες φαινολοφθαλεΐνης και, αν χρειάζεται, μερικές ακόμη σταγόνες υδροξειδίου του νατρίου μέχρι σαφώς ερυθρού χρώματος. Φέρεται το ποτήρι σκεπασμένο με γυαλί ωρολογίου σε ατμόλουτρο επί 15 λεπτά.

▼B

7.3. *Προζύγιση του ηθμού*

Ο ηθμός ξηραίνεται μέχρι σταθερής μάζας (βλέπε σημείο 5 «Εργαστηριακά σκεύη και όργανα») (για 15 λεπτά περίπου) μέσα στο πυριατήριο (5.4) στους 120 °C.

Ο ηθμός αφήνεται να ψυχθεί μέσα σε ξηραντήρα και ζυγίζεται.

7.4. *Καταβύθιση*

Απομακρύνεται το ποτήρι από το ατμόλουτρο και υπό συνεχή ανάδευση προστίθενται στάγδην 10 ml διαλύματος STPB (4.6). Η προσθήκη αυτή πραγματοποιείται σε 2 λεπτά περίπου. Αναμένουμε τουλάχιστον 10 λεπτά πριν διηθήσουμε.

7.5. *Διήθηση και έκπλυση*

Διηθείται υπό κενό επί του γυάλινου ηθμού, εκπλύνεται το ποτήρι με το υγρό εκπλύσεως (4.7), εκπλύνεται το ίζημα τρεις φορές με το υγρό εκπλύσεως (περίπου 60 ml συνολικά) και δύο φορές με 5 έως 10 ml νερού.

Το ίζημα στεγνώνεται καλά.

7.6. *Ξήρανση και ζύγιση*

Σκουπίζεται το εξωτερικό του ηθμού με διηθητικό χαρτί. Τοποθετείται ο ηθμός με το περιεχόμενό του στο πυριατήριο επί μιάμιση ώρα σε θερμοκρασία 120 °C. Ο ηθμός αφήνεται να ψυχθεί μέσα σε ξηραντήρα σε θερμοκρασία περιβάλλοντος και ζυγίζεται γρήγορα.

Σημείωση για τον τρόπο εργασίας

α) Αν το διήθημα είναι σκοτεινού χρώματος, λαμβάνεται με σιφώνιο κατάλληλη ποσότητα περιέχουσα το ανώτερο 100 mg K_2O και εισάγεται σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml, προστίθεται βρωμιούχο νερό και φέρεται σε βρασμό για να εκδιωχθεί η περίσσεια βρωμίου. Μετά από ψύξη, συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή, διηθείται και το κάλιο προσδιορίζεται σε κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος.

β) Στην περίπτωση που δεν υπάρχει αμμωνιακό άζωτο ή υπάρχει σε χαμηλή ποσότητα, μπορεί να αποφευχθεί το βράσιμο των 15 λεπτών.

7.7. *Κατάλληλες ποσότητες για δειγματοληψία και συντελεστές μετατροπής*

Πίνακας 3

Για τη μέθοδο 4

% K_2O στο λίπασμα	% K στο λίπασμα	Δείγμα για ανάλυση (g)	Δείγμα του εκχυλίσματος για αραίωση (ml)	Αραίωση (σε ml)	Κατάλληλη ποσότητα δείγματος για καταβύθιση (ml)	Συντελεστής μετατροπής (F) $\frac{\%K_2O}{gTPBK}$	Συντελεστής μετατροπής (F ′) $\frac{\%K}{gTPBK}$
5-10	4,2-8,3	10	—	—	50	26,280	21,812
10-20	8,3-16,6	10	—	—	25	52,560	43,624
20-50	16,6-41,5	10	είτε —		10	131,400	109,060
			ή 50	250	50	131,400	109,060
άνω του 50	άνω του 41,5	5	είτε —	—	10	262,800	218,120
			ή 50	250	50	262,800	218,120

7.8. *Τυφλός προσδιορισμός*

Για κάθε σειρά προσδιορισμών, πραγματοποιείται τυφλός προσδιορισμός χρησιμοποιώντας μόνο τα αντιδραστήρια στις αναλογίες που χρησιμοποιούνται στην ανάλυση και λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

▼B

7.9. *Δοκιμή ελέγχου*

Πραγματοποιείται προς έλεγχο της αναλυτικής τεχνικής, προσδιορισμός σε κατάλληλη ποσότητα υδατικού διαλύματος χλωριούχου καλίου, που να περιέχει το πολύ 40 mg K_2O.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Εάν χρησιμοποιούνται τα δείγματα ανάλυσης και οι αραιώσεις που υποδεικνύονται στον πίνακα 3, εφαρμόζεται ο ακόλουθος τύπος:

$$\% \text{ K2O στολίπασμα} = (A - a)F$$

ή

$$\% \text{ K στο λίπασμα} = (A - a)F'$$

όπου

A = μάζα, σε γραμμάρια, του ιζήματος από το δείγμα,

a = μάζα, σε γραμμάρια, του ιζήματος από το τυφλό,

F και F′ = συντελεστές (βλέπε πίνακα 3).

Με δείγματα και αραιώσεις διαφορετικές από εκείνες του πίνακα 3, εφαρμόζεται ο ακόλουθος τύπος:

$$\text{K2O στο λίπασμα} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

ή

$$\text{K στο λίπασμα} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

όπου

f = συντελεστής μετατροπής του KTPB σε K_2O = 0,1314,

f′ = συντελεστής μετατροπής του KTPB σε K = 0,109,

D = συντελεστής αραίωσης,

M = μάζα, σε γραμμάρια, του δείγματος για ανάλυση.

Μέθοδος 5

Άνευ αντικειμένου

Μέθοδος 6

Χλώριο

Μέθοδος 6.1

Προσδιορισμός των χλωριδών απουσία οργανικών υλών

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού των χλωριδίων, απουσία οργανικών υλών.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται σε όλα τα λιπάσματα που είναι απαλλαγμένα οργανικών υλών.

▼B

3. **Αρχή της μεθόδου**

Τα χλωρίδια, έπειτα από διάλυση σε νερό, καθιζάνουν σε όξινο περιβάλλον με τη βοήθεια περίσσειας πρότυπου διαλύματος νιτρικού αργύρου. Η περίσσεια ογκομετρείται με διάλυμα θειοκυανικού αμμωνίου παρουσία σιδηρικού θειικού αμμωνίου (μέθοδος Volhard).

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο από χλωρίδια.

4.1. Νιτροβενζόλιο ή διαιθυλικός αιθέρας

4.2. Νιτρικό οξύ: 10 mol/l

4.3. *Διάλυμα δείκτη*

Διαλύονται 40 g σιδηρικού θειικού αμμωνίου $Fe_2(SO_4)_3.(NH_4)_2SO_4.24H_2O$ σε νερό και συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου.

4.4. *Πρότυπο διάλυμα νιτρικού αργύρου: 0,1 mol/l*

Παρασκευή

Καθώς το άλας αυτό είναι υγροσκοπικό και δεν μπορεί να ξηρανθεί χωρίς κίνδυνο αποσύνθεσης, συνιστάται να ζυγίζεται ποσότητα 9 g περίπου, να διαλύεται στο νερό και να συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου. Ρυθμίζεται ο τίτλος σε 0,1 mol/l με ογκομέτρηση $AgNO_3$ 0,1 mol/l.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Περιστροφικός αναδευτήρας (ταχύτητας 35-40 στροφών ανά λεπτό)

5.2. Προχοΐδες

5.3. Ογκομετρική φιάλη των 500 ml

5.4. Κωνική φιάλη (Erlenmeyer) των 250 ml

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα και παρασκευή του διαλύματος*

Ζυγίζονται 5 g του δείγματος, με ακρίβεια 0,001 g, φέρονται σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml και προστίθενται 450 ml νερού. Αναμειγνύονται επί μισή ώρα με τον αναδευτήρα (5.1)· ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι 500 ml με απεσταγμένο νερό· το σύνολο αναμειγνύεται και διηθείται σε ποτήρι ζέσεως.

7.2. *Προσδιορισμός*

Λαμβάνεται κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος που περιέχει το πολύ 0,150 g χλωριδίων. Παραδείγματος χάριν 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) ή 100 ml (1 g). Εάν ληφθεί δείγμα μικρότερο από 50 ml, είναι ανάγκη να συμπληρωθεί μέχρις όγκου 50 ml με απεσταγμένο νερό.

Προστίθενται 5 ml νιτρικού οξέος 10 mol/l (4.2), 20 ml διαλύματος δείκτη (4.3) και δύο σταγόνες πρότυπου διαλύματος θειοκυανικού αμμωνίου (δείγμα του τελευταίου αυτού αντιδραστηρίου λαμβάνεται με τη βοήθεια προχοΐδας ρυθμιζόμενης στο μηδέν για το σκοπό αυτό).

Με τη βοήθεια προχοΐδας προστίθεται στη συνέχεια πρότυπο διάλυμα νιτρικού αργύρου (4.4) μέχρις επίτευξης περίσσειας 2 έως 5 ml. Προστίθενται 5 ml νιτροβενζολίου ή 5 ml διαιθυλικού αιθέρα (4.1) και αναδεύεται προσεκτικά για να συσσωματωθεί το ίζημα. Ογκομετρείται η περίσσεια νιτρικού αργύρου με θειοκυανικό αμμώνιο 0,1 mol/l (4.5) μέχρις εμφανίσεως ερυθρού-καφέ χρώματος, το οποίο παραμένει μετά από ήπια ανάδευση της φιάλης.

Σημείωση

Το νιτροβενζόλιο ή ο διαιθυλικός αιθέρας (αλλά κυρίως το νιτροβενζόλιο) παρεμποδίζει την αντίδραση του αργυροχλωριδίου με θειοκυανικά ιόντα. Επομένως πραγματοποιείται σαφής αλλαγή χρώματος.

▼B

7.3. *Τυφλός προσδιορισμός*

Πραγματοποιείται τυφλό πείραμα (παραλείποντας το δείγμα) υπό τις ίδιες συνθήκες, το οποίο λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

7.4. *Δοκιμή ελέγχου*

Πριν από τον προσδιορισμό, ελέγχεται η ακρίβεια της μεθόδου χρησιμοποιώντας κατάλληλη ποσότητα προσφάτως παρασκευασθέντος διαλύματος χλωριούχου καλίου, κατά τρόπο ώστε να περιέχεται γνωστή ποσότητα της τάξεως των 100 mg χλωριδίων.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Το αποτέλεσμα της ανάλυσης εκφράζεται ως επί τοις εκατό περιεκτικότητα του δείγματος σε χλώριο, όπως έχει ληφθεί για ανάλυση.

Η περιεκτικότητα σε χλώριο (Cl), σε ποσοστό επί τοις εκατό, υπολογίζεται από τον τύπο:

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

όπου

V_z = αριθμός των χιλιοστόλιτρων νιτρικού αργύρου 0,1 mol/l,

V_{cz} = αριθμός των χιλιοστόλιτρων νιτρικού αργύρου 0,1 mol/l, που καταναλίσκονται στον τυφλό προσδιορισμό,

V_a = αριθμός των χιλιοστόλιτρων θειοκυανικού αμμωνίου 0,1 mol/l,

V_{ca} = αριθμός των χιλιοστόλιτρων θειοκυανικού αμμωνίου 0,1 mol/l, που καταναλίσκονται στον τυφλό προσδιορισμό,

M = μάζα, σε γραμμάρια, του αναλυόμενου δείγματος (7.2).

Μέθοδοι 7

Λεπτότητα αλέσματος

Μέθοδος 7.1

Προσδιορισμός της λεπτότητας αλέσματος

(ξηρά διαδικασία)

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται ξηρά διαδικασία για τον προσδιορισμό της λεπτότητας αλέσματος.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Όλα τα λιπάσματα τύπου ΕΚ για τα οποία προβλέπονται απαιτήσεις όσον αφορά τη λεπτότητα αλέσματος χρησιμοποιώντας κόσκινα με διάμετρο οπών 0,63 και 0,160 mm.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Με τη βοήθεια μηχανικού δονούμενου κόσκινου, προσδιορίζονται οι ποσότητες προϊόντος με μέγεθος κόκκων μεγαλύτερο από 0,63 mm και οι ποσότητες προϊόντος με μέγεθος κόκκων μεταξύ 0,16 και 0,63 mm, και υπολογίζεται το επί τοις εκατό ποσοστό της λεπτότητας αλέσματος.

4. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

4.1. Μηχανικός αναδευτήρας εφοδιασμένος με κόσκινο

4.2. Κόσκινα με οπές 0,16 και 0,63 mm αντίστοιχα, πρότυπου μεγέθους (διάμετρος 20 cm και ύψος 5 cm)

▼B

5. **Τρόπος εργασίας**

Ζυγίζονται 50 g ουσίας με προσέγγιση 0,05 g. Συναρμολογούνται τα δύο κόσκινα και το δοχείο συλλογής στον αναδευτήρα (4.1), τοποθετώντας στο επάνω μέρος το κόσκινο με τις μεγαλύτερες οπές. Τοποθετείται το δείγμα για ανάλυση στην κορυφή. Κοσκινίζεται επί 10 λεπτά και απομακρύνεται το μέρος που συλλέχθηκε στη βάση. Η συσκευή τίθεται πάλι σε λειτουργία και μετά από 1 λεπτό ελέγχεται ότι η ποσότητα που συλλέχθηκε στη βάση κατά το χρονικό αυτό διάστημα δεν είναι ανώτερη από 250 mg. Η εργασία επαναλαμβάνεται (επί 1 λεπτό κάθε φορά) μέχρις ότου συλλεχθεί ποσότητα μικρότερη από 250 mg. Ζυγίζεται το υπολειμματικό υλικό και στα δύο κόσκινα χωριστά.

6. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

$$\% \text{ λεπτότητας του δείγματος στο κόσκινο με διάμετρο οπών } 0,630 \text{ mm} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\% \text{ λεπτότητας του δείγματος στο κόσκινο με διάμετρο οπών } 0,160 \text{ mm} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

όπου

M_1 = μάζα, σε γραμμάρια, του υπολείμματος στο κόσκινο με διάμετρο οπών 0,63 mm,

M_2 = μάζα, σε γραμμάρια, του υπολείμματος στο κόσκινο με διάμετρο οπών 0,16 mm.

Αφού έχει ήδη απομακρυνθεί το υπόλειμμα από το κόσκινο με διάμετρο οπών 0,63 mm.

Τα αποτελέσματα των υπολογισμών αυτών στρογγυλεύονται στην αμέσως επόμενη μονάδα.

Μέθοδος 7.2

Προσδιορισμός της λεπτότητας αλέσματος των μαλακών φυσικών φωσφορικών

1. **Αντικείμενο**

Η παρούσα μέθοδος αφορά τον προσδιορισμό της λεπτότητας αλέσματος των μαλακών φυσικών φωσφορικών.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται αποκλειστικά στα φυσικά μαλακά φωσφορικά.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Στην περίπτωση των δειγμάτων λεπτής κοκκομετρικής τάξης μπορεί να συμβεί συσσωμάτωση, πράγμα που δυσχεραίνει την ξηρά διαδικασία κοσκινίσματος. Για το λόγο αυτό χρησιμοποιείται συνήθως το υγρό κοσκίνισμα.

4. **Αντιδραστήρια**

Διάλυμα εξαμεταφωσφορικού του νατρίου: 1 %.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Κόσκινα με οπές 0,063 και 0,125 mm αντίστοιχα πρότυπου μεγέθους (διάμετρος 20 cm και ύψος 5 cm)· δοχεία συλλογής

5.2. Γυάλινο χωνί με διάμετρο 20 cm στερεωμένο σε βάση

5.3. Ποτήρια ζέσεως των 250 ml

5.4. Πυριατήριο

6. **Μέθοδος ανάλυσης**

6.1. *Δειγματοληψία*

Ζυγίζονται 50 g ουσίας με προσέγγιση 0,05 g. Εκπλύνονται και οι δύο παρειές του κόσκινου με νερό και το κόσκινο με διάμετρο οπών 0,125 mm τοποθετείται επάνω στο κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm.

▼B

6.2. *Τρόπος εργασίας*

Τοποθετείται το δείγμα για ανάλυση στο επάνω κόσκινο. Κοσκινίζεται κάτω από λίγο ρέον κρύο νερό (μπορεί να χρησιμοποιηθεί νερό του δικτύου διανομής) μέχρις ότου το νερό να είναι σχεδόν διαυγές όταν διέρχεται από το κόσκινο. Λαμβάνεται φροντίδα να εξασφαλιστεί ότι η ροή του νερού να είναι τέτοια ώστε το κάτω κόσκινο να μη γεμίζει ποτέ με νερό.

Όταν το υπόλειμμα του επάνω κόσκινου φαίνεται να παραμένει περίπου σταθερό, αποσύρεται το κόσκινο και τοποθετείται εν τω μεταξύ σε ένα δοχείο συλλογής.

Συνεχίζεται το υγρό κοσκίνισμα με το κάτω κόσκινο για μερικά λεπτά, μέχρις ότου το νερό που διέρχεται να είναι σχεδόν διαυγές.

Ανατοποθετείται το κόσκινο 0,125 mm πάνω στο κόσκινο 0,063 mm. Το τυχόν στερεό υπόλειμμα του δοχείου συλλογής μεταγγίζεται στο επάνω κόσκινο και συνεχίζεται το κοσκίνισμα κάτω από λίγο ρέον νερό μέχρις ότου το νερό αυτό καταστεί και πάλι σχεδόν διαυγές.

Καθένα από τα ενδεχόμενα στερεά υπολείμματα μεταφέρεται ποσοτικά σε ένα διαφορετικό ποτήρι ζέσεως με τη βοήθεια του χωνιού. Δημιουργείται εναιώρημα με το κάθε υπόλειμμα γεμίζοντας τα ποτήρια ζέσεως με νερό. Αφήνεται σε ηρεμία επί 1 λεπτό περίπου, αποχέεται όσο το δυνατόν περισσότερο νερό.

Τα ποτήρια ζέσεως τοποθετούνται στο πυριατήριο σε θερμοκρασία 150 °C για δύο ώρες.

Αφήνονται να ψυχθούν, αποσπώνται τα στερεά υπολείμματα με πινέλο και ζυγίζονται.

7. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Τα αποτελέσματα των υπολογισμών αυτών στρογγυλεύονται στην αμέσως επόμενη μονάδα.

$$\% \text{ λεπτότητας του στερεού υπολείμματος στο κόσκινο με διάμετρο οπών } 0,125 \text{ mm} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\% \text{ λεπτότητας του στερεού υπολείμματος στο κόσκινο με διάμετρο οπών } 0,063 \text{ mm} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

όπου

M_1 = μάζα, σε γραμμάρια, του υπολείμματος στο κόσκινο με διάμετρο οπών 0,125 mm,

M_2 = μάζα, σε γραμμάρια, του υπολείμματος στο κόσκινο με διάμετρο οπών 0,063 mm.

8. **Παρατηρήσεις**

Εάν μετά το κοσκίνισμα παρατηρείται η παρουσία συσσωματωμάτων, η ανάλυση πρέπει να εκτελεστεί εκ νέου κατά τον ακόλουθο τρόπο.

Εισάγονται σιγά 50 g του δείγματος σε φιάλη του 1 λίτρου, η οποία περιέχει 500 ml διαλύματος εξαμεταφωσφορικού του νατρίου αναδεύοντας συνεχώς. Η φιάλη πωματίζεται και αναδεύεται ισχυρά με το χέρι για να διασπαστούν τα συσσωματώματα. Μεταγγίζεται το σύνολο του αιωρήματος στο επάνω κόσκινο και η φιάλη εκπλύνεται εξαντλητικά. Συνεχίζεται η ανάλυση όπως περιγράφεται υπό 6.2.

Μέθοδοι 8

Δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά

Μέθοδος 8.1

Εκχύλιση του ολικού ασβεστίου, του ολικού μαγνησίου, του ολικού νατρίου και του ολικού θείου σε μορφή θειικών ιόντων

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για την εκχύλιση του ολικού ασβεστίου, του ολικού μαγνησίου, του ολικού νατρίου καθώς και για την εκχύλιση του ολικού θείου που απαντά με τη μορφή θειικών ιόντων, με τρόπο ώστε να γίνεται, κατά το δυνατόν, μία μόνον εκχύ-

▼B

λιση προκειμένου να προσδιοριστεί το καθένα από τα θρεπτικά αυτά συστατικά.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΚ, για τα οποία ο παρών κανονισμός προβλέπει ότι πρέπει να δηλώνεται το ολικό ασβέστιο, το ολικό μαγνήσιο, το ολικό νάτριο και το ολικό θείο σε μορφή θειικών ιόντων.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Διαλυτοποίηση με βρασμό σε αραιό υδροχλωρικό οξύ.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Αραιό υδροχλωρικό οξύ*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) με έναν όγκο νερού.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Ηλεκτρική θερμαντική εστία με ρυθμιζόμενη θερμοκρασία.

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα ελέγχου*

Το ασβέστιο, το μαγνήσιο, το νάτριο και το θείο υπό μορφή θειικών ιόντων εκχυλίζονται από δείγμα ελέγχου 5 g, που ζυγίζεται με ακρίβεια 1 mg.

Όταν ωστόσο το λίπασμα περιέχει περισσότερο από 15 % θείου (S), δηλαδή 37,5 % SO_3 και περισσότερο από 18,8 % ασβεστίου (Ca), δηλαδή 26,3 % CaO, η εκχύλιση του ασβεστίου και του θείου επιτελείται σε δείγμα ελέγχου 1 g, που ζυγίζεται με ακρίβεια 1 mg. Το δείγμα ελέγχου φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 600 ml.

7.2. *Παρασκευή του διαλύματος*

Προστίθενται περίπου 400 ml νερού και 50 ml αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.1), κατά μικρές δόσεις και με προσοχή, εάν το προϊόν εμπεριέχει σημαντική ποσότητα ανθρακικών ιόντων. Το μείγμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για 30 λεπτά. Αφήνεται να ψυχθεί ενώ ανακινείται κατά διαστήματα. Μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το διάλυμα αναμειγνύεται. Διηθείται με ξηρό ηθμό σε ξηρό υποδοχέα. Οι πρώτες ποσότητες διηθήματος απορρίπτονται. Το εκχύλισμα πρέπει να είναι απόλυτα διαυγές. Εάν το διήθημα δεν πρόκειται να χρησιμοποιηθεί αμέσως, ο υποδοχέας πωματίζεται.

Μέθοδος 8.2

Εκχύλιση του ολικού θείου που απαντά με διάφορες μορφές

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για την εκχύλιση του ολικού θείου, όταν το στοιχείο αυτό περιέχεται στο λίπασμα με στοιχειακή μορφή ή/και με διάφορες μορφές χημικών ενώσεων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΚ, για τα οποία, όπως προβλέπει ο παρών κανονισμός, πρέπει να δηλώνεται το ολικό θείο, όταν το στοιχείο αυτό απαντά με διάφορες μορφές (στοιχειακό, θειοθειικά ιόντα, θειώδη ιόντα, θειικά ιόντα).

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετατροπή, σε αλκαλικό περιβάλλον, του στοιχειακού θείου σε πολυθειούχα και θειοθειικά ιόντα, ακολουθούμενη από οξείδωση των ιόντων αυτών καθώς και των θειωδών ιόντων, που ενδεχομένως περιέχονται στο δείγμα, με υπεροξείδιο του υδρογόνου. Με τον τρόπο αυτό

▼B

οι διάφορες μορφές θείου μετατρέπονται σε θειικά ιόντα, που προσδιορίζονται ποσοτικά με καταβύθιση θειικού βαρίου (μέθοδος 8.9).

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Αραιό υδροχλωρικό οξύ*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d = 1,18) με έναν όγκο νερού.

4.2. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου, NaOH, συγκεντρώσεως τουλάχιστον 30 % (d = 1,33)

4.3. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου, συγκεντρώσεως 30 % κατά βάρος

4.4. Υδατικό διάλυμα χλωριούχου βαρίου $BaCl_2$, $2H_2O$, συγκεντρώσεως 122 g/l

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Ηλεκτρική θερμαντική εστία με ρυθμιζόμενη θερμοκρασία.

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα ελέγχου*

Ζυγίζεται, με ακρίβεια 1 mg, ποσότητα λιπάσματος ώστε να περιέχει από 80 έως 350 mg θείου (S), ή 200 έως 875 mg SO_3.

Κατά κανόνα (όπου S < 15 %), ζυγίζονται 2,5 g. Το δείγμα ελέγχου φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml.

7.2. *Οξείδωση*

Προστίθενται 20 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (4.2) και 20 ml νερού. Το σύνολο καλύπτεται με γυαλί ωρολογίου. Θερμαίνεται μέχρι βρασμού για 5 λεπτά στη θερμαντική εστία (5.1). Αποσύρεται από την εστία. Το θείο που έχει προσκολληθεί στα τοιχώματα του ποτηριού ζέσεως περισυλλέγεται με πίδακα βραστού νερού και το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για 20 λεπτά. Αφήνεται να ψυχθεί.

Προστίθεται υπεροξείδιο του υδρογόνου (4.3) σε ποσότητες των 2 ml κάθε φορά, μέχρι να μην παρατηρείται πια αντίδραση. Απαιτούνται συνήθως 6 έως 8 ml υπεροξειδίου του υδρογόνου. Η οξείδωση αφήνεται να συνεχιστεί για μία ώρα και στη συνέχεια το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού για μισή ώρα. Αφήνεται να ψυχθεί.

7.3. *Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση*

Προστίθενται περίπου 50 ml νερού σε 50 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος (4.1).

— Για δείγματα περιεκτικότητας σε θείο (S) κάτω των 5 %:

το διάλυμα διηθείται σε ποτήρι ζέσεως των 600 ml. Το στερεό υπόλειμμα ξεπλένεται πολλές φορές με κρύο νερό. Μετά την περάτωση της έκπλυσης ελέγχονται οι τελευταίες σταγόνες του διηθήματος με διάλυμα χλωριούχου βαρίου (4.4) για την ύπαρξη θειικών ιόντων. Το διάλυμα, πρέπει να παραμένει τελείως διαυγές. Ο προσδιορισμός των θειικών ιόντων πραγματοποιείται σε ολόκληρη την ποσότητα του διηθήματος σύμφωνα με τη μέθοδο 8.9.

— Για δείγματα περιεκτικότητας σε θείο (S) άνω των 5 %:

το δείγμα φέρεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml, πληρούται μέχρι τη χαραγή με νερό και αναμειγνύεται. Διηθείται με ξηρό ηθμό σε δοχείο χωρίς υγρασία. Το διήθημα πρέπει να είναι τελείως διαυγές. Αν το διάλυμα δεν πρόκειται να χρησιμοποιηθεί αμέσως, ο υποδοχέας πωματίζεται. Ο προσδιορισμός των θειικών ιόντων πραγματοποιείται σε κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος διά καταβυθίσεως αυτών υπό τη μορφή θειικού βαρίου σύμφωνα με τη μέθοδο 8.9.

▼B

Μέθοδος 8.3

Εκχύλιση του υδατοδιαλυτού ασβεστίου, μαγνησίου, νατρίου και θείου

(σε μορφή θειικών ιόντων)

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για την εκχύλιση του υδατοδιαλυτού νατρίου, ασβεστίου, μαγνησίου και θείου σε μορφή θειικών ιόντων, ώστε να γίνεται μία μόνον εκχύλιση προκειμένου να προσδιοριστεί η περιεκτικότητα του λιπάσματος σε καθένα από τα θρεπτικά αυτά συστατικά.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται αποκλειστικά στα λιπάσματα για τα οποία προβλέπεται στο παράρτημα I ότι πρέπει να δηλώνεται το υδατοδιαλυτό ασβέστιο, μαγνήσιο, νάτριο και θείο υπό μορφή θειικών ιόντων.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Τα θρεπτικά συστατικά διαλυτοποιούνται με ζέον νερό.

4. **Αντιδραστήρια**

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό ανάλογης ποιότητας.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Ηλεκτρική θερμαντική εστία με ρυθμιζόμενη θερμοκρασία.

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα ελέγχου*

α) Για τα λιπάσματα που δεν περιέχουν θείο ή λιπάσματα που περιέχουν ταυτόχρονα το πολύ 3 % θείου (S), ήτοι 7,5 % SO_3, και το πολύ 4 % ασβεστίου (Ca), ήτοι 5,6 % CaO, ζυγίζονται 5 g λιπάσματος με ακρίβεια 1 mg.

β) Για τα λιπάσματα που περιέχουν περισσότερο από 3 % θείου (S) και περισσότερο από 4 % ασβεστίου (Ca), ζυγίζεται 1 g λιπάσματος με ακρίβεια 1 mg.

Το δείγμα ελέγχου φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 600 ml.

7.2. *Παρασκευή του διαλύματος*

Προστίθενται περίπου 400 ml νερού. Το μείγμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για μισή ώρα. Αφήνεται να ψυχθεί ενώ αναδεύεται κατά διαστήματα και μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το διάλυμα αναμειγνύεται.

Το διάλυμα διηθείται με ξηρό ηθμό σε ξηρό υποδοχέα. Οι πρώτες ποσότητες διηθήματος απορρίπτονται. Το διήθημα πρέπει να είναι απόλυτα διαυγές.

Αν το διάλυμα δεν πρόκειται να χρησιμοποιηθεί αμέσως, ο υποδοχέας πωματίζεται.

Μέθοδος 8.4

Εκχύλιση του υδατοδιαλυτού θείου όταν το θείο απαντά με διάφορες μορφές

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για την εκχύλιση του υδατοδιαλυτού θείου, όταν το στοιχείο αυτό απαντά στο λίπασμα με διάφορες μορφές.

▼B

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα, για τα οποία, όπως προβλέπει το παράρτημα I, πρέπει να δηλώνεται το υδατοδιαλυτό τριοξείδιο του θείου.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Το θείο διαλυτοποιείται με κρύο νερό και έπειτα μετατρέπεται σε θειικά ιόντα με οξείδωση με υπεροξείδιο του υδρογόνου σε αλκαλικό περιβάλλον.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Αραιό υδροχλωρικό οξύ*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) με έναν όγκο νερού.

4.2. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου περιεκτικότητας κατ' ελάχιστον 30 % σε NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml)

4.3. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου, συγκεντρώσεως 30 % κατά βάρος

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Ογκομετρική φιάλη Stohmann των 500 ml

5.2. Περιστρεφόμενος αναδευτήρας ρυθμισμένος στις 30 έως 40 στροφές το λεπτό

5.3. Ηλεκτρική θερμαντική εστία με ρυθμιζόμενη θερμοκρασία

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα ελέγχου*

α) Για τα λιπάσματα που περιέχουν ταυτόχρονα το πολύ 3 % θείου (S) ήτοι 7,5 % SO_3, και το πολύ 4 % ασβεστίου (Ca), ήτοι 5,6 % CaO, ζυγίζονται 5 g λιπάσματος με ακρίβεια 1 mg.

β) Για τα λιπάσματα που περιέχουν περισσότερο από 3 % θείου (S) και περισσότερο από 4 % ασβεστίου (Ca), ζυγίζεται 1 g λιπάσματος με ακρίβεια 1 mg.

Το δείγμα ελέγχου φέρεται σε φιάλη των 500 ml (5.1).

7.2. *Παρασκευή του διαλύματος*

Προστίθενται περίπου 400 ml νερού. Η φιάλη πωματίζεται. Ανακινείται (5.2) για 30 λεπτά. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το διάλυμα αναμειγνύεται. Διηθείται με ξηρό ηθμό σε ξηρό υποδοχέα. Αν το διάλυμα δεν πρόκειται να χρησιμοποιηθεί αμέσως, ο υποδοχέας πωματίζεται.

7.3. *Οξείδωση της κατάλληλης ποσότητας του διαλύματος για ανάλυση*

Λαμβάνεται κατάλληλη ποσότητα του διαλύματος της εκχύλισης όχι μεγαλύτερη από 50 ml και τόση ώστε κατά το δυνατόν να περιέχει από 20 έως 100 mg θείου (S).

Ο όγκος συμπληρώνεται, αν είναι απαραίτητο, μέχρι τα 50 ml με νερό. Προστίθενται 3 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (4.2) και 2 ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (4.3). Καλύπτεται με γυαλί ωρολογίου και το σύνολο θερμαίνεται στη θερμαντική εστία (5.3) μέχρι ήπιου βρασμού, που διατηρείται μία ώρα. Για όσο χρόνο συνεχίζεται η αντίδραση, προστίθεται διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου σε ποσότητες του 1 ml (5 ml κατ' ανώτατο όριο).

Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί και το γυαλί ωρολογίου αποσύρεται και εκπλύνεται μέσα στο ποτήρι. Το διάλυμα οξινίζεται με 20 ml περίπου αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.1). Ο όγκος του συμπληρώνεται με νερό μέχρι τα 300 ml περίπου.

Τα θειικά ιόντα προσδιορίζονται ποσοτικά στο σύνολο του διαλύματος που προκύπτει από την οξείδωση σύμφωνα με τη μέθοδο 8.9.

▼B

Μέθοδος 8.5

Εκχύλιση και προσδιορισμός του στοιχειακού θείου

Προσοχή

Κατά την ανάλυση χρησιμοποιείται διθειάνθρακας (CS_2). Αυτό απαιτεί ειδικά μέτρα ασφαλείας, ιδίως όσον αφορά:

— τη διαφύλαξη του CS_2,

— τον εξοπλισμό για προστασία προσωπικού,

— την υγιεινή του χώρου εργασίας,

— την προστασία από πυρκαγιές και εκρήξεις,

— την αποβολή των αντιδραστηρίων.

Η εφαρμογή της παρούσας μεθόδου απαιτεί εξειδικευμένο προσωπικό καθώς επίσης και αντίστοιχα κατάλληλο εξοπλισμένο εργαστήριο.

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για την εκχύλιση και τον ποσοτικό προσδιορισμό του στοιχειακού θείου που περιέχεται στα λιπάσματα.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΚ, για τα οποία, όπως προβλέπει το παράρτημα I, πρέπει να δηλώνεται το ολικό θείο σε στοιχειακή μορφή.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά την απομάκρυνση των ευδιάλυτων ενώσεων, εκχύλιση του στοιχειακού θείου με διθειάνθρακα. Στη συνέχεια, σταθμική ανάλυση του εκχυλιζόμενου θείου.

4. **Αντιδραστήρια**

Διθειάνθρακας.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Σφαιρική φιάλη εκχύλισης των 100 ml με σμυρισμένο στόμιο

5.2. Συσκευή Soxhlet με τις αντίστοιχες διηθητικές φύσιγγες

5.3. Περιστρεφόμενος εξατμιστήρας με διάταξη κενού

5.4. Ηλεκτρικός κλίβανος με εξαερισμό, ρυθμισμένος στους 90 (± 2) °C

5.5. Τριβλία Petri από πορσελάνη, διαμέτρου 5 έως 7 cm, με τοιχώματα όχι υψηλότερα από 5 cm

5.6. Ηλεκτρική θερμαντική εστία με ρυθμιζόμενη θερμοκρασία

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα ελέγχου*

Στη φύσιγγα της συσκευής Soxhlet (5.2) φέρονται 5 έως 10 g δείγματος, που έχουν ζυγιστεί με ακρίβεια 1 mg.

7.2. *Εκχύλιση του θείου*

Το περιεχόμενο της φύσιγγας εκπλύνεται εξαντλητικά με θερμό νερό, ώστε να απομακρυνθούν όλες οι ευδιάλυτες ενώσεις. Το σύνολο ξηραίνεται στον κλίβανο στους 90 °C (5.4) επί μία ώρα τουλάχιστον. Η φύσιγγα εισάγεται στη συσκευή Soxhlet (5.2).

Προζυγίζεται (P_0) η σφαιρική φιάλη της συσκευής (5.1) και φέρονται σ' αυτή 50 ml διθειάνθρακα (4.1) αφού προηγουμένως προστεθούν μερικά γυάλινα σφαιρίδια.

Μετά τη σύνδεση με τη συσκευή, το στοιχειακό θείο εκχυλίζεται για 6 ώρες. Η θέρμανση διακόπτεται και, αφού το σύνολο ψυχθεί, αποσυνδέεται η σφαιρική φιάλη από τη συσκευή. Η φιάλη προσαρμόζεται

▼B

στον περιστρεφόμενο εξατμιστήρα (5.3). Η εξάτμιση σταματά όταν το περιεχόμενο της σφαιρικής φιάλης στερεοποιηθεί σε σπογγώδη μάζα.

Η φιάλη ξηραίνεται στον κλίβανο στους 90 °C (5.4) μέχρι σταθερού βάρους (P_1). Συνήθως αρκεί μία ώρα.

7.3. *Προσδιορισμός της καθαρότητας του στοιχειακού θείου*

Είναι δυνατόν, ταυτόχρονα με το στοιχειακό θείο, να εκχυλιστούν με το διθειάνθρακα και ορισμένες άλλες ουσίες. Για να προσδιοριστεί η καθαρότητα του στοιχειακού θείου ακολουθείται η παρακάτω διαδικασία:

μετά από όσο το δυνατόν μεγαλύτερη ομογενοποίηση του περιεχομένου της σφαιρικής φιάλης, λαμβάνονται από αυτό 2 έως 3 g ουσίας, που ζυγίζονται με ακρίβεια 1 mg (n). Φέρονται σε τριβλίο Petri (5.5). Το σύνολο ζυγίζεται (P_2). Τοποθετείται πάνω στη θερμαντική εστία (5.6), που έχει ρυθμιστεί με τρόπο ώστε η θερμοκρασία να μην υπερβαίνει τους 220 °C για να μη γίνει καύση του θείου. Η εξάχνωση συνεχίζεται για 3 έως 4 ώρες μέχρι σταθερής μάζας (P_3).

Σημείωση

Για ορισμένα λιπάσματα μπορεί να μην ενδιαφέρει ο βαθμός καθαρότητας του θείου. Στην περίπτωση αυτή η εργασία τερματίζεται στο τέλος του σημείου 7.2.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε στοιχειακό θείο (S) είναι ίση με:

$$\text{Ακάθαρτο S (\%) στο λίπασμα} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

▼M4

$$\text{Καθαρότητα του εκχυλιζόμενου θείου (\%)} = \frac{P_2 - P_3}{n} \times 100$$

▼B

$$\text{Καθαρό S (\%) στο λίπασμα} = \frac{(P_1 - P_0)(P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100$$

όπου

m = μάζα του δείγματος ελέγχου του λιπάσματος, σε γραμμάρια,

P_0 = μάζα της φιάλης Soxhlet, σε γραμμάρια,

P_1 = μάζα της φιάλης Soxhlet flask μαζί με το ακάθαρτο θείο μετά την ξήρανση,

n = μάζα του ακάθαρτου θείου που υποβάλλεται σε καθαρισμό, σε γραμμάρια,

P_2 = μάζα του τριβλίου Petri,

P_3 = μάζα του τριβλίου Petri μετά την εξάχνωση του θείου σε γραμμάρια.

Μέθοδος 8.6

Προσδιορισμός του εκχυλισμένου ασβεστίου με μαγγανομέτρια μετά από καταβύθιση με τη μορφή του οξαλικού άλατος

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για τον προσδιορισμό του ασβεστίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΚ, για τα οποία, όπως προβλέπει το παράρτημα I, πρέπει να δηλώνεται το ολικό ή/και το υδατοδιαλυτό ασβέστιο.

▼M4

3. **Αρχή της μεθόδου**

Καταβύθιση του ασβεστίου που περιέχει κατάλληλη ποσότητα του διαλύματος της εκχύλισης με τη μορφή του οξαλικού άλατος, ύστερα από διαχωρισμό και διάλυση του τελευταίου, με ογκομέτρηση οξαλικού οξέος με τη βοήθεια υπερμαγγανικού καλίου.

▼B

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Αραιό υδροχλωρικό οξύ*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) με έναν όγκο νερού.

4.2. *Αραιό θειικό οξύ 1:10*

Ένας όγκος θειικού οξέος (d_{20} = 1,84 g/ml) σε δέκα όγκους νερού.

4.3. *Αραιό διάλυμα αμμωνίας 1:1*

Ένας όγκος αμμωνίας (d_{20} = 0,88 g/ml) με έναν όγκο νερού.

4.4. Κορεσμένο διάλυμα οξαλικού αμμωνίου [$(NH_4)_2\ C_2O_4\ H_2O$] σε θερμοκρασία περιβάλλοντος (περίπου 40 g/l)

4.5. Διάλυμα κιτρικού οξέος, 30 % (κ.ό.)

4.6. Διάλυμα χλωριούχου αμμωνίου, 5 % (κ.ό.)

4.7. Διάλυμα κυανού της βρωμοθυμόλης 0,1 % (κ.ό.), σε αιθανόλη 95 %

4.8. Διάλυμα πράσινου της βρωμοκρεσόλης 0,04 % (κ.ό.), σε αιθανόλη 95 %

4.9. Τιτλοδοτημένο διάλυμα υπερμαγγανικού καλίου, 0,02 mol/l

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Χωνευτήριο διήθησης από φρυγμένο γυαλί πορώδους 5 έως 20 μ

5.2. Θερμό υδατόλουτρο

6. **Παρασκευή της κατάλληλης ποσότητας διαλύματος για ανάλυση**

Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας λαμβάνεται κατάλληλη ποσότητα του διαλύματος της εκχύλισης, που έχει ληφθεί με μία από τις μεθόδους 8.1 ή 8.3, ώστε να περιέχει από 15 έως 50 mg Ca (= 21 έως 70 mg CaO). Έστω v_2 ο όγκος αυτής της κατάλληλης ποσότητας. Η ποσότητα αυτή φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml. Το διάλυμα εξουδετερώνεται, αν χρειάζεται (αλλαγή χρώματος του δείκτη (4.7) από πρασινόχρουν σε κυανούν), με μερικές σταγόνες διαλύματος αμμωνίας (4.3).

Προστίθενται 1 ml διαλύματος κιτρικού οξέος (4.5) και 5 ml διαλύματος χλωριούχου αμμωνίου (4.6).

7. **Καταβύθιση του οξαλικού ασβεστίου**

Προστίθενται περίπου 100 ml νερού. Το μείγμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, προστίθενται 8 έως 10 σταγόνες από το διάλυμα του δείκτη (4.8) και, κατά σταγόνες, 50 ml θερμού διαλύματος οξαλικού αμμωνίου (4.4). Αν σχηματιστεί ίζημα, διαλυτοποιείται με την προσθήκη μερικών σταγόνων υδροχλωρικού οξέος (4.1). Το σύνολο εξουδετερώνεται πολύ αργά με το διάλυμα αμμωνίας (4.3), με συνεχή ανάδευση, μέχρι να επιτευχθεί pH μεταξύ 4,4 και 4,6 (αλλαγή χρώματος του δείκτη (4.8) από πρασινόχρουν σε κυανούν). Το ποτήρι ζέσεως τοποθετείται σε ζέον υδατόλουτρο (5.2) και παραμένει εκεί για 30 λεπτά περίπου.

Το ποτήρι ζέσεως απομακρύνεται από το υδατόλουτρο, αφήνεται σε ηρεμία μία ώρα και ακολουθεί διήθηση στο χωνευτήριο (5.1).

8. **Ογκομέτρηση των οξαλικών ιόντων του ιζήματος**

Το ποτήρι ζέσεως και το χωνευτήριο εκπλύνονται μέχρι να απομακρυνθεί εντελώς η περίσσεια οξαλικού αμμωνίου (αυτό μπορεί να εξακριβωθεί από την απουσία χλωριόντων στο νερό έκπλυσης). Το χωνευτήριο τοποθετείται μέσα στο ποτήρι ζέσεως των 400 ml και το ίζημα διαλύεται με 50 ml θερμού θειικού οξέος (4.2). Ο όγκος του υγρού που περιέχει το ποτήρι συμπληρώνεται με νερό, ώστε να ληφθούν περίπου 100 ml. Το διάλυμα φέρεται σε θερμοκρασία 70 έως

▼B

80 °C και ογκομετρείται κατά σταγόνες με διάλυμα υπερμαγγανικού καλίου (4.9), ώσπου ο ροζ χρωματισμός να διαρκεί ένα λεπτό. Έστω n ο όγκος που καταναλώνεται.

9. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Η περιεκτικότητα του λιπάσματος σε ασβέστιο (Ca) είναι ίση με:

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

όπου

n = χιλιοστόλιτρα υπερμαγγανικού καλίου που καταναλώθηκαν,

m = μάζα του δείγματος ελέγχου σε γραμμάρια,

v_2 = όγκος της κατάλληλης ποσότητας του διαλύματος σε χιλιοστόλιτρα,

v_1 = όγκος του διαλύματος της εκχύλισης σε χιλιοστόλιτρα,

t = μοριακότητα του διαλύματος υπερμαγγανικού καλίου σε γραμμομόρια ανά λίτρο.

CaO (%) = Ca (%) ×1,400

Μέθοδος 8.7

Προσδιορισμός του μαγνησίου με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του μαγνησίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα των λιπασμάτων ΕΚ, που έχουν ληφθεί σύμφωνα με τις μεθόδους 8.1 και 8.3, για τα οποία πρέπει να δηλώνεται το ολικό μαγνήσιο ή/και το υδατοδιαλυτό μαγνήσιο, με εξαίρεση τα παρακάτω λιπάσματα που απαριθμούνται στο παράρτημα Ι Δ σχετικά με τα δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά:

— τύπου 4 (κιζερίτης),

— τύπου 5 (θειικό μαγνήσιο) και τύπου 5.1 (διάλυμα θειικού μαγνησίου),

— και με εξαίρεση το παρακάτω λίπασμα που περιλαμβάνεται στο παράρτημα Ι Α 3 σχετικά με τα καλιούχα λιπάσματα:

— τύπου 7 (κιζερίτης με προσθήκη θειικού καλίου)

— στα οποία εφαρμόζεται η μέθοδος 8.8.

Η παρακάτω μέθοδος μπορεί να εφαρμοστεί σε όλα τα εκχυλίσματα λιπασμάτων που περιέχουν στοιχεία σε ποσότητα τόση, ώστε να υπάρχει κίνδυνος να έχουν παρεμποδιστική δράση κατά το συμπλοκομετρικό προσδιορισμό του μαγνησίου.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά από κατάλληλη αραίωση του εκχυλίσματος, εκτελείται προσδιορισμός του μαγνησίου με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, 1 mol/l

4.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, 0,5 mol/l

4.3. *Πρότυπο διάλυμα μαγνησίου, 1,00 mg/ml*

4.3.1. Διαλύονται 1,013 θειικού μαγνησίου ($MgSO_4$, $7H_2O$) στο διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2)

4.3.2. Ζυγίζονται 1,658 g οξειδίου του μαγνησίου (MgO), που έχει προηγουμένως πυρωθεί για να απαλλαγεί από κάθε ίχνος ενανθράκωσης.

▼B

Φέρονται σε ποτήρι ζέσεως μαζί με 100 ml νερού και 120 ml υδροχλωρικού οξέος 1 mol/l (4.1). Μετά τη διάλυση, το διάλυμα μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται

ή

4.3.3. Πρότυπο διάλυμα εμπορίου

Για τον έλεγχο του πρότυπου διαλύματος εμπορίου αρμόδιο είναι το εργαστήριο.

4.4. *Διάλυμα χλωριούχου στροντίου*

Διαλύονται 75 g χλωριούχου στροντίου ($SrCl_2$ $6H_2O$) στο διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.2) και ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 500 ml με το ίδιο διάλυμα οξέος.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Φασματόμετρο για ατομική απορρόφηση, εφοδιασμένο με λυχνία μαγνησίου και ρυθμισμένο στα 285,2 nm.

Φλόγα ακετυλενίου-αέρα.

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μεθόδους 8.1 και 8.3.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. Εάν το λίπασμα έχει δηλωμένη περιεκτικότητα σε μαγνήσιο (Mg) μεγαλύτερη από 6 % (ήτοι 10 % MgO), λαμβάνονται 25 ml (V_1) από το διάλυμα της εκχύλισης (6). Φέρονται σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml, ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται. Ο συντελεστής αραίωσης είναι $D_1 = 100/V_1$.

7.2. Λαμβάνονται με σιφώνιο 10 ml από το διάλυμα της εκχύλισης (6) ή από το διάλυμα (7.1). Φέρονται σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και ακολουθεί ανάδευση. Ο συντελεστής αραίωσης είναι 200/10

7.3. Το διάλυμα αυτό (7.2) αραιώνεται με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2), ώστε να ληφθεί συγκέντρωση που να εμπίπτει στη βέλτιστη περιοχή λειτουργίας του φασματόμετρου (5.1). Έστω V_2 ο όγκος του λαμβανόμενου δείγματος στα 100 ml. Ο συντελεστής αραίωσης είναι $D_2 = 100/V_2$

Το τελικό διάλυμα πρέπει να περιέχει 10 % v/v διαλύματος χλωριούχου στροντίου (4.4).

7.4. *Παρασκευή του τυφλού διαλύματος*

Παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα ακολουθώντας όλη τη διαδικασία από την εκχύλιση (μέθοδος 8.1 ή 8.3) και παραλείποντας μόνο το δείγμα ελέγχου του λιπάσματος.

7.5. *Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης*

Με αραιώσεις του πρότυπου διαλύματος (4.3) με υδροχλωρικό οξύ 0,5 mol/l, παρασκευάζονται τουλάχιστον πέντε διαλύματα βαθμονόμησης με αυξανόμενες συγκεντρώσεις, ώστε να αντιστοιχούν στη βέλτιστη περιοχή μετρήσεων του οργάνου (5.1).

Τα διαλύματα αυτά πρέπει να περιέχουν 10 % v/v διαλύματος χλωριούχου στροντίου (4.4).

7.6. *Μετρήσεις*

Το φασματόμετρο (5.1) ρυθμίζεται σε μήκος κύματος 285,2 nm.

Ψεκάζονται διαδοχικά τα διαλύματα βαθμονόμησης (7.5), το διάλυμα μέτρησης (7.3) και το τυφλό διάλυμα (7.4), με έκπλυση του οργάνου με το διάλυμα, του οποίου η μέτρηση πρόκειται να ακολουθήσει. Η εργασία αυτή επαναλαμβάνεται τρεις φορές. Σχεδιάζεται καμπύλη βαθμονόμησης με τεταγμένη την τιμή που παρέχει το φασματόμετρο για κάθε διάλυμα βαθμονόμησης (7.5) και τετμημένη στις αντίστοιχες συγκεντρώσεις μαγνησίου εκφρασμένες σε μg/ml. Με βάση την καμπύλη αυτή προσδιορίζεται η συγκέντρωση μαγνησίου στο διάλυμα

▼B

ελέγχου (7.3), έστω X_s, και η συγκέντρωση στο τυφλό διάλυμα (7.4), έστω X_b.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Η συγκέντρωση μαγνησίου (Mg) ή οξειδίου του μαγνησίου (MgO) στο δείγμα υπολογίζεται από τα διαλύματα βαθμονόμησης, αφού ληφθεί υπόψη ο τυφλός προσδιορισμός.

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε μαγνήσιο (Mg) είναι ίση με:

$$\text{Mg (\%)} = \frac{(X_s - X_b)\, D_1 (200/10)\, D_2\, 500,100}{1000.1000\ M}$$

όπου

X_s = συγκέντρωση του προς ανάλυση διαλύματος όπως προκύπτει από την καμπύλη βαθμονόμησης σε μg/ml.

X_b = συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος όπως προκύπτει από την καμπύλη βαθμονόμησης σε μg/ml.

D_1 = συντελεστής αραίωσης, εφόσον έχει γίνει η αραίωση (7.1).

— Ισούται με 4 αν έχουν ληφθεί 25 ml.

— Ισούται με 1 όταν η αραίωση αυτή δεν έχει πραγματοποιηθεί.

— D_2 = ο συντελεστής αραίωσης είναι 7,3.

— M = μάζα του δείγματος ελέγχου κατά την εκχύλιση.

— MgO (%) = Mg (%)/0,6

Μέθοδος 8.8

Προσδιορισμός του μαγνησίου συμπλοκομετρικώς

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για τον προσδιορισμό του μαγνησίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα των παρακάτω λιπασμάτων ΕΚ, για τα οποία προβλέπεται προσδιορισμός του ολικού ή/και του υδατοδιαλυτού μαγνησίου:

— λιπάσματα του παραρτήματος Ι: απλά αζωτούχα λιπάσματα τύπου 1β + 1 γ (νιτρικό ασβέστιο και μαγνήσιο), τύπου 7 (νιτροθειικό μαγνήσιο), τύπου 8 (αζωτούχα λιπάσματα με μαγνήσιο) και απλά καλιούχα λιπάσματα τύπου 2 (εμπλουτισμένος καϊνίτης), τύπου 4 (χλωριούχο κάλιο περιέχον μαγνήσιο), τύπου 6 (θειικό κάλιο περιέχον άλατα μαγνησίου),

— λιπάσματα του παραρτήματος Ι Δ σχετικά με τα δευτερεύοντα θρεπτικά συστατικά.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Διαλυτοποίηση του μαγνησίου με μία από τις μεθόδους 8.1 ή/και 8.3. Πρώτη τιτλοδότηση με EDTA του Ca και Mg παρουσία μέλανος εριοχρώματος Τ. Δεύτερη τιτλοδότηση με EDTA του Ca παρουσία καλσεΐνης ή καλκόν-ανθρακικού οξέος. Προσδιορισμός του μαγνησίου εκ διαφοράς.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Πρότυπο διάλυμα μαγνησίου 0,05 mol/l:*

4.1.1. Διαλύεται ποσότητα 1,232 g θειικού μαγνησίου ($MgSO_4\ 7H_2O$) στο διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.11) και συμπληρώνεται μέχρις όγκου 100 ml με το ίδιο οξύ

ή

▼B

4.1.2. Ζυγίζονται 2,016 g οξειδίου του μαγνησίου, που έχει προηγουμένως πυρωθεί για να απαλλαγεί από κάθε ίχνος ενανθράκωσης. Φέρονται σε ποτήρι ζέσεως με 100 ml νερού

Προστίθενται υπό ανάδευση περί τα 120 ml υδροχλωρικού οξέος περίπου 1 mol/l (4.12).

Μετά τη διαλυτοποίηση του στερεού, το διάλυμα μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται.

1 ml των διαλυμάτων αυτών πρέπει να περιέχει 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO).

Για τον έλεγχο του τίτλου αυτού του πρότυπου διαλύματος αρμόδιο είναι το εργαστήριο.

4.2. *Μοριακό διάλυμα EDTA 0,05*

Ζυγίζονται 18,61 g διενύδρου δινατρίου άλατος του αιθυλενοδιαμινοτετραοξικού οξέος ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8,2H_2O$), που φέρονται σε ποτήρι ζέσεως των 1 000 ml και διαλύονται σε 600 έως 800 ml νερού. Το διάλυμα μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή και αναμειγνύεται. Τα διάλυμα αυτό ελέγχεται με το πρότυπο διάλυμα (4.1) με λήψη 20 ml από το τελευταίο αυτό και τιτλοδότηση σύμφωνα με την αναλυτική τεχνική που περιγράφεται υπό (7.2).

1 ml του διαλύματος EDTA πρέπει να αντιστοιχεί σε 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO) και σε 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) (βλέπε παρατηρήσεις 10.1 και 10.6).

4.3. *Πρότυπο μοριακό διάλυμα ασβεστίου 0,05*

Ζυγίζονται 5,004 g ξηρού ανθρακικού ασβεστίου. Φέρονται σε ποτήρι ζέσεως με 100 ml νερού. Προστίθενται υπό ανάδευση 120 ml υδροχλωρικού οξέος περίπου 1 mol/l (4.12).

Το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού προς εκδίωξη του διοξειδίου του άνθρακα, ψύχεται, μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου, ο όγκος συμπληρώνεται με νερό μέχρι τη χαραγή και αναμειγνύεται. Ελέγχεται η αντιστοιχία του διαλύματος αυτού προς το διάλυμα EDTA (4.2) σύμφωνα με την αναλυτική τεχνική (7.3). 1 ml του διαλύματος αυτού πρέπει να περιέχει 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) και να αντιστοιχεί σε 1 ml του μοριακού διαλύματος EDTA 0,05 (4.2).

4.4. *Δείκτης καλσεΐνη*

Αναμειγνύονται με προσοχή σε υγδίο 1 g καλσεΐνης με 100 g χλωριούχου νατρίου. Από το μείγμα αυτό χρησιμοποιούνται 10 mg. Ο δείκτης αλλάζει χρώμα από πράσινο σε πορτοκαλί. Η τιτλοδότηση πρέπει να συνεχίζεται μέχρι να ληφθεί πορτοκαλί χρώμα απαλλαγμένο από πράσινες ανταύγειες.

4.5. *Δείκτης καλκόν-ανθρακικόν οξύ*

Διαλύονται 400 mg καλκόν-ανθρακικού οξέος σε 100 ml μεθανόλης. Αυτό το διάλυμα διατηρείται μόνον για 4 εβδομάδες περίπου. Χρησιμοποιούνται 3 σταγόνες του διαλύματος αυτού. Ο δείκτης αλλάζει χρώμα από ερυθρόν σε κυανούν. Η τιτλοδότηση πρέπει να συνεχίζεται μέχρι λήψεως χρώματος κυανούν απαλλαγμένου από ερυθρές ανταύγειες.

4.6. *Δείκτης μέλανος εριοχρώματος T*

Διαλύονται 300 mg μέλανος εριοχρώματος T σε μείγμα 25 ml προπανόλης-1 και 15 ml τριαιθανολαμίνης. Αυτό το διάλυμα διατηρείται μόνον για 4 εβδομάδες περίπου. Χρησιμοποιούνται 3 σταγόνες του διαλύματος αυτού. Ο δείκτης αυτός αλλάζει χρώμα από ερυθρόν σε κυανούν και η τιτλοδότηση πρέπει να συνεχίζεται μέχρι λήψεως χρώματος κυανού απαλλαγμένου από ερυθρές ανταύγειες. Το χρώμα αλλάζει μόνο παρουσία μαγνησίου. Εάν είναι αναγκαίο, προστίθεται 1 ml του πρότυπου διαλύματος (4.1).

Σε περίπτωση ταυτόχρονης παρουσίας ασβεστίου και μαγνησίου, με το EDTA συμπλέκεται αρχικά το ασβέστιο και κατόπιν το μαγνήσιο. Στην περίπτωση αυτή, τα δύο αυτά στοιχεία τιτλοδοτούνται συνολικά.

▼B

4.7. *Διάλυμα κυανιούχου καλίου*

Υδατικό διάλυμα KCN 2 %. (Να μην αναρροφάται με το στόμα· βλέπε 10.7).

4.8. *Διάλυμα υδροξειδίου του καλίου και κυανιούχου καλίου*

Διαλύονται 280 g KOH και 66 g KCN σε νερό, ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι ενός λίτρου και το διάλυμα αναμειγνύεται.

4.9. *Ρυθμιστικό διάλυμα pH 10,5*

Σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml, διαλύονται 33 g χλωριούχου αμμωνίου σε 200 ml νερού, προστίθενται 250 ml αμμωνίας, (d_{20} = 0,91 g/ml), ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και το διάλυμα αναμειγνύεται. Το pH του διαλύματος αυτού ελέγχεται τακτικά.

4.10. Αραιό υδροχλωρικό οξύ: ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20}= 1,18 g/ml) με έναν όγκο νερού

4.11. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 0,5 mol/l

4.12. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 1 mol/l

4.13. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 5 mol/l

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Μαγνητικός ή μηχανικός αναδευτήρας

5.2. Πεχάμετρο

6. **Δοκιμή ελέγχου**

Εκτελείται προσδιορισμός σε κατάλληλες ποσότητες των διαλυμάτων 4.1 και 4.3, ώστε η σχέση Ca/Mg να είναι περίπου ίση με εκείνη του προς ανάλυση διαλύματος. Για το σκοπό αυτό, λαμβάνεται ποσότητα (a) ml του πρότυπου διαλύματος (4.3) και ποσότητα (b-a) ml του πρότυπου διαλύματος 4.1. (a) και (b) είναι τα χιλιοστόλιτρα του διαλύματος EDTA, που χρησιμοποιούνται στις δύο τιτλοδοτήσεις του προς ανάλυση διαλύματος. Ο τρόπος αυτός εργασίας είναι ορθός μόνον αν τα διαλύματα EDTA, ασβεστίου και μαγνησίου είναι ακριβώς ισοδύναμα. Σε αντίθετη περίπτωση, είναι αναγκαίο να γίνουν διορθώσεις.

7. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

Βλέπε μεθόδους 8.1 και 8.3.

8. **Προσδιορισμός**

8.1. *Κατάλληλες ποσότητες που λαμβάνονται*

Η λαμβανόμενη κατάλληλη ποσότητα πρέπει να περιέχει κατά το δυνατόν από 9 έως 18 mg μαγνησίου (= 15 έως 30 mg MgO).

8.2. *Τιτλοδότηση παρουσία μέλανος εριοχρώματος Τ*

Λαμβάνεται με σιφώνιο κατάλληλη ποσότητα (8.1) από το προς ανάλυση διάλυμα και φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml. Η περίσσεια του οξέος εξουδετερώνεται σε πεχάμετρο με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 5 mol/l (4.12). Το διάλυμα αραιώνεται με νερό μέχρι τα 100 ml περίπου. Προστίθενται 5 ml από το ρυθμιστικό διάλυμα (4.9). Το μετρούμενο pH στο πεχάμετρο πρέπει να είναι 10,5 ± 0,1. Προστίθενται 2 ml από το διάλυμα κυανιούχου καλίου (4.7) και 3 σταγόνες δείκτη μέλανος εριοχρώματος Τ (4.6). Τιτλοδοτείται με διάλυμα EDTA (4.2) υπό μετρία ανάδευση με τη βοήθεια αναδευτήρα (5.1) (βλέπε 10.2, 10.3 και 10.4). Έστω «b» ο αριθμός χιλιοστόλιτρων του διαλύματος EDTA 0,05 mol/l.

8.3. *Τιτλοδότηση παρουσία καλσεΐνης ή καλκόν-ανθρακικού οξέος*

Λαμβάνεται με σιφώνιο κατάλληλη ποσότητα του προς ανάλυση διαλύματος, ίση με εκείνη που χρησιμοποιείται για την παραπάνω τιτλοδότηση, και φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml. Η περίσσεια του οξέος εξουδετερώνεται σε πεχάμετρο με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 5 mol/l (4.13). Το διάλυμα αραιώνεται με νερό μέχρι τα 100 ml περίπου. Προστίθενται 10 ml διαλύματος KOH/KCN (4.8) και ο δείκτης (4.4 ή 4.5). Ακολουθεί τιτλοδότηση με διάλυμα EDTA (4.2) υπό μετρία ανάδευση με τη βοήθεια αναδευτήρα (5.1)

▼B

(βλέπε 10.2, 10.3 και 10.4.) Έστω «a» ο αριθμός χιλιοστόλιτρων του διαλύματος EDTA 0,05 mol/l.

9. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Για τα λιπάσματα ΕΚ που εμπίπτουν στο πεδίο εφαρμογής της μεθόδου (5 g λιπάσματος σε 500 ml εκχυλίσματος), η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος είναι ίση με:

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

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

όπου

a = αριθμός χιλιοστόλιτρων του διαλύματος EDTA 0,05 mol/l που χρησιμοποιούνται για την τιτλοδότηση παρουσία καλσεΐνης ή καλκόν-ανθρακικού οξέος,

b = αριθμός χιλιοστόλιτρων του διαλύματος EDTA 0,05 mol/l που χρησιμοποιούνται για την τιτλοδότηση παρουσία μέλανος εριοχρώματος T,

M = μάζα του δείγματος (σε γραμμάρια) που περιέχεται στη λαμβανόμενη κατάλληλη ποσότητα,

T = 0,2016 × mol/l του διαλύματος EDTA/0,05 (βλέπε 4.2),

T′ = 0,1216 × mol/l του διαλύματος EDTA/0,05 (βλέπε 4.2).

10. **Παρατηρήσεις**

10.1. Η στοιχειομετρική αναλογία EDTA-μετάλλου στις συμπλοκομετρικές αναλύσεις είναι πάντα 1:1, ανεξάρτητα από το σθένος του μετάλλου και παρόλο που το EDTA είναι τετρασθενές. Το διάλυμα EDTA που χρησιμοποιείται στην τιτλοδότηση και τα πρότυπα διαλύματα είναι επομένως μοριακά και όχι κανονικά.

10.2. Οι συμπλοκομετρικοί δείκτες συχνά είναι ευαίσθητοι στην επίδραση του ατμοσφαιρικού αέρα. Το χρώμα του διαλύματος μπορεί να εξασθενήσει στη διάρκεια της τιτλοδότησης. Στην περίπτωση αυτή πρέπει να προστίθενται μία έως δύο σταγόνες δείκτη. Αυτό ισχύει κυρίως για το μέλαν εριόχρωμα καθώς και για το καλκόν-ανθρακικό οξύ.

10.3. Τα σύμπλοκα μετάλλου-δείκτη συχνά είναι σχετικά σταθερά και η αλλαγή του χρώματος του δείκτη μπορεί να καθυστερήσει. Οι τελευταίες επομένως σταγόνες EDTA πρέπει να προστίθενται αργά και πρέπει να εξασφαλίζεται ότι δεν έχει γίνει υπέρβαση του σημείου αλλαγής χρώματος με την προσθήκη μίας σταγόνας διαλύματος μαγνησίου (4.1) ή ασβεστίου (4.3) 0,05 mol/l. Αυτό ισχύει ιδιαίτερα για το σύμπλοκο εριοχρώματος-μαγνησίου.

10.4. Η αλλαγή χρώματος του δείκτη δεν πρέπει να παρατηρείται κάθετα αλλά οριζόντια, διαμέσου του διαλύματος και το ποτήρι ζέσεως πρέπει να είναι τοποθετημένο πάνω σε λευκή επιφάνεια και σε καλή θέση ως προς το φως. Η αλλαγή χρώματος παρατηρείται επίσης εύκολα αν τοποθετηθεί το ποτήρι πάνω σε πλάκα από γαλακτώδες, τραχύ γυαλί, που φωτίζεται από κάτω με χαμηλό φωτισμό (λαμπτήρας των 25 W).

10.5. Η εκτέλεση της ανάλυσης αυτής απαιτεί κάποια πείρα. Η εργασία περιλαμβάνει, μεταξύ άλλων, την παρατήρηση των αλλαγών χρώματος των πρότυπων διαλυμάτων 4.1 και 4.3. Συνιστάται η διεξαγωγή των προσδιορισμών από τον ίδιο χημικό του εργαστηρίου.

10.6. Η χρησιμοποίηση διαλύματος EDTA εγγυημένου τίτλου (π.χ. Titrisol, Normex) μπορεί να απλουστεύσει τον έλεγχο της ισοδυναμίας των προτύπων διαλυμάτων 4.1, 4.2 και 4.3.

10.7. Τα διαλύματα που περιέχουν κυανιούχο κάλιο δεν πρέπει να απορρίπτονται στην αποχέτευση, αν προηγουμένως το κυάνιο δεν έχει μετατραπεί σε αβλαβή ένωση, π.χ. με οξείδωση με υποχλωριώδες νάτριο μετά από αλκαλικοποίηση του διαλύματος.

▼B

Μέθοδος 8.9

Προσδιορισμός των θειικών ιόντων

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του θείου που απαντά στα εκχυλίσματα των λιπασμάτων με τη μορφή θειικών ιόντων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στον ποσοτικό προσδιορισμό των θειικών ιόντων στα διαλύματα που προκύπτουν από τις εκχυλίσεις των μεθόδων 8.1, 8.2, 8.3 και 8.4.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Σταθμικός προσδιορισμός των θειικών ιόντων, που καταβυθίζονται ως θειικό βάριο.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Αραιό υδροχλωρικό οξύ*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) με έναν όγκο νερού.

4.2. Διάλυμα χλωριούχου βαρίου $BaCl_2 2.H_2O$: 122 g/l

4.3. Διάλυμα νιτρικού αργύρου: 5 g/l

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Χωνευτήρια από πορσελάνη

5.2. Ζεστό υδατόλουτρο

5.3. Πυριατήριο ρυθμισμένο στους 105 °C (± 1) °C

5.4. Ηλεκτρικός κλίβανος ρυθμισμένος στους 800 °C (± 50) °C

6. **Τρόπος εργασίας**

6.1. *Δειγματοληψία του διαλύματος*

Με τη βοήθεια σιφωνίου, λαμβάνεται από ένα από τα διαλύματα της εκχύλισης, που αναφέρονται υπό 2, κατάλληλη ποσότητα ώστε να περιέχει 20 έως 100 mg S ή 50 έως 250 mg SO_3.

Η ποσότητα αυτή φέρεται σε ποτήρι ζέσεως κατάλληλης χωρητικότητας. Προστίθενται 20 ml αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.1). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 300 ml περίπου με νερό.

6.2. *Παρασκευή του ιζήματος*

Το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού. Προστίθενται κατά σταγόνες περίπου 20 ml διαλύματος χλωριούχου βαρίου (4.2), με έντονη ανατάραξη του διαλύματος. Το μείγμα βράζεται για μερικά λεπτά.

Το ποτήρι, καλυμμένο με γυαλί ωρολογίου, μεταφέρεται σε ζέον υδατόλουτρο (5.2), όπου παραμένει μία ώρα. Αφήνεται κατόπιν σε ηρεμία εν θερμώ (στους ± 60 °C περίπου), μέχρι να διαυγαστεί το υπερκείμενο υγρό. Το διαυγές διάλυμα αποχύνεται σε ηθμό αργής διήθησης χωρίς τέφρα. Το ίζημα εκπλύνεται πολλές φορές με θερμό νερό. Η έκπλυση του ιζήματος συνεχίζεται πάνω στον ηθμό, μέχρι να απομακρυνθούν τελείως τα χλωριόντα. Αυτό εξακριβώνεται με το διάλυμα νιτρικού αργύρου (4.3).

6.3. *Καύση και ζύγιση του ιζήματος*

Ο ηθμός με το ίζημα τοποθετείται σε χωνευτήριο από πορσελάνη (5.1), που έχει προζυγιστεί με ακρίβεια 0,1 mg. Ακολουθεί ξήρανση στο πυριατήριο (5.3) και πύρωση για μισή ώρα στους 800 °C περίπου (5.4). Το σύνολο αφήνεται να ψυχθεί σε ξηραντήρα και ζυγίζεται με ακρίβεια 0,1 mg.

7. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

1 mg θειικού βαρίου αντιστοιχεί σε 0,137 mg S ή σε 0,343 mg SO_3.

▼B

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε θείο (S) είναι ίση με:

$$S\ (\%) = w \times 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3\ (\%) = S(\%) \times 2,5$$

όπου

w = μάζα του ιζήματος θειικού βαρίου σε χιλιοστόγραμμα,

v_1 = όγκος του διαλύματος της εκχύλισης σε χιλιοστόλιτρα,

v_2 = όγκος της κατάλληλης ποσότητας του διαλύματος σε χιλιοστόλιτρα,

m = μάζα του δείγματος ελέγχου σε γραμμάρια.

Μέθοδος 8.10

Προσδιορισμός του εκχυλισμένου νατρίου

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για τον ποσοτικό προσδιορισμό του νατρίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΚ, για τα οποία, όπως προβλέπει το παράρτημα I, πρέπει να δηλώνεται το νάτριο.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά από κατάλληλη αραίωση του εκχυλίσματος που λαμβάνεται με τη μέθοδο 8.1 ή/και 8.3, προσδιορίζεται η περιεκτικότητα του διαλύματος σε νάτριο με φλογοφασματομετρία.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Αραιό υδροχλωρικό οξύ*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος για ανάλυση (d_{20} = 1,18 g/ml) με έναν όγκο νερού.

4.2. Νιτρικό αργίλιο $Al(NO_3)_3.9H_2O$

4.3. Χλωριούχο καίσιο, CsCl

4.4. Άνυδρο χλωριούχο νάτριο, NaCl

4.5. *Διάλυμα χλωριούχου καισίου και νιτρικού αργιλίου*

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml, διαλύονται με νερό 50 g χλωριούχου καισίου (4.3) και 250 g νιτρικού αργιλίου (4.2). Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το διάλυμα αναμειγνύεται.

4.6. *Πρότυπο διάλυμα νατρίου συγκεντρώσεως 1 mg Na/ml*

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml διαλύονται με νερό 2,542 g χλωριούχου νατρίου (4.4). Προστίθενται 10 ml υδροχλωρικού οξέος (4.1). Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το διάλυμα αναμειγνύεται.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Φλογοφασματόμετρο που ρυθμίζεται για ακτινοβολία 589,3 nm.

6. **Διαλύματα βαθμονόμησης**

6.1. Σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml φέρονται 10 ml πρότυπου διαλύματος (4.6). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται. Συγκέντρωση του διαλύματος: 40 μg Na/ml

6.2. Σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml φέρονται 0, 5, 10, 15, 20, 25 ml του ενδιάμεσου διαλύματος (6.1). Προστίθενται 10 ml από το διάλυμα (4.5). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται. Συγκέντρωση των διαλυμάτων: 0, 2, 4, 6, 8, 10 μg Na/ml

▼B

7. **Παρασκευή των διαλυμάτων για μέτρηση**

Ανάλογα με την αναμενόμενη περιεκτικότητα του διαλύματος της εκχύλισης σε νάτριο που έχει ληφθεί με τη μέθοδο 8.1 ή 8.3 (5 g λιπάσματος σε 500 ml), παρασκευάζονται αραιώσεις σύμφωνα με τον ακόλουθο πίνακα:

Na_2O (%)	Na (%)	Ενδιάμεση αραίωση		Τελική αραίωση		Βαθμός αραίωσης
		Λήψη (ml) (v_2)	Αραίωση σε ml (v_3)	Λήψη (ml) (v_4)	Αραίωση σε ml	
3-5	2,2-3,7	10	50	10	100	50
5-10	3,7-7,4	10	100	10	100	100
10-20	7,4-15	10	100	5	100	200
20-38	15-28	5	100	5	100	400

Η ενδιάμεση αραίωση γίνεται με νερό. Στην τελική αραίωση προστίθενται, στην ογκομετρική φιάλη των 100 ml, 10 ml από το διάλυμα (4.5).

Για δείγμα ελέγχου 1 g, η λήψη στην τελική αραίωση (v_4) πολλαπλασιάζεται επί 5.

8. **Μετρήσεις**

Ετοιμάζεται το φασματόμετρο (5.1) για μετρήσεις στα 589,3 nm. Το όργανο βαθμονομείται με μέτρηση της απόκρισης για τα διαλύματα βαθμονόμησης (6.2). Ρυθμίζεται έπειτα η ευαισθησία του με τρόπο ώστε, όταν εισάγεται το διάλυμα βαθμονόμησης με τη μεγαλύτερη συγκέντρωση, να χρησιμοποιείται ολόκληρη η κλίμακά του. Ακολουθεί μέτρηση της απόκρισης για το προς ανάλυση διάλυμα του δείγματος (7). Η εργασία αυτή επαναλαμβάνεται τρεις φορές.

9. **Υπολογισμός των αποτελεσμάτων**

Σχεδιάζεται καμπύλη βαθμονόμησης με τεταγμένη τις μέσες τιμές απόκρισης για κάθε διάλυμα βαθμονόμησης και τετμημένη τις αντίστοιχες συγκεντρώσεις σε μg ανά ml. Με βάση την καμπύλη αυτή προσδιορίζεται η συγκέντρωση του διαλύματος ελέγχου σε νάτριο. Η ποσότητα νατρίου υπολογίζεται από τα πρότυπα διαλύματα λαμβάνοντας υπόψη τις αραιώσεις. Τα αποτελέσματα εκφράζονται σε επί τοις εκατό ποσοστό του δείγματος.

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε νάτριο (Na) είναι ίση με:

$$\text{Na } \% = x \cdot \frac{v_3}{v_4} \frac{v_1}{v_2} \frac{10^{-2}}{m}$$

$$Na_2O\ (\%) = Na(\%) \times 1,348$$

όπου

x = συγκέντρωση του διαλύματος που εισάγεται στο φασματόμετρο σε μg/ml,

v_1 = όγκος του διαλύματος της εκχύλισης σε χιλιοστόλιτρα,

v_2 = όγκος της ποσότητας του διαλύματος στην ενδιάμεση αραίωση σε χιλιοστόλιτρα,

v_3 = όγκος της ενδιάμεσης αραίωσης σε χιλιοστόλιτρα,

v_4 = όγκος της ποσότητας του διαλύματος στην τελική αραίωση σε χιλιοστόλιτρα (στα 100 ml),

m = μάζα του δείγματος ελέγχου σε γραμμάρια.

▼B

Μέθοδος 9

Θρεπτικά μικροσυστατικά σε συγκέντρωση μικρότερη ή ίση με 10 %

Μέθοδος 9.1

Εκχύλιση των ολικών θρεπτικών μικροσυστατικών

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχύλισης των παρακάτω θρεπτικών μικροσυστατικών: ολικού βορίου, ολικού κοβαλτίου, ολικού χαλκού, ολικού σιδήρου, ολικού μαγγανίου, ολικού μολυβδαινίου και ολικού ψευδαργύρου. Στόχος είναι να γίνονται ελάχιστες εκχυλίσεις, χρησιμοποιώντας, στο μέτρο του δυνατού, το ίδιο εκχύλισμα προκειμένου να προσδιοριστεί η ολική περιεκτικότητα σε καθένα από τα ανωτέρω θρεπτικά μικροσυστατικά.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΚ του παραρτήματος Ι Ε, τα οποία περιέχουν ένα ή περισσότερα από τα ακόλουθα θρεπτικά μικροσυστατικά: βόριο, κοβάλτιο, χαλκό, σίδηρο, μαγγάνιο, μολυβδαίνιο και ψευδάργυρο. Εφαρμόζεται για τον προσδιορισμό κάθε θρεπτικού μικροσυστατικού του οποίου η δηλωμένη περιεκτικότητα είναι μικρότερη ή ίση με 10 %.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Διαλυτοποίηση σε αραιό ζέον υδροχλωρικό οξύ.

Σημείωση

Η εκχύλιση είναι εμπειρική και μπορεί να μην είναι ποσοτική, ανάλογα με το προϊόν ή τα υπόλοιπα συστατικά του λιπάσματος. Ειδικότερα, στην περίπτωση ορισμένων οξειδίων του μαγγανίου, οι εκχυλιζόμενες ποσότητες μπορεί να είναι αισθητά χαμηλότερες από τη συνολική περιεκτικότητα του προϊόντος σε μαγγάνιο. Είναι καθήκον των παρασκευαστών λιπασμάτων να εξασφαλίζουν ότι η δηλωμένη περιεκτικότητα αντιστοιχεί πραγματικά στην ποσότητα που εκχυλίζεται υπό τις συνθήκες της μεθόδου.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 6 mol/l*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με έναν όγκο νερού.

4.2. Πυκνό διάλυμα αμμωνίας (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml)

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Ηλεκτρική θερμαντική εστία ρυθμιζόμενης θερμοκρασίας.

Σημείωση

Αν προβλέπεται ποσοτική ανάλυση του βορίου στο εκχύλισμα, απαγορεύεται να χρησιμοποιηθούν σκεύη από βοριοπυριτικό γυαλί. Για την εκχύλιση αυτή σε θερμοκρασία βρασμού, κατάλληλα υλικά είναι το τεφλόν ή το διοξείδιο του πυριτίου. Όταν για τον καθαρισμό των γυάλινων σκευών χρησιμοποιούνται απορρυπαντικά που περιέχουν βορικά άλατα, τα σκεύη αυτά πρέπει να εκπλύνονται σχολαστικά.

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα ελέγχου*

Ζυγίζεται ποσότητα λιπάσματος μεταξύ 2 και 10 g ανάλογα με τη δηλωμένη περιεκτικότητα του εκάστοτε στοιχείου στο προϊόν. Χρησιμοποιείται ο παρακάτω πίνακας για να ληφθεί ένα τελικό διάλυμα, το οποίο, μετά από κατάλληλη αραίωση, περικλείεται από πλευράς συγκέντρωσης στην περιοχή μετρήσεων κάθε μεθόδου. Τα δείγματα ζυγίζονται με ακρίβεια 1 mg.

▼B

Δηλωμένη περιεκτικότητα του λιπάσματος σε θρεπτικό μικροσυστατικό (%)	< 0,01	0,01-< 5	≥ 5-10
Μάζα του δείγματος ελέγχου (g)	10	5	2
Μάζα του στοιχείου στο δείγμα (mg)	1	0,5-250	100-200
Όγκος του εκχυλίσματος V (ml)	250	500	500
Συγκέντρωση του στοιχείου στο εκχύλισμα (mg/l)	4	1-500	200-400

Το δείγμα φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml.

7.2. *Παρασκευή του διαλύματος*

Το δείγμα υγραίνεται, εφόσον είναι απαραίτητο, με λίγο νερό, και προστίθενται αρχικά, σε μικρές δόσεις και με προσοχή, 10 ml αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.1) ανά γραμμάριο λιπάσματος και προστίθενται, κατόπιν, 50 ml νερού. Το ποτήρι ζέσεως καλύπτεται με γυαλί ωρολογίου και το περιεχόμενό του αναμειγνύεται. Το σύνολο θερμαίνεται στη θερμαντική εστία μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για μισή ώρα. Αφήνεται να ψυχθεί ενώ ανακινείται κατά διαστήματα. Μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 250 ή 500 ml (βλέπε πίνακα). Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς. Διηθείται με ξηρό ηθμό σε ξηρό υποδοχέα. Οι πρώτες ποσότητες διηθήματος απορρίπτονται. Το εκχύλισμα πρέπει να είναι απόλυτα διαυγές.

Συνιστάται να εκτελείται η ποσοτική ανάλυση το ταχύτερο δυνατόν σε κατάλληλες ποσότητες του διαυγούς διηθήματος. Σε αντίθετη περίπτωση, ο υποδοχέας πρέπει να πωματίζεται.

Παρατήρηση

Εκχυλίσματα στα οποία πρέπει να προσδιοριστεί η περιεκτικότητα σε βόριο: ρυθμίζεται το pH των εκχυλισμάτων αυτών σε τιμή μεταξύ 4 και 6 με πυκνό διάλυμα αμμωνίας (4.2).

8. **Προσδιορισμός**

Ο προσδιορισμός κάθε θρεπτικού μικροσυστατικού πραγματοποιείται σε κατάλληλες ποσότητες ανάλογα με τις ειδικές μεθόδους για το εκάστοτε μικροσυστατικό.

Εφόσον απαιτείται, οι οργανικοί παράγοντες χηλικής ή άλλης συμπλοκοποίησης απομακρύνονται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.3. Υπενθυμίζεται ότι, προκειμένου για ποσοτικό προσδιορισμό με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης, η απομάκρυνση αυτή είναι κατά κανόνα περιττή.

Μέθοδος 9.2

Εκχύλιση των υδατοδιαλυτών θρεπτικών μικροσυστατικών

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχύλισης των υδατοδιαλυτών μορφών των παρακάτω θρεπτικών μικροσυστατικών: βορίου, κοβαλτίου, χαλκού, σιδήρου, μαγγανίου, μολυβδαινίου και ψευδαργύρου. Στόχος είναι να γίνονται ελάχιστες εκχυλίσεις, χρησιμοποιώντας, στο μέτρο του δυνατού, το ίδιο εκχύλισμα προκειμένου να προσδιοριστεί η περιεκτικότητα σε καθένα από τα ανωτέρω θρεπτικά μικροσυστατικά.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΚ του παραρτήματος Ι, τα οποία περιέχουν ένα ή περισσότερα από τα ακόλουθα θρε-

▼B

πτικά μικροσυστατικά: βόριο, κοβάλτιο, χαλκό, σίδηρο, μαγγάνιο, μολυβδαίνιο και ψευδάργυρο. Εφαρμόζεται για τον προσδιορισμό κάθε θρεπτικού μικροσυστατικού του οποίου η δηλωμένη περιεκτικότητα είναι μικρότερη ή ίση με 10 %.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Τα θρεπτικά μικροσυστατικά εκχυλίζονται με ανάδευση του λιπάσματος μέσα σε νερό σε θερμοκρασία 20 °C (± 2) °C.

Σημείωση

Η εκχύλιση είναι εμπειρική και ενδέχεται να είναι κατά το μάλλον ή ήττον ποσοτική.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 6 mol/l*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με έναν όγκο νερού.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Περιστρεφόμενος αναδευτήρας ταχύτητας 35 έως 40 στροφών ανά λεπτό

5.2. Πεχάμετρο

Σημείωση

Εάν προβλέπεται ποσοτική ανάλυση του βορίου στο εκχύλισμα, απαγορεύεται να χρησιμοποιηθούν σκεύη από βοριοπυριτικό γυαλί. Για την εκχύλιση αυτή κατάλληλα υλικά είναι το τεφλόν ή το διοξείδιο του πυριτίου. Όταν για τον καθαρισμό των γυάλινων σκευών χρησιμοποιούνται απορρυπαντικά που περιέχουν βορικά άλατα, τα σκεύη αυτά πρέπει να εκπλύνονται σχολαστικά.

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα ελέγχου*

Ζυγίζεται ποσότητα λιπάσματος μεταξύ 2 και 10 g ανάλογα με τη δηλωμένη περιεκτικότητα του προϊόντος στο εκάστοτε στοιχείο. Χρησιμοποιείται ο παρακάτω πίνακας για να ληφθεί ένα τελικό διάλυμα, το οποίο, μετά από κατάλληλη αραίωση, περικλείεται από πλευράς συγκέντρωσης στην περιοχή μετρήσεων κάθε μεθόδου. Τα δείγματα ζυγίζονται με ακρίβεια 1 mg.

Δηλωμένη περιεκτικότητα του λιπάσματος σε θρεπτικό μικροσυστατικό (%)	< 0,01	0,01-< 5	≥ 5-10
Μάζα του δείγματος ελέγχου (g)	10	5	2
Μάζα του στοιχείου στο δείγμα (mg)	1	0,5-250	100-200
Όγκος του εκχυλίσματος V (ml)	250	500	500
Συγκέντρωση του στοιχείου στο εκχύλισμα (mg/l)	4	1-500	200-400

Το δείγμα φέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 250 ή 500 ml (σύμφωνα με τον πίνακα).

7.2. *Παρασκευή του διαλύματος*

Προστίθενται περίπου 200 ml νερού σε φιάλη των 250 ml ή 400 ml νερού σε φιάλη των 500 ml.

▼B

Η φιάλη πωματίζεται επιμελώς, ανακινείται ζωηρά με το χέρι, ώστε να επιτευχθεί καλή διασπορά του προϊόντος και τοποθετείται στον αναδευτήρα. Η συσκευή τίθεται σε λειτουργία για 30 λεπτά.

Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

7.3. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Ακολουθεί αμέσως διήθηση σε καθαρή και ξηρή φιάλη. Η φιάλη πωματίζεται. Συνιστάται να εκτελείται η ποσοτική ανάλυση το ταχύτερο δυνατόν μετά τη διήθηση.

Σημείωση

Εάν το διήθημα θολώνει προοδευτικά, επαναλαμβάνεται η εκχύλιση σύμφωνα με τα σημεία 7.1 και 7.2 σε ογκομετρική φιάλη όγκου Ve. Ένα μέρος του εκχυλίσματος διηθείται σε ξηρή ογκομετρική φιάλη, χωρητικότητας W, στην οποία προηγουμένως έχουν τοποθετηθεί 5,00 ml αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.1). Η διήθηση διακόπτεται ακριβώς τη στιγμή που ο όγκος του διηθήματος φθάνει τη χαραγή της φιάλης. Το διήθημα αναμειγνύεται επιμελώς.

Υπό τις συνθήκες αυτές, η τιμή του V στην έκφραση των αποτελεσμάτων είναι:

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Αυτή είναι η τιμή του V που χρησιμοποιείται για τις αραιώσεις στην έκφραση των αποτελεσμάτων.

8. **Προσδιορισμός**

Ο προσδιορισμός κάθε θρεπτικού μικροσυστατικού πραγματοποιείται σε κατάλληλες ποσότητες ανάλογα με τις ειδικές μεθόδους για το εκάστοτε μικροσυστατικό.

Εφόσον απαιτείται, οι οργανικοί παράγοντες χηλικής ή άλλης συμπλοκοποίησης απομακρύνονται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.3. Υπενθυμίζεται ότι, προκειμένου για ποσοτικό προσδιορισμό με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης, η απομάκρυνση αυτή είναι κατά κανόνα περιττή.

Μέθοδος 9.3

Απομάκρυνση των οργανικών ενώσεων από τα εκχυλίσματα λιπασμάτων

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος απομάκρυνσης των οργανικών ενώσεων από τα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 και 9.2 από λιπάσματα, για τα οποία στο παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτείται να δηλώνεται το ολικό ή/και υδατοδιαλυτό στοιχείο.

Σημείωση

Συνήθως, η παρουσία μικρών ποσοτήτων οργανικής ύλης δεν επηρεάζει τον προσδιορισμό με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Οι οργανικές ενώσεις που περιέχονται σε κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος οξειδώνονται με υπεροξείδιο του υδρογόνου.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Αραιό διάλυμα υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 0,5 mol/l*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με 20 όγκους νερού.

4.2. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), απαλλαγμένο από θρεπτικά μικροσυστατικά

▼B

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Ηλεκτρική θερμαντική εστία ρυθμιζόμενης θερμοκρασίας.

6. **Τρόπος εργασίας**

Λαμβάνονται 25 ml από το διάλυμα της εκχύλισης που έχει ληφθεί σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2 και φέρονται σε ποτήρι ζέσεως των 100 ml. Αν πρόκειται για εκχύλιση με τη μέθοδο 9.2, προστίθενται 5 ml αραιού διαλύματος υδροχλωρικού οξέως (4.1). Προστίθενται έπειτα 5 ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (4.2). Το σύνολο καλύπτεται με γυαλί ωρολογίου. Η οξείδωση αφήνεται να συμπληρωθεί σε θερμοκρασία περιβάλλοντος μία ώρα περίπου και, στη συνέχεια, το διάλυμα θερμαίνεται προοδευτικά μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται μισή ώρα. Εφόσον είναι απαραίτητο, προστίθενται και πάλι 5 ml υπεροξειδίου του υδρογόνου στο διάλυμα, όταν αυτό κρυώσει. Κατόπιν, εκδιώκεται με βρασμό η περίσσεια υπεροξειδίου του υδρογόνου. Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί και μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 50 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό. Αν είναι αναγκαίο, διηθείται.

Η παραπάνω αραίωση λαμβάνεται υπόψη στη λήψη των κατάλληλων ποσοτήτων και στον υπολογισμό της επί τοις εκατό περιεκτικότητας του προϊόντος σε θρεπτικό μικροσυστατικό.

Μέθοδος 9.4

Προσδιορισμός των θρεπτικών μικροσυστατικών στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

(γενική διαδικασία)

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται γενική διαδικασία για τον ποσοτικό προσδιορισμό ορισμένων θρεπτικών μικροσυστατικών, που περιέχονται στα εκχυλίσματα λιπασμάτων, με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 και 9.2, για τα οποία στο παράρτημα Ι Ε του παρόντος κανονισμού απαιτείται να δηλώνεται το ολικό ή/και υδατοδιαλυτό στοιχείο.

Οι προσαρμογές αυτής της διαδικασίας για την ανάλυση των διαφόρων θρεπτικών μικροσυστατικών καθορίζονται στις σχετικές με το εκάστοτε στοιχείο μεθόδους.

Σημείωση

Στις περισσότερες περιπτώσεις, η παρουσία μικρών ποσοτήτων οργανικής ύλης δεν επηρεάζει τους προσδιορισμούς με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά την κατεργασία ενδεχομένως του εκχυλίσματος για τη μείωση ή την απομάκρυνση των χημικών μορίων με παρεμποδιστική δράση, το εκχύλισμα αραιώνεται με τρόπο ώστε η συγκέντρωσή του να εμπίπτει στην περιοχή βέλτιστης απόκρισης του φασματόμετρου στο μήκος κύματος που είναι κατάλληλο για το προς ανάλυση θρεπτικό μικροσυστατικό.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 6 mol/l*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με έναν όγκο νερού.

4.2. *Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 0,5 mol/l*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με 20 όγκους νερού.

▼B

4.3. *Διάλυμα άλατος του λανθανίου (10 g La ανά λίτρο)*

Το αντιδραστήριο αυτό χρησιμοποιείται στον ποσοτικό προσδιορισμό του κοβαλτίου, του σιδήρου, του μαγγανίου και του ψευδαργύρου. Μπορεί να παρασκευαστεί είτε:

α) από οξείδιο του λανθανίου διαλυμένο με υδροχλωρικό οξύ (4.1). Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου φέρονται 11,73 g οξειδίου του λανθανίου (La_2O_3) σε 150 ml νερού και κατόπιν προστίθενται 120 ml υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1). Το σύνολο αφήνεται σε ηρεμία για να ολοκληρωθεί η διαλυτοποίηση και στη συνέχεια συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό. Το διάλυμα αναμειγνύεται επιμελώς. Το διάλυμα αυτό περιέχει περίπου 0,5 mol/l υδροχλωρικού οξέος

β) ή με διαλύματα χλωριούχου, θειικού ή νιτρικού λανθανίου. Διαλύονται 26,7 g επταενύδρου χλωριούχου λανθανίου ($LaCl_3$ $7H_2O$) ή 31,2 g εξαενύδρου νιτρικού λανθανίου [$La(NO_3)_3$ $6H_2O$] ή 26,2 g εννιαενύδρου θειικού λανθανίου [$La_2(SO_4)_3$ $9H_2O$] σε 150 ml νερού και κατόπιν προστίθενται 85 ml υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1). Το σύνολο αφήνεται σε ηρεμία για να ολοκληρωθεί η διαλυτοποίηση και στη συνέχεια συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό. Αναμειγνύεται επιμελώς. Το διάλυμα αυτό περιέχει περίπου 0,5 mol/l υδροχλωρικού οξέος.

4.4. *Διαλύματα βαθμονόμησης*

Για την παρασκευή τους, βλέπε τις σχετικές με το εκάστοτε θρεπτικό μικροσυστατικό μεθόδους ανάλυσης.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης κατάλληλα εξοπλισμένο και ικανό να δέχεται τις πηγές που εκπέμπουν τις χαρακτηριστικές φασματικές γραμμές των προς ανάλυση θρεπτικών μικροσυστατικών.

Ο χημικός θα πρέπει να ακολουθεί τις οδηγίες του κατασκευαστή του οργάνου και να είναι εξοικειωμένος με το χειρισμό του. Το φασματόμετρο πρέπει να επιτρέπει διόρθωση του θορύβου υποστρώματος από τη φλόγα, ώστε να μπορεί να χρησιμοποιηθεί σε περίπτωση ανάγκης (για το Co και τον Zn). Τα χρησιμοποιούμενα αέρια είναι αέρας και ακετυλένιο.

6. **Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης**

6.1. *Διαλυτοποίηση των προς ανάλυση θρεπτικών μικροσυστατικών*

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και, κατά περίπτωση, 9.3.

6.2. *Κατεργασία του διαλύματος ανάλυσης*

Μια κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος, που έχει ληφθεί σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1, 9.2 ή 9.3, αραιώνεται με νερό ή/και με υδροχλωρικό οξύ (4.1) ή (4.2), με τρόπο ώστε το τελικό διάλυμα για τις μετρήσεις να έχει συγκέντρωση στο προς ανάλυση στοιχείο περικλειόμενη στην κλίμακα βαθμονόμησης που πρόκειται να χρησιμοποιηθεί (7.2) και, επίσης, συγκέντρωση σε υδροχλωρικό οξύ τουλάχιστον 0,5 mol/l και όχι μεγαλύτερη από 2,5 mol/l. Η εργασία αυτή ενδέχεται να απαιτεί μία ή περισσότερες αραιώσεις.

Λαμβάνεται κατάλληλη ποσότητα από την τελευταία αραίωση του διαλύματος της εκχύλισης — έστω (a) ο όγκος της σε ml — και φέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Για τον προσδιορισμό του κοβαλτίου, του σιδήρου, του μαγγανίου και του ψευδαργύρου προστίθενται 10 ml από το διάλυμα άλατος του λανθανίου (4.3). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και αναμειγνύεται επιμελώς. Αυτό είναι το τελικό διάλυμα για τις μετρήσεις. Έστω D ο συντελεστής αραίωσης.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή τυφλού διαλύματος*

Παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα με εφαρμογή όλης της διαδικασίας από την εκχύλιση, από την οποία παραλείπεται μόνο το δείγμα ανάλυσης του λιπάσματος.

▼B

7.2. *Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης*

Από το διάλυμα βαθμονόμησης, που έχει παρασκευαστεί σύμφωνα με τη μέθοδο που περιγράφεται για κάθε θρεπτικό μικροσυστατικό, παρασκευάζεται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml, σειρά πέντε τουλάχιστον διαλυμάτων βαθμονόμησης με αυξανόμενες συγκεντρώσεις, ώστε να αντιστοιχούν στη βέλτιστη περιοχή ανάλυσης του φασματόμετρου. Ρυθμίζεται, αν χρειάζεται, η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη του αραιωμένου διαλύματος ανάλυσης (6.2). Για τον προσδιορισμό του κοβαλτίου, του σιδήρου, του μαγγανίου και του ψευδαργύρου προστίθενται 10 ml από το ίδιο διάλυμα άλατος του λανθανίου (4.3) που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο 6.2. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και αναμειγνύεται επιμελώς.

7.3. *Προσδιορισμός*

Το φασματόμετρο (5) ετοιμάζεται για τις μετρήσεις και ρυθμίζεται το μήκος κύματος στην τιμή που καθορίζεται στη σχετική με το εκάστοτε θρεπτικό μικροσυστατικό μέθοδο.

Ψεκάζονται διαδοχικά τα διαλύματα βαθμονόμησης (7.2), το διάλυμα ανάλυσης (6.2) και το τυφλό διάλυμα (7.1), το καθένα τρεις φορές και με καταγραφή κάθε ένδειξης ενώ, μετά από κάθε ψεκασμό, το όργανο εκπλύνεται πολύ καλά με απεσταγμένο νερό.

Σχεδιάζεται καμπύλη βαθμονόμησης με τεταγμένη τη μέση τιμή των ενδείξεων που παρέχει το φασματόμετρο για κάθε διάλυμα βαθμονόμησης (7.2) και τετμημένη την αντίστοιχη συγκέντρωση του προς ανάλυση στοιχείου εκφρασμένη σε μg/ml.

Με βάση την καμπύλη αυτή προσδιορίζονται οι συγκεντρώσεις του διαλύματος ανάλυσης (6.2) και του τυφλού διαλύματος (7.1), στο προς ανάλυση θρεπτικό μικροσυστατικό, οι οποίες σημειώνονται με x_s και x_b αντίστοιχα και εκφράζονται σε μg/ml.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος στο θρεπτικό μικροσυστατικό (E) είναι ίση με:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Εάν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 9.3:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

όπου

E είναι η ποσότητα του προς ανάλυση θρεπτικού μικροσυστατικού εκφραζόμενη σε εκατοστιαία αναλογία στο λίπασμα·

x_s είναι η συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (6.2), σε μg/ml·

x_b είναι η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος (7.1), σε μg/ml·

V είναι ο όγκος του εκχυλίσματος που έχει ληφθεί με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2, σε ml·

D είναι ο συντελεστής που αντιστοιχεί στην αραίωση που πραγματοποιείται υπό 6.2·

M είναι η μάζα του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2, σε γραμμάρια.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D:

Εάν (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) και (a) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) και (100) οι όγκοι σε χιλιοστόλιτρα των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

Μέθοδος 9.5

Προσδιορισμός του βορίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με τη φασματομετρική μέθοδο της αζωμεθίνης-Η

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος προσδιορισμού του βορίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 και 9.2 από λιπάσματα, για τα οποία στο παράρτημα Ι του παρόντος κανονισμού απαιτείται να δηλώνεται το ολικό ή/και υδατοδιαλυτό βόριο.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Τα βορικά ιόντα σχηματίζουν με διάλυμα αζωμεθίνης-Η ένα κίτρινο σύμπλοκο, του οποίου η συγκέντρωση προσδιορίζεται με φασματομετρία μοριακής απορρόφησης στα 410 nm. Τα παρεμποδίζοντα ιόντα δεσμεύονται με το EDTA.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Ρυθμιστικό διάλυμα EDTA*

Σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml, που ήδη περιέχει 300 ml νερού, φέρονται:

— 75 g οξικού αμμωνίου (NH_4OOCCH_3)·

— 10 g δινατρίου άλατος του αιθυλενοδιαμινοτετραοξικού οξέος (Na_2EDTA)·

— 40 ml οξικού οξέος (CH_3COOH d_{20} = 1,05 g/ml).

Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς. Το pH του διαλύματος πρέπει να είναι 4,8 ± 0,1, εξακριβωμένο με ηλεκτρόδιο υάλου.

4.2. *Διάλυμα αζωμεθίνης-Η*

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml, φέρονται

— 10 ml ρυθμιστικού διαλύματος (4.1)·

— 400 mg αζωμεθίνης-Η ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$),

— 2 g ασκορβικού οξέος ($C_6H_8O_6$).

— Συμπληρώνεται ο όγκος και το σύνολο αναμειγνύεται. Δεν πρέπει να παρασκευάζονται μεγάλες ποσότητες του αντιδραστηρίου αυτού γιατί παραμένει σταθερό μόνο για λίγες ημέρες.

4.3. *Διαλύματα βαθμονόμησης με βάση το βόριο*

4.3.1. Αρχικό διάλυμα βορίου (100 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml διαλύονται σε νερό 0,5719 g βορικού οξέος (H_2BO_3). Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς. Μεταγγίζεται σε πλαστική φιάλη για διατήρηση στο ψυγείο.

4.3.2. Διάλυμα βορίου εργασίας (10 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml φέρονται 50 ml από το αρχικό διάλυμα (4.3.1). Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Φασματόμετρο κατάλληλα εξοπλισμένο για μοριακή απορρόφηση, εφοδιασμένο με κυψελίδες οπτικής διαδρομής 10 mm και ρυθμισμένο σε μήκος κύματος 410 nm.

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. *Διαλυτοποίηση του βορίου*

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και, κατά περίπτωση, 9.3.

▼B

6.2. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Ορισμένη ποσότητα του εκχυλίσματος (6.1) αραιώνεται ώστε να ληφθεί κατάλληλη συγκέντρωση σε βόριο για την ποσοτική ανάλυση, όπως καθορίζεται υπό 7.2. Ενδέχεται να απαιτηθούν δύο διαδοχικές αραιώσεις. Έστω D ο συντελεστής αραίωσης.

6.3. *Παρασκευή του διαλύματος διόρθωσης*

Αν το διάλυμα ανάλυσης (6.2) είναι έγχρωμο, παρασκευάζεται αντίστοιχο διάλυμα διόρθωσης ως εξής: σε πλαστική φιάλη φέρονται 5 ml διαλύματος ανάλυσης (6.2), 5 ml ρυθμιστικού διαλύματος EDTA (4.1) και 5 ml νερού. Το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του τυφλού διαλύματος*

Παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα με εφαρμογή όλης της διαδικασίας από την εκχύλιση, από την οποία παραλείπεται μόνο το δείγμα ανάλυσης του λιπάσματος.

7.2. *Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης*

Σε σειρά ογκομετρικών φιαλών των 100 ml, φέρονται 0, 5, 10, 15, 20 και 25 ml από το διάλυμα βαθμονόμησης (4.3.3). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς. Τα διαλύματα αυτά περιέχουν από 0 έως 2,5 μg/ml βορίου.

7.3. *Ανάπτυξη του χρώματος*

Σε σειρά πλαστικών φιαλών φέρονται 5 ml από τα διαλύματα βαθμονόμησης (7.2), από τα διαλύματα ανάλυσης (6.2) και από το τυφλό διάλυμα (7.1). Προστίθενται 5 ml ρυθμιστικού διαλύματος EDTA (4.1) και 5 ml διαλύματος αζωμεθίνης-Η (4.2).

Το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς και αφήνεται δυόμισι έως τρεις ώρες στο σκοτάδι για να αναπτυχθεί το χρώμα.

7.4. *Μετρήσεις*

Σε μήκος κύματος 410 nm καταγράφεται η απορρόφηση των διαλυμάτων που παρασκευάσθηκαν υπό 7.3 και, κατά περίπτωση, του διαλύματος διόρθωσης (6.3) έναντι του νερού. Πριν από κάθε μέτρηση του επόμενου διαλύματος, οι κυψελίδες εκπλύνονται με νερό.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Σχεδιάζεται καμπύλη βαθμονόμησης με τετμημένη τις συγκεντρώσεις των διαλυμάτων βαθμονόμησης (7.2) και τεταγμένη τις αντίστοιχες τιμές απορρόφησης (7.4), που παρέχει το φασματόμετρο.

Με βάση την καμπύλη βαθμονόμησης προσδιορίζονται η συγκέντρωση σε βόριο του τυφλού διαλύματος (7.1), η συγκέντρωση σε βόριο του διαλύματος ανάλυσης (6.2) και κατά περίπτωση, αν το διάλυμα ανάλυσης είναι έγχρωμο, η διορθωμένη συγκέντρωσή του. Για τον υπολογισμό της τελευταίας αφαιρείται η τιμή απορρόφησης που αντιστοιχεί στο διάλυμα διόρθωσης (6.3) από εκείνη που αντιστοιχεί στο διάλυμα ανάλυσης (6.2) και προσδιορίζεται η διορθωμένη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης. Η συγκέντρωση ή η διορθωμένη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (6.2) σημειώνεται με X (x_s) και η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος με (x_b).

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε βόριο είναι ίση με:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Εάν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 9.3:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

όπου

Β είναι η εκατοστιαία αναλογία του βορίου στο λίπασμα·

x_s είναι η συγκέντρωση ή η διορθωμένη συγκέντρωση (μg/ml) του διαλύματος ανάλυσης (6.2)·

x_b είναι η συγκέντρωση (μg/ml) του τυφλού διαλύματος (7.1)·

▼B

V είναι ο όγκος σε ml του εκχυλίσματος που έχει ληφθεί σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2·

D είναι ο συντελεστής που αντιστοιχεί στην αραίωση που πραγματοποιείται υπό 6.2·

M είναι η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος ελέγχου που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D: εάν (a1) και (a2) είναι οι διαδοχικές κατάλληλες ποσότητες και (v1) και (v2) οι όγκοι των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Μέθοδος 9.6

Προσδιορισμός του κοβαλτίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικού προσδιορισμού του κοβαλτίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 και 9.2 από λιπάσματα, για τα οποία στο παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτείται να δηλώνεται το ολικό ή/και υδατοδιαλυτό κοβάλτιο.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά από κατάλληλη κατεργασία και αραίωση των εκχυλισμάτων, προσδιορίζεται ποσοτικά το κοβάλτιο με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 6 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.1).

4.2. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 0,5 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.2).

4.3. *Διαλύματα άλατος του λανθανίου (10 g La ανά λίτρο)*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.3).

4.4. *Διαλύματα βαθμονόμησης με βάση το κοβάλτιο*

4.4.1. Αρχικό διάλυμα κοβαλτίου (1 000 μg/ml)

Σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml ζυγίζεται, με ακρίβεια 0,1 mg, 1 g κοβαλτίου, προστίθενται 25 ml υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1) και το σύνολο θερμαίνεται σε ηλεκτρική εστία μέχρι πλήρους διαλυτοποίησης του κοβαλτίου. Αφού ψυχθεί μεταφέρεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

4.4.2. Διάλυμα κοβαλτίου εργασίας (100 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml, φέρονται 10 ml του αρχικού διαλύματος (4.4.1). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και κατόπιν αναμειγνύεται προσεκτικά.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης: βλέπε μέθοδο 9.4 (5). Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του κοβαλτίου (240,7 nm) καθώς και με διάταξη για διόρθωση του θορύβου από τη φλόγα.

▼B

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. *Διαλυτοποίηση του κοβαλτίου*

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και, κατά περίπτωση, 9.3.

6.2. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (6.2). Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) διαλύματος άλατος του λανθανίου (4.3).

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του τυφλού διαλύματος*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.1). Το τυφλό διάλυμα πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί υπό 6.2.

7.2. *Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.2).

Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 5 μg/ml κοβαλτίου, φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml, αντίστοιχα, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 και 5 ml από το διάλυμα εργασίας (4.4.2). Ρυθμίζεται, αν χρειάζεται, η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης. Προστίθενται σε κάθε φιάλη 10 ml του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί υπό 6.2. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και αναμειγνύεται επιμελώς. Τα εν λόγω διαλύματα περιέχουν αντίστοιχα 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 και 5 μg/ml κοβαλτίου.

7.3. *Μετρήσεις*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.3). Το φασματόμετρο (5) ετοιμάζεται για μετρήσεις στο μήκος κύματος των 240,7 nm.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Βλέπε μέθοδο 9.4 (8).

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε κοβάλτιο είναι ίση με:

$$Co\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Εάν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 9.3:

$$Co\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

όπου

Co είναι η εκατοστιαία αναλογία του κοβαλτίου στο λίπασμα·

x_s είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του διαλύματος ανάλυσης (6.2)·

x_b είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του τυφλού διαλύματος (7.1)·

V είναι ο όγκος σε ml του εκχυλίσματος που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2·

D είναι ο συντελεστής που αντιστοιχεί στην αραίωση που πραγματοποιείται υπό 6.2·

M είναι η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D: εάν (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) και (a) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) και (100) οι όγκοι σε ml των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

Μέθοδος 9.7

Προσδιορισμός του χαλκού στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικού προσδιορισμού του χαλκού στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 και 9.2 από λιπάσματα, για τα οποία στο παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτείται να δηλώνεται ο ολικός ή/και υδατοδιαλυτός χαλκός.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά από κατάλληλη κατεργασία και αραίωση των εκχυλισμάτων, προσδιορίζεται ποσοτικά ο χαλκός με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 6 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.1).

4.2. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 0,5 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.2).

4.3. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου (30 % H_2O_2, d_{20}= 1,11 g/ml), απαλλαγμένο από θρεπτικά μικροσυστατικά

4.4. *Διαλύματα βαθμονόμησης με βάση το χαλκό*

4.4.1. Αρχικό διάλυμα χαλκού (1 000 μg/ml)

Σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml ζυγίζεται, με ακρίβεια 0,1 mg, 1 g χαλκού, προστίθενται 25 ml υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1) και 5 ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (4.3), και θερμαίνεται σε ηλεκτρική εστία μέχρι πλήρους διαλυτοποίησης του χαλκού. Μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται προσεκτικά.

4.4.2. Διάλυμα χαλκού εργασίας (100 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml φέρονται 20 ml του αρχικού διαλύματος (4.4.1). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και αναμειγνύεται επιμελώς.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης: βλέπε μέθοδο 9.4 (5). Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του χαλκού (324,8 nm).

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. *Διαλυτοποίηση του χαλκού*

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και, κατά περίπτωση, 9.3.

6.2. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (6.2).

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του τυφλού διαλύματος*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.1).

7.2. *Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.2).

Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 5 μg/ml χαλκού, φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml, αντίστοιχα, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 και 5 ml από το διάλυμα εργασίας (4.4.2). Ρυθμίζεται, αν χρειαστεί, η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδρο-

▼B

χλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (6.2). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και αναμειγνύεται επιμελώς. Τα εν λόγω διαλύματα περιέχουν αντίστοιχα 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 και 5 μg/ml χαλκού.

7.3. *Μετρήσεις*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.3). Το φασματόμετρο (5) ετοιμάζεται για μετρήσεις στο μήκος κύματος των 324,8 nm.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Βλέπε μέθοδο 9.4 (8).

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε χαλκό είναι ίση με:

$$Cu\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Εάν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 9.3:

$$Cu\% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

όπου

Cu είναι η εκατοστιαία αναλογία του χαλκού στο λίπασμα·

x_s είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του διαλύματος ανάλυσης (6.2)·

x_b είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του τυφλού διαλύματος (7.1)·

V είναι ο όγκος σε ml του εκχυλίσματος που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2·

D είναι ο συντελεστής που αντιστοιχεί στην αραίωση που πραγματοποιείται υπό 6.2·

M είναι η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D: εάν (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) και (a) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) και (100) οι όγκοι σε ml των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Μέθοδος 9.8

Προσδιορισμός του σιδήρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικού προσδιορισμού του σιδήρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 και 9.2 από λιπάσματα, για τα οποία στο παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτείται να δηλώνεται ο ολικός ή/και υδατοδιαλυτός σίδηρος.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά από κατάλληλη κατεργασία και αραίωση του εκχυλίσματος, προσδιορίζεται ποσοτικά ο σίδηρος με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 6 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.1).

▼B

4.2. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 0,5 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.2).

4.3. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου (30 % H_2O_2, d_{20}= 1,11 g/ml), απαλλαγμένο από θρεπτικά μικροσυστατικά

4.4. *Διαλύματα άλατος του λανθανίου (10 g La ανά λίτρο)*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.3).

4.5. *Διαλύματα βαθμονόμησης με βάση το σίδηρο*

4.5.1. Αρχικό διάλυμα σιδήρου (1 000 μg/ml)

Σε ποτήρι ζέσεως των 500 ml ζυγίζεται, με ακρίβεια 0,1 mg, 1 g σύρματος καθαρού σιδήρου, προστίθενται 200 ml υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1) και 15 ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (4.3). Το διάλυμα θερμαίνεται σε ηλεκτρική εστία μέχρι πλήρους διαλυτοποίησης του σιδήρου. Αφού ψυχθεί μεταφέρεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

4.5.2. Διάλυμα σιδήρου εργασίας (100 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml φέρονται 20 ml του αρχικού διαλύματος (4.5.1). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και αναμειγνύεται επιμελώς.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης: βλέπε μέθοδο 9.4 (5). Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του σιδήρου (248,3 nm).

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. *Διαλυτοποίηση του σιδήρου*

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και, κατά περίπτωση, 9.3.

6.2. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (6.2). Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) διαλύματος άλατος του λανθανίου.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του τυφλού διαλύματος*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.1). Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) του διαλύματος άλατος του λανθανίου που χρησιμοποιήθηκε υπό 6.2.

7.2. *Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.2).

Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 10 μg/ml σιδήρου, φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml, αντίστοιχα, 0, 2, 4, 6, 8 και 10 ml από το διάλυμα εργασίας (4.5.2). Ρυθμίζεται, αν χρειάζεται, η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης. Προστίθενται σε κάθε φιάλη 10 ml του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί υπό 6.2. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και αναμειγνύεται επιμελώς. Τα εν λόγω διαλύματα περιέχουν 0, 2, 4, 6, 8 και 10 μg/ml σιδήρου αντίστοιχα.

7.3. *Μετρήσεις*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.3). Το φασματόμετρο (5) ετοιμάζεται για μετρήσεις στο μήκος κύματος των 248,3 nm.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Βλέπε μέθοδο 9.4 (8).

▼B

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε σίδηρο είναι ίση με:

$$Fe\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Εάν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 9.3:

$$Fe\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

όπου

Fe είναι η εκατοστιαία αναλογία του σιδήρου στο λίπασμα·

x_s είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του διαλύματος ανάλυσης (6.2)·

x_b είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του τυφλού διαλύματος (7.1)·

V είναι ο όγκος σε ml του εκχυλίσματος που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2·

D είναι ο συντελεστής που αντιστοιχεί στην αραίωση που πραγματοποιείται υπό 6.2·

M είναι η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D: εάν (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) και (a) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) και (100) οι όγκοι σε ml των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Μέθοδος 9.9

Προσδιορισμός του μαγγανίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικού προσδιορισμού του μαγγανίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 και 9.2 από λιπάσματα, για τα οποία στο παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτείται να δηλώνεται το ολικό ή/και υδατοδιαλυτό μαγγάνιο.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά από κατάλληλη κατεργασία και αραίωση των εκχυλισμάτων, προσδιορίζεται ποσοτικά το μαγγάνιο με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 6 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.1).

4.2. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 0,5 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.2).

4.3. *Διαλύματα άλατος του λανθανίου (10 g La ανά λίτρο)*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.3).

4.4. *Διαλύματα βαθμονόμησης με βάση το μαγγάνιο*

4.4.1. Αρχικό διάλυμα μαγγανίου (1 000 μg/ml)

Σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml, ζυγίζεται, με ακρίβεια 0,1 mg, 1 g μαγγάνιο, προστίθενται 25 ml υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1). Το διάλυμα θερμαίνεται σε ηλεκτρική εστία μέχρι πλήρους διαλυτοποίη-

▼B

σης του μαγγανίου. Αφού ψυχθεί μεταφέρεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

4.4.2. Διάλυμα μαγγανίου εργασίας (100 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml αραιώνονται 20 ml του αρχικού διαλύματος (4.4.1) με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και αναμειγνύεται επιμελώς.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης: βλέπε μέθοδο 9.4 (5). Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του μαγγανίου (279,6 nm).

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. *Διαλυτοποίηση του μαγγανίου*

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και, κατά περίπτωση, 9.3.

6.2. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (6.2). Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) διαλύματος άλατος του λανθανίου (4.3).

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του τυφλού διαλύματος*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.1). Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) του διαλύματος άλατος του λανθανίου που χρησιμοποιείται υπό 6.2.

7.2. *Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.2).

Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 5 μg/ml μαγγανίου, φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml, αντίστοιχα, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 και 5 ml από το διάλυμα εργασίας (4.4.2). Ρυθμίζεται, αν χρειαστεί, η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης. Προστίθενται σε κάθε φιάλη 10 ml του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί υπό 6.2. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και αναμειγνύεται επιμελώς. Τα εν λόγω διαλύματα περιέχουν αντίστοιχα 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 και 5 μg/ml μαγγανίου.

7.3. *Προσδιορισμός*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.3). Το φασματόμετρο (5) ετοιμάζεται για μετρήσεις στο μήκος κύματος των 279,6 nm.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Βλέπε μέθοδο 9.4 (8).

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε μαγγάνιο είναι ίση με:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Εάν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 9.3:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

όπου

Mn είναι η εκατοστιαία αναλογία του μαγγανίου στο λίπασμα·

x_s είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του διαλύματος ανάλυσης (6.2)·

x_b είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του τυφλού διαλύματος (7.1)·

▼B

V είναι ο όγκος σε ml του εκχυλίσματος που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2·

D είναι ο συντελεστής που αντιστοιχεί στην αραίωση που πραγματοποιείται υπό 6.2·

M είναι η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D: εάν (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) και (a) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) και (100) οι όγκοι σε ml των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Μέθοδος 9.10

Προσδιορισμός του μολυβδαινίου στα εκχυλίσματα λιπάσματων με φασματομετρική ανάλυση του συμπλόκου που σχηματίζεται με θειοκυανικό αμμώνιο

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικού προσδιορισμού του μολυβδαινίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 και 9.2 από λιπάσματα, για τα οποία στο παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτείται να δηλώνεται το ολικό ή/και υδατοδιαλυτό μολυβδαίνιο.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Το μολυβδαίνιο (V) σχηματίζει με τα ιόντα SCN σε όξινο περιβάλλον το σύμπλοκο $[MoO(SCN)_5]$.

Το μολυβδαινικό σύμπλοκο εκχυλίζεται με οξικό n-βουτυλεστέρα. Τα παρεμποδίζοντα ιόντα, όπως του σιδήρου, απομακρύνονται στην υδατική στιβάδα. Ο κιτρινοπορτοκαλί χρωματισμός ανιχνεύεται με φασματομετρία μοριακής απορρόφησης στα 470 nm.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 6 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.1).

4.2. *Διάλυμα χαλκού (70 mg/l) σε υδροχλωρικό οξύ 1,5 mol/l*

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml, διαλύονται 275 mg θειικού χαλκού ($CuSO_4$ $5H_2O$), ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg, σε 250 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1). Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

4.3. *Διάλυμα ασκορβικού οξέος (50 g/l)*

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml διαλύονται σε νερό 50 g ασκορβικού οξέος ($C_6H_8O_6$). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και ακολουθεί ομογενοποίηση. Το διάλυμα φυλάσσεται στο ψυγείο.

4.4. Οξικός n-βουτυλεστέρας.

4.5. *Διάλυμα θειοκυανικού αμμωνίου, 0,2 mol/l*

Σε ογκομετρική φιάλη 1 000 ml, διαλύονται σε νερό 15,224 g NH_4SCN. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και ακολουθεί ομογενοποίηση. Το διάλυμα φυλάσσεται σε σκοτεινόχρωμη φιάλη.

▼B

4.6. *Διάλυμα χλωριούχου κασσιτέρου (50 g/l) σε υδροχλωρικό οξύ 2 mol/l*

Το διάλυμα πρέπει να είναι απόλυτα διαυγές και να παρασκευάζεται αμέσως πριν από τη χρήση του. Χρησιμοποιείται χλωριούχος κασσίτερος μεγάλης καθαρότητας, διαφορετικά το διάλυμα δεν είναι διαυγές.

Για την παρασκευή 100 ml διαλύματος, διαλύονται 5 g ($SnCl_2 2H_2O$) σε 35 ml διαλύματος HCl 6 mol/l (4.1). Προστίθενται 10 ml διαλύματος χαλκού (4.2). Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

4.7. *Διαλύματα βαθμονόμησης με βάση το μολυβδαίνιο*

4.7.1. Αρχικό διάλυμα μολυβδαινίου (500 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml, διαλύονται 0,920 g μολυβδαινικού αμμωνίου [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}. 4H_2O$], ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg, σε υδροχλωρικό οξύ 6 mol/l (4.1). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το ίδιο διάλυμα και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

4.7.2. Ενδιάμεσο διάλυμα μολυβδαινίου (25 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml φέρονται 25 ml του αρχικού διαλύματος (4.7.1). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με υδροχλωρικό οξύ 6 mol/l (4.1) και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

4.7.3. Διάλυμα μολυβδαινίου εργασίας (2,5 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml φέρονται 10 ml από το ενδιάμεσο διάλυμα (4.7.2). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με υδροχλωρικό οξύ 6 mol/l (4.1) και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Φασματόμετρο για την τεχνική της μοριακής απορρόφησης ρυθμισμένο σε μήκος κύματος 470 nm και εφοδιασμένο με κυψελίδες οπτικής διαδρομής 20 mm

5.2. Διαχωριστική χοάνη των 200 ή 250 ml

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. *Διαλυτοποίηση του μολυβδαινίου*

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και, κατά περίπτωση, 9.3.

6.2. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Μία κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος (6.1) αραιώνεται με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1), ώστε να ληφθεί κατάλληλη συγκέντρωση σε μολυβδαίνιο. Έστω D ο συντελεστής αραίωσης.

Από την τελευταία αραίωση λαμβάνεται κατάλληλη ποσότητα (a), ώστε να περιέχει 1 έως 12 μg μολυβδαινίου, και φέρεται στη διαχωριστική χοάνη (5.2). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 50 ml με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.2).

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του τυφλού διαλύματος*

Παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα με εφαρμογή όλης της διαδικασίας από την εκχύλιση, από την οποία παραλείπεται μόνο το δείγμα ανάλυσης του λιπάσματος.

7.2. *Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης*

Παρασκευάζεται σειρά 6 τουλάχιστον διαλυμάτων βαθμονόμησης με αυξανόμενες συγκεντρώσεις, ώστε να αντιστοιχούν στη βέλτιστη περιοχή απόκρισης του φασματόμετρου.

Για το εύρος μαζών 0-12,5 μg μολυβδαινίου, φέρονται σε ισάριθμες διαχωριστικές χοάνες (5.2), αντίστοιχα, 0, 1, 2, 3, 4 και 5 ml από το διάλυμα εργασίας (4.7.3). Προστίθεται συμπλήρωμα υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1) μέχρι τα 50 ml. Οι χοάνες περιέχουν 0, 2,5, 5, 7,5, 10 και 12,5 μg μολυβδαινίου αντίστοιχα.

7.3. *Ανάπτυξη και διαχωρισμός του συμπλόκου*

Σε κάθε διαχωριστική χοάνη (6.2, 7.1 και 7.2) προστίθενται διαδοχικά κατά σειρά:

— 10 ml διαλύματος χαλκού (4.2)

▼B

— 20 ml διαλύματος ασκορβικού οξέος (4.3)·

ακολουθεί ομογενοποίηση και αναμονή για 2 έως 3 λεπτά. Στη συνέχεια προστίθενται:

— 10 ml οξικού n-βουτυλεστέρα (4.4), με σιφώνιο ακριβείας

— 20 ml θειοκυανικού διαλύματος (4.5).

Το σύνολο ανακινείται 1 λεπτό ώστε να εκχυλιστεί το σύμπλοκο στην οργανική στιβάδα και αφήνεται σε ηρεμία για να σχηματιστούν ευκρινώς οι στιβάδες. Μετά το διαχωρισμό των δύο στιβάδων, παραλαμβάνεται πλήρως η κάτω υδατική στιβάδα και απορρίπτεται. Στη συνέχεια, η οργανική στιβάδα εκπλύνεται με:

— 10 ml διαλύματος χλωριούχου κασσιτέρου (4.6).

Το σύνολο ανακινείται 1 λεπτό. Αφήνεται σε ηρεμία για να σχηματιστούν ευκρινώς οι στιβάδες και απομακρύνεται πλήρως η υδατική στιβάδα. Η οργανική στιβάδα συλλέγεται σε δοκιμαστικό σωλήνα, πράγμα που επιτρέπει να συγκεντρωθούν οι σταγόνες νερού, που βρίσκονται σε διασπορά.

7.4. *Μετρήσεις*

Σε μήκος κύματος 470 nm μετράται έναντι του διαλύματος βαθμονόμησης συγκεντρώσεως 0 μg/ml σε μολυβδαίνιο (7.2) και καταγράφεται η απορρόφηση των διαλυμάτων που λαμβάνονται υπό 7.3.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Σχεδιάζεται καμπύλη βαθμονόμησης με τετμημένη τις αντίστοιχες μάζες μολυβδαινίου, σε μg, που περιέχονται στα διαλύματα βαθμονόμησης (7.2) και τεταγμένη τις αντίστοιχες τιμές απορρόφησης (7.4) που παρέχει το φασματόμετρο.

Με βάση την καμπύλη αυτή προσδιορίζονται η μάζα μολυβδαινίου που περιέχεται στο διάλυμα ανάλυσης (6.2) και η μάζα του στο τυφλό διάλυμα (7.1). Οι μάζες αυτές σημειώνονται με (x_s) και (x_b) αντίστοιχα.

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε μολυβδαίνιο είναι ίση με:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times D]/(M \times 10^4)$$

Εάν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 9.3:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D]/(M \times 10^4)$$

όπου

Mo είναι η εκατοστιαία αναλογία του μολυβδαινίου στο λίπασμα·

a είναι ο όγκος σε ml της κατάλληλης ποσότητας που λαμβάνεται από την τελευταία αραίωση (6.2)·

x_s είναι η μάζα σε μg του μολυβδαινίου στο διάλυμα ανάλυσης (6.2)·

x_b είναι η μάζα σε μg του μολυβδαινίου στο τυφλό διάλυμα (7.1) της οποίας ο όγκος αντιστοιχεί στον όγκο (a) της κατάλληλης ποσότητας του διαλύματος ανάλυσης (6.2)·

V είναι ο όγκος σε ml του εκχυλίσματος που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2·

D είναι ο συντελεστής αραίωσης που αντιστοιχεί στην αραίωση που πραγματοποιείται υπό 6.2·

M είναι η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D: εάν (a1), (a2) είναι οι διαδοχικές κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2) οι όγκοι των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

▼B

Μέθοδος 9.11

Προσδιορισμός του ψευδαργύρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικού προσδιορισμού του ψευδαργύρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 και 9.2 από λιπάσματα, για τα οποία στο παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτείται να δηλώνεται ο ολικός ή/και υδατοδιαλυτός ψευδάργυρος.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά από κατάλληλη κατεργασία και αραίωση των εκχυλισμάτων, προσδιορίζεται ποσοτικά ο ψευδάργυρος με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 6 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.1).

4.2. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 0,5 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.2).

4.3. *Διαλύματα άλατος του λανθανίου (10 g La ανά λίτρο)*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (4.3).

4.4. *Διαλύματα βαθμονόμησης με βάση τον ψευδάργυρο*

4.4.1. Αρχικό διάλυμα ψευδαργύρου (1 000 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml διαλύεται 1 g σκόνης ή φυλλιδίων ψευδαργύρου, ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg, σε 25 ml υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1). Όταν διαλυθεί τελείως ο ψευδάργυρος, συμπληρώνεται ο όγκος με νερό και ακολουθεί ομογενοποίηση.

4.4.2. Διάλυμα ψευδαργύρου εργασίας (100 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml αραιώνονται 20 ml αρχικού διαλύματος (4.4.1) με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και αναμειγνύεται επιμελώς.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης: βλέπε μέθοδο 9.4 (5). Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του ψευδαργύρου (213,8 nm) καθώς και με διάταξη για διόρθωση του θορύβου υποστρώματος της φλόγας.

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. *Διαλυτοποίηση του ψευδαργύρου*

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και, κατά περίπτωση, 9.3.

6.2. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (6.2). Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) διαλύματος άλατος του λανθανίου (4.3).

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του τυφλού διαλύματος*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.1). Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) του διαλύματος άλατος του λανθανίου που χρησιμοποιείται υπό 6.2.

7.2. *Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.2).

▼B

Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 5 μg/ml ψευδαργύρου, φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml, αντίστοιχα, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 και 5 ml από το διάλυμα εργασίας (4.4.2). Ρυθμίζεται, αν χρειαστεί, η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης. Προστίθενται σε κάθε φιάλη 10 ml του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί υπό 6.2. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και αναμειγνύεται επιμελώς. Τα εν λόγω διαλύματα περιέχουν αντίστοιχα 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 και 5 μg/ml ψευδαργύρου.

7.3. *Μετρήσεις*

Βλέπε μέθοδο 9.4 (7.3). Το φασματόμετρο (5) ετοιμάζεται για μετρήσεις στο μήκος κύματος των 213,8 nm.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Βλέπε μέθοδο 9.4 (8).

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε ψευδάργυρο είναι ίση με:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Εάν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 9.3:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

όπου

Zn είναι η εκατοστιαία αναλογία του ψευδαργύρου στο λίπασμα·

x_s είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του διαλύματος ανάλυσης (6.2)·

x_b είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του τυφλού διαλύματος (7.1)·

V είναι ο όγκος σε ml του εκχυλίσματος που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2·

D είναι ο συντελεστής που αντιστοιχεί στην αραίωση που πραγματοποιείται υπό 6.2·

M είναι η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D: εάν (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) και (a) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) και (100) οι όγκοι σε ml των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times .\times .\times (vi/ai) \times (100/a)$$

Μέθοδοι 10

Θρεπτικά μικροσυστατικά σε συγκέντρωση μεγαλύτερη από 10 %

Μέθοδος 10.1

Εκχύλιση των ολικών θρεπτικών μικροσυστατικών

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχύλισης των παρακάτω θρεπτικών μικροσυστατικών: ολικού βορίου, ολικού κοβαλτίου, ολικού χαλκού, ολικού σιδήρου, ολικού μαγγανίου, ολικού μολυβδαινίου και ολικού ψευδαργύρου. Στόχος είναι να γίνονται ελάχιστες εκχυλίσεις, χρησιμοποιώντας, στο μέτρο του δυνατού, το ίδιο εκχύλισμα προκειμένου να προσδιοριστεί η ολική περιεκτικότητα σε καθένα από τα ανωτέρω θρεπτικά μικροσυστατικά.

▼B

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΚ που καλύπτονται από το παράρτημα Ι Ε του παρόντος κανονισμού, τα οποία περιέχουν ένα ή περισσότερα από τα ακόλουθα θρεπτικά μικροσυστατικά: βόριο, κοβάλτιο, χαλκό, σίδηρο, μαγγάνιο, μολυβδαίνιο και ψευδάργυρο. Έχει εφαρμογή για κάθε θρεπτικό μικροσυστατικό, του οποίου η δηλωμένη περιεκτικότητα είναι μεγαλύτερη από 10 %.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Διαλυτοποίηση σε αραιό ζέον υδροχλωρικό οξύ.

Σημείωση

Η εκχύλιση είναι εμπειρική και μπορεί να μην είναι ποσοτική, ανάλογα με το προϊόν ή τα υπόλοιπα συστατικά του λιπάσματος. Ειδικότερα, στην περίπτωση ορισμένων οξειδίων του μαγγανίου, οι εκχυλιζόμενες ποσότητες μπορεί να είναι αισθητά χαμηλότερες από τη συνολική περιεκτικότητα του προϊόντος σε μαγγάνιο. Είναι καθήκον των παρασκευαστών λιπασμάτων να εξασφαλίζουν ότι η δηλωμένη περιεκτικότητα αντιστοιχεί πραγματικά στην ποσότητα που μπορεί να εκχυλιστεί υπό τις συνθήκες της μεθόδου.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 6 mol/l*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με έναν όγκο νερού.

4.2. Πυκνό διάλυμα αμμωνίας (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml)

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Ηλεκτρική θερμαντική εστία ρυθμιζόμενης θερμοκρασίας

5.2. Πεχάμετρο

Σημείωση

Εάν προβλέπεται ποσοτικός προσδιορισμός του βορίου στο εκχύλισμα, απαγορεύεται να χρησιμοποιηθούν σκεύη από βοριοπυριτικό γυαλί. Για την εκχύλιση αυτή σε θερμοκρασία βρασμού, κατάλληλα υλικά είναι το τεφλόν ή το διοξείδιο του πυριτίου. Όταν για τον καθαρισμό των γυάλινων σκευών χρησιμοποιούνται απορρυπαντικά που περιέχουν βορικά άλατα, τα σκεύη πρέπει να εκπλύνονται σχολαστικά.

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα ελέγχου*

Λαμβάνεται ποσότητα λιπάσματος μεταξύ 1 και 2 g ανάλογα με τη δηλωμένη περιεκτικότητα του προϊόντος στο εκάστοτε στοιχείο. Χρησιμοποιείται ο παρακάτω πίνακας για να ληφθεί ένα τελικό διάλυμα, το οποίο, μετά από κατάλληλη αραίωση, περικλείεται από πλευράς συγκέντρωσης στην περιοχή μετρήσεων κάθε μεθόδου. Τα δείγματα ζυγίζονται με ακρίβεια 1 mg.

Δηλωμένη περιεκτικότητα του λιπάσματος σε θρεπτικό μικροσυστατικό (%)	> 10 < 25	≥ 25
Μάζα του δείγματος ελέγχου (g)	2	1
Μάζα του στοιχείου στο δείγμα (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Όγκος του εκχυλίσματος V (ml)	500	500
Συγκέντρωση του στοιχείου στο εκχύλισμα (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

▼B

Το δείγμα φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml.

7.2. *Παρασκευή του διαλύματος*

Το δείγμα ανάλυσης υγραίνεται, εφόσον είναι απαραίτητο, με λίγο νερό, και προστίθενται αρχικά, σε μικρές δόσεις και με προσοχή, 10 ml αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.1) ανά γραμμάριο λιπάσματος και, κατόπιν, 50 ml νερού. Το ποτήρι ζέσεως καλύπτεται με γυαλί ωρολογίου και το περιεχόμενό του αναμειγνύεται. Το σύνολο θερμαίνεται στη θερμαντική εστία μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για 30 λεπτά. Αφήνεται να ψυχθεί ενώ ανακινείται κατά διαστήματα. Μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς. Το διάλυμα διηθείται με ξηρό ηθμό σε ξηρό υποδοχέα. Οι πρώτες ποσότητες διηθήματος απορρίπτονται. Το εκχύλισμα πρέπει να είναι απόλυτα διαυγές.

Συνιστάται να εκτελείται η ποσοτική ανάλυση το ταχύτερο δυνατόν σε κατάλληλες ποσότητες του διαυγούς διηθήματος. Σε αντίθετη περίπτωση, ο υποδοχέας πρέπει να πωματίζεται.

Σημείωση

Εκχυλίσματα στα οποία πρέπει να προσδιοριστεί η περιεκτικότητα σε βόριο: ρυθμίζεται το pH των εκχυλισμάτων αυτών σε τιμή μεταξύ 4 και 6 με πυκνό διάλυμα αμμωνίας (4.2).

8. **Προσδιορισμός**

Ο προσδιορισμός κάθε θρεπτικού μικροσυστατικού πραγματοποιείται σε κατάλληλες ποσότητες ανάλογα με την ειδική μέθοδο για το εκάστοτε μικροσυστατικό.

Οι μέθοδοι 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 και 10.10 δεν μπορούν να χρησιμοποιηθούν για τον προσδιορισμό στοιχείων που περιέχονται σε μορφή χηλικού ή άλλου συμπλόκου. Στις περιπτώσεις αυτές, πρέπει πριν από τον προσδιορισμό να χρησιμοποιείται η μέθοδος 10.3.

Προκειμένου για ποσοτική ανάλυση με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης (μέθοδοι 10.8 και 10.11), η κατεργασία αυτή είναι κατά κανόνα περιττή.

Μέθοδος 10.2

Εκχύλιση των υδατοδιαλυτών θρεπτικών μικροσυστατικών

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχύλισης των υδατοδιαλυτών μορφών των παρακάτω θρεπτικών μικροσυστατικών: βορίου, κοβαλτίου, χαλκού, σιδήρου, μαγγανίου, μολυβδαινίου και ψευδαργύρου. Στόχος είναι να γίνονται ελάχιστες εκχυλίσεις, χρησιμοποιώντας, στο μέτρο του δυνατού, το ίδιο εκχύλισμα προκειμένου να προσδιοριστεί η περιεκτικότητα σε καθένα από τα ανωτέρω θρεπτικά μικροσυστατικά.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΚ που καλύπτονται από το παράρτημα Ι Ε του παρόντος κανονισμού, τα οποία περιέχουν ένα ή περισσότερα από τα ακόλουθα θρεπτικά μικροσυστατικά: βόριο, κοβάλτιο, χαλκό, σίδηρο, μαγγάνιο, μολυβδαίνιο και ψευδάργυρο. Ισχύει για κάθε θρεπτικό μικροσυστατικό, του οποίου η δηλωμένη περιεκτικότητα είναι μεγαλύτερη από 10 %.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Τα θρεπτικά μικροσυστατικά εκχυλίζονται με ανάδευση του λιπάσματος στο νερό σε θερμοκρασία 20 °C (± 2) °C.

Σημείωση

Η εκχύλιση είναι εμπειρική και μπορεί να είναι κατά το μάλλον ή ήττον ποσοτική.

▼B

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 6 mol/l*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με έναν όγκο νερού.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Περιστρεφόμενος αναδευτήρας ρυθμιζόμενος στις 35 έως 40 περίπου στροφές ανά λεπτό

Σημείωση

Εάν προβλέπεται ποσοτικός προσδιορισμός του βορίου στο εκχύλισμα, απαγορεύεται να χρησιμοποιηθούν σκεύη από βοριοπυριτικό γυαλί. Για την εκχύλιση αυτή κατάλληλα υλικά είναι το τεφλόν ή το διοξείδιο του πυριτίου. Όταν για τον καθαρισμό των γυάλινων σκευών χρησιμοποιούνται απορρυπαντικά που περιέχουν βορικά άλατα, τα σκεύη πρέπει να εκπλύνονται σχολαστικά.

6. **Παρασκευή του δείγματος**

Βλέπε μέθοδο 1.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Δείγμα ελέγχου*

Λαμβάνεται ποσότητα λιπάσματος μεταξύ 1 και 2 g ανάλογα με τη δηλωμένη περιεκτικότητα του προϊόντος στο εκάστοτε στοιχείο. Χρησιμοποιείται ο παρακάτω πίνακας για να ληφθεί ένα τελικό διάλυμα, το οποίο, μετά από κατάλληλη αραίωση, περικλείεται από πλευράς συγκέντρωσης στην περιοχή μετρήσεων κάθε μεθόδου. Τα δείγματα ζυγίζονται με ακρίβεια 1 mg.

Δηλωμένη περιεκτικότητα του λιπάσματος σε θρεπτικό μικροσυστατικό (%)	> 10 < 25	≥ 25
Μάζα του δείγματος ελέγχου (g)	2	1
Μάζα του στοιχείου στο δείγμα (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Όγκος του εκχυλίσματος V (ml)	500	500
Συγκέντρωση του στοιχείου στο εκχύλισμα (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Το δείγμα φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 500 ml.

7.2. *Παρασκευή του διαλύματος*

Προστίθενται περίπου 400 ml νερού.

Η φιάλη πωματίζεται επιμελώς, ανακινείται ζωηρά με το χέρι, ώστε να επιτευχθεί καλή διασπορά του προϊόντος και τοποθετείται στον αναδευτήρα. Η συσκευή τίθεται σε λειτουργία για 30 λεπτά.

Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

7.3. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Ακολουθεί αμέσως διήθηση σε καθαρή και ξηρή φιάλη. Η φιάλη πωματίζεται. Συνιστάται να εκτελούνται οι ποσοτικές αναλύσεις το ταχύτερο δυνατό μετά τη διήθηση.

Σημείωση

Εάν το διήθημα θολώνει προοδευτικά, επαναλαμβάνεται η εκχύλιση σύμφωνα με τα σημεία 7.1 και 7.2 σε ογκομετρική φιάλη όγκου Ve. Το εκχύλισμα διηθείται σε ξηρή ογκομετρική φιάλη, χωρητικότητας W, στην οποία προηγουμένως έχουν τοποθετηθεί 5 ml αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.1). Η διήθηση διακόπτεται ακριβώς τη στιγμή που ο όγκος του διηθήματος φθάνει τη χαραγή της φιάλης. Αναμειγνύεται επιμελώς.

▼B

Υπό τις συνθήκες αυτές, η τιμή του V στην έκφραση των αποτελεσμάτων είναι:

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Αυτή είναι η τιμή του V που χρησιμοποιείται για τις αραιώσεις στην έκφραση των αποτελεσμάτων.

8. **Προσδιορισμός**

Ο προσδιορισμός κάθε θρεπτικού μικροσυστατικού πραγματοποιείται σε κατάλληλες ποσότητες ανάλογα με την ειδική μέθοδο για το εκάστοτε μικροσυστατικό.

Οι μέθοδοι 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 και 10.10 δεν μπορούν να χρησιμοποιηθούν για τον προσδιορισμό στοιχείων που περιέχονται σε μορφή χηλικού ή άλλου συμπλόκου. Στις περιπτώσεις αυτές, πρέπει πριν από τον προσδιορισμό να χρησιμοποιείται η μέθοδος 10.3.

Προκειμένου για ποσοτική ανάλυση με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης (μέθοδοι 10.8 και 10.11), η κατεργασία αυτή είναι κατά κανόνα περιττή.

Μέθοδος 10.3

Απομάκρυνση των οργανικών ενώσεων από τα εκχυλίσματα λιπασμάτων

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος απομάκρυνσης των οργανικών ενώσεων από τα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2 από λιπάσματα, για τα οποία στο παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτείται να δηλώνεται το ολικό ή/και υδατοδιαλυτό στοιχείο.

Σημείωση

Συνήθως, η παρουσία μικρών ποσοτήτων οργανικής ύλης δεν επηρεάζει τον προσδιορισμό με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Οι οργανικές ενώσεις που περιέχονται σε κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος οξειδώνονται με υπεροξείδιο του υδρογόνου.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 0,5 mol/l*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με 20 όγκους νερού.

4.2. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), απαλλαγμένο από θρεπτικά μικροσυστατικά

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Ηλεκτρική θερμαντική εστία ρυθμιζόμενης θερμοκρασίας.

6. **Τρόπος εργασίας**

Λαμβάνονται 25 ml από το διάλυμα της εκχύλισης που έχει ληφθεί σύμφωνα με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2 και φέρονται σε ποτήρι ζέσεως των 100 ml. Αν πρόκειται για εκχύλιση με τη μέθοδο 10.2, προστίθενται 5 ml διαλύματος αραιού υδροχλωρικού οξέως (4.1). Προστίθενται έπειτα 5 ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (4.2). Το σύνολο καλύπτεται με γυαλί ωρολογίου. Η οξείδωση αφήνεται να συμπληρωθεί σε θερμοκρασία περιβάλλοντος μία ώρα περίπου και, στη συνέχεια, το διάλυμα θερμαίνεται προοδευτικά μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται μισή ώρα. Αν είναι απαραίτητο, προστίθενται και πάλι 5 ml υπεροξειδίου του υδρογόνου στο διάλυμα, όταν αυτό κρυώσει. Κατόπιν, εκδιώκεται με βρασμό η περίσσεια υπεροξειδίου του υδρογόνου. Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί και μεταγγίζεται ποσοτικά σε

▼B

ογκομετρική φιάλη των 50 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή. Αν είναι αναγκαίο, διηθείται.

Η παραπάνω αραίωση λαμβάνεται υπόψη στη λήψη των κατάλληλων ποσοτήτων και στον υπολογισμό της εκατοστιαίας αναλογίας του θρεπτικού μικροσυστατικού στο προϊόν.

Μέθοδος 10.4

Προσδιορισμός των θρεπτικών μικροσυστατικών στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

(γενική διαδικασία)

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται γενική διαδικασία για τον ποσοτικό προσδιορισμό του σιδήρου και του ψευδαργύρου που περιέχονται στα εκχυλίσματα λιπασμάτων, με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2 από λιπάσματα, για τα οποία στο παράρτημα Ι Ε του παρόντος κανονισμού απαιτείται να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε ολικό ή/και υδατοδιαλυτό σίδηρο ή ψευδάργυρο.

Οι προσαρμογές της διαδικασίας αυτής για την ανάλυση των διαφόρων θρεπτικών μικροσυστατικών καθορίζονται στις σχετικές με το εκάστοτε στοιχείο μεθόδους.

Σημείωση

Συνήθως, η παρουσία μικρών ποσοτήτων οργανικής ύλης δεν επηρεάζει τους προσδιορισμούς με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά την κατεργασία ενδεχομένως του εκχυλίσματος για τη μείωση ή την απομάκρυνση των χημικών μορίων με παρεμποδιστική δράση, το εκχύλισμα αραιώνεται με τρόπο ώστε η συγκέντρωσή του να εμπίπτει στην περιοχή βέλτιστης απόκρισης του φασματόμετρου στο μήκος κύματος που είναι κατάλληλο για το προς ανάλυση θρεπτικό μικροσυστατικό.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 6 mol/l*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με έναν όγκο νερού.

4.2. *Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 0,5 mol/l*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με 20 όγκους νερού.

4.3. *Διαλύματα άλατος του λανθανίου (10 g La ανά λίτρο)*

Το αντιδραστήριο αυτό χρησιμοποιείται στην ποσοτική ανάλυση του σιδήρου και του ψευδαργύρου. Μπορεί να παρασκευαστεί είτε:

α) από οξείδιο του λανθανίου διαλυμένο με υδροχλωρικό οξύ (4.1). Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου φέρονται 11,73 g οξειδίου του λανθανίου (La_2O_3) σε 150 ml νερού και κατόπιν προστίθενται 120 ml υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1). Το σύνολο αφήνεται σε ηρεμία για να ολοκληρωθεί η διαλυτοποίηση και στη συνέχεια συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό. Το διάλυμα αναμειγνύεται επιμελώς. Το διάλυμα αυτό περιέχει περίπου 0,5 mol/l υδροχλωρικού οξέος· ή

β) με διαλύματα χλωριούχου, θειικού ή νιτρικού λανθανίου. Διαλύονται 26,7 g επταενύδρου χλωριούχου λανθανίου ($LaCl_3$ $7H_2O$) ή 31,2 g εξαενύδρου νιτρικού λανθανίου [$La(NO_3)_3$ $6H_2O$] ή 26,2 g εννιαενύδρου θειικού λανθανίου [$La_2(SO_4)_3$ $9H_2O$] σε 150 ml νερού και κατόπιν προστίθενται 85 ml υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1). Το σύνολο αφήνεται σε ηρεμία για να ολοκληρωθεί

▼B

η διαλυτοποίηση και στη συνέχεια συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου με νερό. Αναμειγνύεται επιμελώς. Το διάλυμα αυτό περιέχει περίπου 0,5 mol/l υδροχλωρικού οξέος.

4.4. *Διαλύματα βαθμονόμησης*

Για την παρασκευή τους, βλέπε τις σχετικές με το εκάστοτε θρεπτικό μικροσυστατικό μεθόδους ανάλυσης.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης κατάλληλα εξοπλισμένο και ικανό να δέχεται τις πηγές που εκπέμπουν τις χαρακτηριστικές φασματικές γραμμές των προς ανάλυση θρεπτικών μικροσυστατικών.

Ο χημικός θα πρέπει να ακολουθεί τις οδηγίες του κατασκευαστή του οργάνου και να είναι εξοικειωμένος με το χειρισμό του. Το φασματόμετρο πρέπει να επιτρέπει διόρθωση του θορύβου υποστρώματος από τη φλόγα, ώστε η σχετική διάταξη να μπορεί να χρησιμοποιηθεί σε περίπτωση ανάγκης (π.χ. για τον Zn). Τα χρησιμοποιούμενα αέρια είναι αέρας και ακετυλένιο.

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. *Διαλυτοποίηση των προς ανάλυση στοιχείων*

Βλέπε μεθόδους 10.1 ή/και 10.2 και, κατά περίπτωση, 10.3.

6.2. *Κατεργασία του διαλύματος ανάλυσης*

Μια κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος, που έχει ληφθεί σύμφωνα με τη μέθοδο 10.1, 10.2 ή 10.3, αραιώνεται με νερό ή/και με υδροχλωρικό οξύ (4.1) ή (4.2), κατά τρόπο ώστε το τελικό διάλυμα για τις μετρήσεις να έχει συγκέντρωση στο προς ανάλυση στοιχείο περικλειόμενη στην κλίμακα βαθμονόμησης που πρόκειται να χρησιμοποιηθεί (7.2) και, επίσης, συγκέντρωση σε υδροχλωρικό οξύ τουλάχιστον 0,5 mol/l και όχι μεγαλύτερη από 2,5 mol/l. Η εργασία αυτή ενδέχεται να απαιτεί μία ή περισσότερες αραιώσεις.

Για το τελικό διάλυμα λαμβάνεται κατάλληλη ποσότητα αραιωμένου εκχυλίσματος και φέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Έστω (a) ο όγκος της εν λόγω κατάλληλης ποσότητας σε ml. Προστίθενται 10 ml του διαλύματος άλατος του λανθανίου (4.3). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς. Έστω D ο συντελεστής αραίωσης.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή τυφλού διαλύματος*

Παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα με εφαρμογή όλης της διαδικασίας από την εκχύλιση, από την οποία παραλείπεται μόνο το δείγμα ανάλυσης του λιπάσματος.

7.2. *Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης*

Από το διάλυμα εργασίας, που έχει παρασκευαστεί σύμφωνα με τη μέθοδο που περιγράφεται για κάθε θρεπτικό μικροσυστατικό, παρασκευάζεται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml, σειρά πέντε τουλάχιστον διαλυμάτων βαθμονόμησης με αυξανόμενες συγκεντρώσεις, ώστε να αντιστοιχούν στη βέλτιστη περιοχή μετρήσεων του φασματόμετρου. Ρυθμίζεται, αν χρειάζεται, η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη του αραιωμένου διαλύματος ανάλυσης (6.2). Για τον προσδιορισμό του σιδήρου ή του ψευδαργύρου, προστίθενται 10 ml από το ίδιο διάλυμα άλατος του λανθανίου (4.3) που έχει χρησιμοποιηθεί υπό (6.2). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

7.3. *Μετρήσεις*

Το φασματόμετρο (5) ετοιμάζεται για τις μετρήσεις και ρυθμίζεται το μήκος κύματος στην τιμή που καθορίζεται στη σχετική με το εκάστοτε θρεπτικό μικροσυστατικό μέθοδο.

Ψεκάζονται διαδοχικά τα διαλύματα βαθμονόμησης (7.2), το διάλυμα ανάλυσης (6.2) και το τυφλό διάλυμα (7.1), το καθένα τρεις φορές και

▼B

με καταγραφή κάθε ένδειξης ενώ, μετά από κάθε ψεκασμό, το όργανο εκπλύνεται πολύ καλά με απεσταγμένο νερό.

Σχεδιάζεται καμπύλη βαθμονόμησης με τεταγμένη τη μέση τιμή των ενδείξεων που παρέχει το φασματόμετρο για κάθε διάλυμα βαθμονόμησης (7.2) και τετμημένη την αντίστοιχη συγκέντρωση του προς ανάλυση στοιχείου εκφρασμένη σε μg ανά ml.

Με βάση την καμπύλη αυτή προσδιορίζονται οι συγκεντρώσεις του διαλύματος ανάλυσης (6.2) και του τυφλού διαλύματος (7.1), στο προς ανάλυση θρεπτικό μικροσυστατικό, οι οποίες σημειώνονται με (x_s) και (x_b) αντίστοιχα και εκφράζονται σε μg ανά ml.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος στο θρεπτικό μικροσυστατικό (E) είναι ίση με:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M\ \ 10^4)$$

Εάν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 10.3:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

όπου

E είναι η εκατοστιαία αναλογία του προς ανάλυση θρεπτικού μικροσυστατικού στο λίπασμα·

x_s είναι η συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (6.2), σε μg/ml·

x_b είναι η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος (7.1), σε μg/ml·

V είναι ο όγκος του εκχυλίσματος που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2, σε ml·

D είναι ο συντελεστής που αντιστοιχεί στην αραίωση που πραγματοποιείται υπό 6.2·

M είναι η μάζα του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2, σε γραμμάρια.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D:

Εάν (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) και (a) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) και (100) οι όγκοι σε ml των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Μέθοδος 10.5

Προσδιορισμός του βορίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με οξυμετρία

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του βορίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2 από λιπάσματα, για τα οποία στο παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτείται να δηλώνεται το ολικό ή/και υδατοδιαλυτό βόριο.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Το βορικό ιόν σχηματίζει με τη μαννιτόλλη μαννιτοβορικό σύμπλοκο σύμφωνα με την αντίδραση:

$$C_6H_8\ (OH)_6 + H_3BO_3\ C_6H_{15}O_8B + H_2O$$

Το σύμπλοκο αυτό ογκομετρείται με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου σε pH 6,3.

▼B

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα δείκτη ερυθρού του μεθυλίου*

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml διαλύεται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) σε 50 ml αιθανόλης 95 %. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με νερό. Αναμειγνύεται επιμελώς.

4.2. *Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος, περίπου 0,5 mol/l*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (HCl, d_{20} = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με 20 όγκους νερού.

4.3. *Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου, περίπου 0,5 mol/l*

Πρέπει να είναι απαλλαγμένο από διοξείδιο του άνθρακα. Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου, που ήδη περιέχει περίπου 800 ml βρασμένου νερού, διαλύονται 20 g υδροξειδίου του νατρίου (NaOH) σε παστίλιες. Μετά την ψύξη του διαλύματος, συμπληρώνεται ο όγκος του μέχρι τα 1 000 ml με βρασμένο νερό και ακολουθεί ομογενοποίηση.

4.4. *Πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου, περίπου 0,025 mol/l*

Πρέπει να είναι απαλλαγμένο από διοξείδιο του άνθρακα. Το διάλυμα του υδροξειδίου του νατρίου 0,5 mol/l (4.3) αραιώνεται σε αναλογία 1:20 με βρασμένο νερό και αναμειγνύεται επιμελώς. Προσδιορίζεται ο τίτλος τους, που εκφράζεται σε βόριο (B) (βλέπε παράγραφο 9).

4.5. *Διάλυμα βαθμονόμησης με βάση το βόριο (100 μg/ml B)*

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml, διαλύονται σε νερό 0,5719 g βορικού οξέος (H_3BO_3) ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται. Μεταγγίζεται σε πλαστική φιάλη για διατήρηση στο ψυγείο.

4.6. D-μαννιτόλη ($C_6H_{14}O_6$) σε σκόνη

4.7. Χλωριούχο νάτριο (NaCl)

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Πεχάμετρο με ηλεκτρόδιο υάλου

5.2. Μαγνητικός αναδευτήρας

5.3. Ποτήρι ζέσεως των 400 ml με ράβδο από τεφλόν

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. *Διαλυτοποίηση του βορίου*

Βλέπε μεθόδους 10.1, 10.2 και, κατά περίπτωση, 10.3.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Ανάλυση*

Σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml (5.3), φέρεται κατάλληλη ποσότητα (a) από το διάλυμα της εκχύλισης (6.1), ώστε να περιέχει 2 έως 4 mg βορίου. Προστίθενται 150 ml νερού.

Προστίθενται μερικές σταγόνες διαλύματος δείκτη ερυθρού του μεθυλίου (4.1).

Αν πρόκειται για εκχύλιση με τη μέθοδο 10.2, το διάλυμα οξινίζεται με την προσθήκη υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) μέχρι να αλλάξει χρώμα ο δείκτης και κατόπιν προστίθενται ακόμη 0,5 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2).

Μετά την προσθήκη 3 g χλωριούχου νατρίου (4.7), το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού για να εκδιωχθεί το διοξείδιο του άνθρακα. Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί. Το ποτήρι ζέσεως τοποθετείται στο μαγνητικό αναδευτήρα (5.2) και βυθίζονται σ' αυτό τα ηλεκτρόδια του πεχαμέτρου (5.1), το οποίο έχει προηγουμένως βαθμονομηθεί.

Το pH του διαλύματος ρυθμίζεται στην τιμή 6,3 ακριβώς, αρχικά με το διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,5 mol/l (4.3) και, στη συνέχεια, με το διάλυμα 0,025 mol/l (4.4).

Προστίθενται 20 g D-μαννιτόλης (4.6) και, αφού η ουσία αυτή διαλυθεί πλήρως, το διάλυμα αναμειγνύεται επιμελώς. Ακολουθεί ογκο-

▼B

μέτρηση με το διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,025 mol/l (4.4) μέχρι pH 6,3 (σταθερότητα τουλάχιστον για 1 λεπτό). Έστω x_1 ο όγκος που καταναλώνεται.

8. **Τυφλό διάλυμα**

Παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα με εφαρμογή όλης της διαδικασίας από τη διαλυτοποίηση, από την οποία παραλείπεται μόνο το λίπασμα. Έστω x_0 ο όγκος που καταναλώνεται.

9. **Τίτλος σε βόριο (b) του διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (4.4)**

Με τη βοήθεια σιφωνίου λαμβάνονται 20 ml (2,0 mg B) από το διάλυμα βαθμονόμησης (4.5), φέρονται σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml και προστίθενται μερικές σταγόνες του διαλύματος ερυθρού του μεθυλίου (4.1). Προστίθενται 3 g χλωριούχου νατρίου (4.7) και διάλυμα υδροχλωρικού οξέος (4.2), μέχρι να αλλάξει χρώμα ο δείκτης (4.1).

Ο όγκος του διαλύματος συμπληρώνεται μέχρι τα 150 ml περίπου και το σύνολο θερμαίνεται ήπια μέχρι βρασμού για να απομακρυνθεί το διοξείδιο του άνθρακα. Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί. Το ποτήρι ζέσεως τοποθετείται στο μαγνητικό αναδευτήρα (5.2) και βυθίζονται σ' αυτό τα ηλεκτρόδια του πεχαμέτρου (5.1), το οποίο έχει προηγουμένως βαθμονομηθεί. Το pH του διαλύματος ρυθμίζεται στην τιμή 6,3 ακριβώς, αρχικά με το διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,5 mol/l (4.3) και, στη συνέχεια, με το διάλυμα 0,025 mol/l (4.4).

Προστίθενται 20 g D-μαννιτόλης (4.6) και, αφού η ουσία αυτή διαλυθεί πλήρως, το διάλυμα αναμειγνύεται επιμελώς. Ακολουθεί ογκομέτρηση με το διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,025 mol/l (4.4) μέχρι pH 6,3 (σταθερότητα τουλάχιστον για 1 λεπτό). Έστω V_1 ο όγκος που καταναλώνεται.

Παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα με τον ίδιο τρόπο και με 20 ml νερού αντί του διαλύματος βαθμονόμησης. Έστω V_0 ο όγκος που καταναλώνεται.

Τα ισοδύναμα (F) βορίου, σε mg/ml, του πρότυπου διαλύματος NaOH (4.4) είναι:

$$F\ (\sigma\varepsilon\ mg/ml) = 2/(V_1 - V_0)$$

1 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου ακριβώς 0,025 mol/l αντιστοιχεί σε 0,27025 mg B.

10. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε βόριο (B) είναι ίση με:

$$B\ (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

όπου

B (%) είναι η εκατοστιαία αναλογία του βορίου στο λίπασμα·

X_1 είναι ο όγκος, σε ml, του διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,025 mol/l (4.4), που απαιτείται για το διάλυμα ανάλυσης·

X_0 είναι ο όγκος, σε ml, του διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,025 mol/l (4.4), που απαιτείται για το τυφλό διάλυμα·

F είναι ο τίτλος σε βόριο (B), σε mg/ml, του διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,025 mol/l (4.4)·

V είναι ο όγκος, σε ml, του διαλύματος της εκχύλισης που λαμβάνεται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2·

a είναι ο όγκος, σε ml, της κατάλληλης ποσότητας (7.1) του εκχυλίσματος (6.1)·

M είναι η μάζα, σε γραμμάρια, του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2.

▼B

Μέθοδος 10.6

Προσδιορισμός του κοβαλτίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με τη σταθμική μέθοδο της 1-νιτρωδο-ναφθόλης-2

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικού προσδιορισμού του κοβαλτίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2 από δείγματα λιπασμάτων, για τα οποία το παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε κοβάλτιο.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Το κοβάλτιο III ενώνεται με την 1-νιτρωδο-ναφθόλη-2, παρέχοντας το κόκκινο ίζημα $Co(C_{10}H_6ONO)_3, 2H_2O$. Μετά τη μετατροπή του κοβαλτίου που περιέχεται στο εκχύλισμα σε κοβάλτιο III, το στοιχείο αυτό καταβυθίζεται σε περιβάλλον οξικού οξέος με διάλυμα 1-νιτρωδο-ναφθόλης-2. Ακολουθεί διήθηση. Το ίζημα εκπλύνεται, ξηραίνεται μέχρι σταθερής μάζας και ζυγίζεται ως $Co\ (C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου (H_2O_2 d_{20} = 1,11 g/ml) 30 %

4.2. *Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου, περίπου 2 mol/l*

Διαλύονται 8 g υδροξειδίου του νατρίου σε παστίλιες σε 100 ml νερού.

4.3. *Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος, περίπου 6 mol*

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (d_{20} = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με έναν όγκο νερού.

4.4. Οξικό οξύ (99,7 % σε CH_3CO_2H) (d_{20} = 1,05 g/ml)

4.5. *Διάλυμα οξικού οξέος (1: 2), περίπου 6 mol/l*

Ένας όγκος οξικού οξέος (4.4) αναμειγνύεται με δύο όγκους νερού.

4.6. Διάλυμα 1-νιτρωδο-ναφθόλης-2 σε 100 ml οξικού οξέος (4.4). Προστίθενται 100 ml χλιαρού νερού. Αναμειγνύεται επιμελώς. Ακολουθεί αμέσως διήθηση. Το διάλυμα που λαμβάνεται πρέπει να χρησιμοποιηθεί αμέσως

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Ηθμός τύπου P 16/ISO 4 793, πορώδους 4, χωρητικότητας 30 ή 50 ml

5.2. Πυριατήριο ρυθμισμένο στους 130 (± 2) °C

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. *Διαλυτοποίηση του κοβαλτίου*

Βλέπε μέθοδο 10.1 ή 10.2.

6.2. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml φέρεται κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος, ώστε να μην περιέχει περισσότερο από 20 mg Co. Εάν το εκχύλισμα έχει ληφθεί με τη μέθοδο 10.2, οξινίζεται με 5 σταγόνες υδροχλωρικού οξέος (4.3). Προστίθενται περίπου 10 ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (4.1). Το οξειδωτικό μέσο αφήνεται να δράσει εν ψυχρώ 15 λεπτά και στη συνέχεια ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml περίπου με νερό. Το ποτήρι ζέσεως καλύπτεται με γυαλί ωρολογίου. Το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για 10 λεπτά περίπου. Αφήνεται να ψυχθεί. Επαναφέρεται σε αλκαλικό pH με την προσθήκη σταγόνων διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (4.2) μέχρι να αρχίσει να καταβυθίζεται το μαύρο ίζημα υδροξειδίου του κοβαλτίου.

▼B

7. **Τρόπος εργασίας**

Προστίθενται 10 ml οξικού οξέος (4.4) και ο όγκος του διαλύματος συμπληρώνεται μέχρι τα 200 ml περίπου με νερό. Το σύνολο θερμαίνεται μέχρι βρασμού. Με τη βοήθεια προχοΐδας προστίθενται στάγδην 20 ml διαλύματος 1-νιτρωδο-ναφθόλης-2 (4.6) με συνεχή ανάδευση. Η εργασία ολοκληρώνεται με ζωηρή ανάδευση για να σχηματιστεί πλήρως το ίζημα.

Ακολουθεί διήθηση με προζυγισμένο ηθμό (5.1), με προσοχή ώστε να μην αποφραχθεί ο ηθμός. Για το σκοπό αυτό, το ίζημα πρέπει να καλύπτεται με υγρό καθόλη τη διάρκεια της διήθησης.

Το ποτήρι εκπλύνεται με αραιό οξικό οξύ (4.5) για να συμπαρασυρθούν τα υπολείμματα του ιζήματος και ακολουθεί έκπλυση του ιζήματος επάνω στον ηθμό, μία φορά με αραιό οξικό οξύ (4.5) και τρεις φορές με θερμό νερό.

Το ίζημα ξηραίνεται σε πυριατήριο (5.2) στους 130 (± 2) °C μέχρι σταθερής μάζας.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

1 mg ιζήματος Co $(C_{10}H_6ONO)_3$, $2H_2O$ αντιστοιχεί σε 0,096381 mg Co.

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε κοβάλτιο (Co) είναι ίση με:

$$\text{Co}\ (\%) = \text{X} \times 0,0096381 \times \frac{\text{V} \times \text{D}}{\text{a} \times \text{M}}$$

όπου

X είναι η μάζα, σε χιλιοστόγραμμα, του ιζήματος·

V είναι ο όγκος, σε χιλιοστόλιτρα, του διαλύματος εκχύλισης που έχει ληφθεί με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2·

a είναι ο όγκος, σε χιλιοστόλιτρα, της κατάλληλης ποσότητας από την τελευταία αραίωση·

D είναι ο συντελεστής αραίωσης αυτής της κατάλληλης ποσότητας·

M είναι η μάζα, σε γραμμάρια, του δείγματος ανάλυσης.

Μέθοδος 10.7

Προσδιορισμός του χαλκού στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με ογκομετρική μέθοδο

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικού προσδιορισμού του χαλκού στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2 από δείγματα λιπασμάτων για τα οποία το παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε χαλκό.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Τα ιόντα δισθενούς χαλκού ανάγονται σε όξινο περιβάλλον από το ιωδιούχο κάλιο:

$$2Cu^{++} + 4I^{-} \rightarrow 2CuI + I_2$$

Το εκλυόμενο ιώδιο ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα θειοθειικού νατρίου γνωστού τίτλου, παρουσία αμύλου ως δείκτη, σύμφωνα με την αντίδραση:

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

▼B

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. Νιτρικό οξύ (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml)

4.2. Ουρία [$(NH_2)_2$ C = 0]

4.3. *Διάλυμα διφθοριούχου αμμωνίου (NH_4HF_2) 10 % κ.ό.*

Το διάλυμα αυτό φυλάσσεται σε πλαστική φιάλη.

4.4. *Διάλυμα υδροξειδίου του αμμωνίου (1 + 1)*

Ένας όγκος αμμωνίας (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) αναμειγνύεται με έναν όγκο νερού.

4.5. *Πρότυπο διάλυμα θειοθειικού νατρίου*

Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου διαλύονται 7,812 g πενταϋδρίτη θειοθειικού νατρίου ($Na_2S_2O_35H_2O$) σε νερό. Το διάλυμα αυτό παρασκευάζεται κατά τρόπο ώστε 1 ml του διαλύματος αυτού να αντιστοιχεί σε 2 mg Cu. Προστίθενται μερικές σταγόνες χλωροφορμίου για σταθεροποίηση. Το διάλυμα πρέπει να φυλάσσεται σε γυάλινο δοχείο προφυλαγμένο από το φως.

4.6. Ιωδιούχο κάλιο (KI)

4.7. *Διάλυμα θειοκυανικού καλίου (KSCN) (25 % κ.ό.)*

Το διάλυμα αυτό φυλάσσεται σε πλαστική φιάλη.

4.8. *Διάλυμα αμύλου (περίπου 0,5 %)*

Σε ποτήρι ζέσεως των 600 ml φέρονται 2,5 g αμύλου. Προστίθενται περίπου 500 ml νερού. Το σύνολο ζέεται με συνεχή ανάδευση. Ψύχεται σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Το διάλυμα αυτό δεν διατηρείται πολύ χρόνο. Ο χρόνος διατήρησής του μπορεί να αυξηθεί με την προσθήκη 10 mg ιωδιούχου υδραργύρου.

5. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

Διαλυτοποίηση του χαλκού

Βλέπε μεθόδους 10.1 και 10.2.

6. **Τρόπος εργασίας**

6.1. *Παρασκευή του διαλύματος για την ογκομέτρηση*

Σε φιάλη Erlenmeyer των 500 ml φέρεται κατάλληλη ποσότητα από το διάλυμα της εκχύλισης, ώστε να περιέχει τουλάχιστον 20 έως 40 mg Cu.

Η ενδεχόμενη περίσσεια οξυγόνου εκδιώκεται με σύντομο βρασμό. Ο όγκος του διαλύματος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml περίπου με νερό, προστίθενται 5 ml νιτρικού οξέος (4.1) και το σύνολο θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για μισό λεπτό περίπου.

Η φιάλη Erlenmeyer αποσύρεται από τη θερμαντική συσκευή, προστίθενται περίπου 3 g ουρίας (4.2) και ακολουθεί νέα θέρμανση μέχρι βρασμού για μισό λεπτό περίπου.

Διακόπτεται η θέρμανση και προστίθενται 200 ml ψυχρού νερού. Αν χρειάζεται, το περιεχόμενο της φιάλης Erlenmeyer ψύχεται μέχρι τη θερμοκρασία του περιβάλλοντος.

Προστίθεται αργά διάλυμα υδροξειδίου αμμωνίας (4.4) μέχρι λήψεως χρώματος κυανούν θόλωμα και κατόπιν προστίθεται 1 ml επιπλέον.

Προστίθενται 50 ml διαλύματος διφθοριούχου αμμωνίου (4.3) και το σύνολο αναμειγνύεται.

Προστίθενται 10 g ιωδιούχου καλίου (4.6) και διαλυτοποιούνται.

6.2. *Ογκομέτρηση του διαλύματος*

Η φιάλη Erlenmeyer τοποθετείται σε μαγνητικό αναδευτήρα. Εισάγεται στη φιάλη η ράβδος του αναδευτήρα και η συσκευή ρυθμίζεται στην επιθυμητή ταχύτητα.

Με τη βοήθεια προχοΐδας προστίθεται πρότυπο διάλυμα θειοθειικού νατρίου (4.5), μέχρι να ελαττωθεί η ένταση του καφέ χρώματος του διαλύματος που οφείλεται στο εκλυόμενο ιώδιο.

▼B

Προστίθενται 10 ml διαλύματος αμύλου (4.8).

Συνεχίζεται η ογκομέτρηση με το διάλυμα θειοθειικού νατρίου (4.5), μέχρι να εξαφανιστεί σχεδόν το πορφυρό χρώμα.

Προστίθενται 20 ml διαλύματος θειοκυανικού καλίου (4.7) και η ογκομέτρηση ολοκληρώνεται με την πλήρη εξαφάνιση του κυανοϊώδους χρώματος.

Σημειώνεται ο όγκος του θειοθειικού διαλύματος που έχει καταναλωθεί.

7. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

1 ml πρότυπου διαλύματος θειοθειικού νατρίου (4.5) αντιστοιχεί σε 2 mg Cu.

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε χαλκό είναι ίση με:

$$\text{Cu}\ (\%) = \text{X}\frac{\text{V}}{\text{a} \times \text{M} \times 5}$$

όπου

X είναι ο όγκος, σε χιλιοστόλιτρα, του διαλύματος θειοθειικού νατρίου που καταναλώνεται·

V είναι ο όγκος, σε χιλιοστόλιτρα, του διαλύματος εκχυλίσματος που λαμβάνεται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2·

a είναι ο όγκος, σε χιλιοστόλιτρα, της κατάλληλης ποσότητας·

M είναι η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2.

Μέθοδος 10.8

Προσδιορισμός του σιδήρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικού προσδιορισμού του σιδήρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2 από δείγματα λιπασμάτων, για τα οποία το παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτεί να δηλώνεται ο ολικός ή/και υδατοδιαλυτός σίδηρος.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά την κατάλληλη κατεργασία και αραίωση των εκχυλισμάτων, προσδιορίζεται ποσοτικά ο σίδηρος με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 6 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (4.1).

4.2. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 0,5 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (4.2).

4.3. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), απαλλαγμένο από θρεπτικά μικροσυστατικά

4.4. *Διαλύματα άλατος του λανθανίου (10 g La ανά λίτρο)*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (4.3).

▼B

4.5. *Διαλύματα βαθμονόμησης με βάση το σίδηρο*

4.5.1. Αρχικό διάλυμα σιδήρου 1 000 μg/ml

Σε ποτήρι ζέσεως των 500 ml ζυγίζεται, με ακρίβεια 0,1 mg, 1 g σύρματος καθαρού σιδήρου, προστίθενται 200 ml υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1) και 15 ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (4.3). Το διάλυμα θερμαίνεται σε ηλεκτρική εστία μέχρι πλήρους διαλυτοποίησης του σιδήρου. Όταν κρυώσει μεταφέρεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

4.5.2. Διάλυμα σιδήρου εργασίας (100 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml φέρονται 20 ml του αρχικού διαλύματος (4.5.1). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης: βλέπε μέθοδο 10.4 (5). Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του σιδήρου (248,3 nm).

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. *Διαλυτοποίηση του σιδήρου*

Βλέπε μεθόδους 10.1 ή/και 10.2 και, κατά περίπτωση, 10.3.

6.2. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (6.2). Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) διαλύματος άλατος του λανθανίου.

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του τυφλού διαλύματος*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (7.1). Το τυφλό διάλυμα πρέπει να περιέχει 10 % (κ.ό.) του διαλύματος άλατος του λανθανίου που χρησιμοποιείται υπό 6.2.

7.2. *Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (7.2).

Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 10 μg/ml σιδήρου, φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml, αντίστοιχα, 0, 2, 4, 6, 8 και 10 ml από το διάλυμα εργασίας (4.5.2). Ρυθμίζεται, αν χρειάζεται, η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης. Προστίθενται σε κάθε φιάλη 10 ml του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί υπό 6.2. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς. Τα εν λόγω διαλύματα περιέχουν 0, 2, 4, 6, 8 και 10 μg/ml σιδήρου αντίστοιχα.

7.3. *Μετρήσεις*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (7.3). Το φασματόμετρο (5) ετοιμάζεται για μετρήσεις στο μήκος κύματος των 248,3 nm.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Βλέπε μέθοδο 10.4 (8).

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε σίδηρο είναι ίση με:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Εάν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 10.3:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

όπου

▼B

Fe είναι η εκατοστιαία αναλογία του σιδήρου στο λίπασμα·

x_s είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του διαλύματος ανάλυσης (6.2)·

x_b είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του τυφλού διαλύματος (7.1)·

V είναι ο όγκος σε ml του εκχυλίσματος που λαμβάνεται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2·

D είναι ο συντελεστής της αραίωσης που πραγματοποιείται υπό 6.2·

M είναι η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D: εάν (a_1), (a_2), (a_3), …, (ai) και (a) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v_1), (v_2), (v_3), …, (vi) και (100) οι όγκοι σε ml των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Μέθοδος 10.9

Προσδιορισμός του μαγγανίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με αντίδραση μαγγανιομετρίας

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικού προσδιορισμού του μαγγανίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2 από δείγματα λιπασμάτων για τα οποία το παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε μαγγάνιο.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Εάν το εκχύλισμα περιέχει ιόντα χλωρίου, αυτά εκδιώκονται με βρασμό του εκχυλίσματος, στο οποίο έχει προηγουμένως προστεθεί θειικό οξύ. Το μαγγάνιο οξειδώνεται με βισμουθικό νάτριο σε περιβάλλον νιτρικού οξέος. Τα σχηματιζόμενα υπερμαγγανικά ιόντα ανάγονται με περίσσεια θειικού υποσιδήρου. Η περίσσεια αυτή ογκομετρείται με διάλυμα υπερμαγγανικού καλίου.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. Πυκνό θειικό οξύ (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. *Θειικό οξύ, περίπου 9 mol/l*

Ένας όγκος πυκνού θειικού οξέος (4.1) αναμειγνύεται προσεκτικά με έναν όγκο νερού.

4.3. *Νιτρικό οξύ, 6 mol/l*

3 όγκοι νιτρικού οξέος (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml) αναμειγνύονται με 4 όγκους νερού.

4.4. *Νιτρικό οξύ, 0,3 mol/l*

Ένας όγκος νιτρικού οξέος 6 mol/l αναμειγνύεται με 19 όγκους νερού.

4.5. Βισμουθικό νάτριο ($NaBiO_3$) (85 %).

4.6. Kieselguhr

4.7. Ορθοφωσφορικό οξύ, 15 mol/l (H_3PO_4, d_{20} = 1,71 g/ml)

4.8. *Διάλυμα θειικού υποσιδήρου, 0,15 mol/l*

Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου διαλύονται 41,6 g επταενύδρου θειικού υποσιδήρου ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$).

Προστίθενται 25 ml πυκνού θειικού οξέος (4.1) και 25 ml φωσφορικού οξέος (4.7). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 1 000 ml και το διάλυμα αναμειγνύεται.

▼B

4.9. *Διάλυμα υπερμαγγανικού καλίου, 0,020 mol/l*

Ζυγίζονται 3,160 g υπερμαγγανικού καλίου ($KMnO_4$), με ακρίβεια 0,1 mg, διαλύονται και ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 1 000 ml με νερό.

4.10. *Διάλυμα νιτρικού αργύρου, 0,1 mol/l*

1,7 g νιτρικού αργύρου ($AgNO_3$) διαλύεται σε 100 ml νερού.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Ηθμός τύπου P16/ISO 4 793, πορώδους 4 και χωρητικότητας 50 ml, στερεωμένος σε φιάλη διηθήσεως των 500 ml.

5.2. Μαγνητικός αναδευτήρας

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. *Διαλυτοποίηση του μαγγανίου*

Βλέπε μεθόδους 10.1 και 10.2. Εάν η παρουσία ιόντων χλωρίου δεν είναι εξακριβωμένη, το διάλυμα υποβάλλεται σε δοκιμή με μία σταγόνα διαλύματος νιτρικού αργύρου (4.10).

6.2. Εάν δεν υπάρχουν ιόντα χλωρίου, λαμβάνεται κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος, ώστε να περιέχει 10 έως 20 mg μαγγανίου, και τοποθετείται σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml. Ο όγκος φέρεται στα 25 ml περίπου με εξάτμιση ή με προσθήκη ύδατος, κατά περίπτωση. Προστίθενται 2 ml πυκνού θειικού οξέος (4.1)

6.3. *Εάν υπάρχουν ιόντα χλωρίου, πρέπει να απομακρυνθούν ως εξής*

Σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml με ψηλά τοιχώματα φέρεται κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος, τόση ώστε να περιέχει 10 έως 20 mg μαγγανίου. Προστίθενται 5 ml θειικού οξέος 9 mol/l (4.2). Το σύνολο τοποθετείται σε θερμαντική εστία κάτω από απαγωγό και θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται μέχρι να εκλυθεί άφθονος λευκός καπνός. Η θέρμανση συνεχίζεται μέχρι να μειωθεί ο όγκος στα 2 ml περίπου (λεπτή στιβάδα σιροπώδους υγρού στον πυθμένα του ποτηριού). Το ποτήρι ζέσεως επαναφέρεται στη θερμοκρασία του περιβάλλοντος.

Προστίθενται με προσοχή 25 ml νερού και εξακριβώνεται και πάλι η απουσία χλωριόντων με μία σταγόνα διαλύματος νιτρικού αργύρου (4.10). Εάν υπάρχουν ακόμη χλωριόντα, η εργασία επαναλαμβάνεται, αφού πρώτα προστεθούν 5 ml θειικού οξέος 9 mol/l (4.2).

7. **Τρόπος εργασίας**

Στο ποτήρι ζέσεως των 400 ml που περιέχει το διάλυμα ανάλυσης προστίθενται 25 ml νιτρικού οξέος 6 mol/l (4.3) και 2,5 g βισμουθικού νατρίου (4.5). Το σύνολο αναδεύεται ζωηρά 3 λεπτά σε μαγνητικό αναδευτήρα (5.2).

Προστίθενται 50 ml νιτρικού οξέος 0,3 mol/l (4.4) και ακολουθεί νέα ανάδευση. Το μείγμα διηθείται υπό κενό με ηθμό (5.1), του οποίου ο πυθμένας έχει προηγουμένως καλυφθεί με Kieselghur (4.6). Ο ηθμός εκπλύνεται πολλές φορές με νιτρικό οξύ 0,3 mol/l (4.4), μέχρι να ληφθεί άχρωμο διήθημα.

Το διήθημα και τα υγρά της έκπλυσης μεταγγίζονται σε ποτήρι ζέσεως των 500 ml και αναμειγνύονται. Προστίθενται 25 ml διαλύματος θειικού υποσιδήρου 0,15 mol/l (4.8). Εάν το διήθημα χρωματιστεί κίτρινο μετά την προσθήκη του θειικού υποσιδήρου, προστίθενται 3 ml ορθοφωσφορικού οξέος 15 mol/l (4.7).

Με τη βοήθεια προχοΐδας ογκομετρείται η περίσσεια θειικού υποσιδήρου με διάλυμα υπερμαγγανικού καλίου 0,02 mol/l (4.9), μέχρι να ληφθεί ροζ χρωματισμός σταθερός επί ένα λεπτό. Εκτελείται τυφλός προσδιορισμός υπό τις ίδιες συνθήκες, παραλείποντας μόνο το δείγμα ανάλυσης.

Σημείωση

Μετά την οξείδωση το διάλυμα δεν πρέπει να έλθει σε επαφή με καουτσούκ.

▼B

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

1 ml διαλύματος υπερμαγγανικού καλίου 0,02 mol/l αντιστοιχεί σε 1,099 mg μαγγανίου (Mn).

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε μαγγάνιο είναι ίση με:

$$Mn\ (\%) = (x_b - x_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

όπου

x_b είναι ο όγκος σε ml του διαλύματος υπερμαγγανικού καλίου που καταναλώνεται στον τυφλό προσδιορισμό·

x_s είναι ο όγκος σε ml του διαλύματος υπερμαγγανικού καλίου που καταναλώνεται στην ανάλυση·

V είναι ο όγκος σε ml του διαλύματος εκχυλίσματος που λαμβάνεται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2·

a είναι ο όγκος σε ml της κατάλληλης ποσότητας του εκχυλίσματος·

M είναι η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος ανάλυσης.

Μέθοδος 10.10

Προσδιορισμός του μολυβδαινίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με τη σταθμική μέθοδο της 8-υδροξυ-κινολίνης

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικού προσδιορισμού του μολυβδαινίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2 από δείγματα λιπασμάτων για τα οποία το παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε μολυβδαίνιο.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Το μολυβδαίνιο προσδιορίζεται ποσοτικά με καταβύθιση ως οξινικό μολυβδαινύλιο υπό καθορισμένες συνθήκες.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα θειικού οξέος, περίπου 1 mol/l*

Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου, που ήδη περιέχει 800 ml νερού, προστίθενται προσεκτικά 55 ml θειικού οξέος (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml). Το σύνολο αναμειγνύεται και, αφού ψυχθεί, συμπληρώνεται μέχρις όγκου 1 λίτρου. Αναμειγνύεται.

4.2. *Αραιό διάλυμα αμμωνίας (1 : 3)*

Ένας όγκος πυκνού διαλύματος αμμωνίας (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) αναμειγνύεται με 3 όγκους νερού.

4.3. *Αραιό διάλυμα οξικού οξέος (1 : 3)*

Ένας όγκος πυκνού οξικού οξέος (99,7 % CH_3COOH, d_{20} = 1,049 g/ml) αναμειγνύεται με 3 όγκους νερού.

4.4. *Διάλυμα δινατρίου άλατος του αιθυλενοδιαμινοτετραοξικού οξέος (EDTA)*

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml, διαλύονται σε νερό 5 g Na_2EDTA. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή και το διάλυμα αναμειγνύεται.

4.5. *Ρυθμιστικό διάλυμα*

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml διαλύονται σε νερό 15 ml πυκνού οξικού οξέος και 30 g οξικού αμμωνίου. Συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τα 100 ml.

▼B

4.6. *Διάλυμα 7-υδροξυ-κινολίνης (οξίνης)*

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml, διαλύονται 3 g 8-υδροξυκινολίνης σε 5 ml πυκνού οξικού οξέος. Προστίθενται 80 ml νερού. Προστίθεται στάγδην διάλυμα αμμωνίας (4.2) μέχρι να εμφανιστεί θόλωμα και, κατόπιν, οξικό οξύ (4.3), μέχρι το διάλυμα να διαυγαστεί και πάλι.

Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με νερό.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

5.1. Ηθμός τύπου P16/ISO 4 793, πορώδους 4, χωρητικότητας 30 ml

5.2. Πεχάμετρο με ηλεκτρόδιο υάλου

5.3. Πυριατήριο ρυθμισμένο στους 130 έως 135 °C

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. Παρασκευή του διαλύματος μολυβδαινίου. Βλέπε μεθόδους 10.1 και 10.2

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml φέρεται κατάλληλη ποσότητα, ώστε να περιέχει 25 έως 100 mg Mo. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 50 ml με νερό.

Ρυθμίζεται το pH του διαλύματος αυτού στην τιμή 5 με σταγόνες διαλύματος θειικού οξέος (4.1). Προστίθενται 15 ml διαλύματος EDTA (4.4) και, στη συνέχεια, 5 ml ρυθμιστικού διαλύματος (4.5). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 80 ml περίπου με νερό.

7.2. *Καταβύθιση και έκπλυση του ιζήματος*

Καταβύθιση του ιζήματος

Το διάλυμα θερμαίνεται ήπια και, υπό συνεχή ανάδευση, προστίθεται το διάλυμα οξίνης (4.6). Συνεχίζεται η καταβύθιση έως ότου να μην παρατηρείται πια σχηματισμός υπολείμματος. Προστίθεται περίσσεια αντιδραστηρίου, μέχρι να χρωματιστεί το υπερκείμενο υγρό ελαφρά κίτρινο. Αρκούν συνήθως γι' αυτό 20 ml αντιδραστηρίου. Συνεχίζεται η ήπια θέρμανση του ιζήματος για 2 έως 3 λεπτά.

Διήθηση και έκπλυση

Το διάλυμα διηθείται με ηθμό (5.1). Το ίζημα εκπλύνεται πολλές φορές με 20 ml θερμού νερού. Τα υγρά της έκπλυσης πρέπει προοδευτικά να αποχρωματίζονται, δείγμα του ότι έχει απομακρυνθεί η οξίνη.

7.3. *Ζύγιση του ιζήματος*

Το ίζημα ξηραίνεται στους 130 έως 135 °C μέχρι σταθερής μάζας (τουλάχιστον μία ώρα).

Αφήνεται να ψυχθεί σε ξηραντήρα και κατόπιν ζυγίζεται.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

1 mg οξινικού μολυβδαινίου, $MoO_2(C_9H_6ON)_2$, αντιστοιχεί σε 0,2305 mg Mo.

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε μολυβδαίνιο είναι ίση με:

$$\text{Mo}\ (\%) = \text{X} \times 0,02305 \times \frac{\text{V} \times \text{D}}{\text{a} \times \text{M}}$$

όπου

X είναι η μάζα, σε mg, του ιζήματος οξινικού μολυβδαινυλίου·

V είναι ο όγκος σε ml του διαλύματος εκχυλίσματος που λαμβάνεται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2·

a είναι ο όγκος σε ml της κατάλληλης ποσότητας από την τελευταία αραίωση·

D είναι ο συντελεστής αραίωσης αυτής της κατάλληλης ποσότητας·

▼B

Μ είναι η μάζα, σε γραμμάρια, του δείγματος ανάλυσης.

Μέθοδος 10.11

Προσδιορισμός του ψευδαργύρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

1. **Αντικείμενο**

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικού προσδιορισμού του ψευδαργύρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. **Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2 από δείγματα λιπασμάτων για τα οποία το παράρτημα I E του παρόντος κανονισμού απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε ψευδάργυρο.

3. **Αρχή της μεθόδου**

Μετά από κατάλληλη κατεργασία και αραίωση των εκχυλισμάτων, προσδιορίζεται ποσοτικά ο ψευδάργυρος με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. **Αντιδραστήρια**

4.1. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 6 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (4.1).

4.2. *Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος, περίπου 0,5 mol/l*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (4.2).

4.3. *Διαλύματα άλατος του λανθανίου (10 g La ανά λίτρο)*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (4.3).

4.4. *Διαλύματα βαθμονόμησης με βάση τον ψευδάργυρο*

4.4.1. Αρχικό διάλυμα ψευδαργύρου (1 000 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml διαλύεται 1 g σκόνης ή φυλλιδίων ψευδαργύρου, ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg, σε 25 ml υδροχλωρικού οξέος 6 mol/l (4.1). Όταν διαλυθεί τελείως ο ψευδάργυρος, συμπληρώνεται ο όγκος με νερό και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

4.4.2. Διάλυμα ψευδαργύρου εργασίας (100 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml αραιώνονται 20 ml αρχικού διαλύματος (4.4.1) με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2). Συμπληρώνεται ο όγκος με το ίδιο διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

5. **Εργαστηριακά σκεύη και όργανα**

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης.

Βλέπε μέθοδο 10.4 (5). Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του ψευδαργύρου (213,8 nm) καθώς και με διάταξη για διόρθωση του θορύβου από τη φλόγα.

6. **Παρασκευή του διαλύματος για ανάλυση**

6.1. *Διαλυτοποίηση του ψευδαργύρου*

Βλέπε μέθοδο 10.1 ή/και 10.2.

6.2. *Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (6.2). Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) διαλύματος άλατος του λανθανίου (4.3).

▼B

7. **Τρόπος εργασίας**

7.1. *Παρασκευή του τυφλού διαλύματος*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (7.1). Το τυφλό διάλυμα πρέπει να περιέχει 10 % (κ.ό.) του διαλύματος άλατος του λανθανίου που χρησιμοποιείται υπό 6.2.

7.2. *Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (7.2). Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 5 μg/ml ψευδαργύρου, φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml, αντίστοιχα, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 και 5 ml από το διάλυμα εργασίας (4.4.2). Ρυθμίζεται, αν χρειάζεται, η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης. Προστίθενται σε κάθε φιάλη 10 ml του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί υπό 6.2. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 mol/l (4.2) και το σύνολο αναμειγνύεται επιμελώς.

Τα διαλύματα αυτά περιέχουν αντίστοιχα 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 και 5 μg/ml ψευδαργύρου.

7.3. *Μετρήσεις*

Βλέπε μέθοδο 10.4 (7.3). Το φασματόμετρο (5) ετοιμάζεται για μετρήσεις στο μήκος κύματος των 213,8 nm.

8. **Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Βλέπε μέθοδο 10.4 (8).

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα του λιπάσματος σε ψευδάργυρο είναι ίση με:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Εάν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 10.3:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

όπου

Zn είναι η εκατοστιαία αναλογία του ψευδαργύρου στο λίπασμα·

x_s είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του διαλύματος ανάλυσης·

x_b είναι η συγκέντρωση σε μg/ml του τυφλού διαλύματος·

V είναι ο όγκος σε ml του διαλύματος εκχυλίσματος που λαμβάνεται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2·

D είναι ο συντελεστής που αντιστοιχεί στην αραίωση που πραγματοποιείται υπό (6.2)·

M είναι η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D:

εάν (a1), (a2), (a3), …, (ai) και (a) είναι οι διαδοχικές κατάλληλες ποσότητες (v1), (v2), (v3), …, (vi) και (100) οι όγκοι σε ml των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ V

A. **ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΤΩΝ ΕΓΓΡΑΦΩΝ ΠΟΥ ΠΡΕΠΕΙ ΝΑ ΣΥΜΒΟΥΛΕΥΟΝΤΑΙ ΟΙ ΠΑΡΑΣΚΕΥΑΣΤΕΣ Η ΟΙ ΑΝΤΙΠΡΟΣΩΠΟΙ ΑΥΤΩΝ ΓΙΑ ΤΗΝ ΚΑΤΑΡΤΙΣΗ ΤΕΧΝΙΚΟΥ ΦΑΚΕΛΟΥ ΓΙΑ ΤΗΝ ΠΡΟΣΘΗΚΗ ΝΕΟΥ ΤΥΠΟΥ ΛΙΠΑΣΜΑΤΟΣ ΣΤΟ ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι ΤΟΥ ΠΑΡΟΝΤΟΣ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΥ**

1. Οδηγός κατάρτισης του τεχνικού φακέλου που αφορά τα υποψήφια λιπάσματα προς χαρακτηρισμό ως «ΛΙΠΑΣΜΑ ΕΚ».

   Επίσημη Εφημερίδα των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων C 138 της 20.5.1994, σ. 4.

2. Οδηγία 91/155/ΕΟΚ της Επιτροπής της 5ης Μαρτίου 1991 περί προσδιορισμού και καθορισμού των λεπτομερών κανόνων για το σύστημα ειδικής πληροφόρησης σχετικά με τα επικίνδυνα παρασκευάσματα κατ' εφαρμογή του άρθρου 10 της οδηγίας 88/379/ΕΟΚ του Συμβουλίου.

   Επίσημη Εφημερίδα των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων L 76 της 22.3.1991, σ. 35.

3. Οδηγία 93/112/ΕΚ της Επιτροπής της 10ης Δεκεμβρίου 1993 για την τροποποίηση της οδηγίας 91/155/ΕΟΚ περί προσδιορισμού και καθορισμού των λεπτομερών κανόνων για το σύστημα ειδικής πληροφόρησης σχετικά με τα επικίνδυνα παρασκευάσματα κατ' εφαρμογή του άρθρου 10 της οδηγίας 88/379/ΕΟΚ του Συμβουλίου.

   Επίσημη Εφημερίδα των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων L 314 της 16.12.1993, σ. 38.

B. **ΠΡΟΤΥΠΑ ΔΙΑΠΙΣΤΕΥΣΗΣ ΟΣΟΝ ΑΦΟΡΑ ΤΑ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑ ΤΑ ΑΡΜΟΔΙΑ ΝΑ ΠΑΡΕΧΟΥΝ ΤΙΣ ΑΝΑΓΚΑΙΕΣ ΥΠΗΡΕΣΙΕΣ ΕΛΕΓΧΟΥ ΣΥΜΜΟΡΦΩΣΗΣ ΤΩΝ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΕΚ ΠΡΟΣ ΤΙΣ ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΤΟΥ ΠΑΡΟΝΤΟΣ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΥ ΚΑΙ ΤΩΝ ΠΑΡΑΡΤΗΜΑΤΩΝ ΤΟΥ**

1. Πρότυπο που εφαρμόζεται σε επίπεδο των εργαστηρίων:

   EN ISO/IEC 17025, Γενικές προϋποθέσεις επάρκειας των εργαστηρίων δοκιμών και διαμέτρησης.

2. Πρότυπο που εφαρμόζεται σε επίπεδο των οργανισμών διαπίστευσης:

   EN 45003, Σύστημα διαπίστευσης των εργαστηρίων δοκιμών και διαμέτρησης, γενικές προϋποθέσεις λειτουργίας και αναγνώρισης.