Ez a dokumentum kizárólag tájékoztató jellegű, az intézmények semmiféle felelősséget nem vállalnak a tartalmáért

►B

AZ EURÓPAI PARLAMENT ÉS A TANÁCS 2003/2003/EK RENDELETE

(2003. október 13.)

a műtrágyákról

(EGT vonatkozású szöveg)

(HL L 304., 2003.11.21., 1. o.)

Módosította:

		Hivatalos Lap		
		Szám	Oldal	Dátum
►M1	Tanács 885/2004/EK rendelete (2004. április 26.)	L 168	1	2004.5.1.
►M2	A Bizottság 2076/2004/EK rendelete (2004. december 3.)	L 359	25	2004.12.4.
►M3	A Tanács 1791/2006/EK rendelete (2006. november 20.)	L 363	1	2006.12.20.
►M4	A Bizottság 162/2007/EK rendelete (2007. február 19.)	L 51	7	2007.2.20.
►M5	A Bizottság 1107/2008/EK rendelete (2008. november 7.)	L 299	13	2008.11.8.

▼B

AZ EURÓPAI PARLAMENT ÉS A TANÁCS 2003/2003/EK RENDELETE

(2003. október 13.)

a műtrágyákról

(EGT vonatkozású szöveg)

AZ EURÓPAI PARLAMENT ÉS AZ EURÓPAI UNIÓ TANÁCSA,

tekintettel az Európai Közösséget létrehozó szerződésre és különösen annak 95. cikkére,

tekintettel a Bizottság javaslatára ([1]),

tekintettel az Európai Gazdasági és Szociális Bizottság véleményére ([2]),

a Szerződés 251. cikkében megállapított eljárással összhangban ([3]),

mivel:

(1) A műtrágyákra vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1975. december 18-i 76/116/EGK tanácsi irányelvet ([4]), a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágyákra vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1980. július 15-i 80/876/EGK tanácsi irányelvet ([5]), a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák jellemzőinek, határértékeinek és robbanékonyságának ellenőrzését szabályozó eljárásokra vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1986. december 8-i 87/94/EGK bizottsági irányelvet ([6]), valamint a műtrágyák mintavételi és vizsgálati módszereire vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1977. június 22-i 77/535/EGK bizottsági irányelvet ([7]) számos alkalommal jelentősen módosították. A Bizottság által az Európai Parlamenthez és a Tanácshoz, a belső piaci jogszabályok egyszerűsítése (SLIM) címmel intézett közleménnyel, valamint az egységes piacra vonatkozó cselekvési tervvel összhangban, hatályon kívül kell helyezni, és az átláthatóság céljából egységes jogszabályba kell foglalni ezeket az irányelveket.

(2) A műtrágyákra vonatkozó közösségi joganyag tartalmát tekintve felettébb technikai jellegű. Ennélfogva a legmegfelelőbb jogi eszköz a rendelet, mivel az abban közvetlenül a gyártókkal szemben támasztott pontos követelményeket a Közösség egészében egyidejűleg és egységesen kell alkalmazni.

(3) Az egyes tagállamokban a műtrágyáknak meg kell felelniük a kötelező rendelkezésekben megállapított bizonyos műszaki jellemzőknek. Ezek, a közelebbről az egyes műtrágyatípusok összetételére és meghatározására, továbbá e típusok megjelölésére, azonosítására és csomagolására vonatkozó rendelkezések tagállamonként eltérőek. Az ilyen jellegű eltérések gátolják a Közösségen belüli kereskedelmet, ezért harmonizálni kell e rendelkezéseket.

([1]) HL C 51. E, 2002.2.26., 1. o. és HL C 227. E, 2002.9.24., 503. o.

([2]) HL C 80., 2002.4.3., 6. o.

([3]) Az Európai Parlament 2002. április 10-i véleménye (HL C 127. E, 2002.5.29., 160. o.), a Tanács 2003. április 14-i közös álláspontja (HL C 153. E, 2003.7.1., 56. o.) és az Európai Parlament 2003. szeptember 2-i határozata (a Hivatalos Lapban még nem tették közzé).

([4]) HL L 24., 1976.1.30., 21. o. A legutóbb a 98/97/EK európai parlamenti és tanácsi irányelvvel (HL L 18., 1999.1.23., 60. o.) módosított irányelv.

([5]) HL L 250., 1980.9.23., 7. o. A 97/63/EK európai parlamenti és tanácsi irányelvvel (HL L 335., 1997.12.6., 15. o.) módosított irányelv.

([6]) HL L 38., 1987.2.7., 1. o. A 88/126/EGK irányelvvel (HL L 63., 1988.3.9., 12. o.) módosított irányelv.

([7]) HL L 213., 1977.8.22., 1. o. A legutóbb a 95/8/EK irányelvvel (HL L 86., 1995.4.20., 41. o.) módosított irányelv.

▼B

(4) Mivel a javasolt intézkedések célját – nevezetesen a műtrágyák belső piacának biztosítását – a tagállamok nem tudják megfelelően megvalósítani, ha nincsenek közös műszaki előírások, ezért – a program léptékénél fogva – a cselekvési program közösségi szinten jobban megvalósítható, a Közösség a Szerződés 5. cikkében megállapított szubszidiaritás elvével összhangban intézkedéseket fogadhat el. Az említett cikkben megállapított arányosság elvével összhangban e rendelet nem megy túl e célkitűzés megvalósításához szükséges mértéken.

(5) Egyes műtrágyák (EK-műtrágyák) megjelölését, meghatározását és összetételét közösségi szinten kell meghatározni.

(6) Meg kell állapítani az EK-műtrágyák azonosítására, nyomon követhetőségére és címkézésére, valamint az e műtrágyákat tartalmazó csomagolás lezárására vonatkozó közösségi szabályokat is.

(7) Közösségi szintű eljárást kell létrehozni arra az esetre, ha valamely tagállam szükségesnek ítéli az EK-műtrágyák forgalomba hozatalának korlátozását.

(8) A műtrágyák előállítása a gyártástechnológiáktól és az alapanyagoktól függően különböző mértékű ingadozásoknak van kitéve. A mintavételi és a vizsgálati eljárásokban szintén lehetnek eltérések. Ezért tűréshatárokat kell engedélyezni a garantált tápanyagtartalomban. A mezőgazdasági felhasználók érdekében e tűréseket ajánlatos szűk határok között tartani.

(9) Az EK-műtrágyák minőség és összetétel tekintetében e rendelet követelményeinek való megfelelésére vonatkozó hatósági ellenőrzéseket a tagállamok által jóváhagyott, és a Bizottságnak bejelentett laboratóriumoknak kell végrehajtaniuk.

(10) Az ammónium-nitrát több különböző termék alapvető összetevője, amelyeknek egy része rendeltetését tekintve műtrágya, más része robbanóanyag. Tekintettel a magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát műtrágyák sajátos jellegére, és az ebből fakadó közbiztonsági, egészségügyi és munkavédelmi követelményekre, kiegészítő közösségi szabályokat kell megállapítani az ilyen típusú EK-műtrágyák tekintetében.

(11) E termékek közül néhány veszélyes lehet, és – bizonyos esetekben – rendeltetésüktől eltérő célokra is felhasználható. Ez jelentősen veszélyeztetheti a személyi és vagyonbiztonságot. A gyártókat ezért megfelelő intézkedésekre kötelezni kell az ilyen célú használat megakadályozására és különösen az ilyen műtrágyák nyomon követhetőségének biztosítására.

(12) A közbiztonság érdekében különösen fontos közösségi szinten meghatározni a magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát EK-műtrágyákat a robbanóanyagként felhasznált termékek gyártásához felhasznált ammónium-nitrát különböző fajtáitól megkülönböztető jellemzőket és tulajdonságokat.

(13) Veszélytelenségük biztosítása érdekében, a magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát EK-műtrágyáknak meg kell felelniük bizonyos jellemzőknek. A gyártóknak biztosítaniuk kell, hogy forgalomba hozatal előtt valamennyi magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát műtrágyát robbanékonysági vizsgálatnak vetnek alá.

(14) Szabályokat kell megállapítani a zárt hőkezelési ciklusokat alkalmazó módszerekre vonatkozóan, még ha e módszerek szükségképpen nem is szimulálnak a szállítás és a tárolás során felmerülő valamennyi körülményt.

(15) A műtrágyák az emberi és az állati egészségre, valamint a környezetre potenciális veszélyt jelentő anyagokkal szennyeződhetnek. A toxicitási, ökotoxicitási és környezetvédelmi tudományos bizottság (SCTEE) véleménye alapján, a Bizottság foglal-

▼B

kozni szándékozik az ásványi műtrágyákban véletlenszerűen előforduló kadmiumtartalommal, és – adott esetben – rendelettervezetet állít össze, amelyet az Európai Parlament és a Tanács elé szándékozik terjeszteni. Hasonló felmérés készül – adott esetben – más szennyező anyagok tekintetében is.

(16) Indokolt eljárást létrehozni azon gyártók, illetve képviselőik részére, amelyek új műtrágyatípust kívánnak felvetetni az I. mellékletbe az „EK-műtrágya” megjelölés használata céljából.

(17) Az e rendelet végrehajtásához szükséges intézkedéseket a Bizottságra ruházott végrehajtási hatáskörök gyakorlására vonatkozó eljárások megállapításáról szóló, 1999. június 28-i 1999/468/EK tanácsi határozattal ([1]) összhangban kell elfogadni.

(18) A tagállamoknak az e rendelet rendelkezéseinek megsértése esetére szankciókat kell megállapítaniuk. Előírhatják, hogy a 27. cikket megsértő gyártó a nem megfelelő szállítmány piaci értékének tízszeresét kitevő összegre bírságolható.

(19) A 76/116/EGK, a 77/535/EGK, a 80/876/EGK és a 87/94/EGK irányelvet hatályon kívül kell helyezni,

ELFOGADTA EZT A RENDELETET:

I. CÍM

ÁLTALÁNOS RENDELKEZÉSEK

I. FEJEZET

Alkalmazási kör és fogalommeghatározások

1. cikk

Alkalmazási kör

Ezt a rendeletet az „EK-műtrágya” megjelölésű, műtrágyaként forgalomba hozott termékekre kell alkalmazni.

2. cikk

Fogalommeghatározások

E rendelet alkalmazásában az alábbi fogalommeghatározásokat kell alkalmazni:

a) „Műtrágya”: olyan anyag, amelynek elsődleges feladata növények tápanyagokkal való ellátása.

b) „Makroelem”: kizárólag a nitrogén, a foszfor és a kálium.

c) „Mezoelem”: a kalcium, a magnézium, a nátrium és a kén.

d) „Mikroelem”: a bór, a kobalt, a réz, a vas, a mangán, a molibdén és a cink, amely elemek nélkülözhetetlenek a növényi fejlődéshez olyan mennyiségekben, amely a makroelemek és mezoelemek mennyiségéhez képest csekély.

e) „Szervetlen műtrágya”: olyan műtrágya, amiben a garantált tápanyagok kivonás vagy ipari jellegű fizikai és/vagy kémiai folyamatokkal nyert ásványi anyagok formájában vannak jelen. A kalciumciánamid, a karbamid, valamint annak vízpára-lecsapódás és asszociációs termékei, továbbá a kelát vagy komplex formájában jelen

([1]) HL L 184., 1999.7.17., 23. o.

▼B

lévő mikroelemet tartalmazó műtrágyák hagyományosan a szervetlen műtrágyák közé tartoznak.

f) „Kelát formájában jelen lévő mikroelem”: az I. melléklet E.3.1. szakaszában felsorolt szerves molekulák egyike által megkötött mikroelem.

g) „Komplex formájában jelen lévő mikroelem”: az I. melléklet E.3.2. szakaszában felsorolt molekulák egyike által megkötött mikroelem.

h) „Műtrágyatípus”: az I. mellékletben feltüntetettek szerinti, közös típus-megjelölésű műtrágyák.

i) „Egyszerű műtrágya”: csak a makroelemek egyike tekintetében garantált tartalommal rendelkező nitrogén-, foszfor- vagy kálium-műtrágya.

j) „Összetett műtrágya”: a makroelemek közül legalább kettő tekintetében garantált tartalommal rendelkező, kémiai reakció útján vagy keveréssel, vagy a kettő kombinációjával előállított műtrágya.

k) „Komplex műtrágya”: kémiai reakció, oldás vagy szilárd állapotában végzett granulálás útján nyert és legalább két makroelem tekintetében garantált tápanyagtartalommal rendelkező összetett műtrágya. Szilárd állapotában minden egyes granulátum tartalmazza a garantált összetételnek megfelelő összes tápanyagot.

l) „Műtrágyakeverék”: több műtrágya száraz keverése útján, kémiai reakció nélkül nyert műtrágya.

m) „Levélműtrágya”: a levélzetre való kijuttatásra alkalmas és a levélzet által felvehető formában lévő műtrágya.

n) „Folyékony műtrágya”: szuszpenziós vagy oldott állapotú műtrágya.

o) „Műtrágyaoldat”: szilárd szemcsétől mentes folyékony műtrágya.

p) „Műtrágya-szuszpenzió”: kétfázisú műtrágya, amelynek folyadékfázisában szuszpendált szilárd szemcsék találhatók.

q) „Tápanyagok garantálása”: tápanyagok meghatározott tűréshatárokon belül garantált mennyiségének feltüntetése, beleértve azok formáját és oldhatóságát.

r) „Garantált tartalom”: a közösségi jogszabályokkal összhangban az EK-műtrágya címkéjén vagy a megfelelő kísérőokmányon feltüntetett elem vagy ilyen elem oxidjának tartalma.

s) „Tűréshatár”: a tápanyagtartalom mért értékének a garantált tartalomtól való megengedett eltérése.

t) „Európai szabvány”: a CEN (Európai Szabványügyi Bizottság) által kiadott és a Közösség által hivatalosan elismert szabványok, amelyekre történő hivatkozás az *Európai Közösségek Hivatalos Lapjában* megjelent.

u) „Csomagolás”: a műtrágya tárolására, védelmére, kezelésére és forgalmazására szolgáló lezárható tárolóedény, amelynek kapacitása nem haladja meg az 1 000 kg-ot.

v) „Ömlesztett”: nem az e rendeletben előírtak szerint kiszerelt műtrágya.

w) „Forgalomba hozatal”: műtrágya értékesítése, visszterhesen vagy ingyenesen, valamint az értékesítés céljából végzett raktározás. A műtrágyának az Európai Közösség vámterületére való behozatala szintén forgalomba hozatalnak minősül.

x) „Gyártó”: a műtrágya forgalomba hozataláért felelős természetes vagy jogi személy; különösen az előállító, az importőr, a saját számlájára működő csomagoló, vagy a műtrágya jellemzőit megváltoztató bármely személy szintén gyártónak minősül. Ennek ellenére, a műtrágya jellemzőit meg nem változtató forgalmazó nem minősül gyártónak.

▼B

II. FEJEZET

Forgalomba hozatal

3. cikk

EK-műtrágya

Az I. mellékletben felsorolt műtrágyatípusok közé tartozó és az e rendeletben megállapított feltételeknek megfelelő műtrágya „EK-műtrágya”-ként jelölhető meg.

Az „EK-műtrágya” megjelölés nem alkalmazható olyan műtrágyára, amely nem felel meg az e rendelet követelményeinek.

4. cikk

Közösségen belüli letelepedés

A gyártónak a Közösségen belül letelepedettnek kell lennie, és a gyártó felel az „EK-műtrágyának” az e rendelet rendelkezéseinek történő megfeleléséért.

5. cikk

Szabad forgalomba bocsátás

(1) A 15. cikk és más közösségi jogszabályok sérelme nélkül, a tagállamok – az összetételre, azonosításra, címkézésre vagy csomagolásra vonatkozó indokok és e rendelet más rendelkezései alapján – nem tiltják, korlátozzák, vagy akadályozzák az „EK-műtrágya” megjelölésű, és az e rendelet rendelkezéseinek megfelelő műtrágyák forgalomba hozatalát.

(2) Az e rendelettel összhangban „EK-műtrágya” megjelölésű műtrágyák a Közösségen belül szabadon forgalomba bocsáthatók.

6. cikk

Kötelezően feltüntetendő elemek

(1) A 9. cikk követelményeinek való megfelelés céljából, a tagállamok előírhatják a területükön forgalomba hozott műtrágyák nitrogén-, foszfor- és káliumtartalmának a következőképpen történő kifejezését:

a) nitrogén esetében kizárólag elemi formában (N); és vagy

b) foszfor és kálium esetében kizárólag elemi formában (P, K); vagy

c) foszfor és kálium esetében kizárólag oxidformában (P_2O_5, K_2O); vagy

d) foszfor és kálium esetében elemi és oxidformában egyaránt.

Amennyiben a tagállamok azt a lehetőséget választják, hogy a foszfor- és a káliumtartalom elemi formában kerüljön kifejezésre, akkor a mellékletekben oxidformában megadott valamennyi hivatkozást elemi formában kell érteni, és a megfelelő számértékeket a következő tényezők alkalmazásával kell átszámítani:

a) foszfor (P) = foszfor-pentoxid (P_2O_5) × 0,436;

b) kálium (K) = kálium-oxid (K_2O) × 0,830.

▼B

(2) A tagállamok előírhatják a területükön forgalomba hozott, mezoelem tartalmú műtrágyák és – a 17. cikk feltételeinek teljesülése esetén – makroelem tartalmú műtrágyák kalcium-, magnézium-, nátrium- és kéntartalmának a következőképpen történő kifejezését:

a) oxidformában (CaO, MgO, Na_2O, SO_3); vagy

b) elemi formában (Ca, Mg, Na, S); vagy

c) mindkét formában.

A kalcium-oxid, magnézium-oxid, nátrium-oxid és kén-trioxid tartalmak kalcium-, magnézium-, nátrium- és kéntartalommá történő átszámítása a következő tényezők alkalmazásával történik:

a) kalcium (Ca) = kalcium-oxid (CaO) × 0,715;

b) magnézium (Mg) = magnézium-oxid (MgO) × 0,603;

c) nátrium (Na) = nátrium-oxid (Na_2O) × 0,742;

d) kén (S) = kén-trioxid (SO_3) × 0,400.

A kiszámított oxid- vagy elemi tartalom esetében, a garantált mennyiségre vonatkozó számot a legközelebbi tizedes értékre kell kerekíteni.

(3) A tagállamok nem akadályozzák meg az (1) és (2) bekezdésben említett mindkét formában címkézett „EK-műtrágyák” forgalomba hozatalát.

(4) Az I. melléklet A., B., C. és D. szakaszában felsorolt műtrágyatípusok közé tartozó EK-műtrágyák bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén vagy cink mikroelem tartalma közül egyet vagy többet is garantálni kell a következő feltételek teljesülése esetén:

a) a mikroelemek hozzáadására legalább az I. melléklet E.2.2 és E.2.3 szakaszában meghatározott minimális mennyiségben kerül sor;

b) az EK-műtrágya továbbra is megfelel az I. melléklet A., B., C. és D. szakaszában meghatározott követelményeknek.

(5) Amennyiben a mikroelemek szokásos összetevői a műtrágya makroelemekkel (N, P, K) és mezoelemekkel (Ca, Mg, Na, S) való ellátására szánt alapanyagoknak, akkor mennyiségük garantálható, feltéve, hogy legalább az I. melléklet E.2.2 és E.2.3 szakaszában meghatározott minimális mennyiségben jelen vannak.

(6) A mikroelem tartalmat a következő módon kell garantálni:

a) az I. melléklet E.1 szakaszában felsorolt műtrágyatípusok közé tartozó műtrágya esetében, az említett szakasz 6. oszlopában megállapított követelményekkel összhangban;

b) az a) pontban említett műtrágyák legalább két különböző mikroelemet tartalmazó és az I. melléklet E.2.1 szakasza követelményeinek megfelelő keverékei, és az I. melléklet A., B., C. és D. szakaszában felsorolt műtrágyatípusok közé tartozó műtrágya esetében, a következők feltüntetésével:

   i. a műtrágya tömegszázalékában kifejezett összes tartalom;

   ii. a műtrágya tömegszázalékában kifejezett vízoldható tartalom, amennyiben a vízoldható tartalom legalább a teljes tartalom felével egyenlő.

Amennyiben a mikroelem teljes mértékben vízoldható, csak a vízoldható tartalmat garantálják.

▼B

Amennyiben a mikroelem kémiai úton valamely szerves molekulához kötött, a műtrágyában jelen lévő mikroelem tartalmat közvetlenül a vízoldható tartalom után a termék tömegszázalékában garantálják, amelyet – az I. melléklet E.3 szakaszában megállapítottak szerint – a szerves molekula nevével együtt a „kelátképző” vagy a „komplexképző” kifejezés követ. A szerves molekula neve helyett nevének kezdőbetűi is megadhatók.

7. cikk

Azonosítás

(1) A gyártó az EK-műtrágyákat a 9. cikkben felsorolt azonosító jelölésekkel látja el.

(2) Ha a műtrágya csomagolva van, az azonosító jelöléseket a csomagoláson vagy az ahhoz rögzített címkén tüntetik fel. Ömlesztett műtrágya esetén az azonosító jelöléseket a kísérőokmányokon tüntetik fel.

8. cikk

Nyomon követhetőség

A 26. cikk (3) bekezdésének sérelme nélkül, a gyártó – az EK-műtrágyák nyomon követhetőségének biztosítása érdekében – nyilvántartást vezet a műtrágyák eredetéről. E nyilvántartásokat vizsgálat céljából a tagállamok számára hozzáférhetővé kell tenni mindaddig, amíg a műtrágya forgalomban van, továbbá a forgalmazás befejezését követő 2 éves időtartamig.

9. cikk

Jelölések

(1) Az egyéb közösségi szabályok sérelme nélkül, a 7. cikkben említett csomagoláson, címkéken és kísérőokmányokon az alábbi jelöléseknek szerepelnek:

a) Kötelező azonosítás

— az „EK-MŰTRÁGYA” felirat nagybetűvel,

— a műtrágya típusának megjelölése – ha van ilyen – az I. mellékletben megállapítottak szerint,

— műtrágyakeverék esetében a típusmegjelölést követően a „keverék” szó,

— a 19., a 21. vagy a 23. cikkben meghatározott kiegészítő jelölések,

— az egyes tápanyagokat mind szóval, mind a megfelelő vegyjellel fel kell tüntetni, pl.: nitrogén (N), foszfor (P), foszfor-pentoxid (P_2O_5), kálium (K), kálium-oxid (K_2O), kalcium (Ca), kalcium-oxid (CaO), magnézium (Mg), magnézium-oxid (MgO), nátrium (Na), nátrium-oxid (Na_2O), kén (S), kén-trioxid (SO_3), bór (B), réz (Cu), kobalt (Co), vas (Fe), mangán (Mn), molibdén (Mo) és cink (Zn),

— amennyiben a műtrágya olyan mikroelemeket tartalmaz, amelyek valamelyike vagy mindegyike kémiai úton valamely szerves molekulához kötött, a mikroelem nevét az alábbi minőségjelzők egyikének kell követnie:

i. „kelátképző: …” (a kelátképző reagens neve vagy annak az I. melléklet E.3.1 szakaszában meghatározott rövidítése);

ii. „komplexképző: …” (a komplexképző reagens neve az I. melléklet E.3.2 szakaszában meghatározottak szerint),

▼B

— a műtrágyában megtalálható mikroelemek, vegyjelük betűrendes felsorolásával: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn,

— az I. melléklet E.1 és E.2 szakaszában felsorolt termékek esetében a különleges felhasználási utasítások,

— a folyékony műtrágyák tömegben kifejezett mennyisége. A folyékony műtrágyák mennyisége – választás szerint – térfogatban vagy tömeg/térfogat arányban (kilogramm/hektoliter vagy gramm/liter) is kifejezhető,

— nettó vagy bruttó tömeg, és folyékony műtrágyák esetében – választás szerint – térfogat. Ha a bruttó tömeget adják meg, a tára tömegét is fel kell tüntetni,

— a gyártó neve vagy kereskedelmi neve, és címe.

b) Szabadon választható azonosítások

— az I. mellékletben felsoroltak szerint,

— a tárolásra és a kezelésre vonatkozó utasítások, valamint – az I. melléklet E.1 és E.2 szakaszában nem említett műtrágyák esetében – a műtrágyák felhasználására vonatkozó különleges utasítások,

— azon talaj- és termesztési feltételeknek megfelelő dózisarányokra és felhasználási feltételekre vonatkozó jelölések, amelyek szerint a műtrágyát felhasználják,

— a gyártó védjegye és a termék kereskedelmi megjelölése.

A b) pontban említett jelölések nem állhatnak ellentétben az a) pontban említettekkel, és egyértelműen el kell különülniük azoktól.

(2) Az (1) bekezdésben említett összes jelölést egyértelműen el kell különíteni a csomagoláson, a címkén vagy a kísérőokmányon feltüntetett valamennyi egyéb információtól.

(3) Folyékony műtrágyák csak akkor hozhatók forgalomba, ha a gyártó megfelelő, különösen a tárolási hőmérsékletre és a tárolás során bekövetkező balesetek megelőzésére kiterjedő kiegészítő utasításokkal szolgál.

(4) Az e cikk alkalmazására vonatkozó részletes szabályokat a 32. cikk (2) bekezdésében említett eljárás szerint fogadják el.

10. cikk

Címkézés

(1) A 9. cikkben említett adatokat feltüntető címkéket, illetve a csomagolásra nyomtatott jelöléseket feltűnően kell elhelyezni. A címkét a csomagoláshoz vagy a termék lezárására használt más rendszerhez kell erősíteni. Ha e rendszer plombát is tartalmaz, fel kell tüntetni azon a csomagolást végző nevét vagy jelölését.

(2) Az (1) bekezdésben említett jelöléseknek mindvégig letörölhetetlennek és jól olvashatónak kell lenniük.

(3) A 7. cikk (2) bekezdésének második mondatában említett ömlesztett műtrágyák esetében, az árukat az azonosító jelöléseket tartalmazó okmányok egy példányának kell kísérnie, és azt vizsgálat céljából rendelkezésre kell bocsátani.

▼B

11. cikk

Nyelvek

A címkét, a csomagoláson feltüntetett jelöléseket és a kísérőokmányokat legalább annak a tagállamnak a nemzeti nyelvén vagy nyelvein kell kiállítani, ahol az EK-műtrágya forgalomba kerül.

12. cikk

Csomagolás

Csomagolt EK-műtrágyák esetében, a csomagolást olyan módon, illetve olyan szerkezettel kell lezárni, hogy kinyitásakor a lezárás, a lezáró plomba vagy maga a csomagolás helyrehozhatatlanul megsérüljön. Szelepes zsák használata megengedett.

13. cikk

Tűréshatárok

(1) Az EK-műtrágyák tápanyagtartalmának meg kell felelnie a II. mellékletben megállapított tűréshatároknak, amelyek célja a gyártásban, a mintavételben és az elemzésben előforduló különbségek megengedése.

(2) A gyártó nem használhatja ki rendszeresen a II. mellékletben megadott tűréshatárokat.

(3) Az I. mellékletben meghatározott minimális és maximális tartalom tekintetében nem engedélyezhető tűréshatár.

14. cikk

A műtrágyára vonatkozó követelmények

Egy adott műtrágyatípus csak akkor vehető fel az I. mellékletbe, ha:

a) hatékony módon szolgáltat tápanyagokat;

b) megfelelő mintavételi, elemzési és – szükség esetén – vizsgálati módszerek állnak rendelkezésre;

c) rendes felhasználási feltételek mellett nincs káros hatással az emberi, állati vagy növényi egészségre, vagy a környezetre.

15. cikk

Védzáradék

(1) Ha egy tagállam megalapozottan feltételezi, hogy valamely EK-műtrágya – annak ellenére, hogy az megfelel az e rendelet követelményeinek – veszélyt jelent a biztonságra, az emberi, állati vagy növényi egészségre vagy a környezetre, a területén átmenetileg betilthatja vagy különleges feltételekhez kötheti az adott műtrágya forgalomba hozatalát. Erről – döntését indokolva – haladéktalanul értesíti a többi tagállamot és a Bizottságot.

(2) A Bizottság a 32. cikk (2) bekezdésében említett eljárással összhangban az információ kézhezvételétől számított 90 napon belül határozatot fogad el.

(3) E rendelet rendelkezései nem zárják ki, hogy a Bizottság vagy az érintett tagállam közbiztonsági okok alapján az EK-műtrágyák forgalomba hozatalának tilalmára, korlátozására vagy megakadályozására vonatkozó indokolt intézkedéseket hozzon.

▼B

II. CÍM

AZ EGYES MŰTRÁGYA-TÍPUSOKRA VONATKOZÓ RENDELKEZÉSEK

1. FEJEZET

Makroelem tartalmú szervetlen műtrágyák

16. cikk

Alkalmazási kör

Ezt a fejezetet az I. melléklet A., B., C., E.2.2 vagy E.2.3 szakaszában meghatározott minimális tápanyagtartalommal rendelkező makroelem tartalmú szervetlen, szilárd vagy folyékony, egyszerű vagy összetett műtrágyákra – beleértve a mezoelemet és/vagy mikroelemet is tartalmazó műtrágyákat – kell alkalmazni.

17. cikk

Makroelem tartalmú műtrágyák mezoelem tartalmának garantálása

Az I. melléklet A., B. és C. szakaszában felsorolt műtrágyatípusok közé tartozó EK-műtrágyák kalcium-, magnézium-, nátrium- és kéntartalma garantálható, feltéve, hogy legalább az alábbi minimális mennyiségben jelen vannak az érintett elemek:

a) 2 % kalcium-oxid (CaO), azaz 1,4 % Ca;

b) 2 % magnézium-oxid (MgO), azaz 1,2 % Mg;

c) 3 % nátrium-oxid (Na_2O), azaz 2,2 % Na;

d) 5 % kén-trioxid (SO_3), azaz 2 % S.

Ebben az esetben a típusmegjelölés mellett feltüntetik a 19. cikk (2) bekezdésének ii. pontjában meghatározott kiegészítő jelölést.

18. cikk

Kalcium, magnézium, nátrium és kén

(1) Az I. melléklet A., B. és C. szakaszában felsorolt műtrágyák magnézium-, nátrium- és kéntartalmának garantálása a következő módok egyikén fejezhető ki:

a) a műtrágya tömegszázalékában kifejezett összes tartalom;

b) a műtrágya tömegszázalékában kifejezett összes tartalom és vízoldható tartalom, amennyiben a vízoldható tartalom legalább az összes tartalom egynegyed része;

c) amennyiben az adott elem teljes mértékben vízoldható, csak a tömegszázalékban kifejezett vízoldható tartalmat garantálják.

(2) Ha az I. melléklet másként nem rendelkezik, a kalciumtartalmat csak abban az esetben garantálják, ha az vízoldható, és azt a műtrágya tömegszázalékában fejezik ki.

19. cikk

Azonosítás

(1) A 9. cikk (1) bekezdésének a) pontjában említett kötelező azonosító jelölések mellett az e cikk (2), (3), (4), (5) és (6) bekezdésében megállapított jelöléseket tüntetik fel.

▼B

(2) Az összetett műtrágyák típusmegjelölését követően az alábbiakat tüntetik fel:

i. A garantált mezoelemek vegyjele zárójelben, a makroelemek vegyjele után.

ii. A makroelem tartalmat jelölő számok. A garantált mezoelem tartalmat zárójelben, a makroelem tartalom után tüntetik fel.

(3) A műtrágya típusmegjelölését csak a makro- és a mezoelem tartalmat jelölő számok követik.

(4) Mikroelem tartalom garantálása esetén feltüntetik a „mikroelemekkel dúsított" szavakat vagy – hasonló kifejezés formájában – a jelen lévő mikroelem vagy mikroelemek nevét, valamint vegyjelét.

(5) A garantált makro-, illetve mezoelem tartalmat tömegszázalékban, egész számként vagy – szükség esetén, amennyiben létezik megfelelő elemzési módszer – egy tizedes jegy pontossággal adják meg.

Egynél több garantált tápanyagot tartalmazó műtrágyák esetén, a makroelemeket: N, P_2O_5 és/vagy P, K_2O és/vagy K, a mezoelemeket: CaO és/vagy Ca, MgO és/vagy Mg, Na_2O és/vagy Na, SO_3 és/vagy S sorrendben adják meg.

A garantált mikroelem tartalom tekintetében megadják minden egyes mikroelem nevét és vegyjelét, feltüntetve tömegszázalékukat is az I. melléklet E.2.2 és E.2.3 szakaszában meghatározottak és az oldhatóság szerint.

(6) A tápanyagok formáját és oldhatóságát szintén a műtrágya tömegszázalékában kell kifejezni, kivéve, ha az I. melléklet kifejezetten úgy rendelkezik, hogy az adott tápanyagtartalmat másképpen fejezzék ki.

A tizedes jegyek száma egy, kivéve a mikroelemeket, amelyek tekintetében az I. melléklet E.2.2 és E.2.3 szakaszában meghatározottak szerint kell eljárni.

II. FEJEZET

Mezoelem tartalmú szervetlen műtrágyák

20. cikk

Alkalmazási kör

Ezt a fejezetet az I. melléklet D., E.2.2 és E.2.3 szakaszában meghatározott minimális tápanyagtartalommal rendelkező mezoelem tartalmú szervetlen, szilárd vagy folyékony műtrágyákra – beleértve a mikroelemet is tartalmazó műtrágyákat – kell alkalmazni.

21. cikk

Azonosítás

(1) A 9. cikk (1) bekezdésének a) pontjában említett kötelező azonosító jelölések mellett az e cikk (2), (3), (4), és (5) bekezdésében megállapított jelöléseket tüntetik fel.

(2) Mikroelem tartalom garantálása esetén feltüntetik a „mikroelemekkel dúsított" szavakat vagy – hasonló kifejezés formájában – a jelen lévő mikroelem vagy mikroelemek nevét, valamint vegyjelét.

(3) A garantált mezoelem tartalmat tömegszázalékban, egész számként vagy – szükség esetén, amennyiben létezik megfelelő elemzési módszer – egy tizedes jegy pontossággal adják meg.

▼B

Egynél több mezoelem jelenléte esetén, azok sorrendje a következő:

CaO és/vagy Ca, MgO és/vagy Mg, Na_2O és/vagy Na, SO_3 és/vagy S.

A garantált mikroelem tartalom tekintetében megadják minden egyes mikroelem nevét és vegyjelét, feltüntetve tömegszázalékukat is az I. melléklet E.2.2 és E.2.3 szakaszában meghatározottak és az oldhatóság szerint.

(4) A tápanyagok formáját és oldhatóságát szintén a műtrágya tömegszázalékában fejezik ki, kivéve, ha az I. melléklet kifejezetten úgy rendelkezik, hogy az adott tápanyagtartalmat másképpen fejezzék ki.

A tizedes jegyek száma egy, kivéve a mikroelemeket, amelyek tekintetében az I. melléklet E.2.2 és E.2.3 szakaszában meghatározottak szerint kell eljárni.

(5) Ha az I. melléklet másként nem rendelkezik, a kalciumtartalmat csak abban az esetben garantálják, ha az vízoldható, és azt a műtrágya tömegszázalékában fejezik ki.

III. FEJEZET

Mikroelem tartalmú szervetlen műtrágyák

22. cikk

Alkalmazási kör

Ezt a fejezetet az I. melléklet E.1 és E.2.1 szakaszában meghatározott minimális tápanyagtartalommal rendelkező mikroelem tartalmú szervetlen, szilárd vagy folyékony műtrágyákra kell alkalmazni.

23. cikk

Azonosítás

(1) A 9. cikk (1) bekezdésének a) pontjában említett kötelező azonosító jelölések mellett az e cikk (2), (3), (4), és (5) bekezdésében megállapított jelöléseket tüntetik fel.

(2) Egynél több mikroelemet tartalmazó műtrágya esetén, a „mikroelem-keverék” típusmegjelölés után megadják a jelen lévő mikroelemek nevét és vegyjelét.

(3) Az egyetlen mikroelemet tartalmazó műtrágyák esetében (az I. melléklet E.1 szakasza), a garantált mikroelem tartalmat tömegszázalékban adják meg, egész számmal vagy – szükség esetén – egy tizedes jegy pontossággal.

(4) A mikroelemek formáját és oldhatóságát szintén a műtrágya tömegszázalékában fejezik ki, kivéve, ha az I. melléklet kifejezetten úgy rendelkezik, hogy az adott tápanyagtartalmat más módon fejezzék ki.

Mikroelemek esetében a tizedes jegyek száma tekintetében az I. melléklet E.2.1 szakaszában meghatározottak szerint kell eljárni.

(5) A kötelező vagy a választható jelölések alatt az I. melléklet E.1 és E.2.1 szakaszában szereplő termékek esetében az alábbi szöveget tüntetik fel a címkén és a kísérőokmányokon:

„Csak kifejezetten szükséges esetben használandó. A megfelelő dózis túllépése tilos.”

▼B

24. cikk

Csomagolás

Az e fejezet rendelkezéseinek hatálya alá tartozó EK-műtrágyákat csomagolva kell forgalomba hozni.

IV. FEJEZET

Magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát műtrágyák

25. cikk

Alkalmazási kör

E fejezet alkalmazásában az egyszerű vagy összetett, magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát műtrágya a műtrágyaként való felhasználás céljából előállított és az ammónium-nitrátra vetítve több mint 28 tömegszázalék nitrogént tartalmazó ammónium-nitrát alapú termék.

Ez a műtrágyatípus tartalmazhat szervetlen vagy inert anyagokat.

Az e típusba tartozó műtrágyák előállítása során felhasznált anyagok nem fokozhatják a műtrágya hőérzékenységét vagy robbanékonyságát.

26. cikk

Biztonsági intézkedések és ellenőrzések

(1) A gyártó biztosítja, hogy a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák megfelelnek a III. melléklet 1. szakaszában foglalt rendelkezéseknek.

(2) A magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák e fejezetben előírt hatósági ellenőrzés céljából végzett ellenőrzését, elemzését és vizsgálatát a III. melléklet 3. szakaszában leírt módszerekkel összhangban végzik el.

(3) A gyártó által forgalomba hozott magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát EK-műtrágyák nyomon követhetőségének biztosítása érdekében, a gyártó nyilvántartást vezet a műtrágyát és annak fő összetevőit előállító telephelyek nevéről és címéről, valamint az ott dolgozó személyekről. E nyilvántartásokat vizsgálat céljából a tagállamok rendelkezésére kell tartani mindaddig, amíg a műtrágya forgalomban van, továbbá a forgalomból való kivonását követő 2 éves időtartamig.

27. cikk

Robbanékonysági vizsgálat

A 26. cikkben említett intézkedések sérelme nélkül, a gyártó biztosítja, hogy az általa forgalomba hozott, valamennyi típusú magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát EK-műtrágyát alávetették az e rendelet III. mellékletének 2., 3. (3. szakasz, 1. módszer) és 4. szakaszában leírt robbanékonysági vizsgálatnak. E vizsgálatot a 30. cikk (1) bekezdésében vagy a 33. cikk (1) bekezdésében említett jóváhagyott laboratóriumok valamelyikében végzik el. A gyártók legalább 5 nappal a műtrágya forgalomba hozatala előtt, illetve – behozatal esetében – legalább 5 nappal a műtrágyának az Európai Közösség határára való érkezése előtt benyújtja a vizsgálat eredményét az érintett tagállam illetékes hatóságának. Ezt követően a gyártó továbbra is garantálja, hogy valamennyi forgalomba hozott műtrágyaszállítmány megfelel a fenti vizsgálat követelményeinek.

▼B

28. cikk

Csomagolás

Magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát műtrágya csak csomagolt formában bocsátható a végső felhasználó rendelkezésére.

III. CÍM

MŰTRÁGYÁK MEGFELELŐSÉGÉRTÉKELÉSE

29. cikk

Ellenőrző intézkedések

(1) A tagállamok hatósági ellenőrző intézkedéseknek vethetik alá az „EK-műtrágya” megjelölésű műtrágyákat az e rendeletnek való megfelelőségük igazolása céljából.

A tagállamok az ilyen ellenőrző intézkedésekhez szükséges vizsgálatok költségeit nem meghaladó mértékű díjat számíthatnak fel, azonban a gyártók nem kötelezhetők arra, hogy megismételjék a vizsgálatokat vagy fizessenek az ismételt vizsgálatokért, amennyiben az első vizsgálatot a 30. cikk követelményeinek megfelelő laboratórium végezte, és a vizsgálat az adott műtrágya megfelelőségét mutatta.

(2) A tagállamok biztosítják, hogy az I. mellékletben felsorolt műtrágyatípusok közé tartozó EK-műtrágyák hatósági ellenőrzés céljából végzett mintavételét és elemzését a III. és IV. mellékletben leírt módszerekkel összhangban végzik el.

(3) Az e rendeletnek a műtrágyatípusoknak, és a garantált tápanyagtartalomnak és/vagy az ilyen tápanyagok formája és oldhatósága szerint kifejezett garantált tartalomnak való megfelelőség tekintetében történő betartása hatósági vizsgálatokkal, kizárólag a III. és IV. melléklettel összhangban kialakított mintavételi és elemzési módszerek alkalmazásával, és a II. mellékletben meghatározott tűréshatárok figyelembevételével igazolható.

(4) A mérési, mintavételi és elemzési módszerek kiigazítása és korszerűsítése a 32. cikk (2) bekezdésében említett eljárással történik, és – lehetőség szerint – európai szabványokon alapul. Ugyanezen eljárást kell alkalmazni az e cikkben, valamint az e rendelet 8., 26. és 27. cikkében előírt ellenőrző intézkedések meghatározásához szükséges végrehajtási szabályok elfogadására. E szabályok kitérnek különösen a vizsgálatok megismétlésének gyakoriságára, valamint a forgalomba hozott műtrágya és a vizsgálatnak alávetett műtrágya azonosságát biztosító intézkedésekre.

30. cikk

Laboratóriumok

(1) A tagállamok értesítik a Bizottságot a területükön jóváhagyott, az EK-műtrágyák e rendelet követelményei szerinti megfelelőségének ellenőrzéséhez szükséges szolgáltatások nyújtására illetékes laboratóriumok jegyzékét. E laboratóriumoknak meg kell felelniük az V. melléklet B. szakaszában említett előírásoknak. Az értesítést 2004. június 11-ig, illetve az egyes további módosítások alkalmával teszik meg.

(2) A Bizottság a jóváhagyott laboratóriumok jegyzékét az *Európai Unió Hivatalos Lapjában* teszi közzé.

(3) Amennyiben egy tagállam megalapozottan feltételezi, hogy valamely jóváhagyott laboratórium nem felel meg az (1) bekezdésben említett előírásoknak, felveti a kérdést a 32. cikkben említett bizottságban. Ha a bizottság egyetért abban, hogy az adott laboratórium nem felel

▼B

meg az előírásoknak, a Bizottság törli a laboratórium nevét a (2) bekezdésben említett jegyzékből.

(4) A Bizottság – a 32. cikk (2) bekezdésében említett eljárással összhangban – az információ kézhezvételétől számított 90 napon belül a kérdésben határozatot fogad el.

(5) A Bizottság a módosított jegyzéket az *Európai Unió Hivatalos Lapjában* teszi közzé

IV. CÍM

ZÁRÓ RENDELKEZÉSEK

I. FEJEZET

A mellékletek kiigazítása

31. cikk

Új EK-műtrágyák

(1) Új műtrágyatípusnak az e rendelet I. mellékletébe való felvételét a 32. cikk (2) bekezdésében említett eljárással összhangban fogadják el.

(2) Az új műtrágyatípusnak az I. mellékletbe való felvételét javasolni kívánó gyártónak vagy képviselőjének e célból műszaki dokumentációt kell összeállítania az V. melléklet A. szakaszában említett műszaki dokumentumok figyelembevételével.

(3) A mellékletek műszaki fejlődéshez való igazításához szükséges módosításokat a 32. cikk (2) bekezdésében említett eljárással összhangban fogadják el.

32. cikk

A bizottsági eljárás

(1) A Bizottság munkáját egy bizottság segíti.

(2) E bekezdésre való hivatkozás esetén, az 1999/468/EK határozat 5. és 7. cikkét kell alkalmazni, az említett határozat 8. cikkének rendelkezésére is figyelemmel.

Az 1999/468/EK határozat 5. cikkének (6) bekezdésében meghatározott időtartamot három hónapban állapítják meg.

(3) A bizottság elfogadja eljárási szabályzatát.

II. FEJEZET

Átmeneti rendelkezések

33. cikk

Illetékes laboratóriumok

(1) A 30. cikk (1) bekezdése rendelkezéseinek sérelme nélkül, a tagállamok egy 2007. december 11-ig tartó átmeneti időszak során továbbra is alkalmazhatják az EK-műtrágyák e rendelet követelményeinek való megfelelőségének ellenőrzéséhez szükséges szolgáltatások nyújtására illetékes laboratóriumok engedélyezésére vonatkozó nemzeti rendelkezéseiket.

▼B

(2) A tagállamok értesítik a Bizottságot e laboratóriumok jegyzékét, megadva egyúttal az engedélyezési rendszerükre vonatkozó adatokat. Az értesítést 2004. június 11-ig, illetve az egyes további módosítások alkalmával teszik meg.

34. cikk

Csomagolás és címkézés

A 35. cikk (1) bekezdése ellenére, a korábbi irányelvekben az EK-műtrágyák tekintetében meghatározott jelölések, csomagolások, címkék és kísérőokmányok 2005. június 11-ig alkalmazhatók.

III. FEJEZET

Záró rendelkezések

35. cikk

Hatályon kívül helyezett irányelvek

(1) A 76/116/EGK, a 77/535/EGK, a 80/876/EGK és a 87/94/EGK irányelv hatályát veszti.

(2) A hatályon kívül helyezett irányelvekre tett hivatkozásokat az e rendeletre tett hivatkozásként kell értelmezni. Különösen, a 76/116/EGK irányelv 7. cikkétől való – a Szerződés 95. cikkének (6) bekezdése alapján a Bizottság által engedélyezett – eltérések az e rendelet 5. cikkétől való eltérésként értelmezendők, és az e rendelet hatálybalépésére való tekintet nélkül továbbra is kifejtik hatásukat. A 36. cikk szerinti szankciók elfogadásáig a tagállamok továbbra is alkalmazhatják az (1) bekezdésben említett irányelvek nemzeti végrehajtási szabályai megsértésére vonatkozó szankciókat.

36. cikk

Szankciók

A tagállamok megállapítják az e rendelkezés rendelkezéseinek megsértése esetén alkalmazandó szankciókra vonatkozó szabályokat, és minden szükséges intézkedést megtesznek azok végrehajtásának biztosítása érdekében. Az előírt szankcióknak hatékonynak, arányosnak és visszatartó erejűnek kell lenniük.

37. cikk

Nemzeti rendelkezések

A tagállamok 2005. június 11-ig közlik a Bizottsággal az e rendelet 6. cikkének (1) bekezdése, 6. cikkének (2) bekezdése, 29. cikkének (1) bekezdése és 36. cikke alapján elfogadott nemzeti rendelkezéseiket, és haladéktalanul tájékoztatják a Bizottságot valamennyi ezeket érintő későbbi módosításról.

38. cikk

Hatálybalépés

Ez a rendelet az *Európai Unió Hivatalos Lapjában* való kihirdetését követő huszadik napon lép hatályba, a 8. cikk és a 26. cikk (3) bekezdésének kivételével, amelyek 2005. június 11-én lépnek hatályba.

Ez a rendelet teljes egészében kötelező és közvetlenül alkalmazandó valamennyi tagállamban.

▼B

TARTALOMJEGYZÉK

I. MELLÉKLET - **EK-MŰTRÁGYATÍPUSOK JEGYZÉKE**

A. Makroelem tartalmú szervetlen, egyszerű műtrágyák

A.1. Nitrogénműtrágyák

A.2. Foszfátműtrágyák

A.3. Káliumműtrágyák

B. Makroelem tartalmú szervetlen, összetett műtrágyák

B.1. NPK-műtrágyák

B.2. NP-műtrágyák

B.3. NK-műtrágyák

B.4. PK-műtrágyák

C. Szervetlen folyékony műtrágyák

C.1. Egyszerű folyékony műtrágyák

C.2. Összetett folyékony műtrágyák

D. Szervetlen, mezoelem tartalmú műtrágyák

E. Szervetlen, mikroelem tartalmú műtrágyák

E.1. Egyetlen mikroelemet tartalmazó műtrágyák

E.1.1. Bór

E.1.2. Kobalt

E.1.3. Réz

E.1.4. Vas

E.1.5. Mangán

E.1.6. Molibdén

E.1.7. Cink

E.2. A műtrágyák minimális mikroelem tartalma, a műtrágya tömegszázalékában kifejezve

E.3. A mikroelemekhez engedélyezett kelát-, illetve komplexképző szerves reagensek jegyzéke

II. MELLÉKLET - **TŰRÉSHATÁROK**

1. Makroelem tartalmú szervetlen egyszerű műtrágyák – tömegszázalék abszolút értéke N, P_2O_5, K_2O, MgO és Cl formájában kifejezve

2. Makroelem tartalmú szervetlen összetett műtrágyák

3. A műtrágyák mezoelem tartalma

4. A műtrágyák mikroelem tartalma

III. MELLÉKLET - **A MAGAS NITROGÉNTARTALMÚ AMMÓNIUM-NITRÁT MŰTRÁGYÁKRA VONATKOZÓ TECHNIKAI RENDELKEZÉSEK**

1. A magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák jellemzői és határértékei

2. A magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát műtrágyákra vonatkozóan előírt robbantási vizsgálat leírása

3. A III-1. és a III-2. mellékletben meghatározott határértékeknek való megfelelés ellenőrzési módszerei

4. A robbanóképesség meghatározása

▼B

IV. MELLÉKLET - **MINTAVÉTELI ÉS ELEMZÉSI MÓDSZEREK**

A. MINTAVÉTELI ELJÁRÁS MŰTRÁGYÁK ELLENŐRZÉSÉHEZ

1. Cél és alkalmazási terület
2. Hatósági mintavevők
3. Fogalommeghatározások
4. Felszerelés
5. Mennyiségi követelmények
6. A minták vételére, elkészítésére és csomagolására vonatkozó utasítások
7. A végső minta csomagolása
8. Mintavételi jegyzőkönyv
9. A minták rendeletetési helye

B. MŰTRÁGYÁK VIZSGÁLATI MÓDSZEREI

Általános észrevételek

A műtrágyák elemzési módszereire vonatkozó általános rendelkezések

Metoda 1.	módszer Minta előkészítése vizsgálathoz
Metoda 2.	módszer Nitrogén
Metoda 2.1.	módszer Az ammónianitrogén meghatározása
Metoda 2.2.	módszerek Nitrát- és ammónianitrogén meghatározása
Metoda 2.2.1.	módszer A nitrát- és ammónianitrogén meghatározása Ulsch-módszerrel
Metoda 2.2.2.	módszer A nitrát-nitrogén és az ammónianitrogén meghatározása Arnd-módszerrel
Metoda 2.2.3.	módszer A nitrát-nitrogén és az ammónianitrogén meghatározása Devarda-módszerrel
Metoda 2.3.	módszer Az összes nitrogéntartalom meghatározása
Metoda 2.3.1.	módszer Az összes nitrogéntartalom meghatározása nitrátmentes kalcium-ciánamidban
Metoda 2.3.2.	módszer Az összes nitrogén meghatározása nitráttartalmú kalcium-ciánamidban
Metoda 2.3.3.	módszer Az összes nitrogéntartalom meghatározása karbamidban
Metoda 2.4.	módszer Ciánamid-nitrogén meghatározása
Metoda 2.5.	módszer Karbamid biuret tartalmának spektrofotometriás meghatározása
Metoda 2.6.	módszerek Különböző nitrogénformák meghatározása azonos mintában
Metoda 2.6.1.	módszer Különböző nitrogénformák meghatározása a nitrogént nitrát-, ammónia-, karbamid- és ciánamid-nitrogén formájában tartalmazó műtrágyából vett azonos mintában
Metoda 2.6.2.	módszer Különböző nitrogénformák meghatározása a nitrogént csak nitrát-, ammónia-és karbamid-nitrogén formájában tartalmazó műtrágyákban
3.	módszerek Foszfor
3.1.	módszerek Extrakciós módszerek
3.1.1.	módszer Ásványi savakban oldható foszfor kivonása
3.1.2.	módszer 2 %-os hangyasavban (20 g/liter) oldható foszfor kivonása
3.1.3.	módszer 2 %-os citromsavban (20 g/liter) oldható foszfor kivonása

▼B

3.1.4.	módszer Semleges ammónium-citrátban oldható foszfor kivonása
3.1.5.	módszerek Kivonás lúgos ammónium-citráttal
3.1.5.1.	módszer Oldható foszfor kivonása Petermann-módszerrel, 65 °C hőmérsékleten
3.1.5.2.	módszer Oldható foszfor kivonása Petermann-módszerrel, szobahőmérsékleten
3.1.5.3.	módszer Joulie-féle lúgos ammónium-citrátban oldható foszfor kivonása
3.1.6.	módszer Vízoldható foszfor kivonása
3.2.	módszer A kivont foszfor meghatározása (Gravimetriás módszer kinolin - foszfomolibdáttal)
4.	módszer Kálium
4.1.	módszer A vízoldható káliumtartalom meghatározása
5.	módszer
6.	módszer Klór
6.1.	módszer Kloridok meghatározása szerves anyagok hiányában
7.	módszerek Az őrlés finomsága
7.1.	módszer Az őrlés finomságának meghatározása (száraz szárítás)
7.2.	módszer Lágy természetes foszfátok őrlési finomságának meghatározása
8.	módszerek Mezoelemek
8.1.	módszer Az összes kalcium, összes magnézium, összes nátrium és a szulfát formájában jelen lévő összes kén kivonása
8.2.	módszer A különböző formákban jelen lévő összes kén kivonása
8.3.	módszer A vízoldható kalcium, magnézium, nátrium és (a szulfát formájában jelen lévő) kén kivonása
8.4.	módszer Különböző formákban jelen lévő, vízoldható kén kivonása
8.5.	módszer Elemi kén kivonása és meghatározása
8.6.	módszer Kivont kalcium oxalát formájában történő kicsapást követő manganimetriás meghatározása
8.7.	módszer Magnézium meghatározása atomabszorpciós spektrofotometriával
8.8.	módszer Magnézium meghatározása komplexometriával
8.9.	módszer Szulfátok meghatározása
8.10.	módszer Kivont nátrium meghatározása
9.	módszerek Mikroelemek 10 % vagy annál kisebb koncentrációban
9.1.	módszer Az összes mikroelem kivonása
9.2.	módszer Vízoldható mikroelemek kivonása
9.3.	módszer Szerves vegyületek eltávolítása műtrágyakivonatokból.
9.4.	módszer Mikroelemek meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával (általános eljárás).
9.5.	módszer Bór meghatározása műtrágyakivonatokban azometin-H spektrometriás módszerrel
9.6.	módszer Kobalt meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával

▼B

9.7.	módszer Réz meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával
9.8.	módszer Vas meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával
9.9.	módszer Mangán meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával
9.10.	módszer Molibdén meghatározása műtrágyakivonatokban ammónium-tiocianáttal képzett komplexének spektrometriás mérésével
9.11.	módszer Cink meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával
10.	módszerek Mikroelemek 10 %-nál nagyobb koncentrációban
10.1.	módszer Az összes mikroelem kivonása
10.2.	módszer Vízoldható mikroelemek kivonása
10.3.	módszer Szerves vegyületek eltávolítása műtrágyakivonatokból
10.4.	módszer Mikroelemek meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával (általános eljárás).
10.5.	módszer Bór meghatározása műtrágyakivonatokban acidimetriás titrálással
10.6.	módszer Kobalt meghatározása műtrágyakivonatokban gravimetriás módszerrel, 1-nitrozo-2 -naftollal
10.7.	módszer Réz meghatározása műtrágyakivonatokban titrimetriás módszerrel
10.8.	módszer Vas meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával
10.9.	módszer Mangán meghatározása műtrágyakivonatokban titrálással
10.10.	módszer Molibdén meghatározása műtrágyakivonatokban gravimetriás módszerrel 8-hidroxi-kinolinnal
10.11.	módszer Cink meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával

V. - MELLÉKLET

A. ÚJ TÍPUSÚ MŰTRÁGYÁNAK AZ E RENDELET I. MELLÉKLETÉBE TÖRTÉNŐ FELVÉTELÉHEZ ÖSSZEÁLLÍTANDÓ MŰSZAKI DOKUMENTÁCIÓ ELKÉSZÍTÉSÉHEZ A GYÁRTÓK ÉS KÉPVISELŐIK ÁLTAL TANULMÁNYOZANDÓ DOKUMENTUMOK JEGYZÉKE

B. AZ E RENDELET ÉS MELLÉKLETEI KÖVETELMÉNYEINEK VALÓ MEGFELELŐSÉG ELLENŐRZÉSÉHEZ SZÜKSÉGES SZOLGÁLTATÁSOK NYÚJTÁSÁRA ILLETÉKES LABORATÓRIUMOKRA VONATKOZÓ AKKREDITÁCIÓS SZABVÁNYOK

I. MELLÉKLET

EK-MŰTRÁGYATÍPUSOK JEGYZÉKE

A. **Makroelem tartalmú szervetlen, egyszerű műtrágyák**

A.1. *Nitrogénműtrágyák*

Szám	Típusmegjelölés	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) A tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok Egyéb követelmények	A típusmegjelölésre vonatkozó egyéb adatok	Garantált tápanyagtartalom A tápanyagok formája és oldhatósága Egyéb követelmények
1	2	3	4	5	6
1(a)	Kalcium-nitrát (mészsalétrom)	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként kalcium-nitrátot és esetleg ammónium-nitrátot tartalmaz	15 % N A nitrogén összes nitrogénben vagy nitrát és ammónia-nitrogénben kifejezve. Az ammónianitrogén tartalom legfeljebb: 1,5 % N		Összes nitrogén További nem kötelező adatok: Nitrát-nitrogén Ammónia-nitrogén
1(b)	Kalcium-magnézium-nitrát (mészsalétrom és magnézium-nitrát)	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként kalcium-nitrátot és magnézium-nitrátot tartalmaz.	13 % N A nitrogén nitrát-nitrogénben kifejezve. Vízoldható sók formájában a magnéziumtartalom magnézium-oxidban kifejezve legalább: 5 % MgO		Nitrát-nitrogén Vízoldható magnézium-oxid
1(c)	Magnézium-nitrát	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként magnézium-nitrát-hexahidrátot tartalmaz.	10 % N A nitrogén nitrát-nitrogénben kifejezve 14 % MgO A magnézium vízoldható magnézium-oxidban kifejezve	Ha kristályos formában kerül forgalomba, a „kristályos formában” megjelölést fel lehet tüntetni	Nitrát-nitrogén Vízoldható magnézium-oxid

▼B

1	2	3	4	5	6
2(a)	Nátrium-nitrát (nátronsalétrom)	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként nátrium-nitrátot tartalmaz.	15 % N A nitrogén nitrát-nitrogénben kifejezve		Nitrát-nitrogén
2(b)	Chilei salétrom	Kalisból készült termék, amely alapvető összetevőként nátrium-nitrátot tartalmaz.	15 % N A nitrogén nitrát-nitrogénben kifejezve		Nitrát-nitrogén
3(a)	Kalcium-ciánamid	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként kalcium-ciánamidot, kalcium-oxidot és esetleg kis mennyiségben ammóniumsókat és karbamidot tartalmaz	18 % N A nitrogén összes nitrogénben kifejezve, amelyben a garantált nitrogéntartalom legalább 75 %-a ciánamid-nitrogén		Összes nitrogén
3(b)	Nitrogénnel dúsított kalcium-ciánamid	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként kalcium-ciánamidot, kalcium-oxidot és esetleg kis mennyiségben ammóniumsókat és karbamidot, ezenkívül hozzáadott nitrátot tartalmaz	18 % N A nitrogén összes nitrogénben kifejezve, a garantált nem nitrát-nitrogén tartalom legalább 75 %-a ciánamid-nitrogén. Nitrát-nitrogén tartalom: — legalább: 1 % N — legfeljebb: 3 % N		Összes nitrogén Nitrát-nitrogén
▼M5 4	Ammónium-szulfát	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként ammónium-szulfátot tartalmaz, és legfeljebb 15 %-ban kalcium-nitrátot (mészsalétrom) tartalmazhat.	19,7 % N A nitrogén összes nitrogénben kifejezve. A nitrát-nitrogén legfeljebb 2,2 %-ban lehet jelen, amennyiben kalcium-nitrátot (mészsalétrom) adnak az ammónium-szulfáthoz.	Ha ammónium-szulfát és kalcium-nitrát (mészsalétrom) kombinációjaként forgalmazzák, a megjelölésben fel kell tüntetni a következőt: „legfeljebb 15 %-ban kalcium-nitrátot (mészsalétromot) tartalmaz”.	Ammónium-nitrogén, Összes nitrogén, amennyiben kalcium-nitrátot (mészsalétrom) adnak az ammónium-szulfáthoz.

1	2	3	4	5	6
5	Ammónium-nitrát vagy kalcium-ammónium-nitrát	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként ammónium-nitrátot tartalmaz, töltőanyagként őrölt mészkövet, kalcium-szulfátot, őrölt dolomitot, magnézium-szulfátot, kieseritet tartalmazhat	20 % N A nitrogén nitrát-nitrogénben és ammónia-nitrogénben kifejezve, az e két formában kötött nitrogén körülbelül fele-fele arányban adja a nitrogén-tartalmat Szükség esetén lásd ennek a rendeletnek a III.1 és III.2. mellékletét.	A „kalcium-ammónium-nitrát” megjelölés kizárólag olyan műtrágyára van fenntartva, amely az ammónium-nitráton kívül csak kalcium-karbonátot (például mészkő) és/vagy magnézium-karbonátot és kalcium-karbonátot (például dolomit) tartalmaz. E karbonátoknak a műtrágya legalább 20 %-át kell képezniük, és legalább 90 %-os tisztaságúnak kell lenniük.	Összes nitrogén Nitrát-nitrogén Ammónia-nitrogén
6	Ammónium-szulfát-nitrát	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként ammónium-nitrátot és ammónium-szulfátot tartalmaz	25 % N A nitrogén ammónia-nitrogénben és nitrát-nitrogénben kifejezve. Nitrát-nitrogén tartalom legalább: 5 %		Összes nitrogén Ammónia-nitrogén Nitrát-nitrogén
7	Magnézium-szulfonitrát	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként ammónium-nitrátot, ammónium-szulfátot és magnézium-szulfátot tartalmaz	19 % N A nitrogén ammónia-nitrogénben és nitrát-nitrogénben kifejezve. Nitrát-nitrogén tartalom legalább: 6 % 5 % MgO A magnézium vízoldható só formájában kötött és magnézium-oxidban van kifejezve		Összes nitrogén Ammónia-nitrogén Nitrát-nitrogén Vízoldható magnézium-oxid
8	Magnézium-ammónium-nitrát	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként ammónium-nitrátokat és összetett magnéziumsókat (dolomit, magnézium-karbonát és/vagy magnézium-szulfát) tartalmaz	19 % N A nitrogén ammónia-nitrogénben és nitrát-nitrogénben kifejezve. Nitrát-nitrogén tartalom legalább: 6 % N 5 % MgO A magnézium összes magnézium-oxidban kifejezve		Összes nitrogén Ammónia-nitrogén Nitrát-nitrogén Összes magnézium-oxid és esetleg vízoldható magnézium-oxid

▼B

1	2	3	4	5	6
9	Karbamid	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként karbonil-diamidot (karbamid) tartalmaz	44 % N Összes karbamid-nitrogén (beleértve a biuretet). Biurettartalom legfeljebb: 1,2 %		Összes nitrogén karbamid-nitrogénben kifejezve
10	Krotonilidén-dikarbamid	Karbamid kroton-aldehiddel való reakciója útján nyert termék Monomer vegyület	28 % N A nitrogén összes nitrogénben kifejezve Legalább 25 % N a krotonilidén-dikarbamidból Karbamid-nitrogén tartalom legfeljebb: 3 %		Összes nitrogén Karbamid-nitrogén, ahol ez legalább 1 tömegszázalék Krotonilidén-dikarbamidból származó nitrogén
11	Izobutilidén-dikarbamid	Karbamid izobutiraldehiddel való reakciója útján nyert termék Monomer vegyület	28 % N A nitrogén összes nitrogénben kifejezve Legalább 25 % N az izobutilidén-dikarbamidból Karbamid-nitrogén tartalom legfeljebb: 3 %		Összes nitrogén Karbamid-nitrogén, ahol ez legalább 1 tömegszázalék Izobutilidén-dikarbamidból származó nitrogén
12	Karbamid-formaldehid	Karbamid formaldehiddel való reakciója útján nyert termék, amely alapvető összetevőként karbamid-formaldehid molekulákat tartalmaz Polimer vegyület	36 % N összes nitrogén A nitrogén összes nitrogénben kifejezve A garantált összes nitrogéntartalom legalább 3/5 részének forró vízben oldhatónak kell lennie Legalább 31 % N a karbamid-formaldehidből Karbamid-nitrogén tartalom legfeljebb: 5 %		Összes nitrogén Karbamid-nitrogén, ahol ez legalább 1 tömegszázalék Hideg vízben oldható karbamid-formaldehidből származó nitrogén Csak forró vízben oldható karbamid-formaldehidből származó nitrogén

▼B

1	2	3	4	5	6
13	Krotonilidén-dikarbamid tartalmú nitrogénműtrágya	Kémiai úton nyert termék, amely krotonilidén-dikarbamidot és egyszerű nitrogénműtrágyát tartalmaz [A-1 jegyzék, a 3.a), a 3.b) és az 5. pont szerinti termékek kivételével]	18 % N összes nitrogénben kifejezve A nitrogén legalább 3 %-a ammónia- és/vagy nitrát- és/vagy karbamid-nitrogén formájában van jelen A garantált összes nitrogéntartalom legalább 1/3 részének a krotonilidén-dikarbamidból kell származnia Biurettartalom legfeljebb: (karbamid N + krotonilidén-dikarbamid N) × 0,026		Összes nitrogén Minden olyan forma esetében, amely eléri az 1 %-ot: — nitrát-nitrogén — ammónia-nitrogén — karbamid-nitrogén Krotonilidén-dikarbamidból származó nitrogén
14	Izobutilidén-dikarbamid tartalmú nitrogénműtrágya	Kémiai úton nyert termék, amely izobutilidén-dikarbamidot és egyszerű nitrogénműtrágyát tartalmaz [A-1 jegyzék, a 3.a), a 3.b) és az 5. pont szerinti termékek kivételével]	18 % N összes nitrogénben kifejezve A nitrogén legalább 3 %-a ammónia- és/vagy nitrát- és/vagy karbamid-nitrogén formájában van jelen A garantált összes nitrogéntartalom legalább 1/3 részének az izobutilidén-dikarbamidból kell származnia Biurettartalom legfeljebb: (karbamid N + izobutilidén-dikarbamid N) × 0,026		Összes nitrogén Minden olyan forma esetében, amely eléri az 1 %-ot: — nitrát-nitrogén — ammónia-nitrogén — karbamid-nitrogén Izobutilidén-dikarbamidból származó nitrogén

▼B

1	2	3	4	5	6
15	Karbamid-formaldehid tartalmú nitrogénműtrágya	Kémiai úton nyert termék, amely karbamid-formaldehidet és egyszerű nitrogénműtrágyát tartalmaz [A-1 jegyzék, a 3a), a 3b) és az 5. pont szerinti termékek kivételével]	18 % N összes nitrogénben kifejezve A nitrogén legalább 3 %-a ammónia- és/vagy nitrát- és/vagy karbamid-nitrogén formájában van jelen A garantált összes nitrogéntartalom legalább 1/3 részének a karbamid-formaldehidből kell származnia A karbamid-formaldehidből származó nitrogén legalább 3/5 részének forró vízben oldhatónak kell lennie Biurettartalom legfeljebb: (karbamid N + karbamid-formaldehid) × 0,026		Összes nitrogén Minden olyan forma esetében, amely eléri az 1 %-ot: — nitrát-nitrogén — ammónia-nitrogén — karbamid-nitrogén Karbamid-formaldehidből származó nitrogén Hideg vízben oldható karbamid-formaldehidből származó nitrogén Csak forró vízben oldható karbamid-formaldehidből származó nitrogén

▼M5

———

▼B

►M5 16 ◄	Karbamid-ammónium-szulfát	Kémiai úton karbamidból és ammónium-szulfátból nyert termék	30 % N A nitrogén ammónia- és karbamid-nitrogénben kifejezve Ammónianitrogén tartalom legalább: 4 % A kéntartalom kén-trioxidban kifejezve legalább: 12 % Biurettartalom legfeljebb: 0,9 %		Összes nitrogén Ammónia-nitrogén Karbamid-nitrogén Vízoldható kén-trioxid

►M5 ———— ◄

▼B

A.2. *Foszfátműtrágyák*

Amennyiben a granulált formában árusított műtrágya alapvető összetevőjére vonatkozóan előírták a szemcseméretet (1., 3., 4., 5., 6. és 7. számú műtrágya), a szemcseméret megállapítása megfelelő elemzési módszer útján történik.

Szám	Típusmegjelölés	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) A tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok Egyéb követelmények	A típusmegjelölésre vonatkozó egyéb adatok	Garantált tápanyagtartalom A tápanyagok formája és oldhatósága Egyéb követelmények
1	2	3	4	5	6
1	Bázikus salak: — Thomas-foszfátok — Thomas-salak	Vasolvasztáskor a foszfortartalmú olvadékok kezelésével nyert, alapvető összetevőként kalcium-szilikofoszfátokat tartalmazó termék	12 % P_2O_5 A foszfor ásványi savban oldható foszfor-pentoxidban kifejezve, amelyben a garantált foszfor-pentoxid tartalom legalább 75 %-a 2 %-os citromsavban oldható legyen; vagy P_2O_5 A foszfor 2 %-os citromsavban oldható foszfor-pentoxidban kifejezve Szemcseméret: — legalább 75 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán — legalább 96 % átessen a 0,630 mm lyukméretű szitán		Összes (ásványi savban oldható) foszfor-pentoxid 75 %, amelyből (tömegszázalékban megadandó érték) 2 %-os citromsavban oldható (Franciaországban, Olaszországban, Spanyolországban, Portugáliában, Görögországban ►M1 , a Cseh Köztársaságban, Észtországban, Cipruson, Lettországban, Litvániában, Magyarországon, Máltán, Lengyelországban, Szlovéniában, Szlovákiában, ◄ ►M3 Bulgária és Románia ◄ történő forgalmazáskor) Összes (ásványi savban oldható) foszfor-pentoxid és 2 %-os citromsavban oldható foszfor-pentoxid (az Egyesült Királyságban történő forgalmazáskor) 2 %-os citromsavban oldható foszfor-pentoxid (Németországban, Belgiumban, Dániában, Írországban, Luxemburgban, Hollandiában és Ausztriában történő forgalmazáskor)

▼B

1	2	3	4	5	6
2(a)	Egyszerű szuperfoszfát	Őrölt nyersfoszfát kénsavval való reakciója útján nyert termék, amely alapvető összetevőként monokalcium-foszfátot, emellett kalcium-szulfátot is tartalmaz	16 % P_2O_5 A foszfor semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5-ben kifejezve, a garantált P_2O_5-tartalom legalább 93 %-a vízoldható legyen Vizsgálati minta: 1 g		Semleges ammónium-citrátban oldható foszfor-pentoxid Vízoldható foszfor-pentoxid
2(b)	Dúsított szuperfoszfát	Őrölt nyersfoszfát kénsavval és foszforsavval való reakciója útján nyert termék, amelynek alapvető összetevőként monokalcium-foszfátot, emellett kalcium-szulfátot is tartalmaz	25 % P_2O_5 A foszfor semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5-ben kifejezve, a garantált P_2O_5-tartalom legalább 93 %-a vízoldható legyen Vizsgálati minta: 1 g		Semleges ammónium-citrátban oldható foszfor-pentoxid Vízoldható foszfor-pentoxid
▼M2 2.c)	Hármas szuperfoszfát	Őrölt ásványi foszfát és foszforsav reakciójával nyert termék, amely fő alkotórészként monokalcium-foszfátot tartalmaz	38 % P_2O_5 A foszfor semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5 -ben kifejezve, a garantált P_2O_5-tartalom legalább 93 %-a vízoldható legyen Vizsgálati minta: 3 g		Semleges ammónium-citrátban oldható foszfor-pentoxid Vízben oldható foszfor-pentoxid
▼B 3	Részlegesen feltárt nyersfoszfát	Őrölt nyersfoszfát kénsavval vagy foszforsavval végzett részleges feltárása útján nyert, alapvető összetevőként monokalcium-foszfátot, trikalcium-foszfátot és kalcium-szulfátot tartalmazó termék	20 % P_2O_5 A foszfor ásványi savakban oldható P_2O_5-ben kifejezve, a garantált P_2O_5-tartalom legalább 40 %-a vízoldható legyen Szemcseméret: — legalább 90 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán, — legalább 98 % átessen a 0,630 mm lyukméretű szitán		Összes (ásványi savban oldható) foszfor-pentoxid Vízoldható foszfor-pentoxid

▼B

1	2	3	4	5	6
4	Dikalcium-foszfát	Nyersfoszfátokból vagy csontból feltárt foszforsav kicsapásával nyert, alapvető összetevőként dikalcium-foszfát-dihidrátot tartalmazó termék	38 % P_2O_5 A foszfor lúgos (Petermann-féle) ammónium-citrátban oldható P_2O_5-ben kifejezve Szemcseméret: — legalább 90 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán, — legalább 98 % átessen a 0,630 mm lyukméretű szitán		Lúgos ammónium-citrátban oldható foszfor-pentoxid
5	Kalcinált foszfát	Őrölt ásványi foszfátokból lúgos vegyületekkel és kovasavval való hevítés útján nyert, alapvető összetevőként lúgos kalcium-foszfátot és kalcium-szilikátot tartalmazó termék	25 % P_2O_5 A foszfor lúgos (Petermann-féle) ammónium-citrátban oldható P_2O_5-ben kifejezve Szemcseméret: — legalább 75 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán, — legalább 96 % átessen a 0,630 mm lyukméretű szitán		Lúgos ammónium-citrátban oldható foszfor-pentoxid
6	Alumínium-kalcium-foszfát	Hőkezeléssel és őrléssel nyert, amorf szerkezetű, alapvető összetevőként alumínium- és kalcium-foszfátokat tartalmazó termék	30 % P_2O_5 A foszfor ásványi savakban oldható P_2O_5-ben kifejezve, a garantált P_2O_5-tartalom legalább 75 %-a lúgos (Joulie-féle) ammónium-citrátban oldható legyen. Szemcseméret: — legalább 90 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán, — legalább 98 % átessen a 0,630 mm lyukméretű szitán		Összes (ásványi savakban oldható) foszfor-pentoxid Lúgos ammónium-citrátban oldható foszfor-pentoxid

1	2	3	4	5	6
7	Lágy, őrölt ásványi foszfát	Lágy ásványi foszfátok őrlésével nyert, alapvető összetevőként trikalcium-foszfátot és kalcium-karbonátot tartalmazó termék	25 % P_2O_5 A foszfor ásványi savakban oldható P_2O_5-ben kifejezve, a garantált P_2O_5-tartalom legalább 55 %-a 2 %-os hangyasavban oldható legyen. Szemcseméret: — legalább 90 % átessen a 0,063 mm lyukméretű szitán, — legalább 99 % átessen a 0,125 mm lyukméretű szitán		Összes (ásványi savakban oldható) foszfor-pentoxid 2 %-os hangyasavban oldható foszfor-pentoxid A 0,063 mm lyukméretű szitán áteső anyag mennyisége tömeg-százalékban

A.3. *Kálium műtrágyák*

Szám	Típusmegjelölés	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) A tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok Egyéb követelmények	A típusmegjelölésre vonatkozó egyéb adatok	Garantált tápanyagtartalom A tápanyagok formája és oldhatósága Egyéb követelmények
1	2	3	4	5	6
1	Kainit	Nyers káliumsókból nyert termék	10 % K_2O A kálium vízoldható K_2O-ban kifejezve 5 % MgO Vízoldható sók formájában kötött magnézium, magnézium-oxidban kifejezve	Szokásos kereskedelmi nevekkel kiegészíthető	Vízoldható kálium-oxid Vízoldható magnézium-oxid
2	Dúsított kainitsó	Nyers káliumsókból nyert termék, kálium-kloriddal keverve dúsítva	18 % K_2O A kálium vízoldható K_2O-ban kifejezve	Szokásos kereskedelmi nevekkel kiegészíthető	Vízoldható kálium-oxid A vízoldható magnézium-oxid tartalmat nem kötelező feltüntetni, amennyiben magasabb, mint 5 % MgO

▼B

1	2	3	4	5	6
3	Kálisó	Nyers káliumsókból nyert, alapvető összetevőként káliumkloridot tartalmazó termék	37 % K_2O A kálium vízoldható K_2O-ban kifejezve	Szokásos kereskedelmi nevekkel kiegészíthető	Vízoldható kálium-oxid
4	Magnéziumsó-tartalmú káliumklorid	Nyers káliumsókból magnéziumsók hozzáadásával nyert, alapvető összetevőként káliumkloridot és magnéziumsókat tartalmazó termék	37 % K_2O A kálium vízoldható K_2O-ban kifejezve 5 % MgO Vízoldható sók formájában kötött magnézium, magnézium-oxidban kifejezve		Vízoldható kálium-oxid Vízoldható magnézium-oxid
5	Kálium-szulfát	Káliumsókból kémiai úton nyert, alapvető összetevőként káliumszulfátot tartalmazó termék	47 % K_2O A kálium vízoldható K_2O-ban kifejezve Klórtartalom legfeljebb: 3 % Cl		Vízoldható kálium-oxid A klórtartalmat nem kötelező feltüntetni
6	Magnéziumsó-tartalmú káliumszulfát	Káliumsókból kémiai úton, esetlegesen magnéziumsók hozzáadásával nyert, alapvető összetevőként kálium-szulfátot és magnézium-szulfátot tartalmazó termék	22 % K_2O A kálium vízoldható K_2O-ban kifejezve 8 % MgO Vízoldható sók formájában kötött magnézium, magnézium-oxidban kifejezve Klórtartalom legfeljebb: 3 % Cl	Szokásos kereskedelmi nevekkel kiegészíthető	Vízoldható kálium-oxid Vízoldható magnézium-oxid A klórtartalmat nem kötelező feltüntetni
7	Kieserit kálium-szulfáttal	Kieseritből kálium-szulfát hozzáadásával nyert termék	8 % MgO A magnézium vízoldható MgO-ban kifejezve 6 % K_2O A kálium vízoldható K_2O-ban kifejezve Összes MgO + K_2O: 20 % Klórtartalom legfeljebb: 3 % Cl	Szokásos kereskedelmi nevekkel kiegészíthető	Vízoldható magnézium-oxid Vízoldható kálium-oxid A klórtartalmat nem kötelező feltüntetni

▼B

B. **Makroelem tartalmú szervetlen, összetett műtrágyák**

B.1. *NPK-műtrágyák*

B.1.1.	Típusmegjelölés:	NPK-műtrágyák.
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Kémiai úton vagy keveréssel, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül előállított termék.
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék):	— Összesen: 20 % ($N + P_2O_5 + K_2O$); — Egyes tápanyagokra: 3 % N, 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Összes nitrogén (2) Nitrát-nitrogén (3) Ammónia-nitrogén (4) Karbamid-nitrogén (5) Ciánamid-nitrogén	(1) Vízoldható P_2O_5 (2) Semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5 (3) Semleges ammónium-citrátban és vízben oldható P_2O_5 (4) Kizárólag ásványi savakban oldható P_2O_5 (5) Lúgos (Petermann-féle) ammónium-citrátban oldható P_2O_5 (6a) Ásványi savakban oldható P_2O_5, amelyből a garantált P_2O_5-tartalom legalább 75 %-a oldható 2 %-os citromsavban (6b) 2 %-os citromsavban oldható P_2O_5 (7) Ásványi savakban oldható P_2O_5, amelyből a garantált P_2O_5-tartalom legalább 75 %-a oldható lúgos (Joulie-féle) ammónium-citrátban	Vízoldható K_2O	(1) Összes nitrogén (2) Ha a (2)–(5) szerinti formában kötött nitrogén mennyisége eléri legalább az 1 %-ot, az ilyen nitrogéntartalmat garantálni kell (3) 28 % feletti tartalom esetében lásd a III. melléklet 2 szakaszát	1. Thomas-salaktól, kalcinált foszfáttól, alumínium-kalcium-foszfáttól, részlegesen feltárt ásványi foszfáttól és lágy, őrölt ásványi foszfáttól mentes NPK-műtrágya esetében az (1), a (2) és a (3) szerinti oldhatóságnak megfelelően az alábbiakat kell garantálni: — ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége nem éri el a 2 %-ot, csak a (2) szerinti oldhatóságot garantálják; — ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége legalább 2 %, a (3) szerinti oldhatóságot garantálják, és feltüntetik a vízoldható P_2O_5 mennyiségét [az (1) szerinti oldhatóság].	(1) Vízoldható kálium-oxid (2) Az „alacsony klórtartalom” feltüntetése legfeljebb 2 %-os klórtartalomhoz kötött (3) A klórtartalom garantálható

1	2	3	4	5	6
	(8) Ásványi savakban oldható P_2O_5, amelyből a garantált P_2O_5-tartalom legalább 55 %-a oldható 2 %-os hangyasavban			A kizárólag ásványi savakban oldható P_2O_5-tartalom nem haladhatja meg a 2 %-ot. Az ilyen 1. típusú műtrágya esetében a (2) és a (3) szerinti oldhatóság meghatározásához használt vizsgálati minta mennyisége 1 g.	
				2 a) A lágy, őrölt ásványi foszfát vagy részlegesen feltárt ásványi foszfát tartalmú NPK-műtrágyának Thomas-salaktól, kalcinált foszfáttól és alumínium-kalcium-foszfáttól mentesnek kell lennie. Ilyen esetben az (1), a (3) és a (4) szerinti oldhatóságot garantálják. Az ilyen típusú műtrágyának az alábbiakat kell tartalmaznia: — legalább 2 % kizárólag ásványi savban oldható P_2O_5 [a (4) szerinti oldhatóság], — legalább 5 % vízben és semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5 [a (3) szerinti oldhatóság], — legalább 2,5 % vízoldható P_2O_5 [az (1) szerinti oldhatóság]. Az ilyen típusú műtrágyát „Lágy, őrölt ásványi foszfát tartalmú NPK-műtrágya” vagy „Részlegesen feltárt ásványi foszfát tartalmú NPK-műtrágya” megjelöléssel kell forgalmazni. Ennél a 2a) típusnál a (3) szerinti oldhatóság meghatározásához használandó vizsgálati minta mennyisége 3 g.	
Az alapvető foszfátösszetevők szemcseméretei: Thomas-salak: legalább 75 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán Alumínium-kalcium-foszfát: legalább 90 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán				2 b) Az alumínium-kalcium-foszfát tartalmú NPK-műtrágyának Thomas-salaktól, kalcinált foszfáttól, lágy, őrölt ásványi fosz-	

1	2	3	4	5	6
Kalcinált foszfát:	legalább 75 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán			fáttól és részlegesen feltárt ásványi foszfáttól mentesnek kell lennie. Ilyen esetben az (1) és a (7) szerinti oldhatóságot garantálják, az utóbbi a vízben való oldhatóság levonása után értendő. Az ilyen típusú műtrágyának az alábbiakat kell tartalmaznia: — legalább 2 % vízoldható P_2O_5 [az (1) szerinti oldhatóság], — legalább 5 % a (7) szerinti oldhatóságnak megfelelő P_2O_5. Az ilyen típusú műtrágyát „Alumínium-kalcium-foszfát tartalmú NPK-műtrágya” megjelöléssel kell forgalmazni. 3. Olyan NPK-műtrágya esetében, amely csak a következő foszformű-trágyák egyikét tartalmazza: Thomas-salak, kalcinált foszfát, alumínium-kalcium-foszfát, lágy, őrölt ásványi foszfát, a típusmegjelölést a foszfátösszetevő feltüntetésének kell követnie. A P_2O_5 oldhatóságának garantálását az alábbi oldhatóságokkal összhangban kell megadni:: — Thomas-salak alapú műtrágya esetében: a 6a) szerinti oldhatóság (Franciaország, Olaszország, Spanyolország, Portugália, Görögország ►M1 , a Cseh Köztársaságban, Észtországban, Cipruson, Lettországban, Litvániában, Magyarországon, Máltán, Lengyelországban, Szlovéniában, Szlovákiában, ◄ ►M3 Bulgária és	
Lágy, őrölt ásványi foszfát:	legalább 90 % átessen a 0,063 mm lyukméretű szitán				
Részlegesen feltárt ásványi foszfát:	legalább 90 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán				

1	2	3	4	5	6
				Románia ◄), a (6b) szerinti oldhatóság (Németország, Belgium, Dánia, Írország, Luxemburg, Hollandia, Egyesült Királyság és Ausztria), — kalcinált foszfát alapú műtrágya esetében: az (5) szerinti oldhatóság, — alumínium-kalcium-foszfát alapú műtrágya esetében: a (7) szerinti oldhatóság, — lágy, őrölt ásványi foszfát alapú műtrágya esetében: a (8) szerinti oldhatóság.	

B.1. *NPK-műtrágyák (folytatás)*

B.1.2.	Típusmegjelölés:	Krotonilidén-dikarbamid, izobutilidén-dikarbamid, vagy karbamid-formaldehid tartalmú NPK-műtrágya (megfelelően)
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Kémiai úton, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül előállított termék, amely krotonilidén-dikarbamidot vagy izobutilidén-dikarbamidot vagy karbamid-formaldehidet tartalmaz.
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék):	— Összesen: 20 % ($N + P_2O_5 + K_2O$), — Egyes tápanyagokra: — 5 % N. A garantált összes nitrogéntartalom legalább ¼ része az (5), a (6) vagy a (7) szerinti nitrogénformából származik. A (7) szerinti garantált nitrogéntartalom legalább 3/5 része forró vízben oldható, — 5 % P_2O_5, — 5 % K_2O.

▼B

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Összes nitrogén (2) Nitrát-nitrogén (3) Ammónia-nitrogén (4) Karbamid-nitrogén (5) Krotonilidén-dikarbamidból származó nitrogén (6) Izobutilidén-dikarbamidból származó nitrogén (7) Karbamid-formaldehidből származó nitrogén (8) Csak forró vízben oldható karbamid-formaldehidből származó nitrogén (9) Hideg vízben oldható karbamid-formaldehidből származó nitrogén	(1) Vízoldható P_2O_5 (2) Semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5 (3) Semleges ammónium-citrátban és vízben oldható P_2O_5	Vízoldható K_2O	(1) Összes nitrogén (2) Ha a nitrogén (2)–(4) szerinti formáinak bármelyike eléri az egy tömegszázalékot, akkor garantálni kell. (3) A nitrogén (5)–(7) szerinti formáinak egyike (megfelelően). A (7) szerinti formában lévő nitrogént a nitrogén (8) és (9) szerinti formájában kell garantálni.	Thomas-salaktól, kalcinált foszfáttól, alumínium-kalcium-foszfáttól, részlegesen feltárt ásványi foszfáttól és ásványi foszfáttól mentes NPK-műtrágya esetében az (1), a (2) vagy a (3) szerinti oldhatósággal összhangban az alábbiakat kell garantálni: — ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége nem éri el a 2 %-ot, csak a (2) szerinti oldhatóságot garantálják, — ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége legalább 2 %, a (3) szerinti oldhatóságot garantálják, és fel kell tüntetni a vízoldható P_2O_5 mennyiségét [az (1) szerinti oldhatóság]. A kizárólag ásványi savakban oldható P_2O_5-tartalom nem haladhatja meg a 2 %-ot. A (2) és a (3) szerinti oldhatóság meghatározásához használt vizsgálati minta mennyisége 1 g.	(1) Vízoldható kálium-oxid (2) Az „alacsony klórtartalom” feltüntetése legfeljebb 2 %-os klórtartalomhoz kötött (3) A klórtartalom garantálható

B.2. *NP-műtrágyák*

B.2.1.	Típusmegjelölés:	NP-műtrágyák
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Kémiai úton vagy keveréssel, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül előállított termék.
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék):	— Összesen: 18 % ($N + P_2O_5$); — Egyes tápanyagokra: 3 % N, 5 % P_2O_5.

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Összes nitrogén (2) Nitrát-nitrogén (3) Ammónia-nitrogén (4) Karbamid-nitrogén (5) Ciánamid-nitrogén	(1) Vízoldható P_2O_5 (2) Semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5 (3) Semleges ammónium-citrátban és vízben oldható P_2O_5 (4) Kizárólag ásványi savakban oldható P_2O_5 (5) Lúgos (Petermann-féle) ammónium-citrátban oldható P_2O_5 (6a) Ásványi savakban oldható P_2O_5, amelyből a garantált P_2O_5-tartalom legalább 75 %-a oldható 2 %-os citromsavban (6b) 2 %-os citromsavban oldható P_2O_5 (7) Ásványi savakban oldható P_2O_5, amelyből a garantált P_2O_5-tartalom legalább 75 %-a oldható lúgos (Joulie-féle) ammónium-citrátban (8) Ásványi savakban oldható P_2O_5, amelyből a garantált P_2O_5-tartalom legalább 55 %-a oldható 2 %-os hangyasavban		(1) Összes nitrogén (2) Ha a nitrogén (2)–(5) szerinti formáinak bármelyike eléri az egy tömegszázalékot, akkor garantálni kell.	1. Thomas-salaktól, kalcinált foszfáttól, alumínium-kalcium-foszfáttól, részlegesen feltárt ásványi foszfáttól és lágy, őrölt ásványi foszfáttól mentes NP-műtrágya esetében az (1), a (2) és a (3) szerinti oldhatósággal összhangban az alábbiakat kell garantálni: — ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége a nem éri el a 2 %-ot, csak a (2) szerinti oldhatóságot garantálják, — ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége legalább 2 %, a (3) szerinti oldhatóságot garantálják, és fel kell tüntetni a vízoldható P_2O_5 mennyiségét [az (1) szerinti oldhatóság].	

1	2	3	4	5	6
				A kizárólag ásványi savakban oldható P_2O_5-tartalom nem haladhatja meg a 2 %-ot. Az ilyen 1. típusú műtrágya esetében a (2) és a (3) szerinti oldhatóság meghatározásához használt vizsgálati minta mennyisége 1 g. 2 a) A lágy, őrölt ásványi foszfát vagy részlegesen feltárt ásványi foszfát tartalmú NP-műtrágyának Thomas-salaktól, kalcinált foszfáttól és alumínium-kalcium-foszfáttól mentesnek kell lennie. Az (1), a (3) és a (4) szerinti oldhatósággal összhangban garantálják. Az ilyen típusú műtrágyának az alábbiakat kell tartalmaznia: — legalább 2 % kizárólag ásványi savban oldható P_2O_5 [a (4) szerinti oldhatóság], — legalább 5 % vízben és semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5 [a (3) szerinti oldhatóság], — legalább 2,5 % vízoldható P_2O_5 [az (1) szerinti oldhatóság]. Az ilyen típusú műtrágyát „Lágy, őrölt ásványi foszfát tartalmú NP-műtrágya” vagy „Részlegesen feltárt ásványi foszfát tartalmú NP-műtrágya” megjelöléssel kell forgalmazni. Ennél a 2 a) típusnál a (3) szerinti oldhatóság meghatározásához használandó vizsgálati minta mennyisége 3 g.	

1	2	3	4	5	6
Az alapvető foszfátösszetevők szemcseméretei:				2 b) Az alumínium-kalcium-foszfát tartalmú NP-műtrágyának Thomas-salaktól, kalcinált foszfáttól, lágy, őrölt ásványi foszfáttól és részlegesen feltárt ásványi foszfáttól mentesnek kell lennie.	
Thomas-salak	legalább 75 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán			Az (1) és a (7) szerinti oldhatósággal összhangban garantálják, az utóbbi a vízben való oldhatóság levonása után értendő.	
Alumínium-kalcium-foszfát	legalább 90 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán			Az ilyen típusú műtrágyának az alábbiakat kell tartalmaznia:	
Kalcinált foszfát	legalább 75 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán			— legalább 2 % vízoldható P_2O_5 [az (1) szerinti oldhatóság,	
Lágy, őrölt ásványi foszfát	legalább 90 % átessen a 0,063 mm lyukméretű szitán			— legalább 5 % a (7) szerinti oldhatóságnak megfelelő P_2O_5.	
Részlegesen feltárt ásványi foszfát	legalább 90 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán			Az ilyen típusú műtrágyát „Alumínium-kalcium-foszfát tartalmú NP-műtrágya” megjelöléssel kell forgalmazni.	
				3. Olyan NP-műtrágya esetében, amely csak a következő foszforműtrágyák egyikét tartalmazza: Thomas-salak, kalcinált foszfát, alumínium-kalcium-foszfát, lágy, őrölt ásványi foszfát, a típusmegjelölést a foszfátösszetevő feltüntetésének kell követnie.	
				A P_2O_5 oldhatóságának garantálását az alábbi oldhatóságokkal összhangban kell megadni:	
				— Thomas-salak alapú műtrágya esetében: a 6a) szerinti oldhatóság (Franciaország, Olaszország, Spanyolország, Portugália, Görögország ►M1 , a Cseh Köztársaságban, Észtországban, Cipruson, Lettországban, Litvániában, Magyarországon, Máltán, Lengyel-	

1	2	3	4	5	6
				országban, Szlovéniában,Szlovákiában, ◄ ►M3 Bulgária és Románia ◄), a (6b) szerinti oldhatóság (Németország, Belgium, Dánia, Írország, Luxemburg, Hollandia, Egyesült Királyság és Ausztria), — kalcinált foszfát alapú műtrágya esetében: az (5) szerinti oldhatóság, — alumínium-kalcium-foszfát alapú műtrágya esetében: a (7) szerinti oldhatóság, — lágy, őrölt ásványi foszfát alapú műtrágya esetében: a (8) szerinti oldhatóság.	

B.2. *NP-műtrágyák (folytatás)*

B.2.2.	Típusmegjelölés:	Krotonilidén-dikarbamid, izobutilidén-dikarbamid, vagy karbamid-formaldehid tartalmú NP-műtrágya (megfelelően)
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Kémiai úton, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül előállított termék, amely krotonilidén-dikarbamidot vagy izobutilidén-dikarbamidot vagy karbamid-formaldehidet tartalmaz.
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék):	— Összesen: 18 % (N + P_2O_5), — Egyes tápanyagokra: — 5 % N. A garantált összes nitrogéntartalom legalább ¼ része az (5), a (6) vagy a (7) szerinti nitrogénformából származik. A (7) szerinti garantált nitrogéntartalom legalább 3/5 része forró vízben oldható, — 5 % P_2O_5

▼B

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Összes nitrogén (2) Nitrát-nitrogén (3) Ammónia-nitrogén (4) Karbamid-nitrogén (5) Krotonilidén-dikarbamidból származó nitrogén (6) Izobutilidén-dikarbamidból származó nitrogén (7) Karbamid-formaldehidből származó nitrogén (8) Csak forró vízben oldható karbamid-formaldehidből származó nitrogén (9) Hideg vízben oldható karbamid-formaldehidből származó nitrogén	(1) Vízoldható P_2O_5 (2) Semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5 (3) Semleges ammónium-citrátban és vízben oldható P_2O_5		(1) Összes nitrogén (2) Ha a nitrogén (2)–(4) szerinti formáinak bármelyike eléri az egy tömegszázalékot, akkor garantálni kell. (3) A nitrogén (5)–(7) szerinti formáinak egyike (megfelelően). A (7) szerinti formában lévő nitrogént a nitrogén (8) és (9) szerinti formájában kell garantálni.	Thomas-salaktól, kalcinált foszfáttól, alumínium-kalcium-foszfáttól, részlegesen feltárt ásványi foszfáttól és ásványi foszfáttól mentes NP-műtrágya esetében az (1), a (2) és a (3) szerinti oldhatósággal összhangban az alábbiakat kell garantálni: — ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége nem éri el a 2 %-ot, csak a (2) szerinti oldhatóságot garantálják, — ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége legalább 2 %, a (3) szerinti oldhatóságot garantálják, és fel kell tüntetni a vízoldható P_2O_5 mennyiségét [az (1) szerinti oldhatóság]. A kizárólag ásványi savakban oldható P_2O_5-tartalom nem haladhatja meg a 2 %-ot. A (2) és a (3) szerinti oldhatóság meghatározásához használt vizsgálati minta mennyisége 1 g.	

▼B

B.3. *NK-műtrágyák*

B.3.1.	Típusmegjelölés:	NK-műtrágyák.
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Kémiai úton vagy keveréssel, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül előállított termék.
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék):	— Összesen: 18 % ($N + K_2O$), — Egyes tápanyagokra: 3 % N, 5 % K_2O.

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Összes nitrogén (2) Nitrát-nitrogén (3) Ammónia-nitrogén (4) Karbamid-nitrogén (5) Ciánamid-nitrogén		Vízoldható K_2O	(1) Összes nitrogén (2) Ha a nitrogén (2)–(5) szerinti formáinak bármelyike eléri az 1 tömegszázalékot, akkor garantálni kell.		(1) Vízoldható kálium-oxid (2) Az „alacsony klórtartalom” feltüntetése legfeljebb 2 %-os klórtartalomhoz kötött (3) A klórtartalom garantálható

B.3. *NK-műtrágyák (folytatás)*

B.3.2.	Típusmegjelölés:	Krotonilidén-dikarbamid, izobutilidén-dikarbamid, vagy karbamid-formaldehid tartalmú NK-műtrágya (megfelelően)
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Kémiai úton, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül előállított termék, amely krotonilidén-dikarbamidot vagy izobutilidén-dikarbamidot vagy karbamid-formaldehidet tartalmaz.
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék):	— Összesen: 18 % (N + K_2O), — Egyes tápanyagokra: — 5 % N. A garantált összes nitrogéntartalom legalább ¼ része az (5), a (6) vagy a (7) szerinti nitrogénformából származik. A (7) szerinti garantált nitrogéntartalom legalább 3/5 része forró vízben oldható, — 5 % K_2O.

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Összes nitrogén (2) Nitrát-nitrogén (3) Ammónia-nitrogén (4) Karbamid-nitrogén (5) Krotonilidén-dikarbamidból származó nitrogén (6) Izobutilidén-dikarbamidból		Vízoldható K_2O	(1) Összes nitrogén (2) Ha a nitrogén (2)–(4) szerinti formáinak bármelyike eléri az egy tömegszázalékot, akkor garantálni kell. (3) A nitrogén (5)–(7) szerinti formáinak egyike (megfelelően). A (7) szerinti formában lévő nitrogént a nitrogén (8) és (9)		(1) Vízoldható kálium-oxid (2) Az „alacsony klórtartalom” feltüntetése legfeljebb 2 %-os klórtartalomhoz kötött (3) A klórtartalom garantálható

1	2	3	4	5	6
származó nitrogén (7) Karbamid-formaldehidből származó nitrogén (8) Csak forró vízben oldható karbamid-formaldehidből származó nitrogén (9) Hideg vízben oldható karbamid-formaldehidből származó nitrogén			szerinti formájában kell garantálni.		

B.4. *PK-műtrágyák*

Típusmegjelölés:	PK-műtrágyák.
Az előállításra vonatkozó adatok:	Kémiai úton vagy keveréssel, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül előállított termék.
Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék):	— Összesen: 18 % (P_2O_5 + K_2O), — Egyes tápanyagokra: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vízoldható P_2O_5 (2) Semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5 (3) Semleges ammónium-citrátban és vízben oldható P_2O_5 (4) Kizárólag ásványi savakban oldható P_2O_5 (5) Lúgos (Petermann-féle) ammónium-citrátban oldható P_2O_5 (6a) Ásványi savakban oldható P_2O_5, amelyből a garantált P_2O_5-tartalom legalább 75 %-a oldható 2 %-os citromsavban (6b) 2 %-os citromsavban oldható P_2O_5 (7) Ásványi savakban oldható P_2O_5, amelyből a garantált P_2O_5-tartalom legalább 75 %-a oldható lúgos (Joulie-féle) ammónium-citrátban (8) Ásványi savakban oldható P_2O_5, amelyből a garantált P_2O_5-tartalom legalább 55 %-a oldható 2 %-os hangyasavban	Vízoldható K_2O		1. Thomas-salaktól, kalcinált foszfáttól, alumínium-kalcium-foszfáttól, részlegesen feltárt ásványi foszfáttól és lágy, őrölt ásványi foszfáttól mentes PK-műtrágya esetében az (1), a (2) és a (3) szerinti oldhatósággal összhangban az alábbiakat kell garantálni: — ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége nem éri el a 2 %-ot, csak a (2) szerinti oldhatóságot garantálják, — ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége legalább 2 %, a (3) szerinti oldhatóságot garantálják, és fel kell tüntetni a vízoldható P_2O_5 mennyiségét [az (1) szerinti oldhatóság]. A kizárólag ásványi savakban oldható P_2O_5-tartalom nem haladhatja meg a 2 %-ot. Az ilyen 1. típusú műtrágya esetében a (2) és a (3) szerinti oldhatóság meghatározásához használt vizsgálati minta mennyisége 1 g. 2 a) A lágy, őrölt ásványi foszfát vagy részlegesen feltárt ásványi foszfát tartalmú PK-műtrágyának Thomas-salaktól, kalcinált foszfáttól és alumínium-kalcium-foszfáttól mentesnek kell lennie. Az (1), a (3) és a (4) szerinti oldhatósággal összhangban garantálják.	(1) Vízoldható kálium-oxid (2) Az „alacsony klórtartalom” feltüntetése legfeljebb 2 %-os klórtartalomhoz kötött (3) A klórtartalom garantálható

1	2	3	4	5	6
				Az ilyen típusú műtrágyának az alábbiakat kell tartalmaznia: — legalább 2 % kizárólag ásványi savban oldható P_2O_5 [a (4) szerinti oldhatóság], — legalább 5 % vízben és semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5 [a (3) szerinti oldhatóság], — legalább 2,5 % vízoldható P_2O_5 [az (1) szerinti oldhatóság]. Az ilyen típusú műtrágyát „Lágy, őrölt ásványi foszfát tartalmú PK-műtrágya” vagy „Részlegesen feltárt ásványi foszfát tartalmú PK-műtrágya” megjelöléssel kell forgalmazni. Ennél a 2a) típusnál a (3) szerinti oldhatóság meghatározásához használandó vizsgálati minta mennyisége 3 g.	
Az alapvető foszfátösszetevők szemcseméretei: Thomas-salak legalább 75 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán Alumínium-kalcium-foszfát legalább 90 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán Kalcinált foszfát legalább 75 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán Lágy, őrölt ásványi foszfát legalább 90 % átessen a 0,063 mm lyukméretű szitán Részlegesen feltárt ásványi foszfát legalább 90 % átessen a 0,160 mm lyukméretű szitán				2 b) Az alumínium-kalcium-foszfát tartalmú PK-műtrágyának Thomas-salaktól, kalcinált foszfáttól és részlegesen feltárt ásványi foszfáttól mentesnek kell lennie. Az (1) és a (7) szerinti oldhatósággal összhangban garantálják, az utóbbi a vízben való oldhatóság levonása után értendő. Az ilyen típusú műtrágyának az alábbiakat kell tartalmaznia: — legalább 2 % vízoldható P_2O_5 [az (1) szerinti oldhatóság], — legalább 5 % a (7) szerinti oldhatóságnak megfelelő P_2O_5.	

1	2	3	4	5	6
				Az ilyen típusú műtrágyát „Alumínium-kalcium-foszfát tartalmú PK-műtrágya” megjelöléssel kell forgalmazni. 3. Olyan PK-műtrágya esetében, amely csak a következő foszforműtrágyák egyikét tartalmazza: Thomas-salak, kalcinált foszfát, alumínium-kalcium-foszfát, lágy, őrölt ásványi foszfát, a típusmegjelölést a foszfátösszetevő feltüntetésének kell követnie. A P_2O_5 oldhatóságának garantálását az alábbi oldhatóságokkal összhangban kell megadni: — Thomas-salak alapú műtrágya esetében: (6a) szerinti oldhatóság (Franciaország, Olaszország, Spanyolország, Portugália, Görögország ►M1 , a Cseh Köztársaságban, Észtországban, Cipruson, Lettországban, Litvániában, Magyarországon, Máltán, Lengyelországban, Szlovéniában,Szlovákiában, ◄ ►M3 Bulgária és Románia ◄), (6b) szerinti oldhatóság (Németország, Belgium, Dánia, Írország, Luxemburg, Hollandia, Egyesült Királyság és Ausztria), — kalcinált foszfát alapú műtrágya esetében: az (5) szerinti oldhatóság, — alumínium-kalcium-foszfát alapú műtrágya esetében: a (7) szerinti oldhatóság, — lágy, őrölt ásványi foszfát alapú műtrágya esetében: a (8) szerinti oldhatóság.	

▼B

C. **Szervetlen folyékony műtrágyák**

C.1. *Egyszerű folyékony műtrágyák*

Szám	Típusmegjelölés	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) A tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok Egyéb követelmények	A típusmegjelölésre vonatkozó egyéb adatok	Garantált tápanyagtartalom A tápanyagok formája és oldhatósága Egyéb követelmények
1	2	3	4	5	6
1	Nitrogénműtrágya oldat	Kémiai úton vagy vízben való oldással nyert termék, légköri nyomáson stabil formában, állati vagy növényi eredetű tápanyagok hozzáadása nélkül	15 % N A nitrogén összes nitrogénben kifejezve, vagy, ha csak egyetlen forma van jelen, akkor nitrát-, ammónia- vagy karbamid-nitrogénben Biurettartalom legfeljebb: karbamid N × 0,026		Összes nitrogén és minden olyan forma esetében, amely eléri az 1 %-ot, nitrát-, ammónia és/vagy karbamid-nitrogén Ha a biurettartalom kevesebb, mint 0,2 %, az „alacsony biurettartalom” szavak is feltüntethetők
2	Karbamid-ammónium-nitrát oldat	Kémiai úton vagy vízben való oldás útján nyert termék, amely ammónium-nitrátot és karbamidot tartalmaz	26 % N A nitrogén összes nitrogénben kifejezve, ahol a karbamid-nitrogén a jelen lévő nitrogén körülbelül felét teszi ki Biurettartalom legfeljebb: 0,5 %		Összes nitrogén Nitrát-nitrogén, ammónianitrogén és karbamid-nitrogén Ha a biurettartalom kevesebb 0,2 %, az „alacsony biurettartalom” szavak is feltüntethetők
3	Kalcium-nitrát oldat	Kalcium-nitrát vízben való oldása útján nyert termék	8 % N Nitrogén nitrát-nitrogén formájában kifejezve, a nitrogénnek legfeljebb 1 %-a található ammónia formájában Kalcium vízoldható CaO-ban kifejezve	A típusmegjelölést követheti az alábbi jelölések valamelyike: — levéltrágyázáshoz, — tápanyagoldatok készítéséhez, — öntözéses tápanyag-utánpótláshoz.	Összes nitrogén Vízoldható kalcium-oxid az 5. oszlopban meghatározott felhasználásokra Nem kötelező: — a nitrogén nitrát formájában, — a nitrogén ammónia formájában

▼B

1	2	3	4	5	6
4	Magnézium-nitrát oldat	Kémiai úton és magnézium-nitrát vízben való oldása útján nyert termék	6 % N Nitrogén nitrát-nitrogénben kifejezve 9 % MgO Magnézium vízoldható magnézium-oxidban kifejezve pH legalább: 4		Nitrát-nitrogén Vízoldható magnézium-oxid
5	Kalcium-nitrát szuszpenzió	Kalcium-nitrát vízben való szuszpendálásával nyert termék	8 % N A nitrogén összes, nitrát- vagy ammónia-nitrogénként kifejezve és az ammónianitrogén tartalom legfeljebb: 1,0 % 14 % CaO. A kalcium vízoldható CaO-ban kifejezve	A típusmegjelölést követheti az alábbi jelölések valamelyike: — levéltrágyázáshoz, — tápanyagoldatok készítéséhez, — öntözéses tápanyag-utánpótláshoz.	Összes nitrogén Nitrát-nitrogén Vízoldható kalcium-oxid az 5. oszlopban meghatározott felhasználásokra
6	Nitrogénműtrágya oldat karbamid-formaldehiddel	Kémiai úton vagy karbamid-formaldehid és az e rendelet A-1 jegyzékében szereplő valamely nitrogénműtrágya (kivéve a 3a), a 3b) és az 5. terméket) vízben való oldása útján nyert termék	18 % N összes nitrogénben kifejezve A teljes nitrogéntartalom legalább egyharmad része karbamid-formaldehidből származik Biurettartalom legfeljebb: (karbamid N + karbamid-formaldehid N) × 0,026		Összes nitrogén Minden olyan forma esetében, amely eléri az 1 %-ot: — Nitrát-nitrogén, — Ammónia-nitrogén, — Karbamid-nitrogén Karbamid-formaldehidből származó nitrogén

▼B

1	2	3	4	5	6
7	Nitrogénműtrágya-szuszpenzió karbamid-formaldehiddel	Kémiai úton vagy karbamid-formaldehid és az e rendelet A-1 jegyzékében szereplő valamely nitrogénműtrágya (kivéve a 3a), a 3b) és az 5. terméket) vízben való szuszpendálása útján nyert termék	18 % N kifejezve összes nitrogénként A teljes garantált nitrogéntartalom legalább egyharmad részének karbamid-formaldehidből kell származnia, amelyből legalább háromötöd résznek forró vízben oldhatónak kell lennie. Biurettartalom legfeljebb: (karbamid N + karbamid-formaldehid N) × 0,026.		Összes nitrogén Minden olyan forma esetében, amely eléri az 1 %-ot: — Nitrát-nitrogén, — Ammónia-nitrogén, — Karbamid-nitrogén. Karbamid-formaldehidből származó nitrogén Hideg vízben oldható karbamid-formaldehidből származó nitrogén Csak forró vízben oldható karbamid-formaldehidből származó nitrogén.

C.2. *Összetett folyékony műtrágyák*

C.2.1.	Típusmegjelölés:	NPK-műtrágyaoldat.
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Kémiai úton vagy vízben való oldással nyert termék, légköri nyomáson stabil formában, állati vagy növényi eredetű tápanyagok hozzáadása nélkül
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) és egyéb követelmények:	— Összesen: 15 %, ($N + P_2O_5 + K_2O$), — Egyes tápanyagokra: 2 % N, 3 % P_2O_5, 3 % K_2O, — Biurettartalom legfeljebb: karbamid N × 0,026.

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Összes nitrogén (2) Nitrát-nitrogén (3) Ammónia-nitrogén (4) Karbamid-nitrogén	Vízoldható P_2O_5	Vízoldható K_2O	(1) Összes nitrogén (2) Ha a nitrogén (2)–(4) szerinti formáinak bármelyike eléri az egy tömegszázalékot, akkor garantálni kell. (3) Ha a biurettartalom kevesebb, mint 0,2 %, az „alacsony biurettartalom” szavak feltüntethetők.	Vízoldható P_2O_5	(1) Vízoldható kálium-oxid (2) Az „alacsony klórtartalom” feltüntetése legfeljebb 2 %-os klórtartalomhoz kötött (3) A klórtartalom garantálható

C.2. *Összetett folyékony műtrágyák (folytatás)*

C.2.2.	Típusmegjelölés:	NPK-műtrágyaoldat.
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Folyékony állagú termék, amelyben a tápanyagok vízben való szuszpendálásból és feloldásból származnak, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül.
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) és egyéb követelmények:	— Összesen: 20 %, ($N + P_2O_5 + K_2O$), — Egyes tápanyagokra: 3 % N, 4 % P_2O_5, 4 % K_2O, — Biurettartalom legfeljebb: karbamid N × 0,026.

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Összes nitrogén (2) Nitrát-nitrogén (3) Ammónia-nitrogén (4) Karbamid-nitrogén	(1) Vízoldható P_2O_5 (2) Semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5 (3) Semleges ammónium-citrátban és vízben oldható P_2O_5	Vízoldható K_2O	(1) Összes nitrogén (2) Ha a nitrogén (2)–(4) szerinti formáinak bármelyike eléri az egy tömegszázalékot, akkor garantálni kell. (3) Ha a biurettartalom kevesebb, mint 0,2 %, az „alacsony biurettartalom” szavak feltüntethetők.	A műtrágyának Thomas-salaktól, alumínium-kalcium-foszfáttól, kalcinált foszfáttól, részlegesen feltárt ásványi foszfáttól és ásványi foszfáttól mentesnek kell lennie. (1) Ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége nem éri el a 2 %-ot, csak a (2) szerinti oldhatóságot garantálják; (2) Ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége legalább 2 %, a (3) szerinti oldhatóságot és a vízoldható P_2O_5 mennyiségét garantálják.	(1) Vízoldható káliumoxid (2) Az „alacsony klórtartalom” feltüntetése legfeljebb 2 %-os klórtartalomhoz kötött (3) A klórtartalom garantálható

C.2. *Összetett folyékony műtrágyák (folytatás)*

C.2.3.	Típusmegjelölés:	NP-műtrágyaoldat
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Kémiai úton vagy vízben való oldással nyert termék, légköri nyomáson stabil formában, állati vagy növényi eredetű tápanyagok hozzáadása nélkül
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék):	— Összesen: 18 %, (N + P_2O_5), — Egyes tápanyagokra: 3 % N, 5 % P_2O_5, — Biurettartalom legfeljebb: karbamid N × 0,026.

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Összes nitrogén (2) Nitrát-nitrogén (3) Ammónia-nitrogén (4) Karbamid-nitrogén	P_2O_5 vízoldható		(1) Összes nitrogén (2) Ha a nitrogén (2)–(4) szerinti formáinak bármelyike eléri az egy tömegszázalékot, akkor garantálni kell. (3) Ha a biurettartalom kevesebb, mint 0,2 %, az „alacsony biurettartalom” szavak feltüntethetők.	Vízoldható P_2O_5	

C.2. *Összetett folyékony műtrágyák (folytatás)*

C.2.4.	Típusmegjelölés:	NP-műtrágyaoldat
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Folyékony állagú termék, amelyben a tápanyagok vízben való szuszpendálásból és feloldásból származnak, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül.
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék):	— Összesen: 18 %, ($N + P_2O_5$), — Egyes tápanyagokra: 3 % N, 5 % P_2O_5, — Biurettartalom legfeljebb: karbamid N × 0,026.

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Összes nitrogén (2) Nitrát-nitrogén (3) Ammónia-nitrogén (4) Karbamid-nitrogén	(1) Vízoldható P_2O_5 (2) Semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5 (3) Semleges ammónium-citrátban és vízben oldható P_2O_5		(1) Összes nitrogén (2) Ha a nitrogén (2)–(4) szerinti formáinak bármelyike eléri az egy tömegszázalékot, akkor garantálni kell. (3) Ha a biurettartalom kevesebb, mint 0,2 %, az „alacsony biurettartalom” szavak feltüntethetők.	(1) Ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége nem éri el a 2 %-ot, csak a (2) szerinti oldhatóságot garantálják; (2) Ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége legalább 2 %, a (3) szerinti oldhatóságot garantálják, és fel kell tüntetni a vízoldható P_2O_5 mennyiségét. A műtrágyának Thomas-salaktól, alumínium-kalcium-foszfáttól, kalcinált foszfáttól, részlegesen feltárt ásványi foszfáttól és ásványi foszfáttól mentesnek kell lennie.	

C.2. *Összetett folyékony műtrágyák (folytatás)*

C.2.5	Típusmegjelölés:	NK-műtrágyaoldat.
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Kémiai úton vagy vízben való oldással nyert termék, légköri nyomáson stabil formában, állati vagy növényi eredetű tápanyagok hozzáadása nélkül
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék):	— Összesen: 15 % (N + K_2O), — Egyes tápanyagokra: 3 % N, 5 % K_2O, — Biurettartalom legfeljebb: karbamid N × 0,026.

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Összes nitrogén (2) Nitrát-nitrogén (3) Ammónia-nitrogén (4) Karbamid-nitrogén		Vízoldható K_2O	(1) Összes nitrogén (2) Ha a nitrogén (2)–(4) szerinti formáinak bármelyike eléri az egy tömegszázalékot, akkor garantálni kell. (3) Ha a biurettartalom kevesebb, mint 0,2 %, az „alacsony biurettartalom” szavak feltüntethetők.		(1) Vízoldható kálium-oxid (2) Az „alacsony klórtartalom” feltüntetése legfeljebb 2 %-os klórtartalomhoz kötött (3) A klórtartalom garantálható

C.2. *Összetett folyékony műtrágyák (folytatás)*

C.2.6.	Típusmegjelölés:	NK-műtrágya szuszpenzió
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Folyékony állagú termék, amelyben a tápanyagok vízben való szuszpendálásból és feloldásból származnak, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül.
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék):	— Összesen: 18 % (N + K_2O), — Egyes tápanyagokra: 3 % N, 5 % K_2O, — Biurettartalom legfeljebb: karbamid N × 0,026.

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Összes nitrogén (2) Nitrát-nitrogén (3) Ammónia-nitrogén (4) Karbamid-nitrogén		Vízoldható K_2O	(1) Összes nitrogén (2) Ha a nitrogén (2)–(4) szerinti formáinak bármelyike eléri az egy tömegszázalékot, akkor garantálni kell. (3) Ha a biurettartalom kevesebb, mint 0,2 %, az „alacsony biurettartalom” szavak feltüntethetők.		(1) Vízoldható kálium-oxid (2) Az „alacsony klórtartalom” feltüntetése legfeljebb 2 %-os klórtartalomhoz kötött (3) A klórtartalom garantálható

C.2. *Összetett folyékony műtrágyák (folytatás)*

C.2.7.	Típusmegjelölés:	PK-műtrágyaoldat.
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Kémiai úton vagy vízben való oldással nyert termék, állati vagy növényi eredetű tápanyagok hozzáadása nélkül
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék):	— Összesen: 18 % (P_2O_5 + K_2O), — Egyes tápanyagokra: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

▼B

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	Vízoldható P_2O_5	Vízoldható K_2O		Vízoldható P_2O_5	(1) Vízoldható kálium-oxid (2) Az „alacsony klórtartalom” feltüntetése legfeljebb 2 %-os klórtartalomhoz kötött (3) A klórtartalom garantálható

C.2. *Összetett folyékony műtrágyák (folytatás)*

C2.8.	Típusmegjelölés:	PK-műtrágya szuszpenzió
	Az előállításra vonatkozó adatok:	Folyékony állagú termék, amelyben a tápanyagok vízben való szuszpendálásból és feloldásból származnak, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül.
	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék):	— Összesen: 18 % (P_2O_5 + K_2O), — Egyes tápanyagokra: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Tápanyagformák, oldhatóságok és garantált tápanyagtartalom a 4., az 5. és a 6. oszlopban megadottak szerint Szemcseméret			A műtrágya azonosító adatai Egyéb követelmények		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vízoldható P_2O_5 (2) Semleges ammónium-citrátban oldható P_2O_5 (3) Semleges ammónium-citrátban és vízben oldható P_2O_5	Vízoldható K_2O		(1) Ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége nem éri el a 2 %-ot, csak a (2) szerinti oldhatóságot garantálják; (2) Ha a vízoldható P_2O_5 mennyisége legalább 2 %, a (3) szerinti oldhatóságot és a vízoldható P_2O_5 tartalmat.garantálják. A műtrágyának Thomas-salaktól, alumínium-kalcium-foszfáttól, kalcinált foszfáttól, részlegesen feltárt ásványi foszfáttól és ásványi foszfáttól mentesnek kell lennie.	(1) Vízoldható kálium-oxid (2) Az „alacsony klórtartalom” feltüntetése legfeljebb 2 %-os klórtartalomhoz kötött (3) A klórtartalom garantálható

D. **Szervetlen, mezoelem tartalmú műtrágyák**

Szám	Típusmegjelölés	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) A tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok Egyéb követelmények	A típusmegjelölésre vonatkozó egyéb adatok	Garantált tápanyagtartalom A tápanyagok formája és oldhatósága Egyéb követelmények
1	2	3	4	5	6
1	Kalcium-szulfát	Természetes vagy ipari eredetű termék, amely különböző hidratáltsági fokú kalcium-szulfátot tartalmaz	25 % CaO 35 % SO_3 A kalcium és a kén összes $CaO + SO_3$ formájában kifejezve Az őrlemény finomsága: — legalább 80 % átessen a 2 mm lyukméretű szitán,	A szokásos kereskedelmi nevekkel kiegészíthető	Összes kén-trioxid Nem kötelező: összes CaO

▼B

1	2	3	4	5	6
			— legalább 99 % átessen a 10 mm lyukméretű szitán		
2	Kalcium-klorid oldat	Ipari eredetű kalcium-klorid oldat	12 % CaO A kalcium vízoldható CaO-ként kifejezve		Kalcium-oxid Nem kötelező: növények permetezéséhez
3	Elemi kén	Viszonylag finom, természetes vagy ipari termék	98 % S (245 %: SO_3) A kén összes SO_3-ként kifejezve		Összes kén-trioxid
4	Kieserit	Ásványi eredetű termék, amely fő összetevőként egyszeresen hidratált magnézium-szulfátot tartalmaz	24 % MgO 45 % SO_3 A magnézium és a kén vízoldható magnézium-oxidban és kén-trioxidban kifejezve	A szokásos kereskedelmi nevekkel kiegészíthető	Vízoldható magnézium-oxid Nem kötelező: vízoldható kén-trioxid
5	Magnézium-szulfát	Fő összetevőként hétszeresen hidrált magnézium-szulfátot tartalmazó termék	15 % MgO 28 % SO_3 A magnézium és a kén vízoldható magnézium-oxidban és kén-trioxidban kifejezve	A szokásos kereskedelmi nevekkel kiegészíthető	Vízoldható magnézium-oxid Nem kötelező: vízoldható kén-trioxid
5.1.	Magnézium-szulfát oldat	Ipari eredetű magnézium-szulfát vízben való oldásával nyert termék	5 % MgO 10 % SO_3 A magnézium és a kén vízoldható magnézium-oxidban és vízoldható kén-anhidridben kifejezve	A szokásos kereskedelmi nevekkel kiegészíthető	Vízoldható magnézium-oxid Nem kötelező: vízoldható kén-anhidrid
5.2.	Magnézium-hidroxid	Kémiai úton előállított termék, amely alapvető összetevőként magnézium-hidroxidot tartalmaz	60 % MgO Szemcseméret: legalább 99 % átessen a 0,063 mm lyukméretű szitán		Összes magnézium-oxid

▼B

1	2	3	4	5	6
5.3.	Magnézium-hidroxid szuszpenzió	Az 5.2 típus szuszpendálásával nyert termék	24 % MgO		Összes magnézium-oxid
6.	Magnézium-klorid oldat	Ipari eredetű magnézium-klorid oldásával nyert termék	13 % MgO A magnézium magnézium-oxidban kifejezve Kalciumtartalom legfeljebb: 3 % CaO		Magnézium-oxid

E. **Szervetlen, mikroelem tartalmú műtrágyák**

Magyarázó megjegyzés: Az alábbi megjegyzések az E. rész egészére érvényesek.

1. megjegyzés: A kelátképző reagensek megjelölhetők nevük kezdőbetűi alapján, az E.3. fejezetben leírtak szerint.

2. megjegyzés: Ha a termék a vízben való oldás után nem hagy szilárd maradékot, akkor „feloldásra” megjelöléssel látható el.

3. megjegyzés: Ha egy mikroelem kelát formájában van jelen, akkor meg kell adni a kelátfrakció elfogadható stabilitását biztosító pH-sávot.

E.1. *Egyetlen mikroelemet tartalmazó műtrágyák*

E.1.1. *Bór*

Szám	Típusmegjelölés	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) A tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok Egyéb követelmények	A típusmegjelölésre vonatkozó egyéb adatok	Garantált tápanyagtartalom A tápanyagok formája és oldhatósága Egyéb követelmények
1	2	3	4	5	6
1a.	Bórsav	Borát savval való reakciója útján nyert termék	14 % vízoldható B	A szokásos kereskedelmi nevekkel kiegészíthető	Vízoldható bór (B)
1b.	Nátrium-borát	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként nátrium-borátot tartalmaz	10 % vízoldható B	A szokásos kereskedelmi nevekkel kiegészíthető	Vízoldható bór (B)

1	2	3	4	5	6
1c.	Kalcium-borát	Colemanitból vagy pandermitből nyert termék, amely alapvető összetevőként kalcium-borátokat tartalmaz	7 % összes B Szemcseméret: legalább 98 % átessen a 0,063 lyukméretű szitán	A szokásos kereskedelmi nevekkel kiegészíthető	Összes bór (B)
1d.	Bór-etanol-amin	Bórsav és etanol-amin reakciójával nyert termék	8 % vízoldható B		Vízoldható bór (B)
1e.	Bórtartalmú műtrágya, oldat formájában	Az 1a. és/vagy az 1b. és/vagy az 1d. típusok oldásával nyert termék	2 % vízoldható B	A megjelölésnek tartalmaznia kell a jelen lévő alkotóelemek nevét	Vízoldható bór (B)
1f.	Bórtartalmú műtrágya, szuszpenzió formájában	Az 1a és/vagy az 1b és/vagy az 1d típusok vízben való szuszpendálásával nyert termék	2 % vízoldható B	A megjelölésnek tartalmaznia kell a jelen lévő alkotóelemek nevét	Vízoldható bór (B)

E.1.2. *Kobalt*

No	Típusmegjelölés	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) A tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok Egyéb követelmények	A típusmegjelölésre vonatkozó egyéb adatok	Garantált tápanyagtartalom A tápanyagok formája és oldhatósága Egyéb követelmények
1	2	3	4	5	6
2a.	Kobaltsó	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként a kobalt egy ásványi sóját tartalmazza	19 % vízoldható Co	A megjelölésnek tartalmaznia kell az ásványi anion nevét	Vízoldható kobalt (Co)
2b.	Kobaltkelát	Kobalt kelátképző reagenssel való kémiai reakciója útján nyert vízoldható termék	2 % vízoldható Co, amely garantált értékének legalább 8/10 része kelát formájában van jelen	A kelátképző reagens neve	Vízoldható kobalt (Co) Kelát formájában jelen lévő kobalt (Co)

▼B

1	2	3	4	5	6
2c.	Kobaltműtrágya oldat	A 2a. típusok és/vagy egy 2b típus vízben való oldásával nyert termék	2 % vízoldható Co	A megjelölésnek tartalmaznia kell a következőket: (1) az ásványi anion(ok) neve; (2) a kelátképző reagens neve, ilyen jelenléte esetén	Vízoldható kobalt (Co) Kelát formájában jelen lévő kobalt (Co), ilyen jelenléte esetén

E.1.3. *Réz*

Szám	Típusmegjelölés	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) A tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok Egyéb követelmények	A típusmegjelölésre vonatkozó egyéb adatok	Garantált tápanyagtartalom A tápanyagok formája és oldhatósága Egyéb követelmények
1	2	3	4	5	6
3a.	Rézsó	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként a réz egy ásványi sóját tartalmazza	20 % vízoldható Cu	A megjelölésnek tartalmaznia kell az ásványi anion nevét	Vízoldható réz (Cu)
3b.	Réz-oxid	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként réz-oxidot tartalmaz.	70 % összes Cu Szemcseméret: legalább 98 % átessen a 0,063 mm lyukméretű szitán		Összes réz (Cu)
3c.	Réz-hidroxid	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként réz-hidroxidot tartalmaz	45 % összes Cu Szemcseméret: legalább 98 % átessen a 0,063 mm lyukméretű szitán		Összes réz (Cu)
3d.	Rézkelát	Réz kelátképző reagenssel való kémiai reakciója útján nyert vízoldható termék	9 % vízoldható Cu, amely garantált értékének legalább 8/10 része kelát formájában van jelen	A kelátképző reagens neve	Vízoldható réz (Cu) Kelát formájában jelen lévő réz (Cu)

▼B

1	2	3	4	5	6
3e.	Réz alapú műtrágya	A 3a. és/vagy a 3b. és/vagy a 3c. típusok és/vagy egy 3d típus, valamint – szükség esetén – egy sem tápanyagot, sem toxikus anyagot nem tartalmazó töltőanyag keverésével nyert termék	5 % összes Cu	A megjelölésnek tartalmaznia kell a következőket: (1) a rézössszetevők neve; (2) a kelátképző reagens neve, ilyen jelenléte esetén	Összes réz (Cu) Vízoldható réz (Cu), ha ez legalább az összes réz 1/4 része Kelát formájában lévő réz (Cu), ilyen jelenléte esetén
3f.	Rézműtrágya oldat	A 3a típusok és/vagy egy 3d típus vízben való oldásával nyert termék	3 % vízoldható Cu	A megjelölésnek tartalmaznia kell a következőket: (1) az ásványi anion(ok) neve; (2) a kelátképző reagens neve, ilyen jelenléte esetén	Vízoldható réz (Cu) Kelát formájában lévő réz (Cu), ilyen jelenléte esetén
3g.	Réz-oxiklorid	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként réz-oxikloridot $[Cu_2Cl(OH)_3]$ tartalmaz	50 % összes Cu Szemcseméret: legalább 98 % átessen a 0,063 mm lyukméretű szitán		Összes réz (Cu)
3h.	Réz-oxiklorid szuszpenzió	A 3g típus szuszpendálásával nyert termék	17 % összes Cu		Összes réz (Cu)

▼M4

E.1.4. *Vas*

Szám	Típusmegjelölés	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) Adatok a tápanyagok kifejezésére Egyéb előírások	A típusmegjelölésre vonatkozó egyéb adatok	Garantált tápanyagtartalom A tápanyagok formája és oldhatósága Egyéb követelmények
1	2	3	4	5	6
4a.	Vassó	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként ásványi vassót tartalmaz	12 % vízoldható Fe	A megjelölésnek tartalmaznia kell az ásványi anion nevét	Vízoldható vas (Fe)

▼M4

1	2	3	4	5	6
4b.	Vaskelát	A vasnak az I. melléklet E.3. szakaszának jegyzékében említett kelátképző reagenssel (reagensekkel) való kémiai reakciója útján nyert vízoldható termék	5 % vízoldható vas, amelynek a kelát részaránya legalább 80 % és amelyben a vízoldható vas legalább 50 %-a kelátot képez a garantált kelátképző reagensek révén	Az I. melléklet E.3.1. szakaszának jegyzékében szereplő azon kelátképző reagensek neve, amelyek legalább 1 % vízoldható vasból kelátot képeznek	Vízoldható vas (Fe) Olyan, a típusmegjelölésen szereplő összes kelátképző reagens által nyert kelát formájában lévő vas (Fe), amelyet az európai szabvány szerint azonosítani lehet ill. amelynek mennyisége aszerint meghatározható
4c.	Vas műtrágyaoldat	A 4a. típusok és/vagy egy 4b. típus vízben való oldásával nyert termék	2 % vízoldható Fe	A megjelölésnek tartalmaznia kell a következőket: 1. az ásványi anion(ok) neve(i); 2. bármely olyan kelátképző reagens neve, ilyen jelenléte esetén, amely legalább 1 % vízoldható vasból kelátot képez	Vízoldható vas (Fe) Kelát formájában lévő vas (Fe), ilyen jelenléte esetén Olyan, a típusmegjelölésen szereplő összes kelátképző reagens által nyert kelát formájában lévő vas (Fe), amelyet az európai szabvány szerint azonosítani lehet, illetve amelynek mennyisége aszerint meghatározható

▼B

E.1.5. *Mangán*

Szám	Típusmegjelölés	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) A tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok Egyéb követelmények	A típusmegjelölésre vonatkozó egyéb adatok	Garantált tápanyagtartalom A tápanyagok formája és oldhatósága Egyéb követelmények
1	2	3	4	5	6
5a.	Mangánsó	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként a mangán (Mn II) egy ásványi sóját tartalmazza	17 % vízoldható Mn	A megjelölésnek tartalmaznia kell a kombinált anion nevét	Vízoldható mangán (Mn)

1	2	3	4	5	6
5b.	Mangánkelát	Mangán és egy kelátképző reagens kémiai reakciója útján nyert vízoldható termék	5 % vízoldható Mn, amely garantált értékének legalább 8/10 része kelát formájában van jelen	A kelátképző reagens neve	Vízoldható mangán (Mn) Kelát formájában jelen lévő mangán (Mn)
5c.	Mangán-oxid	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként mangán-oxidokat tartalmaz	40 % összes Mn Szemcseméret: legalább 80 % átessen a 0,063 lyukméretű szitán		Összes mangán (Mn)
5d.	Mangán alapú műtrágya	Az 5a és az 5c típusok keverésével nyert termék	17 % összes Mn	A megjelölésnek tartalmaznia kell a mangánösszetevők nevét	Összes mangán (Mn) Vízoldható mangán (Mn), ha ez az összes mangán legalább 1/4 része
5e.	Mangán alapú műtrágyaoldat	Az 5a típusok és/vagy egy 5b típus egyikének vízben való oldásával nyert termék	3 % vízoldható Mn	A megjelölésnek tartalmaznia kell a következőket: (1) az ásványi anion(ok) neve; (2) a kelátképző reagens neve, ilyen jelenléte esetén	Vízoldható mangán (Mn) Kelát formájában jelen lévő mangán (Mn), ilyen jelenléte esetén

E.1.6. *Molibdén*

No	Típusmegjelölés	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) A tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok Egyéb követelmények	A típusmegjelölésre vonatkozó egyéb adatok	Garantált tápanyagtartalom A tápanyagok formája és oldhatósága Egyéb követelmények
1	2	3	4	5	6
6a.	Nátrium-molibdát	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként nátrium-molibdátot tartalmaz	35 % vízoldható Mo		Vízoldható molibdén (Mo)
6b.	Ammónium-molibdát	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként ammónium-molibdátot tartalmaz	50 % vízoldható Mo		Vízoldható molibdén (Mo)

▼B

1	2	3	4	5	6
6c.	Molibdén alapú műtrágya	A 6a és a 6b típusok keverésével nyert termék	35 % vízoldható Mo	A megjelölésnek tartalmaznia kell a molibdén összetevők nevét	Vízoldható molibdén (Mo)
6d.	Molibdén alapú műtrágyaoldat	A 6a típusok és/vagy egy 6b típus vízben való oldásával nyert termék	3 % vízoldható Mo	A megjelölésnek tartalmaznia kell a molibdén összetevő(k) nevét	Vízoldható molibdén (Mo)

E.1.7. *Cink*

Szám	Típusmegjelölés	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Minimális tápanyagtartalom (tömegszázalék) A tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok Egyéb követelmények	A típusmegjelölésre vonatkozó egyéb adatok	Garantált tápanyagtartalom A tápanyagok formája és oldhatósága Egyéb követelmények
1	2	3	4	5	6
7a.	Cinksó	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként a cink egy ásványi sóját tartalmazza	15 % vízoldható Zn	A megjelölésnek tartalmaznia kell az ásványi anion nevét	Vízoldható cink (Zn)
7b.	Cinkkelát	Cink és egy kelátképző reagens kémiai reakciója útján nyert vízoldható termék	5 % vízoldható Zn, amely garantált értékének legalább 8/10 része kelát formájában van jelen	A kelátképző reagens neve	Vízoldható cink (Zn) Kelát formájában jelen lévő cink (Zn)
7c.	Cink-oxid	Kémiai úton nyert termék, amely alapvető összetevőként cink-oxidot tartalmaz	70 % összes Zn Szemcseméret: legalább 80 % átessen a 0,063 mm lyukméretű szitán		Összes cink (Zn)
7d.	Cink alapú műtrágya	A 7a. és a 7c. típusok keverésével nyert termék	30 % összes Zn	A megjelölésnek tartalmaznia kell a cinkösszetevők nevét	Összes cink (Zn) Vízoldható cink (Zn), ha ez az összes cink (Zn) legalább 1/4 része

▼B

1	2	3	4	5	6
7e.	Cink alapú műtrágyaoldat	A 7a. típusok és/vagy egy 7b. típus vízben való oldásával nyert termék	3 % vízoldható Zn	A megjelölésnek tartalmaznia kell a következőket: (1) az ásványi anion(ok) neve; (2) a kelátképző reagens neve, ilyen jelenléte esetén	Vízoldható cink (Zn) Kelát formájában jelen lévő cink (Zn), ilyen jelenléte esetén

▼B

E.2. *A műtrágyák minimális mikroelem tartalma, a műtrágya tömegszázalékában kifejezve*

E.2.1. *Szilárd vagy folyékony mikroelem-keverékek*

	Amennyiben az adott mikroelem:	
	kizárólag ásványi formában van jelen	kelát vagy komplex formájában van jelen
Mikroelem:		
Bór (B)	0,2	0,2
Kobalt (Co)	0,02	0,02
Réz (Cu)	0,5	0,1
Vas (Fe)	2,0	0,3
Mangán (Mn)	0,5	0,1
Molibdén (Mo)	0,02	–
Cink (Zn)	0,5	0,1

A mikroelemek minimális összmennyisége szilárd keverékben: a műtrágya tömegének 5 %-a.

A mikroelemek minimális összmennyisége folyékony keverékben: a műtrágya tömegének 2 %-a.

E.2.2. *Mikroelemekkel dúsított, makro- és/vagy mezoelem tartalmú, EK-talajtrágyák*

	Növényi kultúrákhoz vagy gyephez	Kertészeti felhasználásra
Bór (B)	0,01	0,01
Kobalt (Co)	0,002	–
Réz (Cu)	0,01	0,002
Vas (Fe)	0,5	0,02
Mangán (Mn)	0,1	0,01
Molibdén (Mo)	0,001	0,001
Cink (Zn)	0,01	0,002

E.2.3. *Mikroelemekkel dúsított, makro- és/vagy mezoelem tartalmú EK-levéltrágyák*

Bór (B)	0,010
Kobalt (Co)	0,002
Réz (Cu)	0,002
Vas (Fe)	0,020
Mangán (Mn)	0,010
Molibdén (Mo)	0,001
Cink (Zn)	0,002

▼M4

E.3. *A mikroelemekhez engedélyezett szerves kelát-, illetve komplexképző reagensek jegyzéke*

Az alábbi anyagokat engedélyezik, amennyiben azok megfelelő tápanyag kelátja eleget tesz a 67/548/EGK tanácsi irányelv ([1]) követelményeinek

E.3.1. *Kelátképző reagensek* ([2])

Az alábbiak savai illetve nátrium-, kálium- vagy ammónium, sói:

			A sav CAS-száma ([3])
Etiléndiamintetraecetsav	EDTA	$C_{10}H_{16}O_8N_2$	60-00-4
2-hidroxietil-etilén-diamin-triecetsav	HEEDTA	$C_{10}H_{18}O_7N_2$	150-39-0
Dietiléntriaminpentaecetsav	DTPA	$C_{14}H_{23}O_{10}N_3$	67-43-6
EtiléndiaminN,N'-di[(orto-hidroxifenil) ecetsav	[o,o] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	1170-02-1
etiléndiamin-N-[(orto-hidroxifenil)ecetsavN'-[(para-hidroxifenil) ecetsav	[o,p] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	475475-49-1
etiléndiamin-N,N'-di[(orto-hidroximetilfenil) ecetsav	[o,o] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641632-90-8
etiléndiamin-N-[(orto-hidroximetilfenil)ecetsavN'-[(para-hidroximetilfenil)ecetsav	[o,p] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641633-41-2
etiléndiamin-N,N'-di[(5-karboxi-2-hidroxifenil) ecetsav	EDDCHA	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$	85120-53-2
etiléndiamin-N,N'-di[(2-hidroxi-5-szulfofenil) ecetsav] és annak kondenzációs termékei	EDDHSA	$C_{18}H_{20}O_{12}N_2S_2$ + n* ($C_{12}H_{14}O_8N_2S$)	57368-07-7 és 642045-40-7

E.3.2. *Komplexképző reagensek:*

A lista készítése folyamatban van.

▼M5

F. **Nitrifikáció- és ureázgátlók**

Az alábbi F.1. és F.2. táblázatokban felsorolt ureáz- és nitrifikációgátlók hozzáadhatók az I. melléklet A.1., B.1., B.2., B.3., C.1., és C.2. szakaszaiban felsorolt nitrogénműtrágya-típusokhoz, amelyekre az alábbi rendelkezések vonatkoznak:

1. a műtrágya teljes nitrogéntartalmának legalább 50 %-a 3. oszlopban meghatározott nitrogénfajtákból tevődik össze;

2. nem tarozik a 4. oszlopban említett műtrágyatípusokba.

Az olyan műtrágyák típusmeghatározásánál, amelyekhez az F.1. táblázatban felsorolt nitrifikációgátlót adtak, fel kell tüntetni a „([nitrifikációgátló típusmeghatározása]) nitrifikációgátlóval" szavakat.

([1]) HL 196., 1967.8.16., 1. o.

([2]) A kelátképző reagenseket azon európai szabványok szerint kell azonosítani és mennyiségüket meghatározni, amelyek az említett kelátképző reagensekre vonatkoznak.

([3]) Csak tájékoztatásul.

▼M5

Az olyan műtrágyák típusmeghatározásánál, amelyekhez az F.2. táblázatban felsorolt ureázgátlót adtak, fel kell tüntetni az „([ureázgátló típusmeghatározása]) ureázgátlóval” szavakat.

A forgalomba hozatalért felelős személynek minden csomagoláson, illetve ömlesztett szállítmányon fel kell tüntetnie a lehető legrészletesebb műszaki információkat. Ezeknek az információknak lehetővé kell tenniük a felhasználó számára az alkalmazási arány és az alkalmazási időszak meghatározását az érintett termény viszonylatában.

Az F.1., illetve az F.2. táblázat kiegészíthető nitrifikációgátlókkal vagy ureázgátlókal az említett vegyületekre kidolgozott iránymutatásokkal összhangban benyújtott műszaki dokumentáció értékelését követően.

F.1. *Nitrifikációgátlók*

Szám	Nitrifikációgátló típusmegjelölése és összetétele	Minimum és maximum gátlótartalom az összes nitrogén ammónium-nitrogénként és urea-nitrogénként jelen levő tömegszázalékában	EK-műtrágyatípus, amely esetében a gátló nem használható	Nitrifikációgátló leírása, amellyel a keverés megengedett Engedélyezett keverési arány
1	2	3	4	5
1	Dicián-diamid ELINCS No 207-312-8	Minimum 2,25 Maximum 4,5		

F.2. *Ureázgátlók*

Szám	Ureázgátló típusmegjelölése és összetétele	Minimum és maximum gátlótartalom az összes nitrogén karbamid-nitrogénként jelen levő tömegszázalékában	EK-műtrágyatípus, amely esetében a gátló nem használható	Ureázgátló leírása, amellyel a keverés megengedett Engedélyezett keverési arány
1	2	3	4	5
1	n-butil-thiofoszfor-triamid (NBTPT) ELINCS No 435-740-7	Minimum 0,09 Maximum 0,20		

▼B

II. MELLÉKLET

TŰRÉSHATÁROK

Az e mellékletben megadott tűréshatárok tömegszázalékban kifejezett negatív értékek.

Az EK-műtrágyák egyes típusainak garantált tápanyagtartalma tekintetében megengedett tűréshatárok a következők:

1. **Makroelem tartalmú szervetlen egyszerű műtrágyák – tömegszázalék abszolút értéke N, P_2O_5, K_2O, MgO és Cl formájában kifejezve**

1.1. *Nitrogénműtrágyák*

kalcium-nitrát	0,4
kalcium – magnézium-nitrát	0,4
nátrium-nitrát	0,4
chilei salétrom	0,4
kalcium-ciánamid	1,0
nitrogénnel dúsított kalcium-ciánamid	1,0
ammónium-szulfát	0,3
ammónium-nitrát vagy kalcium-ammónium-nitrát:	
– 32 %-ig, a 32 %-ot is beleértve	0,8
– 32 % felett	0,6
ammónium-szulfát és nitrát	0,8
magnézium-szulfonitrát	0,8
magnézium-ammónium-nitrát	0,8
karbamid	0,4
kalcium-nitrát szuszpenzió	0,4
nitrogénműtrágya oldat karbamid-formaldehiddel	0,4
nitrogénműtrágya-szuszpenzió karbamid-formaldehiddel	0,4
karbamid-ammónium-szulfát	0,5
nitrogénműtrágya oldat	0,6
ammónium-nitrát-karbamid oldat	0,6

1.2. *Foszforműtrágyák*

Thomas-salak:		
– 2 tömegszázalék tartományban kifejezve		0,0
– egy számmal kifejezve		1,0
Egyéb foszforműtrágyák		
P_2O_5-oldhatóság az alábbiakban:	(a műtrágya I. melléklet szerinti száma)	
– ásványi sav	(3, 6, 7)	0,8
– hangyasav	(7)	0,8
– semleges ammónium-citrát	(2a, 2b, 2c)	0,8
– lúgos ammónium-citrát	(4, 5, 6)	0,8
– víz	(2a, 2b, 3)	0,9
	(2c)	1,3

▼B

1.3. *Káliumműtrágyák*

kainit	1,5
dúsított kainitsó	1,0
kálisó:	
– 55 %-ig, az 55 %-ot is beleértve	1,0
– 55 % felett	0,5
magnéziumsó-tartalmú kálium-klorid	1,5
kálium-szulfát	0,5
magnéziumsó-tartalmú kálium-szulfát	1,5

1.4. *Egyéb komponensek*

klorid	0,2

2. **Makroelem tartalmú szervetlen összetett műtrágyák**

2.1. *Tápanyagelemek*

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

2.2. *Összes negatív eltérés a garantált értéktől*

kétkomponensű műtrágyák	1,5
háromkomponensű műtrágyák	1,9

3. **A műtrágyák mezoelem tartalma**

A garantált kalcium-, magnézium-, nátrium- és kéntartalom tekintetében megállapított tűréshatár az adott tápanyag garantált tartalmának egynegyed része, de legfeljebb 0,9 % abszolút értékben a CaO, a MgO, a Na_2O és a SO_3 tekintetében, azaz 0,64 a Ca, 0,55 a Mg, 0,67 a Na és 0,36 a S tekintetében.

4. **A műtrágyák mikroelem tartalma**

A garantált mikroelem tartalom tekintetében megállapított tűréshatár a következő:

— 0,4 % abszolút értékben véve 2 %-ot meghaladó tartalom esetében,

— a garantált érték egyötöd része 2 %-ot meg nem haladó tartalom esetében.

A különböző formákban kötött nitrogéntartalom garantált értékeire, illetve a foszfor-pentoxid garantált oldhatóságára vonatkozóan engedélyezett tűréshatár az adott tápanyag teljes mennyiségének egytized része, de legfeljebb 2 tömegszázalék, feltéve, hogy az adott tápanyag esetében az összes tápanyagtartalom az I. mellékletben meghatározott határok és a fentiekben meghatározott tűréshatárok között marad.

▼B

III. MELLÉKLET

A MAGAS NITROGÉNTARTALMÚ AMMÓNIUM-NITRÁT MŰTRÁGYÁKRA VONATKOZÓ TECHNIKAI RENDELKEZÉSEK

1. **A magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák jellemzői és határértékei**

1.1. *Porozitás (olajvisszatartás)*

Az előzetesen két, 25 °C-tól 50 °C-ig terjedő hőkezelési cikluson átesett, és az e melléklet 3. szakasza 2. része rendelkezéseinek megfelelő műtrágya olajvisszatartása nem haladhatja meg a 4 tömegszázalékot.

1.2. *Éghető alkotórészek*

Az éghető anyagok szén formájában mért, tömegszázalékban kifejezett aránya nem haladhatja meg a 0,2 tömegszázalékot olyan műtrágya esetében, amelynek nitrogéntartalma legalább 31,5 tömegszázalék, illetve a 0,4 tömegszázalékot olyan műtrágya esetében, amelynek nitrogéntartalma legalább 28 tömegszázalék, de legfeljebb 31,5 tömegszázalék.

1.3. *pH*

A 10 g műtrágya 100 ml vízzel hígított oldatában mért pH-értéknek legalább 4,5-nek kell lennie.

1.4. *Szemcseméret elemzés*

A műtrágya legfeljebb 5 tömegszázaléka eshet át az 1 mm lyukméretű szitán, és legfeljebb 3 tömegszázaléka eshet át a 0,5 mm lyukméretű szitán.

1.5. *Klór*

A megengedett legnagyobb klórtartalom 0,02 tömegszázalék.

1.6. *Nehézfémek*

Tilos nehézfémet szándékosan hozzáadni a műtrágyához, és a gyártási eljárás során véletlenül bekerült nehézfémnyomok nem haladhatják meg a bizottság által meghatározott értéket.

A réztartalom nem haladhatja meg a 10 mg/kg értéket.

Más nehézfémek tekintetében nincs megállapított határérték.

2. **A magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát műtrágyákra vonatkozóan előírt robbantási vizsgálat leírása**

A vizsgálatot a műtrágyából vett reprezentatív mintán kell elvégezni. A robbantási vizsgálat elvégzése előtt a minta teljes tömegét az e melléklet 3. szakaszának 3. részének rendelkezései szerint öt hőkezelési ciklusnak kell alávetni.

A műtrágya robbantási vizsgálatát vízszintes acélcsőben kell elvégezni, az alábbi feltételek mellett:

— varratmentes acélcső,

— csőhossz: legalább 1 000 mm,

— névleges külső átmérő: legalább 114 mm,

— névleges falvastagság: legalább 5 mm,

— erősítő: a választott erősítő típusának és formájának olyannak kell lennie, hogy a minta robbanás-átviteli készségének meghatározása céljából a mintára gyakorolt robbanási nyomást a lehető legnagyobbra fokozza,

— vizsgálati hőmérséklet: 15–25 °C,

— robbanást detektáló ólom próbahengerek: átmérő 50 mm és magasság 100 mm

▼B

— a 150 mm-enként elhelyezett ólomhengerek vízszintesen támasztják alá a csövet. A vizsgálatot kétszer kell elvégezni. A vizsgálat akkor tekinthető következtetések levonására alkalmasnak, ha az alátámasztó ólomhengerek közül egy vagy több mindkét vizsgálat során 5 %-nál kisebb mértékben nyomódik össze.

3. **A III-1. és a III-2. mellékletben meghatározott határértékeknek való megfelelés ellenőrzési módszerei**

1. módszer

A hőkezelési ciklusok alkalmazásának módszerei

1. **Cél és alkalmazási kör**

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák olaj-visszatartási vizsgálata, valamint a magas nitrogéntartalmú egyszerű vagy összetett ammónium-nitrát műtrágyák robbantási vizsgálata előtt alkalmazott hőkezelési ciklusok alkalmazására vonatkozó eljárásokat állapítja meg.

A zárt hőkezelési ciklusokra vonatkozóan e szakaszban leírtak szerinti módszerek úgy tekintendők, hogy kielégítő módon szimulálják a IV. fejezet II. címének alkalmazási körében figyelembe veendő körülményeket, annak ellenére, hogy nem feltétlenül szimulálják a szállítás és a tárolás során felmerülő valamennyi körülményt.

2. **A III-1. mellékletben említett hőkezelési ciklusok**

2.1. *Alkalmazási kör*

Ez az eljárás a műtrágya olajvisszatartásának meghatározása előtt végzett hőkezelési ciklus eljárásra vonatkozik.

2.2. *A módszer elve és fogalommeghatározás*

Erlenmeyer-lombikban szobahőmérsékletről 50 °C-os hőmérsékletre melegítjük és két órán át ezen a hőmérsékleten tartjuk a mintát (50 °C-os fázis). Ezt követően 25 °C-os hőmérsékletre hűtjük és két órán át ezen a hőmérsékleten tartjuk a mintát (25 °C-os fázis). A két egymást követő, 50 °C-os, illetve 25 °C-os fázis együttesen alkot egy hőkezelési ciklust. Két hőkezelési ciklus elvégzését követően a vizsgálati mintát 20 ± 3 °C-os hőmérsékleten tartjuk az olaj-visszatartási érték meghatározása céljából.

2.3. *Készülékek*

Szokásos laboratóriumi felszerelés, különösen:

— 25 (± 1), illetve 50 (± 1) °C-on termosztált vízfürdők,

— Erlenmeyer-lombikok, egyenként 150 ml-es térfogattal.

2.4. *Eljárás*

Az egyes 70 (± 5) grammos vizsgálati mintákat helyezzük egy-egy Erlenmeyer-lombikba és dugóval zárjunk le.

Kétóránként helyezzük át az egyes lombikokat az 50 °C-os fürdőből a 25 °C-os fürdőbe és viszont.

Tartsuk állandó értéken az egyes fürdők vízhőmérsékletét, a vizet pedig gyors keveréssel tartsuk mozgásban annak érdekében, hogy a vízszint a minta szintje felett legyen. A dugót habgumi kupakkal védjük meg a vízpára-lecsapódástól.

3. **A III-2 melléklet vonatkozásában alkalmazandó hőkezelési ciklusok**

3.1. *Alkalmazási kör*

Ez az eljárás a robbantási vizsgálat előtti hőkezelési ciklusos vizsgálatra vonatkozik.

▼B

3.2. *A módszer elve és fogalommeghatározás*

Vízálló tartályban szobahőmérsékletről 50 °C-ra melegítjük és egy órán át ezen a hőmérsékleten tartjuk a mintát (50 °C-os fázis). Ezt követően 25 °C-ra hűtjük és egy órán át ezen a hőmérsékleten tartjuk a mintát (25 °C-os fázis). A két egymást követő, 50 °C-os, illetve 25 °C-os fázis egymás utáni kombinációja alkot egy hőkezelési ciklust. A megfelelő számú hőkezelési ciklus után a mintát tartsuk 20 ± 3 °C-os hőmérsékleten a robbantási vizsgálat végrehajtásáig.

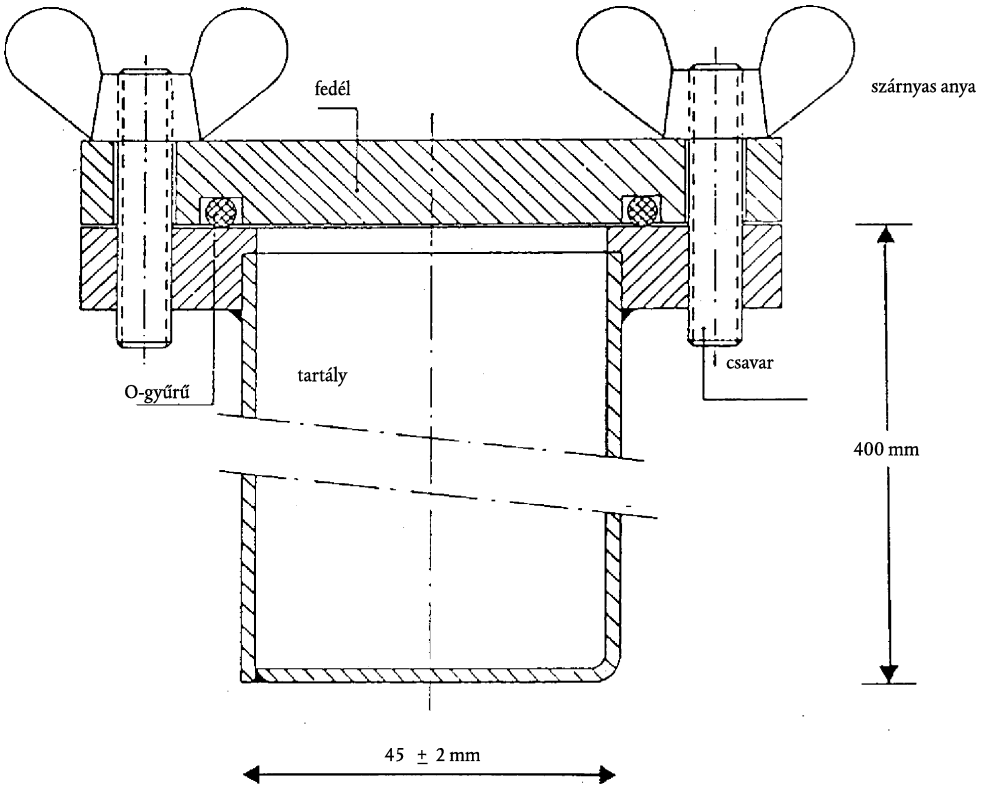
3.3. *Készülék*

— 20 és 51 °C között termosztált vízfürdő, amelynek melegedési és hűtési teljesítménye legalább 10 °C/h, vagy két vízfürdő, amelyek közül az egyik 20 °C-on, a másik pedig 51 °C-on termosztált. A vízfürdő(k)ben folyamatosan keverni kell a vizet; a vízfürdő mennyiségének elég nagynak kell lennie ahhoz, hogy a víz megfelelő áramlását biztosítsa.

— Rozsdamentes acéltartály, amely mindenütt vízzáró, és a közepén termoelemmel van ellátva. A tartály külső szélessége 45 (± 2) mm, falvastagsága 1,5 mm (lásd az 1. ábrát). A tartály magassága és hosszúsága a vízfürdő méreteinek megfelelően választható meg, pl. a hosszúság 600 mm, a magasság 400 mm.

3.4. *Eljárás*

Helyezzünk egy robbantáshoz szükséges mennyiségű műtrágyát a tartályba, és zárjuk le a zárófedelet. Helyezzük a tartályt a vízfürdőbe. Melegítsük fel a vizet 51 °C-ra, és mérjük meg a hőmérsékletet a műtrágya közepén. Egy órával azután, hogy a hőmérséklet a középpontban elérte az 50 °C-ot, a vizet hűtsük le. Egy órával azután, hogy a hőmérséklet a középpontban 25 °C-ra süllyedt, a vizet újra melegítsük fel a második ciklus megkezdéséhez.



1. ábra

▼B

2. módszer

Az olajvisszatartás meghatározása

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák olajvisszatartásának meghatározására vonatkozó eljárást határozza meg.

A módszer alkalmazható mind szemcsézett, mind granulált műtrágyáknál, amelyek nem tartalmaznak olajban oldódó anyagokat.

2. **Fogalommeghatározás**

Egy műtrágya olajvisszatartása: a műtrágya által visszatartott olaj tömegszázalékban kifejezett mennyisége a meghatározott vizsgálati feltételek között.

3. **A módszer elve**

A vizsgálati mennyiség meghatározott időre teljes bemerítésre kerül a gázolajba, amit a fölös olaj meghatározott feltételek mellett történő eltávolítása követ. Ezután a vizsgált anyagmennyiség tömegnövekedésének mérése történik.

4. **Reagens**

Gázolaj

Maximális viszkozitás:	5 mPas 40 °C-on
Sűrűség:	0,8m és 0,85 g/ml között 20 °C-on
Kéntartalom:	≤ 1,0 % (m/m)
Hamu:	≤ 0,1 % (m/m)

5. **Készülékek**

Szokásos laboratóriumi felszerelés, és:

5.1. 0,01 gramm mérési pontosságú mérleg.

5.2. 500 ml űrtartalmú főzőpoharak.

5.3. Műanyagból készült tölcsér, lehetőleg henger alakú fallal a felső végénél, megközelítőleg 200 mm átmérőjű.

5.4. A tölcsérbe (5.3.) illő vizsgálószita, 0,5 mm lyukméretű.

Megjegyzés: A tölcsér és a szita méretének olyannak kell lennie, hogy csupán néhány szemcse legyen egymáson, és az olaj könnyen eltávozhasson.

5.5. Szűrőpapír, gyors szűrőképességű, krepp, puha, tömege 150 g/m^2.

5.6. Abszorbens kendő (laboratóriumi minőség).

6. **Eljárás**

6.1. Két külön párhuzamos meghatározás történik gyors egymásutánban ugyanannak a vizsgálati mintának a különböző részletein.

6.2. A vizsgálószita (5.4.) segítségével távolítsuk el a 0,5 mm-nél kisebb részecskéket. 0,01 gramm pontossággal mérjünk be 50 gramm mintát a főzőpohárba (5.2.). Adjunk elegendő mennyiségű gázolajat (4. rész), úgy, hogy teljesen befedje a szemcséket, és óvatosan keverjük, hogy az olaj az összes szemcse teljes felületét benedvesítse. Fedjük be a főzőpoharat óraüveggel, és hagyjuk állni egy órán keresztül 25±2 °C-on.

6.3. Szűrjük le a főzőpohár teljes tartalmát a vizsgálószitával (5.4.) ellátott tölcséren keresztül (5.3.). Hagyjuk a szűrőn a fennmaradt mennyiséget egy órán keresztül, hogy az olajfölösleg legnagyobb része lefolyhasson.

6.4. Egy sima felületen fektessünk két szűrőpapírt (5.5.) (körülbelül 500 x 500 mm) egymásra; hajtsuk mindkét szűrőpapír négy szélét felfelé körülbelül 40 mm szélességig, hogy ez megakadályozza a szemcsék

▼B

leszóródását. Helyezzünk két réteg abszorbens kendőt (5.6.) a szűrőpapírok közepére. Öntsük ki a szűrő (5.4.) teljes tartalmát az abszorbens kendőre, és puha, sima ecsettel terítsük el egyenletesen a szemcséket. Két perc elteltével emeljük fel az abszorbens kendők egyik oldalát, hogy a szemcsék átkerüljenek az alul lévő szűrőpapírokra, és terítsük el egyenletesen a szemcséket az ecsettel. Helyezzünk egy másik szűrőpapírt – hasonlóan felfelé hajtott szélekkel – a mintára, és körkörös mozdulatokkal, gyenge nyomást gyakorolva görgessük a szemcséket a két szűrőpapír között. Minden nyolcadik kör után tartsunk szünetet, és emeljük fel a szűrőpapírok szemben lévő oldalait, hogy a szélre került szemcsék visszakerüljenek a közepére. Alkalmazzuk a következő eljárást: végezzünk négy teljes körzést, először az óramutató járásával megegyezően, majd az óramutató járásával ellenkezően. Ezután görgessük vissza a szemcséket a fent leírt módon. Ezt az eljárást háromszor ismételjük meg (24 körzés, a szélek kétszer kerülnek felemelésre). Óvatosan helyezzünk új szűrőpapírt az alsó és a felette lévő lap közé, és a felső lap széleit felemelve engedjük a szemcséket legurulni az új lapra. Borítsuk be a szemcséket új szűrőpapírral, és ismételjük meg a fent leírt eljárást. Közvetlenül a görgetés után öntsük a szemcséket kitárázott edénybe, és a visszatartott gázolaj tömegének meghatározásához újra mérjük meg 0,01 gramm pontossággal.

6.5. *A görgetési eljárás megismétlése és a mérés megismétlése*

Ha a visszatartott gázolaj mennyisége a vizsgálati anyagban meghaladja a 2 grammot, helyezzük a vizsgálati anyagot új szűrőpapírokra, és ismételjük meg a görgetési eljárást, a sarkokat a 6.4. résznek megfelelően felemelve (kétszer nyolc körzés, egy felemelés). Ezután mérjük meg újra a vizsgálati mennyiséget.

7. **Az eredmények kifejezése**

7.1. *A számítás módja és képlete*

Az olajvisszatartás mértékét az egyes meghatározások esetében (6.1.) a megszitált vizsgálatiminta-mennyiség tömegszázalékában kifejezve a következő egyenlet adja meg:

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

ahol:

m_1 a szűrt vizsgálatiminta-mennyiség (6.2.) tömege grammban kifejezve,

m_2 a 6.4., illetve a 6.5. résznek megfelelő vizsgálatiminta-mennyiség tömege grammban kifejezve, az utolsó mérés alapján.

Eredményként a két külön párhuzamos meghatározás számtani közepét vegyük.

3. módszer

Az éghető alkotórészek meghatározása

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák éghetőanyag-tartalom meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **A módszer elve**

A szervetlen töltőanyagokból keletkező szén-dioxidot előzetesen savval eltávolítjuk. A szerves alkotórészeket krómsav/kénsav keverék segítségével oxidáljuk. A képződött szén-dioxidot bárium-hidroxid-oldatban elnyeljük. A csapadékot sósavoldatban oldjuk fel, és nátrium-hidroxid oldattal történő visszatitrálással mérjük.

3. **Reagensek**

3.1. Analitikai minőségű króm(VI)-trioxid Cr_2O_3;

▼B

3.2. Kénsav, 60 v/v %: töltsünk 360 ml vizet egy egyliteres főzőpohárba, és óvatosan adjunk hozzá 640 ml kénsavat (sűrűség 20 °C-on = 1,83 g/ml).

3.3. Ezüst-nitrát: 0,1 mol/l-es oldat.

3.4. *Bárium-hidroxid*

Mérjünk ki 15 gramm bárium-hidroxidot [$Ba(OH)_2$. $8H_2O$], és teljesen oldjuk fel forró vízben. Hagyjuk kihűlni és töltsük át 1 literes mérőlombikba. Töltsük fel a jelig és keverjük össze. Szűrjük át redős szűrőpapíron.

3.5. Sósav: 0,1 mol/l-es mérőoldat.

3.6. Nátrium-hidroxid: 0,1 mol/l-es mérőoldat.

3.7. Bróm-fenol-kék: 0,4 gramm/liter koncentrációjú vizes oldata.

3.8. Fenolftalein: 2 gramm/liter koncentrációjú 60 térfogatszázalékos etanolos oldata.

3.9. Nátrium-karbonát: szemcseméret körülbelül 1,0 és 1,5 mm között.

3.10. Ioncserélt víz, frissen forralt a szén-dioxid eltávolításához.

4. **Készülék**

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés, különösen:

— 15 ml térfogatú szűrőtégely zsugorított üveggel; a korong átmérője: 20 mm; teljes magasság: 50 mm; porozitás 4 (pórusátmérő 5 és 15 μm között),

— 600 ml-es főzőpohár.

4.2. Sűrítettnitrogén-adagoló.

4.3. A berendezés a következő alkatrészekből áll, és lehetőség szerint csiszolt gömb csőcsatlakozással kerül összeszerelésre *(lásd 2. ábra)*.

4.3.1. Körülbelül 200 mm hosszú és 30 mm átmérőjű, nátrium-karbonáttal (3.9.) töltött abszorpciós cső (A), amelyet üveggyapot dugó tart a helyén.

4.3.2. 500 ml-es B reakcióedény, kétnyakú gömblombik.

4.3.3. Vigreux-frakcionálóoszlop (C'), körülbelül 150 mm hosszú.

4.3.4. Dupla falú hűtő (C), 200 mm hosszú.

4.3.5. Drechsel-palack (D), amely az esetlegesen átdesztillálódó felesleges sav felfogására szolgál.

4.3.6. Jégfürdő (E) a Drechsel-palack hűtésére.

4.3.7. Két darab gázmosó (F_1 és F_2), 32 és 35 mm közötti átmérőjű, amelynek gázelosztója 10 mm-es, alacsony porozitású zsugorított-üveg-lemez.

4.3.8. Vákuumszivattyú és vákuumszabályozó készülék (G), amely T üvegcsövet tartalmaz az áramlási körbe helyezve, és a szabad vége egy Hoffman-szorítóval ellátott rövid gumicsövön keresztül egy vékony kapillárishoz csatlakozik.

Figyelem: A forrásban lévő krómsavoldat használata csökkentett nyomás alatt levő készülékben veszélyes művelet és megfelelő óvintézkedések megtételét igényli.

5. **Eljárás**

5.1. *Mintavétel elemzés céljára*

Mérjünk ki körülbelül 10 gramm ammónium-nitrátot 0,001 gramm pontossággal.

5.2. *A karbonátok eltávolítása*

Helyezzük az elemzendő mintát a (B) reakcióedénybe. Adjunk hozzá 100 ml H_2SO_4-et (3.2.). Szobahőmérsékleten a szemcsék körülbelül 10 perc alatt feloldódnak. Állítsuk össze a készüléket az ábrán látható

▼B

módon: csatlakoztassuk az abszorpciós cső (A) egyik végét a nitrogénforráshoz (4.2.) egy visszacsapó szelepen keresztül, amely 5–6 mm közötti higanyt tartalmaz, reakcióedénybe vezető gázbevezető csőhöz csatlakoztassuk. Helyezzük a Vigreux-frakcionálóoszlopot (C') és a dupla falú hűtőt (C) megfelelő helyzetbe. Állítsuk be a nitrogént úgy, hogy mérsékelten áramoljon az oldaton keresztül, forraljuk fel az oldatot és tartsuk forrásban két percig. Ezután már nem szabad pezsegnie. Amennyiben mégis buborékok figyelhetők meg, folytassuk a forralást további harminc percig. Hagyjuk az oldatot legalább 20 percig hűlni, miközben a nitrogén tovább áramlik rajta keresztül.

Fejezzük be a készülék rajz szerinti összeszerelését úgy, hogy a hűtő csövét a Drechsel-palackhoz (D), a palackot pedig a gázmosókhoz (F_1 és F_2) csatlakoztatjuk. Az összeszerelési művelet alatt a nitrogénnek folyamatosan áramolnia kell az oldaton keresztül. Gyorsan adjunk 50-50 ml bárium-hidroxid oldatot (3.4.) a gázmosók (F_1 és F_2) mindegyikébe.

Buborékoltassunk keresztül nitrogént körülbelül 10 percen át. Az oldatnak tisztának kell maradnia a gázmosókban. Amennyiben nem így lenne, meg kell ismételni a karbonát-eltávolító eljárást.

5.3. *Oxidáció és abszorpció*

Miután kihúztuk a nitrogéntápcsövet, gyorsan adagoljunk be 20 gramm króm-trioxidot (3.1.) és 6 ml ezüst-nitrát oldatot (3.3.) reakcióedény (B) oldalsó nyakán keresztül. Csatlakoztassuk a készüléket a vákuumszivattyúhoz, és állítsuk be úgy a nitrogénáramlást, hogy az F1 és F2 zsugorított üveg gázmosón a buborékok állandó árama haladjon keresztül.

Melegítsük a reakcióedényt (B), amíg a folyadék forrni kezd, és tartsuk forrásban másfél órán keresztül ([1]). A nitrogénáramlás szabályozása miatt szükségesnek bizonyulhat a vákuumszabályozó szelep (G) utánállítása, mivel lehetséges, hogy a vizsgálat alatt kicsapódott bárium-karbonát eltömi a zsugorítottüveg-lemezeket. A művelet akkor kielégítő, ha az F2 gázmosóban lévő bárium-hidroxid oldat tiszta marad. Ellenkező esetben ismételjük meg a vizsgálatot. Hagyjuk abba a melegítést, és szedjük szét a készüléket. A bárium-hidroxid eltávolításához mossuk el mindegyik gázelosztót (3.10.) mind kívül, mind belül, és gyűjtsük össze a mosásterméket a megfelelő gázmosóban. Helyezzük a gázelosztókat, egyiket a másik után egy 600 ml-es főzőpohárba, amelyet később a meghatározás során fogunk használni.

A zsugorítottüveg-szűrőtégelyt használva gyorsan szűrjük meg vákuum alatt először az F_2, majd az F_1 gázmosó tartalmát. Gyűjtsük össze a csapadékot a gázmosók vízzel (3.10.) történő átmosásával, és mossuk át a tégelyt az ugyanebből a vízből vett 50 ml-es mennyiséggel. Helyezzük a szűrőtégelyt a 600 ml-es főzőpohárba, és adjunk hozzá körülbelül 100 ml forralt vizet. Öntsünk körülbelül 50 ml kiforralt vizet mindegyik gázmosóba, és öt percen át vezessünk keresztül nitrogént a gázelosztókon keresztül. Egyesítsük a vizet a főzőpohárból származóval. Ismételjük meg a műveletet még egyszer, hogy a gázelosztók átmosása alapos legyen.

5.4. *A szerves anyagból származó karbonátok mérése*

Adjunk öt csepp fenolftaleint (3.8.) a főzőpohár tartalmához. Az oldat színe pirosra változik. Cseppenként adjunk hozzá sósavat (3.5.), amíg a rózsaszín szín éppen eltűnik. Alaposan keverjük fel az oldatot a tégelyben, hogy biztosak lehessünk benne, a rózsaszín szín nem tér vissza. Adjunk hozzá öt csepp bróm-fenol-kéket (3.7.) és titráljuk sósavval (3.5.), amíg az oldat színe sárgává nem válik. Adjunk hozzá további 10 ml sósavat.

Melegítsük az oldatot forráspontig és folytassuk a forralást legfeljebb egy percig. Gondosan ellenőrizzük, hogy ne maradjon csapadék a folyadékban.

Hagyjuk kihűlni és titráljuk vissza nátrium-hidroxid oldattal (3.6.).

([1]) Ezüst-nitrát katalizátor jelenlétében a szerves anyagok nagyobb részének esetében a másfél órás reakcióidő elégségesnek bizonyul.

▼B

6. **Vakpróba**

Hajtsunk végre vakpróbát ugyanezt az eljárást követve, és az összes reagensből ugyanilyen mennyiséget használva.

7. **Az eredmények kifejezése**

A minta tömegszázalékában, szénként kifejezett éghetőanyag-tartalmat (C) a következő képlet adja meg:

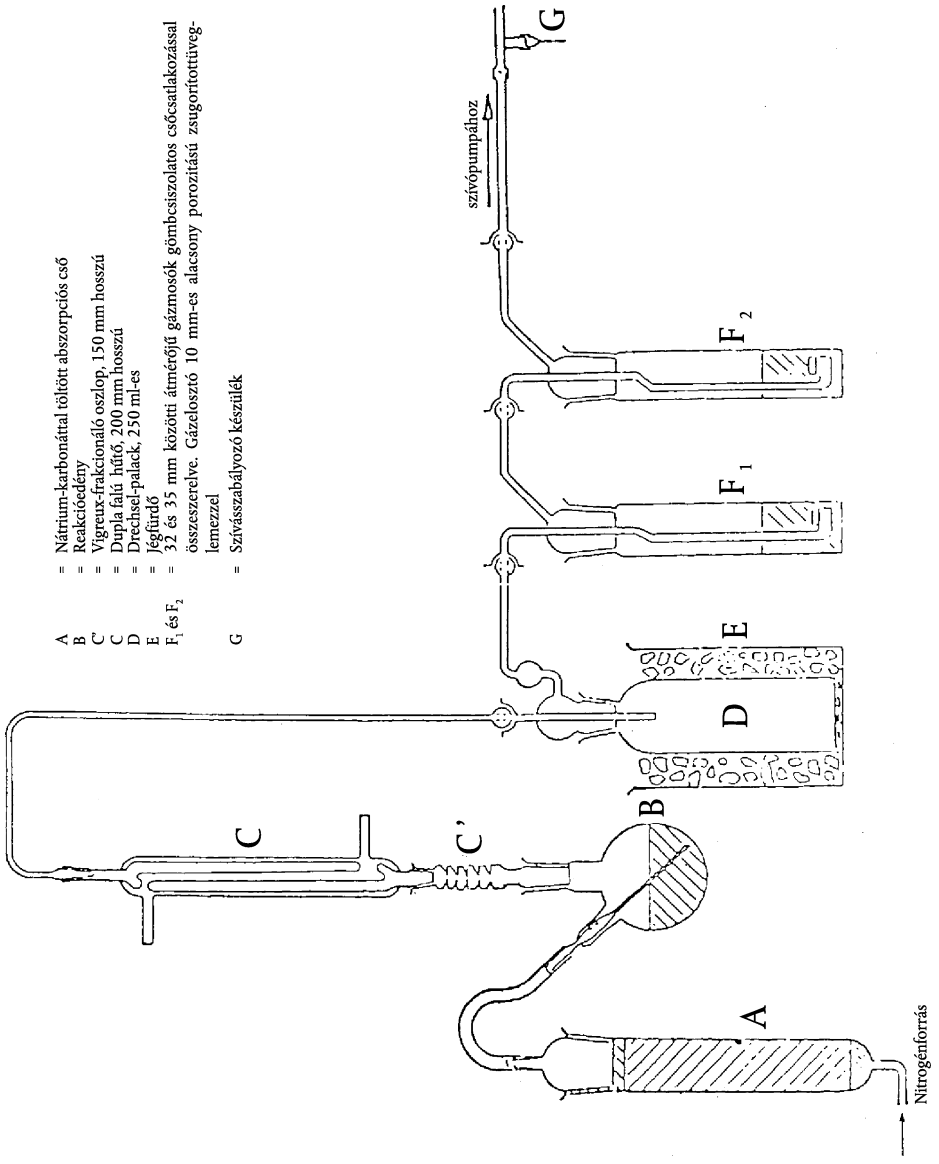
$$C\ \% = 0,06 \times \frac{V_1 - V_2}{E}$$

ahol:

E = a vizsgálatianyag-mennyiség tömege, grammban kifejezve,

V_1 = a fenolftalein színében bekövetkezett változás után hozzáadott 0,1 mol/l-es sósav teljes mennyisége, ml-ben kifejezve,

V_2 = a visszatitrálásra használt 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid mennyisége ml-ben kifejezve.



2. ábra

▼B

4. módszer

A pH-érték meghatározása

1. **Cél és alkalmazási kör**

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágya oldatok pH-értékének mérési eljárását állapítja meg.

2. **A módszer elve**

Az ammónium-nitrát oldat pH-értékének mérése pH-mérő segítségével.

3. **Reagensek**

Szén-dioxidtól mentesített desztillált vagy ioncserélt víz.

3.1. *20 °C-on 6,88 pH-értékű pufferoldat*

Oldjunk fel 3,40 ± 0,01 gramm kálium-dihidrogén-ortofoszfátot (KH_2PO_4) körülbelül 400 ml vízben. Azután oldjunk fel 3,55 ± 0,01 gramm dinátrium-hidrogén-ortofoszfátot (Na_2HPO_4) körülbelül 400 ml vízben. Veszteség nélkül töltsük át a két oldatot 1 000 ml-es mérőlombikba, töltsük fel a jelig, és keverjük össze. Tartsuk ezt az oldatot légmentesen záródó edényben.

3.2. *20 °C-on 4,00 pH-értékű pufferoldat*

Oldjunk fel 10,21 ± 0,01 gramm kálium-hidrogén-ftalátot ($KHC_8O_4H_4$) vízben, töltsük át veszteség nélkül 1 000 ml-es mérőlombikba, töltsük fel a jelig, és keverjük össze.

Tartsuk ezt az oldatot légmentesen záródó edényben.

3.3. A kereskedelmi forgalomban beszerezhető pH-szabványoldatok használhatók.

4. **Készülék**

Üveg vagy kalomel vagy ezzel egyenértékű elektródákkal felszerelt, 0,05 pH-egység érzékenységű pH-mérő.

5. **Eljárás**

5.1. *A pH-mérő kalibrálása*

Kalibráljuk a pH-mérőt (4) 20 (± 1) °C-on a pufferoldatok [(3.1.), (3.2.) vagy (3.3.)] használatával. Vezessünk az oldat felületére lassú nitrogénáramot és ezt az áramot tartsuk fenn az egész vizsgálat során.

5.2. *Meghatározás*

Töltsünk 100,0 ml vizet 10 (± 0,01) gramm mintára 250 ml-es főzőpohárba. Távolítsuk el az oldhatatlan anyagokat szűréssel, dekantálással vagy centrifugálással. Mérjük meg a tiszta oldat pH-értékét 20 (±1) °C fokon ugyanazzal az eljárással, mint a mérő kalibrálásakor.

6. **Az eredmények kifejezése**

Fejezzük ki az eredményeket pH-egységben, 0,1 egység pontossággal, és tüntessük fel az alkalmazott hőmérsékletet.

5. módszer

A szemcseméret meghatározása

1. **Cél és alkalmazási kör**

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák szitaelemzésének eljárását állapítja meg.

2. **A módszer elve**

A vizsgálati minta szitálása három szitából álló szitasoron kézzel vagy mechanikus módon történik. Az egyes szitákon fennmaradt anyag tömege rögzítésre kerül, és kiszámítják a szükséges szitákon átjutott anyag százalékos arányát.

▼B

3. **Készülék**

3.1. 200 mm átmérőjű drótszövet vizsgálósziták egyenként 2,0 mm-es, 1,0 mm-es és 0,5 mm-es lyukmérettel, a szabványméreteknek megfelelően. Egy-egy fedél és egy-egy gyűjtőlombik minden egyes szitasorhoz.

3.2. 0,1 gramm mérési pontosságú mérleg.

3.3. Mechanikus szitarázó készülék (ha rendelkezésre áll), amely képes a vizsgálati minta mind függőleges, mind vízszintes irányú mozgatására.

4. **Eljárás**

4.1. A mintát körülbelül 100 grammos reprezentatív részekre osztjuk.

4.2. Mérjük meg az egyik ilyen részt 0,1 gramm pontossággal.

4.3. Rendezzük el a szitákból álló szitasort emelkedő sorrendben: gyűjtőlombik, 0,5 mm-es, 1 mm-es, 2 mm-es, és helyezzük a lemért vizsgálatianyag-mennyiséget a legfelső szitára. Illesszük a fedőt a szitasor tetejére.

4.4. Rázzuk fel kézzel vagy géppel, mind függőlegesen, mind vízszintesen mozgatva, és amennyiben a rázás kézzel történik, néha megütögetve. Folytassuk ezt az eljárást 10 percig vagy addig, amíg az egyes szitákon egy perc alatt áthaladó mennyiség kevesebb mint 0,1 gramm.

4.5. Távolítsuk el sorban a szitákat, és gyűjtsük össze az általuk felfogott anyagot, szükség esetén finom ecsettel seperjük le az anyagot a szita hátoldaláról.

4.6. Mérjük meg az egyes sziták által felfogott és az edényben összegyűlt anyagot 0,1 grammos pontossággal.

5. **Az eredmények értékelése**

5.1. Számítsuk át az egyes részek tömegértékét a résztömegértékek összegének százalékos arányára (nem az eredeti mennyiséghez viszonyított százalékos arányra).

Számoljuk ki a százalékos arányt a gyűjtőlombikban (vagyis <0,5 mm): A %

Számoljuk ki a százalékos arányt a 0,5 mm-es szitán fennmaradt anyag vonatkozásában: B %

Számoljuk ki az 1,0 mm-es lyukméretű szitán áthaladt anyag százalékos arányát: (A+B) %

A résztömegek összegének az eredeti tömeg 2 %-án belül kell maradnia.

5.2. Legalább két külön elemzést kell elvégezni, és az A esetében az egyes eredmények abszolút értékben nem térhetnek 1,0 %-nál nagyobb mértékben, a B esetében pedig 1,5 %-nál nagyobb mértékben. Egyéb esetben ismételjük meg a vizsgálatot.

6. **Az eredmények kifejezése**

Rögzítsük a kétszeri méréssel kapott A és az A + B értékek középértékét.

6. módszer

A klórtartalom meghatározása (kloridionként)

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák klórtartalmának (kloridionként való) meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

▼B

2. **A módszer elve**

A vízben oldott kloridionokat ezüst-nitráttal savas közegben potenciometrikus titrálással határozzuk meg.

3. **Reagensek**

Kloridionmentes desztillált vagy ioncserélt víz.

3.1. Aceton a.r.

3.2. Koncentrált salétromsav (sűrűség 20 °C-on = 1,40 g/ml)

3.3. Ezüst-nitrát 0,1 mol/l-es mérőoldat. Ezt az oldatot barna üvegben tároljuk.

3.4. Ezüst-nitrát 0,004 mol/l-es mérőoldat – ezt az oldatot felhasználáskor készítsük el.

3.5. Kálium-klorid, 0,1 mol/l-es szabvány referenciaoldat. Mérjünk ki 0,1 gramm pontossággal 3,7276 gramm analitikai minőségű káliumkloridot, amelyet megelőzően kemencében 130 °C-on egy órán át szárítottunk, majd exszikkátorban hűtöttünk le szobahőmérsékletre. Oldjuk fel kevés vízben, töltsük át az oldatot veszteség nélkül 500 ml-es mérőlombikba, hígítsuk fel a jelig, és keverjük össze.

3.6. Kálium-klorid, 0,004 mol/l-es szabvány referenciaoldat – ezt az oldatot felhasználáskor készítsük el.

4. **Készülék**

4.1. Ezüstindikátor elektróddal és kalomel referenciaelektróddal felszerelt potenciométer, amelynek érzékenysége 2 mV, és -500-tól +500 mV-ig használatos.

4.2. Telített kálium-nitrát oldatot tartalmazó mérőhíd, amely a kalomelelektródához (4.1.) csatlakozik és a végein porózus dugaszokkal van ellátva.

4.3. Mágneses keverő, teflonbevonatú rúddal.

4.4. Finom végű, 0,01 ml-es osztásokkal ellátott mikrobüretta.

5. **Eljárás**

5.1. *Az ezüst-nitrát oldat titerjének beállítása*

Mérjünk 5,00 ml és 10,00 ml szabvány referencia kálium-klorid mérőoldatot (3.6.), és töltsük két megfelelő méretű (például 250 ml-es), alacsony főzőpohárba. Végezzük el mindkét főzőpohár tartalmának titrálását az alábbiak szerint.

Adjunk hozzá 5 ml salétromsavat (3.2.), 120 ml acetont (3.1.) és annyi vizet, hogy a teljes mennyiség nagyjából 150 ml legyen. Helyezzük a mágneses keverő (4.3.) rúdját a főzőpohárba és indítsuk be a keverőt. Merítsük be az ezüstelektródát (4.1.) és a mérőhíd (4.2.) szabad végét az oldatba. Kössük össze az elektródokat a potenciométerrel (4.1.), és miután meggyőződtünk arról, hogy a készülék nullán áll, jegyezzük fel a kiinduló potenciál értékét.

Titráljunk a mikrobüretta (4.4.) használatával, először 4, illetve 9 ml ezüst-nitrát oldatot adagolva a használt szabvány referencia kálium-klorid oldatnak megfelelően. Folytassuk az adagolást 0,1 ml-es adagokban a 0,004 mol/l-es oldatok, illetve 0,05 ml-es adagokban a 0,1 mol/l-es oldatok esetében. Az egyes hozzáadások után várjuk meg a potenciál stabilizálódását.

Egy táblázat első két oszlopába jegyezzük be a hozzáadott mennyiségeket és a megfelelő potenciálértékeket.

A táblázat harmadik oszlopában jegyezzük fel az E potenciál egymás utáni növekményeit (Δ_1E). A negyedik oszlopban jegyezzük fel a potenciálnövekmények (Δ_1E) közötti negatív vagy pozitív különbségeket (Δ_2E). A titrálásnak akkor érünk a végére, amikor az ezüst-nitrát oldathoz hozzáadott 0,1 vagy 0,05 ml-es adag (V_1) a Δ_1E-nek maximális értéket biztosít.

▼B

A reakció végének megfelelő ezüst-nitrát oldat pontos mennyiségének (V_{eq}) kiszámítására használjuk a következő képletet:

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

ahol:

V_0 az ezüst-nitrát oldat összes mennyisége ml-ben kifejezve, amely közvetlenül alacsonyabb annál a mennyiségnél, amely a Δ_1E-nek maximális növekményt biztosít,

V_1 az ezüst-nitrát oldat utolsó hozzáadott adagjának (0,1 vagy 0,05 ml) mennyisége ml-ben kifejezve,

b a Δ_2E utolsó pozitív értéke,

B az utolsó pozitív és az első negatív Δ_2E abszolút értékének összege (lásd a példákat az 1. táblázatban).

5.2. *Vakpróba*

Végezzünk vakpróbát és vegyük figyelembe a végső eredmény kiszámolásánál.

A reagenseken végzett vakpróba V_4 eredményét ml-ben a következő képlet adja meg:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

ahol:

V_2 a használt kálium-klorid szabvány referenciaoldat 10 ml-es mennyisége titrálására fogyott ezüst-nitrát oldat pontos mennyiségének (V_{eq}) értéke ml-ben kifejezve,

V_3 a használt kálium-klorid szabvány referenciaoldat 5 ml-es mennyisége titrálására fogyott ezüst-nitrát oldat pontos mennyiségének (V_{eq}) értéke ml-ben kifejezve.

5.3. *Ellenőrző próba*

A vakpróba egyúttal annak ellenőrzésére is szolgál, hogy a készülék megfelelően működik, és a vizsgálati eljárást helyesen hajtották végre.

5.4. *Meghatározás*

Vegyünk egy részt a mintából 10 és 20 gramm közötti mennyiségben, és mérjük meg 0,01 gramm pontossággal. Vigyük át veszteség nélkül 250 ml-es főzőpohárba. Adjunk hozzá 20 ml vizet, 5 ml salétromsavoldatot (3.2.), 120 ml acetont (3.1.) és annyi vizet, hogy a teljes mennyiség körülbelül 150 ml legyen.

Helyezzük a mágneses keverő (4.3.) rúdját a főzőpohárba, helyezzük a főzőpoharat a keverőre, és hozzuk mozgásba a keverőt. Merítsük bele az ezüstelektródát (4.1.) és a mérőhíd (4.2.) szabad végét az oldatba, kössük össze az elektródákat a potenciométerrel (4.1.), majd miután meggyőződtünk arról, hogy a készülék nullán áll, jegyezzük fel a kiinduló potenciál értékét.

Mikrobürettából (4.4.) 0,1 ml-es részletekben történő adagolással titráljuk meg az ezüst-nitrát oldattal (3.3.). Az egyes hozzáadások után várjuk meg, amíg a potenciál stabilizálódik.

Folytassuk a titrálást az 5.1.-ben meghatározott módon, a negyedik bekezdéstől kezdve: „Egy táblázat első két oszlopába jegyezzük be a hozzáadott mennyiségeket és a megfelelő potenciálértékeket…”.

6. **Az eredmények kifejezése**

Az elemzés eredményét az elemzéshez kapott mintában található klór százalékos mennyiségeként fejezzük ki. A klór (Cl) százalékos mennyiségét a következő képlet alapján számoljuk ki:

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

▼B

ahol:

T a használt ezüst-nitrát oldat molaritása,

V_4 a vakpróba (5.2.) eredménye, ml-ben kifejezve,

V_5 a V_{eq} ml-ben kifejezett értéke a meghatározásnak (5.4.) megfelelően,

m a vizsgálati anyag adagjának tömege, grammban kifejezve.

1. *táblázat: Példa*

Az ezüst-nitrát oldat mennyisége V (ml)	Potenciál E (mV)	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	- 49
5,10	306	23	- 10
5,20	319	13	

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

7. módszer

A réz meghatározása

1. **Cél és alkalmazási kör**

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák réztartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **A módszer elve**

A mintát hígított sósavban oldjuk fel, és a réztartalmat atomabszorpciós spektrofotometriával határozzuk meg.

3. **Reagensek**

3.1. Sósav (sűrűség 20 °C-on = 1,18 g/ml).

3.2. Sósav, 6 mol/l-es oldat.

3.3. Sósav, 0,5 mol/l-es oldat.

3.4. Ammónium-nitrát.

3.5. Hidrogén-peroxid, 30 % (m/v)

3.6. Rézoldat ([1]) (törzsoldat): mérjünk ki 0,001 gramm pontossággal 1 gramm tiszta rezet, oldjuk fel 25 ml 6 mol/l-es sósavoldatban (3.2.), adjunk hozzá fokozatosan 5 ml hidrogén-peroxidot (3.5.), és hígítsuk fel 1 literre vízzel. Ebből az oldatból 1 ml 1 000 μg rezet (Cu) tartalmaz.

3.6.1. Rézoldat (hígított): hígítsunk fel 10 ml törzsoldatot (3.6.) 100 ml-re vízzel, majd az így kapott oldatból 10 ml-t hígítsuk fel újra 100 ml-re vízzel, a legvégül kapott oldat 1 ml-e 10 μg rezet (Cu) tartalmaz.

Ezt az oldatot közvetlenül a felhasználás előtt készítsük el.

([1]) A kereskedelemben kapható szabvány rézoldat használható.

▼B

4. **Készülék**

Atomabszorpciós spektrométer rézlámpával (324,8 nm).

5. **Eljárás**

5.1. *Az oldat előkészítése az elemzésre*

Mérjünk ki 0,001 gramm pontossággal 25 grammot a mintából, helyezzük egy 400 ml-es főzőpohárba, óvatosan adjunk hozzá 20 ml sósavat (3.1.) (a szén-dioxidképződés következtében heves reakció jöhet létre). Szükség esetén adjunk hozzá még sósavat. Amikor a pezsgés abbamaradt, pároljuk szárazra, néha üvegpálcával kavargatva. Adjunk hozzá 15 ml 6 mol/l-es sósavoldatot (3.2.) és 120 ml vizet. Keverjük meg üvegpálcával, amit hagyjunk a főzőpohárban és fedjük be a főzőpoharat óraüveggel. Forraljuk óvatosan az oldatot, amíg a feloldódás teljes nem lesz, majd hűtsük le.

Töltsük át az oldatot veszteség nélkül 250 ml-es mérőlombikba, a főzőpoharat 5 ml 6 mol/l-es sósavval (3.2.) és kétszer 5 ml forrásban lévő vízzel átmosva, töltsük fel a jelig 0,5 mol/l-es sósavval (3.3.) és gondosan keverjük össze.

Szűrjük át rézmentes szűrőpapíron ([1]), az első 50 ml -t kiöntve.

5.2. *Vakoldat*

Készítsünk vakoldatot, amelyből csupán a mintát hagytuk ki, és ezt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

5.3. *Meghatározás*

5.3.1. A minta- és a vakpróbaoldatok előkészítése

Hígítsuk fel a mintaoldatot (5.1.) és a vakpróbaoldatot (5.2.) 0,5 mol/l-es sósavoldattal (3.3.), hogy a réz koncentrációja a spektrométer optimális mérési tartományán belül legyen. Rendes körülmények között hígításra nincsen szükség.

5.3.2. A kalibrálóoldatok előkészítése

A meghatározott koncentrációjú oldat (3.6.1.) 0,5 mol/l-es sósavoldattal (3.3.) való hígításával készítsünk legalább öt, a spektrométer optimális mérési tartományának (0-tól 5,0 mg/1 Cu) megfelelő meghatározott koncentrációjú oldatot. Mielőtt feltöltenénk a jelig, adjunk minden egyes oldathoz ammónium-nitrátot (3.4.), hogy a koncentráció 100 mg/ml legyen.

5.4. *Mérés*

Állítsuk be a spektrométert (4) 324,8 nm hullámhosszra. Használjunk oxidáló levegő-acetilén lángot. Porlasszuk be egymás után háromszor a kalibrálóoldatot (5.3.2.), a mintaoldatot és a vakoldatot (5.3.1.), és a készüléket a beporlasztások között minden alkalommal mossuk át desztillált vízzel. Szerkesszük meg az analitikai mérőgörbét az összes meghatározott koncentrációjú oldat átlagos abszorbanciáját az ordinátán ábrázolva, a hozzá tartozó μg/ml-ben kifejezett rézkoncentrációkat pedig mint abszcisszán felvéve.

Az analitikai mérőgörbe segítségével határozzuk meg a rézkoncentrációt a végső mintában és a vakoldatban.

6. **Az eredmények kifejezése**

A vizsgálati minta tömegének, az elemzés során végrehajtott hígításoknak és a vakpróba értékének figyelembevételével számoljuk ki a minta réztartalmát. Az eredményt mg Cu/kg-ban fejezzük ki.

4. **A robbanóképesség meghatározása**

4.1. *Cél és alkalmazási kör*

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák robbanási ellenálló képességének meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

([1]) Whatman 541 vagy ezzel egyenértékű.

▼B

4.2. *A módszer elve*

A vizsgálati mintát acélcsőbe zárjuk, és detonációs hatásnak vetjük alá robbanásindító töltet segítségével. A robbanás terjedését a csövet a vizsgálat alatt vízszintesen tartó ólomhengerek összenyomódásának mértékéből határozzuk meg.

4.3. *Anyagok*

4.3.1. Plasztik robbanóanyag, amely 83–86 % pentritet tartalmaz

Sűrűség: 1 500–1 600 kg/m^3

Detonációs sebesség: 7 300–7 700 m/s

Tömeg: 500 ± 1 gramm.

4.3.2. Hét hajlékony robbanózsinór-darab nem fémhüvelyben

Töltősúly: 11–13 g/m

Az egyes zsinórok hossza: 400 ± 2 mm.

4.3.3. Másodlagos robbanóanyagból sajtolt pellet, mélyedéssel ellátva a detonátor befogadására

Robbanóanyag: hexogén/viasz 95/5, tetril vagy más hasonló másodlagos robbanóanyag, hozzáadott grafittal vagy anélkül.

Sűrűség: 1 500–1 600 kg/m^3

Átmérő: 19–21 mm

Magasság: 19–23 mm

Középső mélyedés a detonátor befogadására: átmérő 7–7,3 mm, mélység 12 mm.

4.3.4. ISO 65-1981-Heavy Series-ben meghatározott varrat nélküli acélcső, névleges méretek DN 100 (4)

Külső átmérő: 113,1–115,0 mm

Falvastagság: 5,0–6,5 mm

Hossz: 1 005 (±2) mm

4.3.5. Fenéklemez

Anyag: jó hegeszthető minőségű acél

Méretek: 160 × 160 mm

Vastagság: 5–6 mm

4.3.6. Hat ólomhenger

Átmérő: 50 (±1) mm

Magasság: 100–101 mm

Anyaguk: legalább 99,5 %-os tisztaságú finomított ólom.

4.3.7. Acéltömb

Hosszúság: legalább 1 000 mm

Szélesség: legalább 150 mm

Magasság: legalább 150 mm

Tömeg: legalább 300 kg, ha nincs stabil alap az acéltömb számára.

4.3.8. Műanyag- vagy kartonpapírhenger az indítótöltet számára

Falvastagság: 1,5–2,5 mm

Átmérő: 92–96 mm

Magasság: 64–67 mm

4.3.9. Detonátor (elektromos vagy nem elektromos) 8-tól 10-ig terjedő iniciációs erővel

▼B

4.3.10. Fakorong

Átmérő: 92–96 mm. Az átmérőnek illeszkednie kell a műanyag- vagy kartonpapírhenger (4.3.8.) belső átmérőjéhez

Vastagság: 20 mm

4.3.11. A detonátorral (4.3.9.) egyező méretű farúd

4.3.12. Gombostű (maximális hosszúság: 20 mm).

4.4. *Eljárás*

4.4.1. Az indítótöltet előkészítése az acélcsőbe való behelyezésre

A szükséges felszerelés meglététől függően két módszer közül választhatunk az indítótöltet robbanóanyagának beindításához.

4.4.1.1. Hétpontos egyidejű iniciálás

A használatra előkészített indítótöltetet az 1. ábra mutatja.

4.4.1.1.1. Fúrjunk lyukakat a fakorongba (4.3.10.) a korong tengelyével párhuzamosan a középponton és hat lyukon keresztül, amelyek egy 55 mm átmérőjű koncentrikus kör mentén, szimmetrikusan helyezkednek el. A lyukak átmérője a használt gyújtózsinór (4.3.2.) átmérőjétől függően 6 és 7 mm között legyen (ld. az 1. ábra A–B részét).

4.4.1.1.2. Vágjunk le hét, egyenként 400 mm-es darabot a hajlékony gyújtózsinórból (4.3.2.) tiszta vágásokkal és a végek azonnali leragasztásával elkerülve a robbanóanyag bárminemű veszteségét a végeknél. Dugjuk át a hét zsinórdarabot a fakorong (4.3.10.) hét lyukán úgy, hogy a korong másik oldalán néhány cm kiálljon a végükből. 5–6 mm-re az egyes zsinórdarabok végétől szúrjunk gombostűt (4.3.12.) átlósan a zsinórdarabok textilhüvelyébe, és kenjük be ragasztóval a zsinórokat kívül a gombostűktől 2 cm-es sávban. Végül húzzuk meg a zsinórok hosszabbik végét, hogy a gombostűk érintkezzenek a fakoronggal.

4.4.1.1.3. Formáljuk a plasztik robbanóanyagot (4.3.1.) henger alakúra, amelynek átmérője a henger (4.3.8.) átmérőjétől függően 92 és 96 mm között van. Állítsuk fel ezt a hengert egy vízszintes felületen, és helyezzük bele a megformázott robbanóanyagot. Ezután helyezzük a hét gyújtózsinórt tartó fakorongot ([1]) a henger tetejére, és nyomjuk le a robbanóanyagba. Állítsuk be úgy a henger magasságát (64 és 67 mm között), hogy a legfelső pereme ne legyen feljebb a fa szintjénél. Végül – például kapcsok vagy apró szögek használatával – rögzítsük a hengert a fakoronghoz, körben az egész kerületén.

4.4.1.1.4. Csoportosítsuk úgy a hét gyújtózsinór szabad végeit a farúd (4.3.11.) körül, hogy a végeik mind egy, a rúdra merőleges síkba kerüljenek. Ragasztószalaggal rögzítsük kötegbe azokat a farúd körül ([2]).

4.4.1.2. Központi iniciálás sajtolt pellettel

A használatra előkészített indítótöltetet a 2. ábra mutatja.

4.4.1.2.1. A sajtolt pellet előkészítése

A szükséges biztonsági intézkedések megtétele után helyezzünk 10 grammot a másodlagos robbanóanyagból (4.3.3.) egy 19–21 mm belső átmérőjű formába, és sajtoljuk össze a megfelelő alakra és sűrűségre.

(Az átmérő/magasság arány durván 1:1 legyen.)

A forma aljának közepén egy rögzítőpeceknek kell lennie, amely 12 mm magas, 7,0–7,3 mm átmérőjű (a használt detonátor átmérőjétől függően), és amely egy henger alakú mélyedést alakít ki a töltetben a detonátor későbbi behelyezéséhez.

([1]) A lemez átmérőjének minden esetben egyeznie kell a henger belső átmérőjével.

([2]) *Megjegyzés:* amíg a hat szélső, a kerületen elhelyezkedő zsinórnak feszesnek kell lennie az összeállítás után, a középső zsinórnak némileg lazának kell maradnia.

▼B

4.4.1.2.2. Az indítótöltet előkészítése

Helyezzük a robbanóanyagot (4.3.1.) a hengerbe (4.3.8.), amely függőlegesen áll sík felszínen, majd nyomjuk le fa sajtolószerszámmal, hogy a robbanóanyag henger alakú formát kapjon a közepén mélyedéssel. Helyezzük be az összesajtolt pelletet ebbe a mélyedésbe. Egy fakoronggal (4.3.10.), amelynek középen 7,0–7,3 mm átmérőjű lyuk található a detonátor behelyezésére, fedjük be a henger alakúra formált és az összesajtolt pelletet tartalmazó robbanóanyagot. Kereszt alakban ragasztószalaggal rögzítsük egymáshoz a fakorongot és a hengert. Győződjünk meg róla, hogy a korongba fúrt lyuk és az összesajtolt pelletben lévő mélyedés a farúd (4.3.11.) behelyezésével egytengelyű lett.

4.4.2. Az acélcsövek előkészítése robbantási vizsgálathoz

Az acélcső (4.3.4.) egyik végénél fúrjunk két átellenes helyen 4 mm átmérőjű lyukat merőlegesen az oldalfalon keresztül, 4 mm-re a végétől.

Rögzítsük hegesztéssel a fenéklapot (4.3.5.) a cső másik végéhez, teljesen kitöltve az alsó lap és a cső fala közötti derékszöget olvasztott fémmel a cső teljes kerülete körül.

4.4.3. Az acélcső megtöltése és feltöltése

Lásd 1. és 2. ábra.

4.4.3.1. A vizsgálati mintát, az acélcsövet és az indítótöltetet 20 (± 5) °C-ra kell kondicionálni. Két robbantási vizsgálathoz 16–18 kg vizsgálati anyag szükséges.

4.4.3.2. Állítsuk a csövet függőleges helyzetbe, hogy a négyzet alakú alsó fenéklemez szilárd, sima felületre, lehetőleg betonra támaszkodjon. Töltsük meg a csövet körülbelül magasságának egyharmadáig a vizsgálati mintával, és egymás után ötször ejtsük függőlegesen 10 cm-ről a földre, hogy a szemcséket vagy granulátumokat amennyire csak lehetséges, tömörítsük a csőben. A tömörítés gyorsítása érdekében a leejtések között összesen 10-szer ütögessük meg az oldalfalat 750–1 000 grammos kalapáccsal.

Ismételjük meg ezt a betöltési módszert a vizsgálati minta újabb adagjával. Végül további mennyiséget úgy adagoljunk, hogy az a cső 10-szer végzett felemelése és leejtése, valamint az eközben összesen 20 kalapácsütés által végzett tömörítés után a felső végétől számított 70 mm-es távolságig töltse meg a csövet.

Az acélcsőben a vizsgálati minta töltési magasságát úgy kell beállítani, hogy a később behelyezendő indítótöltet (4.4.1.1. vagy 4.4.1.2.) szoros érintkezésben legyen a mintával, annak teljes felületén.

4.4.3.3. Helyezzük be az indítótöltetet a csőbe úgy, hogy érintkezzen a mintával; a fakorong felső felületének 6 mm-rel a cső vége alatt kell lennie. Gondoskodjunk arról, hogy a robbanóanyag és a vizsgálati minta valóban szorosan érintkezzen, ha szükséges, a mintából kis mennyiségeket vegyünk el, vagy tegyünk hozzá. Az 1. és a 2. ábrán látható módon a cső nyitott végénél helyezzünk sasszegeket a lyukakon keresztül, hogy két végük a csőre támaszkodjon.

4.4.4. Az acélcső és az ólomhengerek elhelyezése (lásd 3. ábra)

4.4.4.1. Számozzuk meg az ólomhengerek alját (4.3.6.) 1-től 6-ig. Végezzünk hat jelölést egymástól 150 mm-re a vízszintes alapon nyugvó acéltömb (4.3.7.) középvonalán úgy, hogy az első jelölés legalább 75 mm-re legyen a tömb szélétől. Helyezzünk függőlegesen minden egyes jelölésre egy ólomhengert úgy, hogy az egyes hengerek aljának közepét a jelölésre állítjuk.

4.4.4.2. A 4.4.3. szerint előkészített acélcsövet fektessük le vízszintesen az ólomhengerekre oly módon, hogy a cső tengelye párhuzamos legyen az acéltömb középvonalával, és a cső hegesztett vége 50 mm-rel nyúljon túl a 6. számú ólomhengeren. Hogy megakadályozzuk a cső legurulását, helyezzünk kisméretű faékeket az ólomhengerek és cső fala közé (egyet-egyet minden oldalra), vagy helyezzünk kereszt alakban fadarabokat a cső és az acéltömb közé.

▼B

Megjegyzés:

Győződjünk meg arról, hogy a cső érintkezik mind a hat ólomhengerrel; a cső felületének enyhe görbületét kiegyenlíthetjük a cső hosszanti tengelye körüli forgatásával; ha bármely ólomhenger túl hosszú lenne, óvatosan ütögessük a kérdéses hengert kalapáccsal, ameddig el nem éri a szükséges magasságot.

4.4.5. Előkészület a robbantásra

4.4.5.1. Állítsuk össze a készüléket a 4.4.4. szerint egy bunkerben vagy más megfelelően előkészített föld alatti helyen (pl. bányában vagy alagútban). Ügyeljünk arra, hogy az acélcső hőmérséklete a robbantás előtt 20 (± 5) °C-on maradjon.

Megjegyzés:

Amennyiben a fent említett robbantási helyek egyike sem áll rendelkezésre, a művelet fagerendákkal betakart, betonbélelésű gödörben is elvégezhető. A robbanás hatására acélszilánkok csapódhatnak szét nagy mozgási energiával, ezért a robbantást lakott területtől vagy közforgalmú utaktól megfelelő távolságra kell végezni.

4.4.5.2. Ha hétpontos iniciálással ellátott indítótöltetet használunk, ügyeljünk arra, hogy a gyújtózsinórokat a 4.4.1.1.4. ponthoz tartozó lábjegyzetben leírt módon feszítsük ki, és amennyire csak lehetséges, vízszintesen rendezzük el.

4.4.5.3. Végezetül távolítsuk el a farúdat, és tegyük be helyette a detonátort. A robbantást addig ne hajtsuk végre, ameddig a veszélyzónából nem evakuáltunk mindenkit, és a vizsgálatot végző személyzet nem vonult védett helyre.

4.4.5.4. Robbantsuk fel a robbanóanyagot.

4.4.6. Hagyjunk elég időt, hogy a füst (gáznemű és esetleg mérgező bomlástermékek, például nitrózus gázok) eloszoljék, azután gyűjtsük össze az ólomhengereket és mérjük meg magasságukat nóniuszos tolómércével.

Jegyezzük fel az összes jelöléssel ellátott henger esetében az összenyomódás mértékét a 100 mm-es eredeti magasság százalékában kifejezve. Amennyiben a hengerek ferdén nyomódtak össze, mérjük meg a legkisebb és a legmagasabb értéket és vegyük ezek középértékét.

4.4.7. Szükség esetén a robbanási sebesség folyamatos mérésére érzékelőt alkalmazhatunk; az érzékelőt a cső tengelyével egyező hosszanti irányban vagy az oldalfal mentén kell behelyezni.

4.4.8. Mintánként két robbantási vizsgálatot kell végrehajtani.

4.5. *Vizsgálati jelentés*

Az egyes robbantási vizsgálatok vizsgálati jelentéseiben a következő paraméterek értékeit kell feltüntetni:

— az acélcső külső átmérőjének és falvastagságának ténylegesen mért értéke,

— az acélcső Brinell-keménysége,

— a cső és a minta hőmérséklete közvetlenül a robbantás előtt,

— az acélcsőben levő minta tényleges sűrűsége (kg/m^3),

— az egyes ólomhengerek magassága a robbantás után, megadva a henger megfelelő sorszámát,

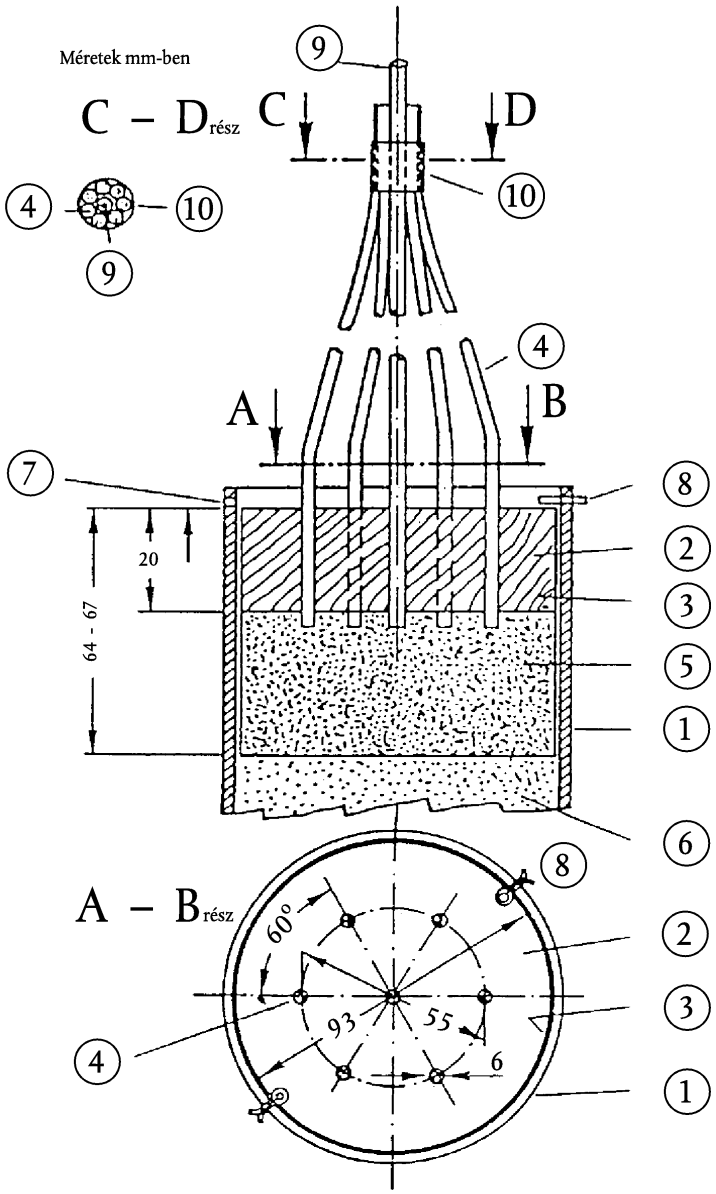
— az indítótöltet iniciálásának módja.

4.5.1. A vizsgálati eredmények értékelése

Amennyiben minden egyes robbantás esetén legalább egy ólomhenger összenyomódása nem éri el az 5 %-os értéket, a vizsgálatot bizonyító erejűnek kell tekinteni, és a minta megfelel a III.2. mellékletben foglalt követelményeknek.

▼B

Indítótöltet hétpontos iniciálással

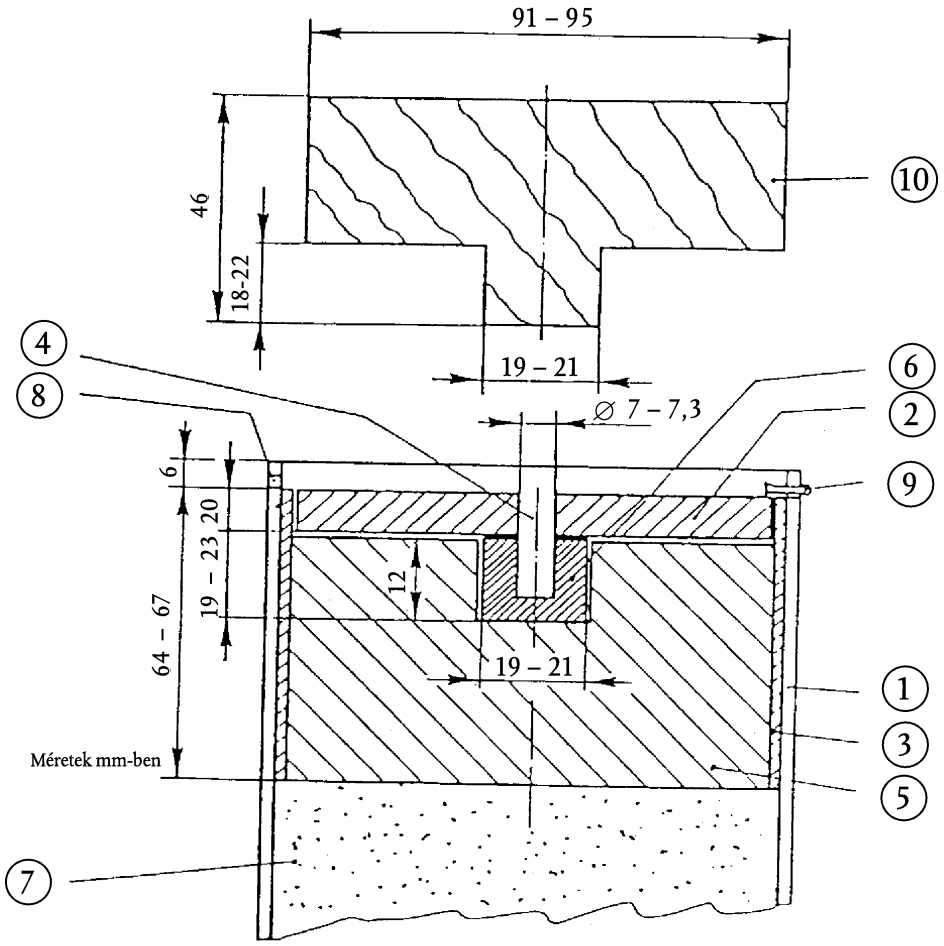


1. Acélcső
2. Fakorong hét lyukkal
3. Műanyag- vagy kartonpapírhenger
4. Gyújtózsinórok
5. Plasztik robbanóanyag
6. Vizsgálati minta
7. 4 mm átmérőjű fúrt lyuk a sasszeg (8) befogadására
8. Sasszeg
9. A (4)-essel körülvett farúd
10. Ragasztószalag a (4)-es rögzítéséhez a (9)-es körül

1. ábra

▼B

Indítótöltet központi iniciálással



① Acélcső

② Fakorong

③ Műanyag- vagy kartonpapír henger

④ Farúd

⑤ Plasztik robbanóanyag

⑥ Sajtolt pellet

⑦ Vizsgálati minta

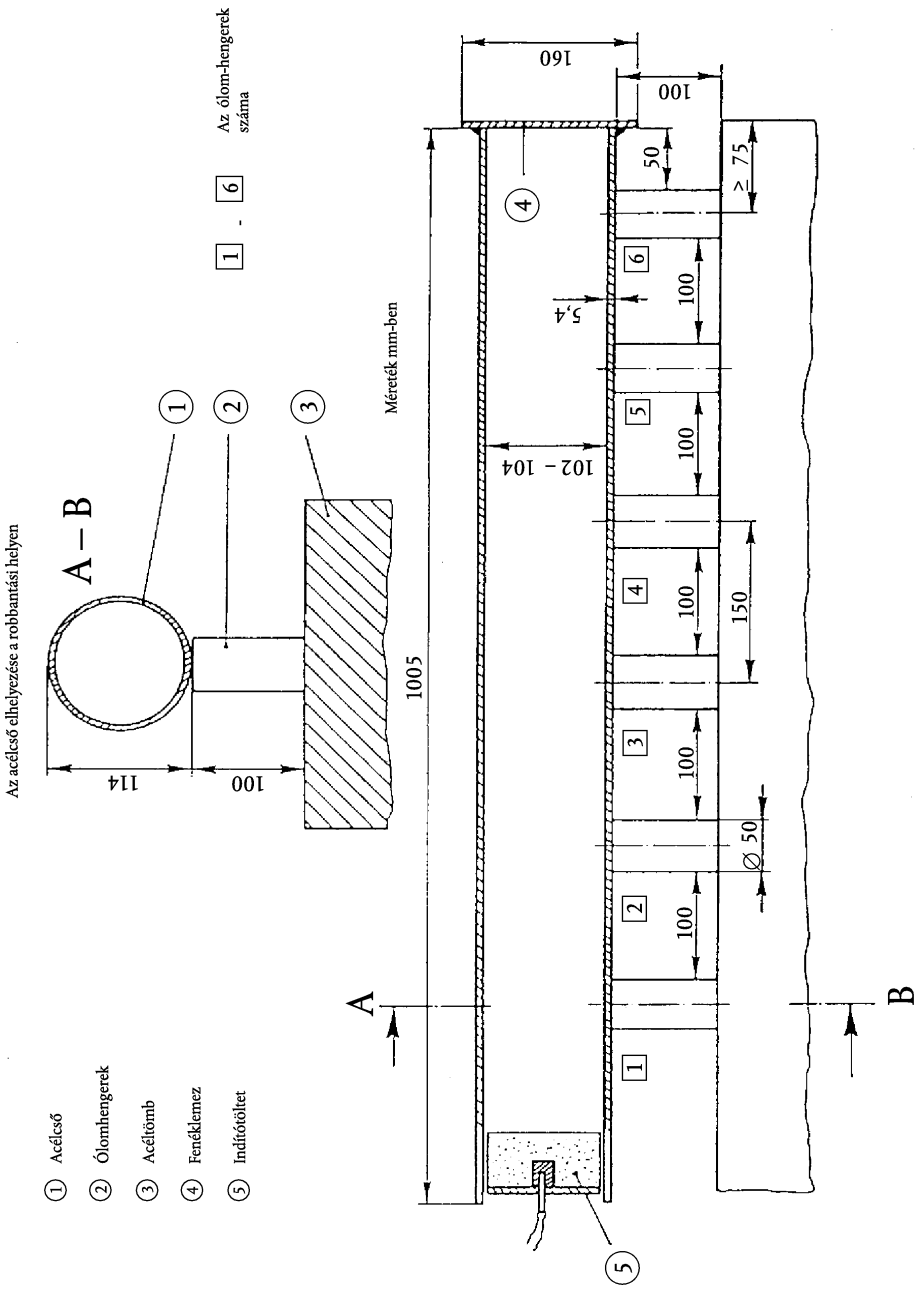
⑧ 4 mm átmérőjű fúrt lyuk a sasszeg ⑨ befogadására

⑨ Sasszeg

⑩ Fa sajtolószerszám az ⑤-öshöz

2. ábra

▼B


Az ólom-hengerek száma
1 - 6
Méret mm-ben
Az acélcső elhelyezése a robbantási helyen
A – B
114
100
1005
160
100
50
≥ 75
5,4
102 – 104
150
∅ 50
A
B
① Acélcső
② Ólomhengerek
③ Acéltömb
④ Fenéklemez
⑤ Indítótöltet

3. ábra

▼B

IV. MELLÉKLET

MINTAVÉTELI ÉS ELEMZÉSI MÓDSZEREK

A. MINTAVÉTELI ELJÁRÁS MŰTRÁGYÁK ELLENŐRZÉSÉHEZ

BEVEZETÉS

A helyes mintavétel bonyolult művelet, amely a legnagyobb körültekintést igényli. Éppen ezért nem lehet eléggé hangsúlyozni, hogy mennyire fontos megfelelően reprezentatív mintát nyerni a műtrágyák hatósági vizsgálatához.

Az alábbiakban ismertetett mintavételi módszer pontos alkalmazást követel meg a hagyományos mintavételi eljárással kapcsolatos tapasztalatokkal rendelkező szakemberektől.

1. **Cél és alkalmazási terület**

A műtrágyák minőségének és összetételének hatósági ellenőrzése céljára szánt mintákat az alábbi módszerek szerint kell venni. Az így nyert mintákat a megmintázott tételekre nézve reprezentatívnak kell tekinteni.

2. **Hatósági mintavevők**

A mintákat a tagállamok által e célra felhatalmazott szakképzett hatósági mintavevőnek kell vennie.

3. **Fogalommeghatározások**

Megmintázott tétel: a termék egy egységet képező, feltételezetten egységes tulajdonságokat mutató mennyisége.

Elemi minta: a megmintázott tétel egy pontjából vett mennyiség.

Átlagminta: azonos tételből vett elemi minták egyesítéséből származó minta.

Redukált minta: az átlagminta reprezentatív része, amelyet az átlagmintából csökkentési eljárással nyertek.

Végső minta: a redukált minta reprezentatív része.

4. **Felszerelés**

4.1. A mintavételi felszerelésnek olyan anyagból kell készülnie, amely a mintázandó termék tulajdonságait nem változtatja meg. E felszerelés kizárólag a tagállamok által hivatalosan jóváhagyott lehet.

4.2. *Szilárd műtrágya mintavételéhez ajánlott eszközök*

4.2.1. Kézi mintavétel

4.2.1.1. Lapos fenekű kézi lapát függőleges oldalfalakkal.

4.2.1.2. Mintavevő szonda hosszú nyílással vagy kamrákkal. A mintavevő szonda mérete alkalmazkodjon a mintázandó tétel jellemzőihez (tartály mélysége, zsákméret stb.) és a műtrágya szemcsenagyságához.

4.2.2. Mechanikus mintavétel

Mozgó műtrágya mintavételére jóváhagyott mechanikus készülék használható.

4.2.3. Mintaosztó

Olyan berendezés, amelyet a minta egyenlő méretű részekre való osztására készítettek, alkalmazható elemi minták vételezésére és csökkentett, illetve végső minták készítésére.

4.3. *Folyékony műtrágya mintavételéhez ajánlott eszközök*

4.3.1. Kézi mintavétel

Nyitott cső, szonda, üveg vagy más megfelelő eszköz, amely alkalmas a mintavételezésre kiválasztott részből véletlenszerűen mintát venni.

▼B

4.3.2. Mechanikus mintavétel

Mozgó műtrágya mintavételezésére jóváhagyott mechanikus készülék használható.

5. **Mennyiségi követelmények**

5.1. *Megmintázott tétel*

A megmintázott tétel mérete olyan legyen, hogy minden alkotórészt lehessen mintázni.

5.2. *Elemi minták*

5.2.1. Ömlesztett szilárd műtrágyák vagy folyékony műtrágyák 100 kg-ot meghaladó méretű tartályokban

5.2.1.1. 2,5 tonnát meg nem haladó tételek:

Az elemi minták minimális száma: hét

5.2.1.2. 2,5 tonnát meghaladó tételek 80 tonnáig:

Az elemi minták minimális száma:

$\sqrt{\text{A tételt alkotó tonnák számának 20– szorosa}}$ [1]

5.2.1.3. 80 tonnát meghaladó tételek:

Az elemi minták minimális száma: 40

5.2.2. Csomagolt szilárd műtrágyák vagy folyékony műtrágyák tartályokban (= egyenként 100 kg-ot nem meghaladó csomagok)

5.2.2.1. 1 kg-ot meghaladó csomagolás

5.2.2.1.1. 5 csomagnál kevesebb csomagból álló tételek:

A megmintázandó csomagok minimális száma [2]: minden egyes csomagolás

5.2.2.1.2. 5–16 csomagból álló tételek:

A megmintázandó csomagok minimális száma [2]: négy.

5.2.2.1.3. 17–400 csomagból álló tételek:

A megmintázandó csomagok minimális száma [2]:

$\sqrt{\text{A tételt alkotó csomagolás i egységek száma}}$ [1]

5.2.2.1.4. Több mint 400 csomagból álló tételek:

A megmintázandó csomagok minimális száma [2]: 20.

5.2.2.2. 1 kg-ot meg nem haladó csomagok:

A megmintázandó csomagok minimális száma [2]: négy.

5.3. *Átlagminta*

Minden megmintázott tételből egy átlagmintát kell képezni. Az elemi minták teljes mennyisége alkotja az átlagmintát, ennek összes súlya nem lehet kevesebb, mint az alábbi értékek:

5.3.1. Ömlesztett szilárd műtrágyák vagy folyékony műtrágyák 100 kg-ot meghaladó méretű tartályokban: 4 kg.

5.3.2. Csomagolt szilárd műtrágyák vagy folyékony műtrágyák olyan tartályokban (= csomagok), amelyek egyike sem haladja meg a 100 kg-ot

5.3.2.1. 1 kg-nál nagyobb csomagok: 4 kg

5.3.2.2. 1 kg-ot meg nem haladó csomagok: négy eredeti csomag tartalmának a súlya.

5.3.3. Ammónium-nitrát műtrágyaminta a III. melléklet 2. szakaszában meghatározott vizsgálatok céljára: 75 kg.

---

[1] Ha a kapott érték törtszám, a következő egész számra kell kerekíteni.

[2] Olyan csomag esetében, amelynek tartalma kevesebb, mint 1 kg, az elemi minta mennyisége egy eredeti csomag tartalmának feleljen meg.

▼B

5.4. *Végső minták*

A végső mintát az átlagminta csökkentésével nyerjük, ha szükséges. Legalább egy végső minta vizsgálatát el kell végezni. A vizsgálatra küldött minta súlya 500 g-nál nem lehet kevesebb.

5.4.1. Szilárd és folyékony műtrágya

5.4.2. Ammónium-nitrát műtrágyaminták vizsgálat céljára

Az átlagminta képezi a végső mintákat, szükség esetén csökkentéssel

5.4.2.1. A III. melléklet 1. szakasza szerinti vizsgálatokhoz szükséges legkisebb mintatömeg: 1 kg

5.4.2.2. A III. melléklet 2. szakasza szerinti vizsgálatokhoz szükséges legkisebb mintatömeg: 25 kg

6. **A minták vételére, elkészítésére és csomagolására vonatkozó utasítások**

6.1. *Általános rész*

A mintákat a lehető leggyorsabban kell venni és elkészíteni, figyelembe véve azokat az óvintézkedéseket, amelyek szükségesek annak biztosításához, hogy a minta reprezentatív maradjon a megmintázott műtrágyára nézve. A mintavételhez használt eszközöknek, valamint a mintával érintkező felületeknek és a minta tárolására szolgáló edényeknek tisztának és száraznak kell lenniük.

Folyékony műtrágya esetén a mintavételre kiválasztott részt a mintavétel előtt lehetőség szerint meg kell keverni.

6.2. *Elemi minták*

Az elemi mintákat a mintázandó tétel egészéből véletlenszerűen kell venni, és azoknak megközelítőleg azonos nagyságúnak kell lenniük.

6.2.1. Ömlesztett szilárd műtrágyák vagy folyékony műtrágyák 100 kg-ot meghaladó méretű tartályokban

A megmintázandó tételt képzeletben több egyenlő részre kell felosztani. Az 5.2. pont szerinti elemi minták számával megegyező számú részt véletlenszerűen ki kell választani és minden ilyen részből legalább egy mintát kell venni. Ha nincs lehetőség az 5.1. szerinti követelményeknek való megfelelésre ömlesztett műtrágya vagy 100 kg-ot meghaladó méretű tartályokban tárolt folyékony műtrágya mintavételezésének esetében, akkor a mintavételt a mintavételezésre kiválasztott rész mozgatása (betöltése vagy kitöltése) közben kell végezni. Ilyen esetben a mintákat a fenti véletlenszerűen kiválasztott képzeletbeli részekből akkor kell venni, amikor azok mozgásban vannak.

6.2.2. Csomagolt szilárd vagy folyékony műtrágyák olyan tartályokban (= csomagok), amelyek egyike sem haladja meg a 100 kg-ot

Az 5.2. pont szerint megkívánt számú minta kiválasztását követően minden egyes ilyen csomag tartalmának egy részét ki kell venni. Ha szükséges, a mintát az után kell venni, hogy a csomagokat egyenként kiürítették.

6.3. *Átlagminta készítése*

Az elemi mintákat össze kell keverni, hogy egyetlen átlagmintát képezzenek.

6.4. *Végső minta készítése*

Az átlagminta anyagát alaposan össze kell keverni ([1]).

Ha szükséges, az átlagmintát először legalább 2 kg-ra kell csökkenteni (redukált minta) mintaosztóval vagy negyedelési módszerrel.

Ezután legalább három, körülbelül egyforma, az 5.4. pont követelményeinek megfelelő mennyiségű végső mintát kell képezni. Minden mintát megfelelő légzáró tárolóedénybe kell helyezni. Minden szük-

([1]) A darabos részeket össze kell törni (szükség esetén különválasztva, majd visszatéve azokat a mintába).

▼B

séges óvintézkedést meg kell tenni a minta tulajdonságaiban beálló bárminemű változás elkerülése érdekében.

A III. melléklet 1. és 2. szakaszában említett vizsgálatok szükséges végső mintát 0 °C és 25 °C közötti hőmérsékleten kell tárolni.

7. **A végső minta csomagolása**

A tárolóedényeket vagy csomagokat fémzárolni kell és címkével kell ellátni olyan módon, hogy a zár megsértése nélkül ne lehessen kinyitni (a teljes címkét be kell fogni a zárba).

8. **Mintavételi jegyzőkönyv**

Minden mintavételről jegyzőkönyvet kell felvenni, hogy minden egyes mintát kétséget kizáróan azonosítani lehessen.

9. **A minták rendeletetési helye**

Minden tételből legalább egy végső mintát a lehető leggyorsabban el kell juttatni a jóváhagyott analitikai laboratóriumba vagy vizsgálati intézetbe az elemzéshez, illetve a vizsgálathoz szükséges információval együtt.

B. MŰTRÁGYÁK VIZSGÁLATI MÓDSZEREI

(Lásd a tartalomjegyzék 2. oldalát.)

Általános észrevételek

Laboratóriumi felszerelés

A módszerek leírásai az általános laboratóriumi felszerelések pontos felsorolását – a lombikok és pipetták mérete kivételével – nem tartalmazzák. A laboratóriumi felszerelést minden esetben gondosan meg kell tisztítani, különösen abban az esetben, ha kis elemi mennyiségek meghatározása a cél.

Kontroll vizsgálatok

A vizsgálat előtt – amennyiben szükséges – ismert összetételű vegyületek (ammónium-szulfát, kálium-dihidrogén-foszfát) segítségével meg kell győződni arról, hogy valamennyi berendezés jól működik, és az analitikai eljárást pontosan hajtják végre. Ennek ellenére a megvizsgált műtrágyákra kapott adatok a kémiai összetétel tekintetében félrevezetők lehetnek, ha a vizsgálati eljárást nem követik pontosan. Másrészt, a meghatározások egy része empirikus és komplex kémiai összetételű termékekre vonatkozik. Ajánlatos, hogy – amennyiben ilyenek rendelkezésre állnak – a laboratóriumnak jól definiált összetételű standard referencia műtrágyákat használjanak.

A műtrágyák elemzési módszereire vonatkozó általános rendelkezések

1. Reagensek

Ha az elemzési módszer másként nem rendelkezik, minden reagensnek analitikai tisztaságúnak (a. t.) kell lennie. Mikroelemek vizsgálatakor a reagensek tisztaságát vakpróbával kell ellenőrizni. A kapott eredménytől függően további tisztítás elvégzése válhat szükségessé.

2. Víz

Amennyiben az elemzési módszerekben említett oldási, hígítási, öblítési és mosási műveletek esetében az oldószer, illetve a hígítószer jellege nem pontosan meghatározott, vizet kell használni. Általában véve a vizet ioncserélőn kell átvezetni, vagy desztillálni kell. Ilyen esetben a vizet különleges tisztítási eljárásoknak kell alávetni az adott elemzési módszerben előírtak szerint.

3. Laboratóriumi felszerelés

Figyelembe véve az ellenőrző laboratóriumokban általánosan használt felszerelést, az egyes elemzési módszerekben a felszerelések leírása a különleges, illetve a meghatározott követelmények szerinti eszközök és berendezések részletes ismertetésére korlátozódik. A felszereléseknek tökéletesen tisztának kell lenniük, különösen akkor, ha kis mennyiségek meghatározására alkalmazzák azokat. A laboratóriumnak biztosítania kell valamennyi mérőskálával ellátott üvegedény pontosságát a megfelelő metrológiai szabványok szerint.

▼B

1. módszer

Minta előkészítése vizsgálathoz

1. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer a végső mintából vett minta vizsgálathoz való előkészítésére vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **A módszer elve**

A laboratórium által átvett, végső minta előkészítése műveletek sorozatából, rendszerint szitálásból, darálásból és keverésből áll, melyeket oly módon visznek véghez, hogy

— egyrészt az elemzési módszerek által előírt, legkisebb bemért mintamennyiség is reprezentálja a laboratóriumi mintát,

— másrészt a műtrágya szemcseméretét az előkészítéssel nem szabad olyan mértékben megváltoztatni, hogy annak a különböző kivonószerekben való oldhatósága észrevehetően megváltozzon.

3. **Felszerelés**

Mintamegosztó (nem kötelező).

Sziták 0,2 és 0,5 mm lyukbőséggel.

250 ml-es lombikok dugóval.

Porcelánmozsár és -törő vagy daráló.

4. **Választható eljárások**

Bevezető megjegyzés

Ha a termék megfelelő, a végső mintának csak egy reprezentatív részét kell megőrizni.

4.1. *Végső minták, amelyeket nem szabad darálni*

Kalcium-nitrát, kalcium-magnézium-nitrát, nátrium-nitrát, chilei salétrom, kalcium-ciánamid, nitrogéntartalmú kalcium-ciánamid, ammónium-szulfát, ammónium-nitrát 30 % feletti N-tartalommal, karbamid, bázikus salak, részlegesen oldhatóvá feltárt természetes foszfát, kicsapott dikalcium-foszfát-dihidrát, kalcinált foszfát, alumínium-kalcium-foszfát, lágy őrölt ásványi foszfát.

4.2. *Végső minták, amelyeket meg kell osztani, és amelynek egy részét meg kell darálni*

Ezek olyan termékek, amelyek esetében a vizsgálatok egy részét előzetes darálás nélkül kell elvégezni (pl. az őrlési finomság), a vizsgálatok másik részét pedig őrlés után. Valamennyi olyan összetett műtrágya ebbe a csoportba tartozik, amelyek a következő foszfátösszetevőket tartalmazzák: bázikus salak, alumínium-kalcium-foszfát, kalcinált foszfát, lágy őrölt ásványi foszfát és részlegesen oldhatóvá feltárt természetes foszfátok. Ezért a végső (laboratóriumi) mintát két, lehetőség szerint azonos részre kell osztani mintaosztóval vagy negyedeléssel.

4.3. *Végső minták, amelyek esetében valamennyi vizsgálatot az őrölt termékből kell elvégezni*

A végső mintának csupán egy reprezentatív részét kell darálni. Ide tartozik a jegyzékben felsorolt valamennyi műtrágya, a 4.1. és a 4.2. pontban foglaltak kivételével.

5. **Módszer**

A 4.2. és a 4.3. pontban említett végső minta egy részét gyorsan átszitáljuk egy 0,5 mm lyukméretű szitán. A szitamaradékot durván megőröljük, hogy olyan terméket nyerjünk, amelyben a lehető legkevesebb finomszemcsés részecske található, majd átszitáljuk. A darálást olyan feltételek mellett kell végezni, hogy az anyag észlelhetően ne melegedjék fel. A műveletet annyiszor ismételjük, ahányszor szükséges, mindaddig, amíg az összes maradék eltűnik. A művelet elvégzése olyan gyors legyen, hogy anyagok felvételét vagy leadását (víz, ammónia) megelőzzük. A megdarált és átszitált minta teljes mennyiségét dugóval lezárható tiszta üvegbe visszük át.

▼B

Vizsgálatra történő bemérés előtt az üveg tartalmát alaposan össze kell keverni.

6. **Különleges esetek**

a) Különböző kristálykategóriák keverékét tartalmazó műtrágyák

Ilyen esetben gyakran előfordul fajtázódás. Ezért elengedhetetlen a mintát összezúzni és 0,2 mm-es lyukméretű szitán átszitálni. Például: ammónium-foszfát és kálium-nitrát keverékei. Ezeknél a termékeknél a végső minta teljes mennyiségét le kell darálni.

b) Olyan

szitamaradékok, amelyeket nehéz megdarálni és nem tartalmaznak műtrágya anyagokat. Mérjük le a szitamaradékot és vegyük korrekcióba a tömegét a végeredmény kiszámításánál.

c) Hőre bomló termékek

A darálást a felmelegedés elkerülésével kell elvégezni. Ilyen esetben előnyös dörzsmozsarat használni aprításra. Például: kalcium-ciánamidot és karbamidot tartalmazó összetett műtrágya.

d) Olyan termékek, amelyek a szokásosnál nedvesebbek és daráláskor kenődnek

A homogenitás biztosítása érdekében olyan szitát kell választani, amelynek a legkisebb lyukmérete összemérhető a darabos anyag kézzel vagy mozsárral történő szétzúzása útján kapott anyaggal. Ilyen eset akkor állhat elő, ha a keverék bizonyos összetevői kristályvizet tartalmaznak.

2. módszer

Nitrogén

2.1. módszer

Az ammónianitrogén meghatározása

1. **Cél**

Ez a módszer az ammónianitrogén meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

A módszer alkalmazható minden nitrogéntartalmú műtrágyára – beleértve a keverék műtrágyákat is –, amelyben a nitrogén kizárólag ammóniumsók formájában vagy ammóniumsók és nitrátok formájában együttesen fordul elő.

Nem alkalmazható karbamidot, ciánamidot és más szerves nitrogénvegyületet tartalmazó műtrágyákra.

3. **A módszer elve**

Az ammóniát fölös nátrium-hidroxiddal felszabadítjuk; desztilláljuk, a fejlődött ammóniát meghatározott koncentrációjú kénsavban nyeletjük el, és a savfelesleget meghatározott koncentrációjú nátrium- vagy kálium-hidroxiddal titráljuk.

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt víz, amely szén-dioxidtól és nitrogéntartalmú vegyületektől mentes.

4.1. Hígított sósav: egy térfogatrész HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) és egy térfogatrész víz

▼M4

4.2. Kénsav: 0,05 mol/l

4.3. Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,1 mol/l

} az a. változathoz.

▼M4

4.4.	Kénsav: 0,1 mol/l	a b. változathoz (lásd 2. megjegyzést).
4.5.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,2 mol/l	
4.6.	Kénsav: 0,25 mol/l	a c. változathoz (lásd a 2. megjegyzést).
4.7.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,5 mol/l	

▼B

4.8. Nátrium-hidroxid, körülbelül 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammóniamentes

4.9. *Indikátoroldatok*

4.9.1. Keverékindikátor

A. oldat: oldjunk fel 1 g metilvörös indikátort 37 ml 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid oldatban és töltsük fel 1 literre vízzel.

B. oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A. oldatot két térfogatrész B. oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semleges oldatban szürke, lúgos oldatban pedig zöld színű. Ebből az indikátoroldatból 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk.

4.9.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban. Töltsük fel 100 ml-re vízzel és szükség esetén szűrjük meg. Ez az indikátoroldat (4–5 csepp) is használható az előző helyett.

4.10. Horzsakő forráskönnyítő granulátum, sósavban mosott, izzított

4.11. Ammónium-szulfát analitikai célra

5. **Készülék**

5.1. Megfelelő térfogatú gömblombikból és desztillálófeltéten át hozzá kapcsolt hűtőből álló desztillálókészülék.

1. megjegyzés

Az ehhez a meghatározáshoz jóváhagyott és ajánlott készülékek típusait valamennyi konstrukciós paraméter feltüntetésével az 1., 2., 3. és 4. számú ábrák mutatják.

5.2. 10, 20, 25, 50, 100 és 200 ml-es pipetták

5.3. 500 ml-es mérőlombik

5.4. Körkörös rázógép (35–40 fordulat percenként)

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Elemzési módszer**

7.1. *Az oldat elkészítése*

Végezzük el a minta oldhatósági próbáját vízben, szobahőmérsékleten, 2 (m/v) %-os koncentrációban. Mérjünk le az előkészített mintából 5 vagy 7 vagy 10 g-ot, az 1. táblázat szerint, 0,001 g pontossággal és vigyük 500 ml-es mérőlombikba. Az oldhatósági próba eredményétől függően a következőképpen járjunk el:

a) Vízben teljesen oldódó termékek

Adjunk a lombikban lévő mintához annyi vizet, amennyi a teljes oldódásához szükséges. Rázogassuk, majd a teljes oldódás után töltsük jelig, és gondosan keverjük össze.

b) Vízben nem teljesen oldódó termékek

▼B

Adjunk a lombikba 50 ml vizet, majd 20 ml sósavat (4.1.). Rázzuk össze. Hagyjuk állni, amíg a szén-dioxid-fejlődés befejeződik. Adjunk hozzá 400 ml vizet, rázzuk fél óra hosszat a körkörös rázógépen (5.4.). Töltsük fel a jelig vízzel, keverjük össze, és szűrjük át száraz szűrőn tiszta edénybe.

7.2. *Az oldat elemzése*

A választott változattól függően, öntsünk a gyűjtőlombikba kimért mennyiségű kénsav mérőoldatot az 1. táblázatnak megfelelően. Adjuk hozzá a választott indikátor (4.9.1. vagy 4.9.2.) megfelelő mennyiségét, és – ha szükséges – annyi vizet, hogy a térfogata legalább 50 ml legyen. A hűtő kivezető csövének az oldat felszíne alatt kell lennie.

A táblázatban megadottak szerint a tiszta oldat egy alikvot részét ([1]) vigyük hiteles pipettával a berendezés desztillálólombikjába. Adjunk hozzá annyi vizet, hogy a teljes térfogat kb. 350 ml legyen, és néhány szem horzsakövet az egyenletes forrás biztosítására.

Állítsuk össze a desztillálókészüléket, ügyelve arra, hogy ne legyen ammóniaveszteség, adjunk a desztillálólombikba 10 ml koncentrált nátrium-hidroxid oldatot (4.8.) vagy pedig 20 ml reagenst azokban az esetekben, ha 20 ml sósavat (4.1.) használtunk a vizsgálati minta feloldásához. Melegítsük a lombikot fokozatosan, a heves forrást elkerülve. A forrás kezdetekor végezzünk desztillálást 10–15 percenként kb. 100 ml-es adagokban; a desztillátum teljes mennyisége kb. 250 ml legyen ([2]). Amikor már nem valószínű, hogy az ammóniafejlődés tovább folytatódik, engedjük lejjebb a gyűjtőlombikot úgy, hogy a hűtő kifolyócsöve a folyadék felszíne fölé kerüljön.

Hogy megbizonyosodjunk arról, hogy az összes ammónia teljesen lepárlódott, megfelelő reagenssel vizsgáljuk meg a keletkező desztillátumot. Mossuk ki a hűtő kivezető csövét egy kevés vízzel, és titráljuk a savfelesleget a választott változathoz előírt nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldattal (lásd 2. megjegyzés).

2 . megjegyzés

Különféle erősségű, ismert koncentrációjú mérőoldatok használhatók a visszatitrálásra, feltéve, hogy a titráláshoz használt mennyiségek lehetőleg nem haladják meg a 40–45 ml-t.

7.3. *Vakpróba*

Végezzünk vakpróbát a fentiekkel megegyező körülmények között és vegyük azt figyelembe a végeredmény kiszámításakor.

7.4. *Kontrollvizsgálat*

Az elemzések elvégzése előtt nézzük meg a választott változatra előírt maximális nitrogénmennyiséget tartalmazó, frissen készített ammónium-szulfát (4.11.) oldat alikvot részét használva, hogy a berendezés megfelelően működik, és helyesen alkalmazzuk a módszert.

8. **Az eredmények kifejezése**

Fejezzük ki a vizsgálat eredményét az elemzésre kapott műtrágya ammónianitrogén tartalmának százalékos arányában

9. **Mellékletek**

Az 5.1. „Készülék” című pont 1. megjegyzésében meghatározottak szerint az 1., a 2., a 3. és a 4. ábra mutatja be az e fejezetben használt különféle készülékfajták konstrukciós paramétereit.

([1]) Az 1. táblázat szerint vett alikvot részben található ammónianitrogén mennyisége kb. a következő:

— 0,05 g az a. változat

— 0,10 g a b. változat

— 0,20 g a c. változat esetén.

([2]) A hűtőt úgy kell szabályozni, hogy a párlat folyamatos áramlása biztosított legyen. A desztillációnak 30–40 perc alatt be kell fejeződnie.

▼B

1. táblázat

Műtrágyák ammónia-nitrogén, valamint ammónia- és nitrát-nitrogén tartalmának meghatározása

A módszer a., b. és c. változata végrehajtásakor a bemérés, a hígítás és a számítás elvégzéséhez szükséges táblázatok

a. változat

Átdesztillálandó maximális nitrogénmennyiség hozzávetőlegesen: 50 mg

▼M4

A gyűjtőlombikba bemért 0,05 mol/l-es kénsav térfogata: 50ml

▼B

Visszatitrálás 0,1 mol/l-es NaOH-dal vagy KOH-dal.

Garantált tartalom (% N)	Mérendő mennyiség (g)	Hígítás (ml)	A desztillálandó minta oldata (ml)	Az eredmények kifejezése [a] (% N = (50 – A) F)
0–5	10	500	50	(50 – A) × 0,14
5–10	10	500	25	(50 – A) × 0,28
10–15	7	500	25	(50 – A) × 0,40
15–20	5	500	25	(50 – A) × 0,56
20–40	7	500	10	(50 – A) × 1,00

[a] Az eredmény kifejezésére szolgáló képlet alkalmazásában:

– 50 vagy 35 = a gyűjtőlombikba bemért kénsav mérőoldat milliliterben,

– A = a visszatitráláshoz használt nátrium- vagy káliumhidroxid milliliterben,

– F = a lemért mennyiségből, a hígításból, a desztillálandó minta oldatának alikvot részéből és a térfogati egyenértékből álló faktor.

b. változat

Átdesztillálandó maximális nitrogénmennyiség hozzávetőlegesen: 100 mg

▼M4

A gyűjtőlombikba bemért 0,1 mol/l-es kénsav térfogata: 50ml

▼B

Visszatitrálás 0,2 mol/l-es NaOH-dal vagy KOH-dal.

Garantált tartalom (% N)	Mérendő mennyiség (g)	Hígítás (ml)	Az átdesztillálandó minta oldata (ml)	Az eredmények kifejezése [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] Az eredmény kifejezésére szolgáló képlet alkalmazásában:

– 50 vagy 35 = a gyűjtőlombikba bemért kénsav mérőoldat milliliterben,

▼B

– A	=	a visszatitráláshoz használt nátrium- vagy kálium-hidroxid milliliterben,
– F	=	a lemért mennyiségből, a hígításból, az átdesztillálandó minta oldatának alikvot részéből és a térfogati egyenértékből álló faktor.

c. változat

Átdesztillálandó maximális nitrogénmennyiség hozzávetőlegesen: 200 mg

▼M4

A gyűjtőlombikba bemért 0,25 mol/l-es kénsav térfogata: 35ml

▼B

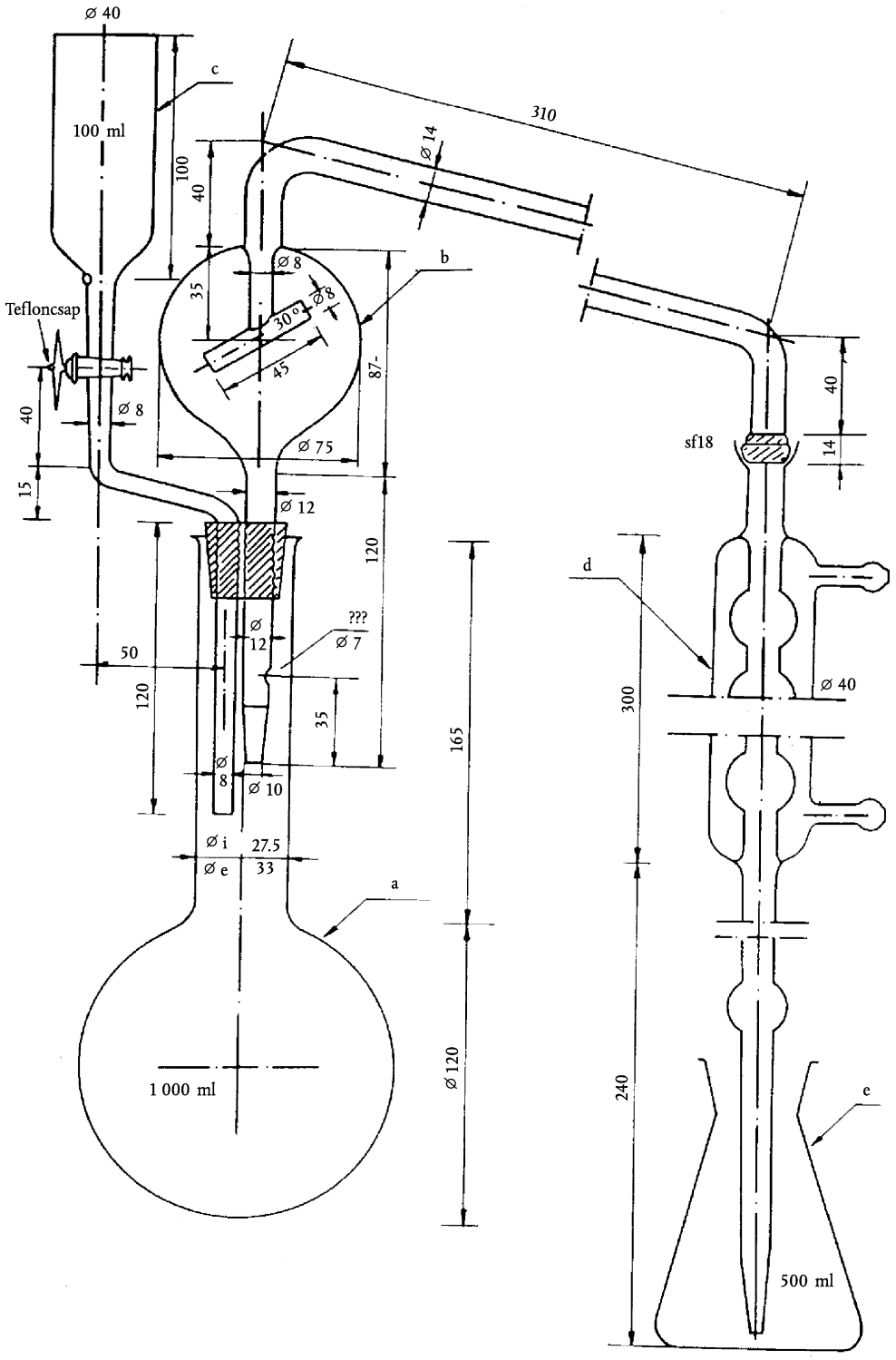
Visszatitrálás 0,5 mol/l-es NaOH-dal vagy KOH-dal.

Garantált tartalom (% N)	Mérendő mennyiség (g)	Hígítás (ml)	A desztillálandó minta oldata (ml)	Az eredmények kifejezése [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] Az eredmény kifejezésére szolgáló képlet alkalmazásában:

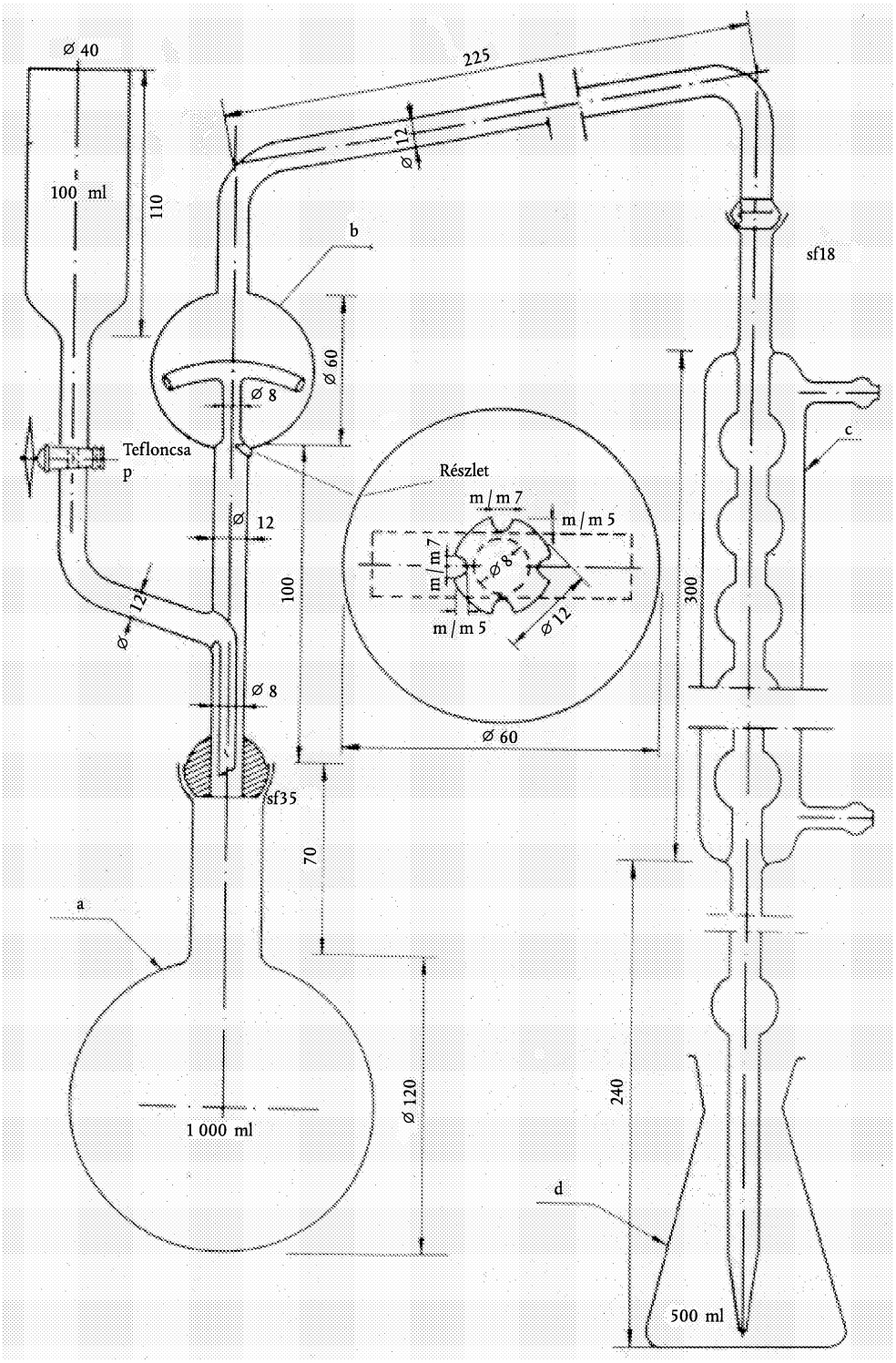
– 50 vagy 35	=	a gyűjtőlombikba bemért kénsav mérőoldat milliliterben,
– A	=	a visszatitráláshoz használt nátrium- vagy kálium-hidroxid milliliterben,
– F	=	a lemért mennyiségből, a hígításból, a desztillálandó minta oldatának alikvot részéből és a térfogati egyenértékből álló faktor.

▼B


ø 40
c
100 ml
100
40
310
ø 14
b
ø 8
35
ø 8
30°
45
87-
Tefloncsap
40
ø 8
15
ø 75
sf18
40
14
ø 12
120
d
???
ø 12
ø 7
50
120
35
165
ø 8
ø 10
ø i
ø e
27.5
33
a
300
ø 40
1 000 ml
ø 120
240
e
500 ml

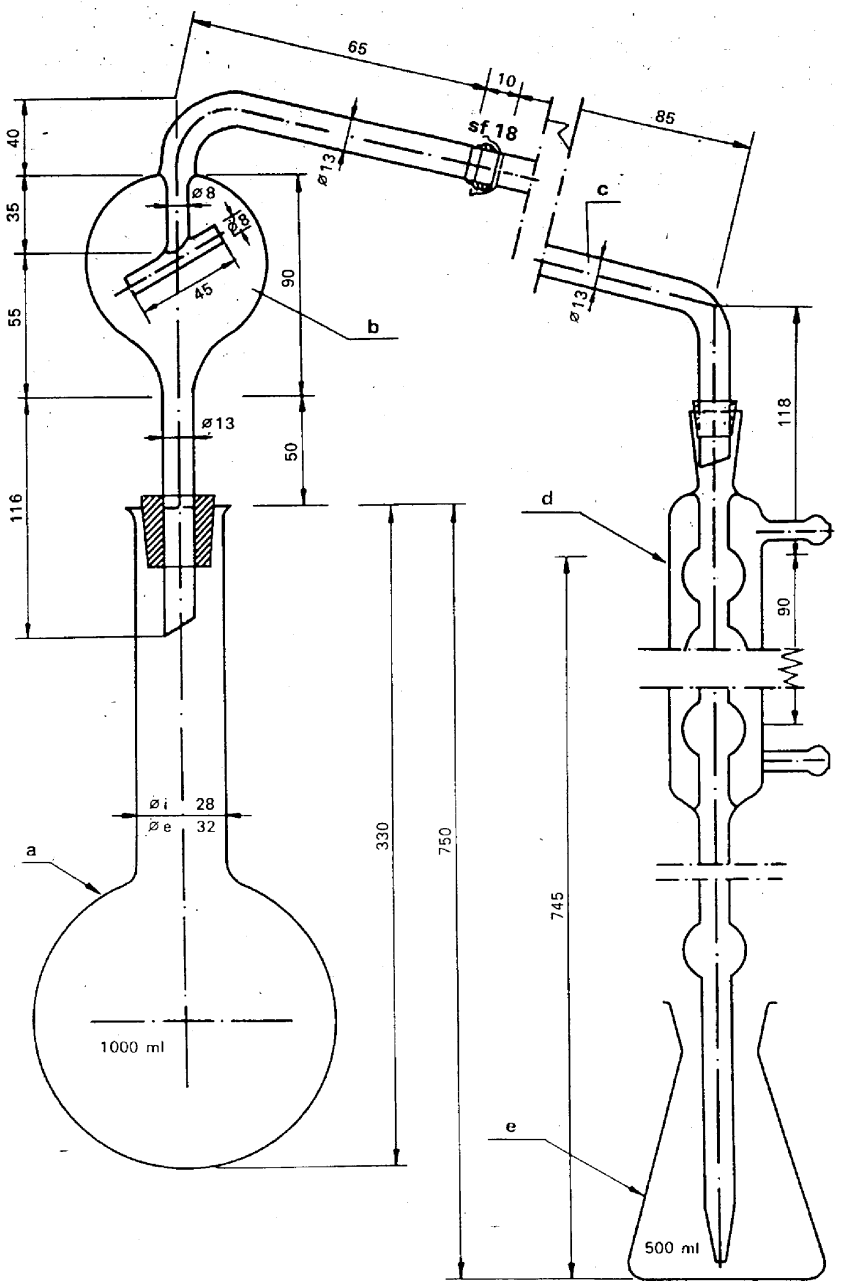
1. ábra

▼B


Ø 40
225
Ø 12
100 ml
110
b
sf18
Ø 60
Ø 8
Teflon csap
Részlet
m / m 7
m / m 5
Ø 12
100
300
c
Ø 8
Ø 60
sf35
70
a
1 000 ml
Ø 120
240
d
500 ml

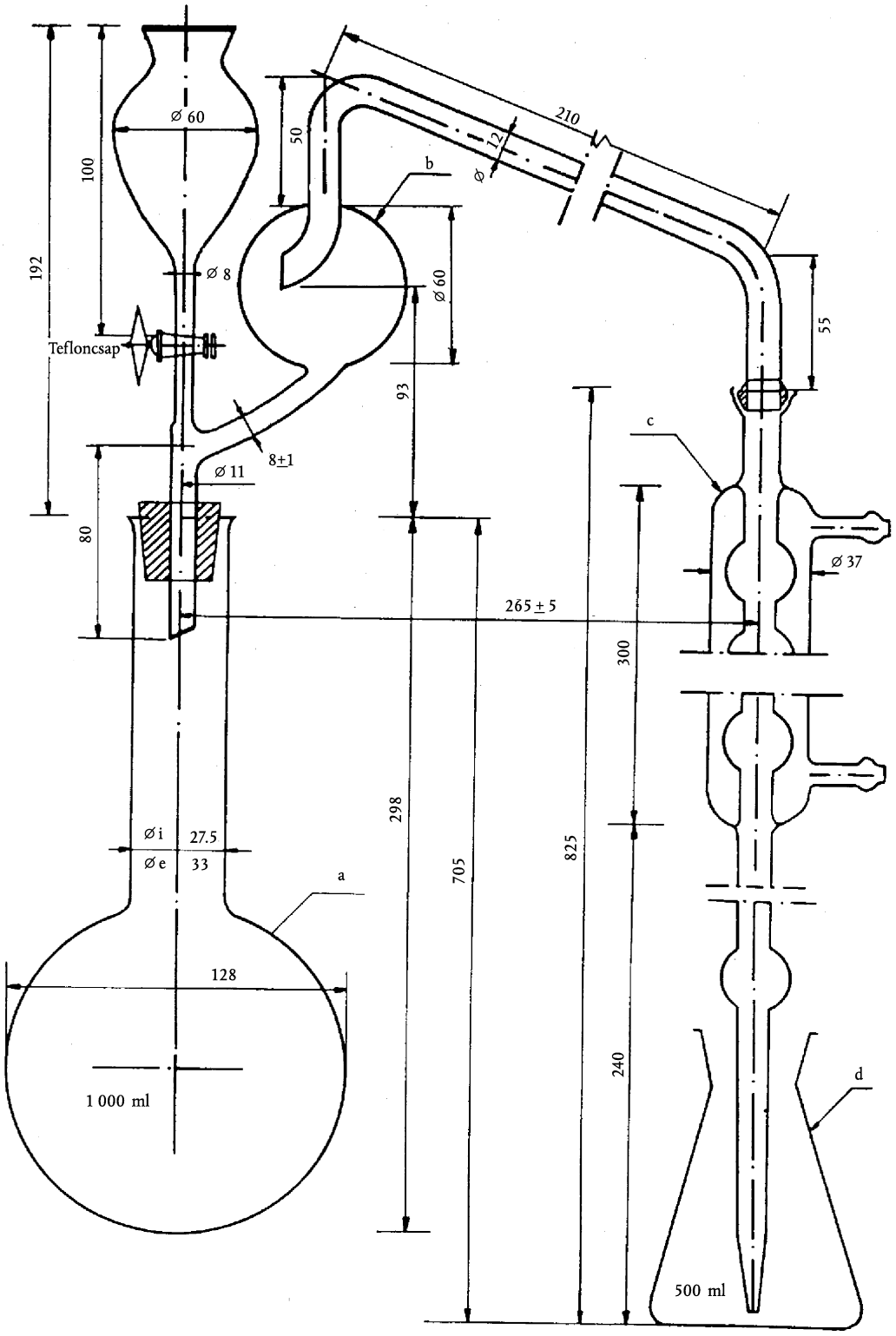
2. ábra

▼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

3. ábra

▼B



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

4. ábra

▼B

Az 1., a 2., a 3. és a 4. ábra magyarázata

1. ábra

a) Hosszú nyakú, 1 000 ml-es gömblombik.

b) Cseppfogóval ellátott desztillálófeltét, amely gömbcsiszolattal (18. szám) csatlakozik a hűtőhöz (a hűtőhöz történő csatlakoztatásra szolgáló gömbcsiszolat megfelelő gumicsatlakozóval is helyettesíthető).

c) Tefloncsappal ellátott tölcsér a nátrium-hidroxid adagolásához (a csap szorítóval ellátott gumicsatlakozóval is helyettesíthető).

d) Hat golyóból álló golyós hűtő, a bemenetnél gömbcsiszolattal (18. szám), és a kimenetnél egy kis gumicsatlakozóval rögzített üvegcsőtoldással (ha a desztillálófeltéthez a csatlakozást gumicsővel oldjuk meg, a gömbcsiszolat megfelelő gumidugóval helyettesíthető).

e) 500 ml-es gyűjtőlombik.

A készülék boroszilikát üvegből készül.

2. ábra

a) Rövid nyakú 1 000 ml-es gömblombik, 35-ös gömbcsiszolattal (35. szám).

b) Desztillálófeltét cseppfogóval a bemenetnél (35. szám), és gömbcsiszolattal a kimenetnél (18. szám), amely oldalról tefloncsappal csatlakozik a nátrium-hidroxid oldat hozzáadására egy szolgáló tölcsérhez.

c) Hat golyóból álló golyós hűtő, a bemenetnél gömbcsiszolattal (18. szám), a kimenetnél kis gumicsatlakozóval rögzített üvegcsőtoldással.

d) 500 ml-es lombik, amelybe a desztillátumot gyűjtik.

A készülék boroszilikát üvegből készül.

3. ábra

a) Hosszú nyakú gömblombik, 750 vagy 1 000 ml-es, kúpos csatlakozással.

b) Desztillálófeltét cseppfogóval ellátva a kimenetnél gömbcsiszolattal (18. szám).

c) Könyökcső a bemenetnél gömbcsiszolattal (18. szám) és kónikus kivezetéssel (a desztillálófeltéthez való csatlakozáshoz a gömbcsiszolat helyett gumicső is használható).

d) Hat golyóból álló golyós hűtő, kimenetnél kis gumicsatlakozóval rögzített üvegcsőtoldással.

e) 500 ml-es lombik, amelybe a desztillátumot gyűjtik.

A készülék boroszilikát üvegből készül.

4. ábra

a) Hosszú nyakú gömblombik, 1 000 ml-es, kúpos bevezetőnyílással.

b) Desztillálófeltét cseppfogóval, a kivezetésnél gömbcsiszolattal (18. szám) ellátva, amelyhez oldalról a nátrium-hidroxid hozzáadására szolgáló tefloncsappal ellátott tölcsér csatlakozik be (a gömbcsiszolatot gumicsöves csatlakozással, a tefloncsap szorítóval ellátott gumicsővel helyettesíthető).

c) Hatgömbös kondenzátor, a bemenetnél gömbcsuklóval, amely az üveg csőtoldatba torkolló kimenetnél kisméretű gumicsatlakozóval van összekötve (amennyiben a lepárlócső csatlakoztatása gumicsővel történik, a gömbcsukló megfelelő gumidugóval). Hat golyóból álló golyós hűtő, a bemenetnél gömbcsiszolattal (18. szám), és a kimenetnél kis gumicsatlakozóval rögzített üvegcsőtoldással (ha a desztillálófeltéthez a csatlakozást gumicsővel oldjuk meg, a gömbcsiszolat megfelelő gumidugóval helyettesíthető)

d) 500 ml-es lombik, amelybe a desztillátumot gyűjtik.

A készülék boroszilikát üvegből készül.

▼B

2.2. módszerek

Nitrát- és ammónianitrogén meghatározása

2.2.1. módszer

A nitrát- és ammónianitrogén meghatározása Ulsch-módszerrel

1. **Cél**

Ez a módszer a nitrát- és az ammónianitrogén Ulsch-módszer szerinti, redukció útján történő meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Az összes olyan nitrogénműtrágya – beleértve műtrágyákat is –, amelyben a nitrogén kizárólag nitrát-nitrogén vagy ammónianitrogén és nitrát-nitrogén formájában van jelen.

3. **A módszer elve**

A nitrátokat és nitriteket fémvassal savas közegben ammóniává redukáljuk, az így képződött ammóniát fölös nátrium-hidroxiddal felszabadítjuk: az ammóniát kidesztilláljuk és meghatározott koncentrációjú kénsav ismert térfogatában nyeletjük el. A fölös kénsavat meghatározott koncentrációjú nátrium- vagy kálium-hidroxiddal titráljuk.

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt, szén-dioxid- és nitrogéntartalmú vegyületektől mentes víz.

4.1. Hígított sósav: egy térfogatrész HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) + egy térfogatrész víz

▼M4

4.2. Kénsav: 0,05 mol/l

▼B

4.3. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes, 0,1 mol/l

4.4. Kénsavoldat, körülbelül 30 %-os (m/v) H_2SO_4,, ammóniamentes

4.5. Hidrogénben redukált vaspor (az előírt vas mennyiségnek legalább 0,05 g nitrátkötésű nitrogén redukciójára legyen képes).

4.6. Nátrium-hidroxid oldat, körülbelül 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammóniamentes

4.7. *Indikátoroldatok*

4.7.1. Keverékindikátor

oldat: Oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid oldatban és töltsük fel 1 literre vízzel.

B. oldat: Oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A. oldatot két térfogatrész B. oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semleges oldatban szürke, lúgos oldatban pedig zöld színű. 0,5 ml-t (10 csepp) használjunk

4.7.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban. Töltsük fel vízzel 100 ml-re és szükség esetén szűrjük le.

Ez az indikátor (négy-öt csepp) az előző helyett használható.

4.8. Horzsakő forráskönnyítő granulátum, sósavban mosott, izzított

4.9. Nátrium-nitrát analitikai célra

5. **Készülék**

Lásd 2.1. módszer: „Az ammónianitrogén meghatározása”.

▼B

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer: „A minta előkészítése”.

7. **Elemzési módszer**

7.1. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Lásd 2.1. módszer: „Az ammónianitrogén meghatározása”.

7.2. *Eljárás*

Öntsük a gyűjtőlombikba meghatározott koncentrációjú kénsavoldat pontos mennyiségét, a 2.1 módszer 1. táblázata (a. változat) szerint, és adjuk hozzá a 4.7.1. vagy 4.7.2. pont szerinti indikátoroldatot. A hűtő kivezetéséhez toldott cső végének a gyűjtőlombikban a meghatározott koncentrációjú sav felszíne alatt kell lennie.

Hiteles pipettát használva vigyük a tiszta oldat 2.1. módszer 1. táblázata (a. változat) szerint megválasztott alikvot mennyiségét a berendezés desztillálólombikjába. Adjunk hozzá 350 ml vizet, 20 ml 30 %-os kénsavoldatot (4.4.) keverjük össze, majd adjunk hozzá 5 g redukált vasat (4.5.). Mossuk a lombik nyakát néhány ml vízzel és helyezzünk a lombik nyakába egy kisméretű, hosszú szárú tölcsért. Egy óráig melegítsük forró vízfürdőben, majd mossuk be a tölcsér végét néhány ml vízzel.

Vigyázva, hogy elkerüljük az ammóniaveszteséget, adjunk a desztillálólombik tartalmához 50 ml koncentrált nátrium-hidroxid oldatot (4.6.) vagy – ha 20 ml 1 + 1 arányú sósav-víz elegyet használtunk a feltáráskor – 60 ml koncentrált nátrium-hidroxid oldatot (4.6.). Állítsuk össze a desztillálókészüléket. Desztilláljuk ki az ammóniát a 2.1. módszer szerinti eljárásnak megfelelően.

7.3. *Vakpróba*

Végezzünk vakpróbát (minta nélkül) a vizsgálattal azonos körülmények között, és vegyük figyelembe az eredmény kiszámításánál.

7.4. *Kontrollvizsgálat*

Elemzés előtt nátrium-nitrát (4.9.) frissen készített oldatának 0,045–0,050 g nitrogént tartalmazó alikvot részével ellenőrizzük, hogy a berendezés jól működik, és a módszert helyesen alkalmazzuk.

8. **Az eredmények kifejezése**

Az elemzés eredményét az elemzésre kapott műtrágya nitrát-nitrogén vagy ammónia-nitrogén és nitrát-nitrogén tartalmának százalékában adjuk meg.

2.2.2. módszer

A nitrát-nitrogén és az ammónianitrogén meghatározása Arnd-módszerrel

1. **Cél**

Ez a módszer a nitrát- és az ammónianitrogén Arnd-módszer szerinti, redukció útján történő meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg (az a., a b. és a c. változat figyelembevételével módosított formában).

2. **Alkalmazási terület**

Lásd 2.2.1. módszer.

3. **A módszer elve**

A nitrátokat és nitriteket semleges vizes oldatban 60 % Cu- és 40 % Mg-tartalmú fémötvözettel (Arnd-féle ötvözet) magnézium-klorid jelenlétében ammóniává redukáljuk.

Az ammóniát kidesztilláljuk, és meghatározott koncentrációjú kénsav ismert térfogatú oldatában nyeletjük el. A fölös savat nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldatával titráljuk vissza.

▼B

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt, szén-dioxid- és nitrogéntartalmú vegyületektől mentes víz.

4.1. Hígított sósav: egy térfogatrész HCl (d = 1,18 g/ml), valamint egy térfogatrész víz

▼M4

4.2.	Kénsav: 0,05 mol/l	az a. változathoz.
4.3.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,1 mol/l	
4.4.	Kénsav: 0,1 mol/l	a b. változathoz (lásd a 2.1. módszerhez fűzött 2. megjegyzést).
4.5.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,2 mol/l	
4.6.	Kénsav: 0,25 mol/l	a c. változathoz (lásd a 2.1. módszerhez fűzött 2. megjegyzést).
4.7.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,5 mol/l	

▼B

4.8. Nátrium-hidroxid oldat: körülbelül 2 mol/l

4.9. Arnd-féle ötvözet analitikai célra: az 1 mm^2-nél kisebb lyukméretű szitán áteső, por alakú készítmény.

4.10. *20 % magnézium-klorid oldat*

Oldjunk fel 200 g magnézium-kloridot ($MgCl_2$. 6H2O) kb. 600–700 ml vízben egy literes álló lombikban. A habzás megelőzésére adjunk hozzá 15 g magnézium-szulfátot ($MgSO_4$. $7H_2O$).

Oldódás után adjunk hozzá 2 g magnézium-oxidot és néhány horzsakőszemcsét, majd forralással pároljuk be az oldatot 200 ml-re, így eltávolítva a reagensből az esetleges ammónianyomokat. Hűtsük le, töltsük fel 1 l-re és szűrjük le.

4.11. *Indikátoroldatok*

4.11.1. Keverékindikátor

A. oldat: Oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid oldatban és töltsük fel vízzel 1 literre.

B. oldat: Oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A. oldatot két térfogatrész B. oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semleges oldatban szürke, lúgos oldatban pedig zöld. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk.

4.11.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban. Töltsük fel vízzel 100 ml-re és szükség esetén szűrjük le. Ez az indikátor (négy-öt csepp) az előző helyett is használható.

4.11.3. Kongóvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 3 g kongóvöröst 1 liter meleg vízben, és lehűlés után szűrjük le, ha szükséges. Ez az indikátor a fenti kettő helyett savas extraktumok desztillálás előtti semlegesítéséhez használható, a semlegesítendő oldat minden 100 ml-jéhez 0,5 ml-t használva.

4.12. Horzsakő forráskönnyítő granulátum, sósavban mosott, izzított

4.13. Nátrium-nitrát analitikai célra

5. **Készülék**

Lásd 2.1. módszer: „Az ammónianitrogén meghatározása”.

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer

▼B

7. **Elemzési módszer**

7.1. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Lásd 2.1. módszer: „Az ammónianitrogén meghatározása”.

7.2. *Az oldat elemzése*

A kondenzátor hűtőcsövének a kiválasztott változatnak megfelelően, pipettázzuk a gyűjtőlombikba a meghatározott koncentrációjú kénsav pontos mennyiségét a 2.1. módszer 1. táblázata szerint. Adjuk hozzá a kiválasztott indikátoroldat (4.11.1. vagy 4.11.2.) megfelelő mennyiségét, és végül annyi vizet, hogy a térfogat legalább 50 ml legyen. A hűtő kivezetéséhez toldott cső végének az oldat felszíne alatt kell lennie.

Hiteles pipettával vegyük ki a tiszta oldatból az 1. táblázat szerinti megfelelő alikvot mennyiséget. Tegyük a desztillálólombikba.

Töltsük fel megfelelő mennyiségű vízzel kb. 350 ml teljes térfogatra (lásd 1. megjegyzés), adjunk hozzá 10 g Arnd-féle ötvözetet (4.9.), 50 ml magnézium-klorid oldatot (4.10.) és néhány horzsakőszemcsét (4.12.). Gyorsan csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez. Óvatosan melegítsük körülbelül 30 percig. Ezután növeljük a hőmérsékletet az ammónia kidesztillálása céljából. Folytassuk a desztillációt körülbelül egy órán át. Ezt követően a desztillálólombikban maradt folyadéknak szirupszerűnek kell lennie. Amikor a desztilláció befejeződött, titráljuk meg a gyűjtőlombikban lévő fölös sav mennyiségét a 2.1. módszerben leírt eljárás szerint.

1. megjegyzés

Ha a mintaoldat savas [feloldáskor 20 ml hígított sósavat (4.1.) adtunk hozzá], akkor az elemzéshez kivett alikvot részt a következőképpen kell semlegesíteni: a desztillálólombikba vitt alikvot részhez adjunk kb. 250 ml vizet, valamelyik indikátor (4.11.1., 4.11.2., 4.11.3.) szükséges mennyiségét, és gondosan rázzuk össze.

Semlegesítsük 2 mol/l-es nátrium-hidroxid oldattal (4.8.), és savasítsuk ismét egy csepp sósavval (4.1.). Ezután folytassuk a 7.2. (második sor) szerint.

7.3. *Vakpróba*

Ugyanilyen feltételek mellett végezzünk vakpróbát (a minta elhagyásával) és ezt vegyük figyelembe az eredmény kiszámításánál.

▼M4

7.4. *Ellenőrző vizsgálat*

Az elemzés megkezdése előtt ellenőrizzük a választott változattól függően 0,050–0,150 g nitrát-nitrogént tartalmazó, frissen készített nátrium-nitrát-oldat alikvot részével (4.13.), hogy a berendezés jól működik-e, és hogy a megfelelő módszert alkalmazzuk-e.

▼B

8. **Az eredmények kifejezése**

Lásd 2.2.1. módszer.

2.2.3. módszer

A nitrát-nitrogén és az ammónianitrogén meghatározása Devarda-módszerrel

1. **Cél**

Ez a módszer a nitrát-nitrogén és az ammónianitrogén Devarda-módszer szerinti, redukció útján történő meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg (az a., a b. és a c. változat figyelembevételével módosított formában).

2. **Alkalmazási terület**

Lásd 2.2.1. módszer.

▼B

3. **A módszer elve**

A nitrátok és nitritek ammóniává redukálása erősen lúgos oldatban, 45 % Al-t, 5 % Zn-t és 50 % Cu-t tartalmazó fémötvözettel (Devarda-ötvözet). Az ammóniát kidesztilláljuk, és meghatározott koncentrációjú kénsav ismert térfogatú oldatában nyeletjük el. A fölös savat nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldatával titráljuk vissza.

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt, szén-dioxid és nitrogéntartalmú vegyületektől mentes víz.

4.1. Hígított sósav: egy térfogatrész HCl (d = 1,18) + egy térfogatrész víz

▼M4

4.2.	Kénsav: 0,05 mol/l	az a. változathoz.
4.3.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,1 mol/l	
4.4.	Kénsav: 0,1 mol/l	a b. változathoz (lásd a 2.1. módszerhez fűzött 2. megjegyzést).
4.5.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,2 mol/l	
4.6.	Kénsav: 0,25 mol/l	a c. változathoz (lásd a 2.1. módszerhez fűzött 2. megjegyzést).
4.7.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,5 mol/l	

▼B

4.8. *Devarda-ötvözet analitikai célra*

Poralakban úgy, hogy 90–100 %-a átessen a 0,25 mm^2-nél kisebb lyukméretű szitán, 50–75 %-a átessen a 0,075 mm^2-nél kisebb lyukméretű szitán.

Legfeljebb 100 g-os előre csomagolt üvegek használata javasolt.

4.9. Nátrium-hidroxid oldat, körülbelül 30 %-os NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammóniamentes

4.10. *Indikátoroldatok*

4.10.1. Keverékindikátor

A. oldat: Oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid oldatban és töltsük fel 1 literre vízzel.

B. oldat: Oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A. oldatot két térfogatrész B. oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semleges oldatban szürke, lúgos oldatban pedig zöld. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk.

4.10.2. Metilvörös indikátor

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban. Töltsük fel 100 ml-re vízzel és szükség esetén szűrjük le.

Ez az indikátor (négy-öt csepp) az előző helyett is használható.

4.11. Etanol, 95–96 %-os

4.12. Nátrium-nitrát analitikai célra

5. **Készülék**

Lásd 2.1. módszer.

▼B

5.1. Desztillálókészülék megfelelő térfogatú gömblombikkal, cseppfogóval ellátott desztillálófeltéten keresztül csatlakozik a hűtőhöz, és a gyűjtőlombikot buborékcsapdával szerelték fel az ammóniaveszteség elkerülésére.

Az e meghatározáshoz jóváhagyott készülékfajtát, az összes szerkezeti jellemző feltüntetésével az 5. ábra tartalmazza.

5.2. 10, 20, 25, 50, 100 és 200 ml-es pipetták

5.3. 500 ml-es mérőlombik

5.4. Körkörös rázógép (percenként 35-40 fordulattal)

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Lásd 2.1. módszer: „Az ammónianitrogén meghatározása”.

7.2. *Az oldat elemzése*

Az oldat alikvot részében jelen lévő nitrát-nitrogén mennyisége nem haladhatja meg az 1. táblázatban megadott maximális értéket megjelölt legnagyobb mennyiséget.

A kiválasztott változatnak megfelelően vigyük a gyűjtőlombikba a meghatározott koncentrációjú kénsav 1. táblázat szerinti, pontosan kimért mennyiségét. Adjuk hozzá a kiválasztott indikátor (4.10.1., 4.10.2.) megfelelő mennyiségét, végül annyi vizet, hogy a térfogat 50 ml legyen. A hűtő végéhez toldott üvegcsőnek a folyadékfelszín alatt kell lennie. A buborékcsapdát töltsük fel desztillált vízzel.

A 2.1. módszer 1. táblázata szerint hiteles pipettával vegyünk ki 1 alikvot részt. Helyezzük a desztillálólombikba.

Öntsünk megfelelő mennyiségű vizet a desztillálólombikba úgy, hogy a térfogat 250–300 ml legyen, és adjunk hozzá 5 ml etanolt (4.11.) és 4 g Devarda-ötvözetet (4.8.). (Lásd 2. megjegyzés.)

Ügyelve az ammóniaveszteség elkerülésére, öntsünk a lombikba körülbelül 30 ml 30 %-os nátrium-hidroxid oldatot (4.9.) és végül – savban oldható minta esetében – olyan további mennyiséget, amely elegendő az elemzéshez kivett alikvot részben jelen lévő sósav (4.1.) semlegesítéséhez. Csatlakoztassuk a desztillálólombikot a készülékhez, ügyelve a csatlakozások tömítettségére. Óvatosan rázzuk meg a lombikot, hogy a tartalmát összekeverjük.

Óvatosan melegítsük, hogy a hidrogénfejlődés kb. fél óra alatt észrevehetően csökkenjen, és a folyadék forrásba jöjjön. Folytassuk a desztillációt, a hőt úgy növelve, hogy kb. 30 perc alatt legalább 200 ml desztilláljon át (ne növeljük a desztillációs időt 45 percen túl).

Amikor a desztilláció befejeződött, vegyük le a gyűjtőlombikot, óvatosan öblítsük le az üvegcső toldást és a buborékcsapdát, és a gyűjtőlombik tartalmát öntsük át titráló lombikba. Titráljuk a savfelesleget a 2.1. módszer szerinti eljárással.

2. megjegyzés

Kalcium sók, mint kalcium-nitrát és kalcium-ammónium-nitrát jelenlétében a desztilláció előtt az alikvot részben levő minta minden grammjára, 0,700 g dinátrium-hidrogén-foszfátot ($Na_2HPO_4.2H_2O$) kell adni a $Ca(OH)_2$ képződés megakadályozására.

7.3. *Vakpróba*

Végezzünk vakpróbát (a minta elhagyásával) hasonló feltételek mellett és azt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

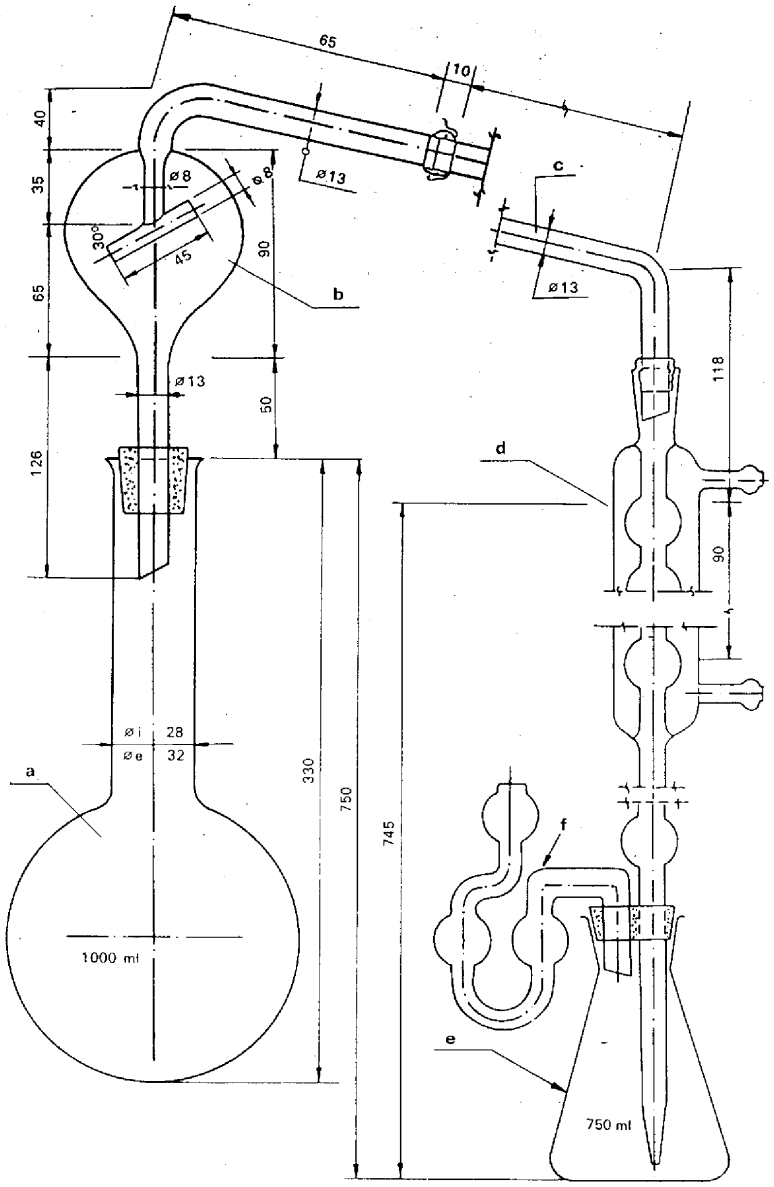
7.4. *Kontrollvizsgálat*

Az elemzés elvégzése előtt nátrium-nitrát frissen készült, a kiválasztott változattól függően 0,050-0,150 g nitrátkötésű nitrogént tartalmazó oldatával ellenőrizzük, hogy a berendezés jól működik, és a módszert helyesen alkalmazzuk.

▼B

8. **Az eredmények kifejezése**

Lásd 2.2.1. módszer.



5. ábra

Magyarázat az 5. ábrához

a) 750 ml-s (1 000 ml-s) hosszúnyakú gömblombik, kónikus nyakkal.

b) Desztillációs feltét cseppfogóval, és kivezetésénél 18-as gömbcsiszolattal.

c) Könyökcső a bevezetésnél 18-as gömbcsiszolattal, kónikus csepegtető véggel (a gömbcsukló helyett megfelelő gumicsatlakozó is használható).

d) Hatgolyós golyóshűtő, üvegcső toldással, amely átvezet egy gőzcsapdával felszerelt gumidugón.

e) 750 ml-es gyűjtőlombik a desztillátum gyűjtésére.

f) Buborékcsapda az ammóniaveszteség megelőzésére

A berendezés boroszilikát üvegből készül.

▼B

2.3. módszer

Az összes nitrogéntartalom meghatározása

2.3.1. módszer

Az összes nitrogéntartalom meghatározása nitrátmentes kalcium-ciánamidban

1. **Cél**

Ez a módszer a nitrátmentes kalcium-ciánamid összes nitrogéntartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Kizárólag (nitrátmentes) kalcium-ciánamidhoz.

3. **A módszer elve**

A Kjeldahl-roncsolást követően az ammóniakötésben levő nitrogént nátrium-hidroxiddal felszabadítjuk, és ismert térfogatú, meghatározott koncentrációjú kénsavoldatban nyeletjük el.

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt víz, szén-dioxidtól és nitrogén vegyületektől mentes.

4.1. Hígított kénsav (d_{20} = 1,54 g/ml): egy térfogatrész kénsav (d_{20} = 1,84 g/ml) plusz egy térfogatrész víz.

4.2. Kálium-szulfát analitikai célra

4.3. Réz-oxid (CuO): 0,3–0,4 g minden becsléshez vagy réz-szulfát pentahidrát ($CuSO_4$. $5H_2O$ egyenértékű mennyisége, 0,95–1,25 g minden becsléshez

4.4. Nátrium-hidroxid oldat, körülbelül 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammóniamentes

▼M4

4.5.	Kénsav: 0,05 mol/l	az a. változathoz (lásd 2.1. módszert).
4.6.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,1 mol/l	
4.7.	Kénsav: 0,1 mol/l	a b. változathoz (lásd a 2.1. módszerhez fűzött 2. megjegyzést).
4.8.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,2 mol/l	
4.9.	Kénsav: 0,25 mol/l	a c. változathoz (lásd a 2.1. módszerhez fűzött 2. megjegyzést).
4.10.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,5 mol/l	

▼B

4.11. *Indikátoroldatok*

4.11.1. Keverékindikátor

A. oldat: Oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid oldatban és töltsük fel 1 literre vízzel.

B. oldat: Oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A. oldatot két térfogatrész B. oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semleges oldatban szürke, lúgos oldatban pedig zöld színű. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk.

▼B

4.11.2. Metilvörös indikátor

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban és töltsük fel 100 ml-re vízzel. Szükség esetén szűrjük le. Ez az indikátor (4–5 csepp) az előző helyett is használható.

4.12. Horzsakő forráskönnyítő granulátum, sósavban mosott, izzított

4.13. Kálium-tiocianát analitikai célra

5. **Készülék**

5.1. Desztillálókészülék, lásd 2.1. módszer: „Az ammónianitrogén meghatározása”.

5.2. Megfelelő űrtartalmú, hosszú nyakú Kjeldahl-lombik

5.3. 50, 100 és 200 ml-es pipetták

5.4. 250 ml-es mérőlombik

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Mérjünk be 0,001 g pontossággal 1 g mintát Kjeldahl-lombikba. Adjunk hozzá 50 ml hígított kénsavat (4.1.), 10 és 15 g közötti mennyiségű kálium-szulfátot (4.2.) és az előírt katalizátort (4.3.). Melegítsük lassan a víz elpárologtatása céljából, majd 2 órán át forraljuk óvatosan, hagyjuk lehűlni, és hígítsuk 100–150 ml vízzel. Hűtsük le újra, vigyük a szuszpenziót veszteség nélkül 250 ml-es lombikba, töltsük fel a jelig vízzel, rázzuk össze, és száraz szűrőn szűrjük száraz lombikba.

7.2. *Az oldat elemzése*

Pipettával vigyünk át az így kapott oldatból 50, 100 vagy 200 ml mennyiséget a választott variációnak megfelelően (lásd 2.1. módszer), és desztilláljuk ki az ammóniát a 2.1. módszer szerint, megfelelő mennyiségű NaOH oldatot (4.4.) hozzáadva a jelentős felesleg biztosítása érdekében.

7.3. *Vakpróba*

Végezzünk vakpróbát (a minta elhagyásával) ugyanilyen feltételek mellett és ezt vegyük alapul a végeredmény kiszámításakor.

7.4. *Kontrollvizsgálat*

Az elemzés elvégzése előtt ellenőrizzük, hogy a berendezés megfelelően működik-e és helyesen alkalmazzuk a módszert, kálium-tiocianát mérőoldat (4.13.) alikvot részének a felhasználásával, megközelítve a mintában lévő nitrogénkoncentrációját.

8. **Az eredmények kifejezése**

Fejezzük ki az elemzés eredményét az elemzésre kapott műtrágya nitrogén (N) tartalmának százalékában.

a. változat: N % = (50–A) × 0,7

b. változat: N % = (50–A) × 0,7

c. változat: N % = (35–A) × 0,875

2.3.2 módszer

Az összes nitrogén meghatározása nitráttartalmú kalcium-ciánamidban

1. **Cél**

Ez a módszer a kalcium-ciánamid összes nitrogéntartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

▼B

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer nitráttartalmú kalcium-ciánamidra vonatkozik.

3. **A módszer elve**

A Kjeldahl-módszer közvetlenül nem alkalmazható nitráttartalmú kalcium-ciánamidokra. Ezért a nitrát-nitrogént fémvassal és ón(II)-kloriddal ammóniává redukáljuk a Kjeldahl-roncsolás előtt.

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt víz, amely szén-dioxidtól és nitrogéntartalmú vegyülettől mentes.

4.1. Kénsav (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. Hidrogénben redukált vaspor

4.3. Kálium-szulfát, finoman porított, analitikai célra

▼M4

4.4.	Kénsav: 0,05 mol/l	az a. változathoz (lásd a 2.1. módszert).
4.5.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,1 mol/l	
4.6.	Kénsav: 0,1 mol/l	a b. változathoz (lásd a 2.1. módszerhez fűzött 2. megjegyzést).
4.7.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,2 mol/l	
4.8.	Kénsav: 0,25 mol/l	a c. változathoz (lásd a 2.1. módszerhez fűzött 2. megjegyzést).
4.9.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,5 mol/l	

▼B

4.10. *Indikátoroldatok*

4.10.1. Keverékindikátor

A. oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid oldatban és töltsük fel 1 literre vízzel.

B. oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A. oldatot két térfogatrész B. oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semleges oldatban szürke, lúgos oldatban pedig zöld színű. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk.

4.10.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban, töltsük fel 100 ml-re vízzel és szükség esetén szűrjük le. Ez az indikátor (4–5 csepp) az előző helyett is használható.

4.11. *Ón(II)-klorid oldat*

Oldjunk fel 120 g $SnCl_2$ $2H_2O$-t 400 ml tömény sósavban (d_{20} = 1,18 g/ml) és töltsük fel 1 literre vízzel. Az oldatnak tökéletesen tisztának kell lennie és közvetlenül felhasználás előtt kell elkészíteni. Elengedhetetlen ellenőrizni az ón(II)-klorid redukáló kapacitását.

Megjegyzés

Oldjunk fel 0,5 g $SnCl_2$ $2H_2O$-t 2 ml tömény sósavban (d_{20} = 1,18 g/ml) és töltsük fel az 50 ml-es jelig vízzel. Utána adjunk hozzá 5 g Rochelle-sót (kálium-nátrium-tartarát) és annyi analitikai tisztaságú nátrium-bikarbonátból készült oldatot ahhoz, hogy az oldat lakmusz papírral lúgos kémhatást mutasson.

▼M5

Titráljuk 0,05 mol/l jódoldattal (I_2) keményítőoldat mint indikátor jelenlétében.

1 ml 0,05 mol/l jódoldat (I_2) 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$-nak felel meg.

▼M5

Az így elkészített oldatban jelen lévő összes ón legalább 80 %-a kétértékű kell, hogy legyen. A titráláshoz legalább 35 ml 0,05 mol/l jódoldatot (I_2) kell használni.

▼B

4.12. Körülbelül 30 % NaOH-t (d_{20} = 1,33 g/ml) tartalmazó nátrium-hidroxid oldat, ammóniamentes

4.13. *Nitrát-ammónia mérőoldat*

Mérjünk ki 2,5 g analitikai tisztaságú kálium-nitrátot és 10,16 g analitikai tisztaságú ammónium-szulfátot, majd helyezzük azokat 250 ml-es mérőlombikba. Oldjuk fel vízzel és töltsük fel 250 ml-re. Ezen oldat 1 ml-e 0,01 g nitrogént tartalmaz.

4.14. Horzsakő forráskönnyítő granulátum, sósavban mosott és izzított

5. **Készülék**

Lásd 2.3.1. módszer.

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Mérjünk le 0,001 g pontossággal 1 g mintát és tegyük a Kjeldahl-lombikba. Adjunk hozzá 0,5 g vasport (4.2.) és 50 ml ón(II)-klorid oldatot (4.11.), keverjük meg és hagyjuk állni fél órán át. Állás közben keverjük meg 10, illetve 20 perc múlva. Azután adjunk hozzá 10 g kálium-szulfátot (4.3.) és 30 ml kénsavat (4.1.). Forraljuk fel és folytassuk a forralást a fehér füst megjelenését követően 1 órán át. Hagyjuk hűlni és hígítsuk 100 és 150 ml közötti térfogatú vízzel. Vigyük át a szuszpenziót veszteség nélkül 250 ml-es mérőlombikba, hűtsük le és töltsük fel a jelig vízzel, keverjük meg és száraz szűrőn szűrjük le száraz gyűjtőedénybe. Ahelyett, hogy leszívatnánk a szuszpenziót a 2.1. módszer során használt a., b. vagy c. változat alkalmazása céljából, az ebben az oldatban lévő ammónianitrogén közvetlenül is desztillálható, miután megfelelő mennyiségű nátrium-hidroxidot adtunk hozzá a jelentős felesleg biztosítása érdekében (4.12.)

7.2. *Az oldat elemzése*

A 2.1. módszerben használt a., b. vagy c. változat szerint pipettával vigyünk át az így kapott oldatból 50, 100 vagy 200 ml-t. Desztilláljuk az ammóniát a 2.1. módszerben leírt folyamat szerint, ügyelve arra, hogy a nagy felesleg biztosításához elegendő nátrium-hidroxid oldatot (4.12.) adjunk a desztillálólombikba.

7.3. *Vakpróba*

Végezzünk vakpróbát (a minta elhagyásával) ugyanilyen feltételek mellett és ezt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításakor.

7.4. *Kontrollvizsgálat*

Az elemzés elvégzése előtt a nitrátos kalcium-ciánamidban található ciánamid-, illetve nitrát-nitrogén mennyiséggel összemérhető mennyiségű ammónia- és nitrát-nitrogén mennyiséget tartalmazó mérőoldattal ellenőrizzük, hogy a berendezés megfelelően működik, és helyesen alkalmazzuk a módszert.

E célból öntsünk 20 ml meghatározott koncentrációjú oldatot (4.13.) a Kjeldahl-lombikba.

Végezzük el az elemzést a 7.1. és a 7.2. pontban leírt módszer szerint.

8. **Az eredmények kifejezése**

Az elemzés eredményét az elemzésre kapott műtrágya összes nitrogén (N) tartalmának százalékában kell kifejezni.

a. változat: N % = (50–A) × 0,7

b. változat: N % = (50–A) × 0,7

c. változat: N % = (35–A) × 0,875

▼B

2.3.3. módszer

Az összes nitrogéntartalom meghatározása karbamidban

1. **Cél**

Ez a módszer a karbamid összes nitrogéntartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer kizárólag nitrátmentes karbamid-műtrágyákra alkalmazható.

3. **A módszer elve**

A karbamidot kénsav jelenlétében történő forralással veszteség nélkül ammóniává alakítjuk. Az így kapott ammóniát a meglúgosított oldatból kidesztilláljuk, a desztillátumot meghatározott koncentrációjú, ismert mennyiségű kénsavban fogjuk fel. A savfelesleget meghatározott koncentrációjú lúgoldattal visszatitráljuk.

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt víz, amely szén-dioxidtól és nitrogéntartalmú vegyületektől mentes.

4.1. Tömény kénsav (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. Nátrium-hidroxid oldat, körülbelül 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammóniamentes

▼M4

4.3.	Kénsav: 0,05 mol/l	az a. változathoz (lásd 2.1. módszert).
4.4.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,1 mol/l	
4.5.	Kénsav: 0,1 mol/l	a b. változathoz (lásd a 2.1. módszerhez fűzött 2. megjegyzést).
4.6.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,2 mol/l	
4.7.	Kénsav: 0,25 mol/l	a c. változathoz (lásd a 2.1. módszerhez fűzött 2. megjegyzést).
4.8.	Nátrium- vagy kálium-hidroxid-oldat, karbonátmentes: 0,5 mol/l	

▼B

4.9. *Indikátoroldatok*

4.9.1. Keverékindikátor

A. oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid oldatban és töltsük fel 1 literre vízzel.

B. oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A. oldatot két térfogatrész B. oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semleges oldatban szürke, lúgos oldatban pedig zöld színű. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk.

4.9.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban és töltsük fel 100 ml-re vízzel. Szükség esetén szűrjük le. Ez az indikátor (4–5 csepp) is használható az előző helyett.

4.10. Horzsakő forráskönnyítő granulátum, sósavban mosott, izzított

4.11. Karbamid, analitikai célra

5. **Készülék**

5.1. Desztillációs berendezés, lásd 2.1. módszer: „Az ammónianitrogén meghatározása”.

▼B

5.2. 500 ml-es mérőlombik.

5.3. 25, 50 és 100 ml-es pipetták.

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Oldatkészítés*

Mérjünk le 0,001 g pontossággal 2,5 g-ot az előkészített mintából, helyezzük 300 ml-es Kjeldahl-lombikba és nedvesítsük meg 20 ml vízzel. Keverjünk bele 20 ml tömény kénsavat (4.1.) és adjunk hozzá néhány szem üveggyöngyöt a hirtelen forrás megelőzésére. A kifröcsögés megelőzése érdekében helyezzünk hosszú szárú üvegtölcsért a lombik nyakába. Kezdetben lassan melegítsük, majd fokozzuk a hőt mindaddig, míg fehér füst nem figyelhető meg (30–40 perc).

Hűtsük le és hígítsuk 100–150 ml vízzel. Vigyük át veszteség nélkül 500 ml-es mérőlombikba, az üledékeket is átöntve. Hagyjuk lehűlni szobahőmérsékletre. Töltsük fel a jelig vízzel, keverjük össze és szükség esetén száraz szűrőn szűrjük le száraz gyűjtőlombikba.

7.2. *Az oldat elemzése*

Az így kapott oldatból hiteles pipettával vigyünk át 25, 50 vagy 100 ml mennyiséget a desztillálólombikba, a választott változat szerint (lásd 2.1. módszer). Desztilláljuk ki az ammóniát a 2.1. módszer szerint, megfelelő mennyiségű NaOH-t (d_{20} = 1,33 g/ml) (4.2.) adva a desztillálólombikba, a megfelelő felesleg biztosítása érdekében.

7.3. *Vakpróba*

Ugyanilyen feltételek mellett végezzünk vakpróbát (a mintát elhagyva) és ezt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

7.4. *Kontrollvizsgálat*

Az elemzés elvégzése előtt frissen készített karbamidoldat (4.11.) alikvot részével ellenőrizzük, hogy a berendezés megfelelően működik, és helyesen alkalmazzuk a módszert.

8. **Az eredmények kifejezése**

Fejezzük ki az eredményt az elemzésre kapott műtrágya nitrogén (N) tartalmának százalékában.

a. változat: N % = (50–A) × 1,12

b. változat: N % = (50–A) × 1,12

c. változat: N % = (35–A) × 1,40

2.4. módszer

Ciánamid-nitrogén meghatározása

1. **Cél**

Ez a módszer a ciánamid-nitrogén meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Kalcium-ciánamid és kalcium-ciánamid/nitrát keverékek.

3. **A módszer elve**

A ciánamid-nitrogént ezüstkomplexként lecsapjuk és a csapadékból a Kjeldahl-módszerrel becsüljük.

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt víz, amely szén-dioxidtól és nitrogéntartalmú vegyületektől mentes.

4.1. Vízmentes ecetsav (jégecet)

▼B

4.2. 10 tömegszázalék ammóniagázt tartalmazó ammóniaoldat (d_{20} = 0,96 g/ml)

4.3. *Tollens-féle ammónia-ezüst oldat*

Elegyítsünk 500 ml 10 %-os ezüst-nitrátot ($AgNO_3$) vízben 500 ml 10 %-os ammóniával (4.2.).

Fény, hő és levegő hatásának feleslegesen ne tegyük ki! Az oldat rendszerint évekig eláll. Amíg az oldat átlátszó marad, a reagens jó minőségű.

4.4. Tömény kénsav (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.5. Kálium-szulfát analitikai célra

4.6. Réz-oxid (CuO), 0,3–0,4 g minden becsléshez, vagy réz-szulfát-pentahidrát ($CuSO_4 . 5H_2O$) egyenértékű mennyisége 0,95–1,25 g minden becsléshez

4.7. Nátrium-hidroxid oldat, körülbelül 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammóniamentes

▼M4

4.8. Kénsav: 0,05 mol/l

▼B

4.9. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat: 0,1 mol/l

4.10. *Indikátoroldatok*

4.10.1. Keverékindikátor

A. oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid oldatban és töltsük fel 1 literre vízzel.

B. oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A. oldatot két térfogatrész B. oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semleges oldatban szürke, lúgos oldatban pedig zöld színű. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk.

4.10.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban, töltsük fel 100 ml-re vízzel. Szükség esetén szűrjük le. Ez az indikátor (4–5 csepp) az előző helyett is használható.

4.11. Horzsakő forráskönnyítő granulátum, sósavban mosott, izzított

4.12. Kálium-tiocianát analitikai célra

5. **Készülék**

5.1. Desztillációs berendezés, lásd 2.1. módszer: „Az ammónianitrogén meghatározása”.

5.2. 500 ml-es mérőlombik (pl. Stohmann-lombik)

5.3. Megfelelő űrtartalmú (300–500 ml), hosszú nyakú Kjeldahl-lombik

5.4. 50 ml-es pipetta

5.5. Körkörös rázógép (35–40 fordulat percenként)

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Biztonsági intézkedések*

Ammónia-ezüst oldat használatakor védőszemüveg viselése kötelező. Ha a folyadék felszínén vékony hártya képződik, rázkódás hatására robbanás következhet be, a legnagyobb óvatosság indokolt.

7.2. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Mérjünk ki 0,001 g pontossággal 2,5 g-ot a mintából, és helyezzük kis porcelán mozsárba. Dörzsöljük el a mintát háromszor vízzel, a vizet

▼B

minden dörzsölés után az 500 ml-re kalibrált Stohmann-lombikba (5.2.) töltve. Vigyük át veszteség nélkül a mintát az 500 ml-es Stohmann-mérőlombikba, belemosva a dörzsmozsarat, a dörzsölőt és a tölcsért is. Töltsük fel kb. a 400 ml-es jelig vízzel. Adjunk hozzá 15 ml ecetsavat (4.1.). Rázassuk a körkörös rázógéppel (5.5.) két órán át.

Töltsük fel az 500 ml-es jelig vízzel, keverjük össze és szűrjük le.

Az elemzést a lehető leggyorsabban kell elvégezni.

7.3. *Az oldat elemzése*

A szűrletből vigyünk át 50 ml-t egy 250 ml-es főzőpohárba.

Adjunk hozzá ammóniaoldatot (4.2.), amíg kissé lúgossá nem válik, és adjunk hozzá 30 ml meleg ammóniás ezüst-nitrátot (4.3.) a ciánamid sárga színű ezüstkomplexének leválasztása céljából.

Hagyjuk állni másnapig, szűrjük le és öblítsük ki a csapadékot hideg vízzel, míg teljesen ammóniamentes nem lesz.

A szűrőt és a csapadékot még nedvesen helyezzük Kjeldahl-lombikba, adjunk hozzá 10-16 g kálium-szulfátot (4.5.), az előírt mennyiségű katalizátort (4.6.), majd 50 ml vizet és 25 ml tömény kénsavat (4.4.). Melegítsük lassan a lombikot óvatos rázogatás mellett, amíg az elegy forrni kezd. Növeljük a hőt és addig forraljuk, amíg a lombiktartalom színtelen vagy világoszöld nem lesz.

Folytassuk a forralást 1 órán át, majd hagyjuk lehűlni.

Vigyük át a folyadékot veszteség nélkül a Kjeldahl-lombikból a desztillálólombikba, adjunk hozzá egy kevés forráskönnyítő horzsakő granulátumot (4.11) és töltsük fel vízzel körülbelül 350 ml-re. Keverjük össze és hűtsük le.

Desztilláljuk ki az ammóniát a 2.1. módszer a. változata szerint úgy, hogy elegendő mennyiségű NaOH oldatot (4.7.) adunk hozzá, jelentős felesleg biztosítása érdekében.

7.4. *Vakpróba*

Végezzünk vakpróbát (a minta elhagyásával) ugyanilyen feltételek mellett és ezt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

7.5. *Kontrollvizsgálat*

Az elemzés elvégzése előtt 0,05 g nitrogénnek megfelelő kálium-tiocianát mérőoldat (4.12.) vett alikvot részével ellenőrizzük, hogy a berendezés megfelelően működik, és helyesen alkalmazzuk a módszert.

8. **Az eredmények kifejezése**

Fejezzük ki az eredményt az elemzésre kapott műtrágya nitrogén (N) tartalmának a százalékában.

$$\% \, N = (50 – A) \times 0,56$$

2.5. módszer

Karbamid biuret tartalmának spektrofotometriás meghatározása

1. **Cél**

Ez a módszer a karbamid biurettartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer kizárólag karbamidra alkalmazható.

3. **A módszer elve**

Lúgos közegben, kálium-nátrium-tartarát jelenlétében a biuret és a kétértékű réz ibolyaszínű réz(II)-komplexet képez. Az oldat optikai sűrűségét mérjük, kb. 546 nm (nanométer) hullámhosszon.

▼B

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt víz, amely szén-dioxidtól és ammóniától mentes. E víz minősége különösen fontos ebben a meghatározásban.

4.1. Metanol

▼M4

4.2. Kénsavoldat, körülbelül 0,05 mol/l

▼B

4.3. Nátrium-hidroxid oldat, körülbelül 0,1 mol/l

4.4. *Kálium-nátrium-tartarát lúgos oldata*

1 literes mérőlombikban oldjunk fel 40 g nátrium-hidroxidot 500 ml vízben és hagyjuk lehűlni. Adjunk hozzá 50 g kálium-nátrium-tartarátot ($NaKC_4H_4O_6.4H_2O$). Töltsük fel a jelig. Felhasználás előtt hagyjuk állni 24 órán át.

4.5. *Réz-szulfát oldat*

1 literes mérőlombikban oldjunk fel 15 g réz-szulfát-pentahidrátot ($CuSO_4.5H_2O$) 500 ml vízzel. Töltsük fel a jelig.

4.6. *Frissen készített biuret mérőoldat*

250 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 0,250 g tiszta biuretet ([1]) vízzel. Töltsük fel 250 ml-re. Ezen oldat 1 ml-e 0,001 g biuretet tartalmaz.

4.7. *Indikátoroldat*

100 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanollal és töltsük fel 100 ml-re vízzel. Az esetlegesen visszamaradó oldhatatlan anyagokat szűrjük le.

5. **Készülék**

5.1. Spektrométer vagy fotométer olyan érzékenységű és pontosságú szűrőkkel, amelyek lehetővé teszik 0,5 % T-nél kisebb mennyiség reprodukálását ([2]).

5.2. 100, 250 és 1 000 ml-es mérőlombik

5.3. 2, 5, 10, 20, 25 és 50 ml-es osztott pipetták vagy egy 25 ml-es, 0,05 ml beosztású büretta.

5.4. 250 ml-es főzőpohár

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *A kalibrációs görbe elkészítése*

Vigyük a biuret mérőoldat (4.6.) 0, 2, 5, 10, 20, 25 és 50 ml-es részleteit egy 7 db 100 ml mérőlombikból álló mérőlombik-sorozatba. ►M4 Töltsük fel ezeket körülbelül 50 ml-re vízzel, adjunk hozzá egy csepp indikátort (4.7.) és szükség esetén semlegesítsük 0,05 mol/l kénsavval (4.2.). ◄ Keverjünk az oldatokba 20 ml lúgos tartarátoldatot (4.4.), majd 20 ml réz-szulfát oldatot (4.5.).

Megjegyzés

Ezeket az oldatokat (4.4. és 4.5.) két pontos bürettával vagy még inkább pipettával kell beméri.

Töltsük fel a jelig desztillált vízzel, keverjük össze és hagyjuk állni 15 percig 30 (± 2) °C hőmérsékleten.

Referenciaként a „0” biuret mérőoldatot használva mérjük meg az egyes oldatok abszorbanciáját kb. 546 nm hullámhosszon, megfelelő vastagságú küvettában.

([1]) A biuret először ammóniás oldattal (10 %), majd acetonnal történő mosással tisztítható, vákuumban szárítva.

([2]) Lásd a függelék 9. pontját.

▼B

Vegyük fel a kalibrációs-görbét, ahol az abszorbanciaértékek legyenek az ordinátán, a megfelelő biuretmennyiségek pedig, milligrammban megadva, az abszcisszán.

7.2. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Mérjünk le 0,001 g pontossággal 10 g-ot az előkészített mintából; oldjuk fel kb. 150 ml vízzel egy 250 ml-es mérőlombikban és töltsük fel a jelig. Szükség esetén szűrjük le.

1 . megjegyzés

Amennyiben a vizsgálati minta 0,015 g-nál több ammónia-nitrogént tartalmaz, oldjuk fel 250 ml-es főzőpohárban 50 ml metanolban (4.1.). Párologtatással csökkentsük kb. 25 ml térfogatra. Vigyük át veszteség nélkül 250 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel. Szükség esetén száraz redős szűrőpapíron száraz edénybe szűrjük le.

2 . megjegyzés

Az opaleszcencia kiküszöbölése: ha kolloid részecskék vannak jelen, szűréskor nehézségek támadhatnak. Ilyen esetben a vizsgálati oldatot a következőképpen kell elkészíteni: oldjuk fel a mintát 150 ml vízben, adjunk hozzá 2 ml 1 mol/l-es sósavat, és szűrjük át az oldatot sima, dupla, nagyon finom szűrőpapíron 250 ml-es mérőlombikba. Mossuk a szűrőket vízzel, majd töltsük fel a lombikot. Folytassuk az eljárást a 7.3. „Meghatározás” pontban előírt eljárás szerint.

7.3. *Meghatározás*

▼M4

A feltételezett biuretkoncentrációnak megfelelően pipettázzunk ki a 7.2. pontban említett oldatból 25 vagy 50 ml-t, és helyezzük ezt a mennyiséget 100 ml-es mérőlombikba, és ha szükséges, semlegesítsük 0,05 mol/l vagy 0,1 mol/l reagenssel (4.2. vagy 4.3.), metilvörös indikátort alkalmazva, és ugyanolyan pontossággal, mint ahogy a kalibrációs görbe felvételénél eljártunk, adjunk hozzá 20 ml-t a káliumnátrium-tartarát (4.4.) lúgos oldatából és ugyancsak 20 ml-t a rézoldatból (4.5.). Töltsük a jelig, alaposan keverjük össze, és hagyjuk állni 15 percig 30 (±2) °C hőmérsékleten.

▼B

Ezután végezzük el a fotometriás méréseket, és számítsuk ki a karbamid biurettartalmát.

8. **Az eredmények kifejezése**

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

ahol

„C” a biuret kalibrációs grafikonról milligrammban leolvasott tömege,

„V” az alikvot rész térfogata:

9. **Függelék**

Ha „Jo” a monokromatikus fénysugarak intenzitása (a mérési hullámhosszon) a fényáteresztő közegbe belépéskor, „J” pedig a kilépéskor, akkor:

— a transzmisszió faktora: $T = \frac{J}{Jo}$

— opacitás: $O = \frac{Jo}{J}$

— optikai sűrűség: $E = \log O$

— optikai sűrűség az optikai úthosszra vonatkoztatva $k = \frac{E}{s}$

— a specifikus optikai sűrűségi koefficiens: $K = \frac{E}{C \times S}$

ahol

s = rétegvastagság, centiméterben

▼B

c = koncentráció, mg/l-ben

k = az anyagra jellemző tényező a Lambert-Beer törvény szerint.

2.6. módszerek

Különböző nitrogénformák meghatározása azonos mintában

2.6.1. módszer

Különböző nitrogénformák meghatározása a nitrogént nitrát-, ammónia-, karbamid- és ciánamid-nitrogén formájában tartalmazó műtrágyából vett azonos mintában

1. **Cél**

Ez a módszer a nitrogén bármely formájának bármely egyéb forma jelenlétében történő meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Az I. mellékletben előírt valamennyi, a nitrogént különböző formákban tartalmazó műtrágya.

3. **A módszer elve**

3.1. *Összes oldható és oldhatatlan nitrogén*

A standard műtrágyák jegyzéke (I. melléklet) szerint ezt a meghatározást kalcium-ciánamidot tartalmazó termékekre kell alkalmazni.

3.1.1. Nitrátok hiányában a vizsgálati mintát közvetlen Kjeldahl-módszerrel kell elroncsolni.

3.1.2. Nitrátok jelenlétében a vizsgálati mintát fémvassal és ón(II)-kloriddal végzett redukciót követően Kjeldahl-módszerrel kell elroncsolni.

Az ammóniát mindkét esetben a 2.1. módszer szerint határozzuk meg.

Megjegyzés

Amennyiben az elemzés 0,5 %-nál magasabb oldhatatlan nitrogéntartalmat mutat, arra következtethetünk, hogy a műtrágya tartalmazza az oldhatatlan nitrogénnek egyéb olyan formáit is, amelyek nem szerepelnek az I. mellékletben található jegyzékben.

3.2. *Oldható nitrogénformák*

A következőket ugyanabból a vizsgálati oldatból vett, különböző alikvot részekből határozzuk meg:

3.2.1. összes oldható nitrogén:

3.2.1.1. nitrát hiányában, közvetlen Kjeldahl-roncsolással,

3.2.1.2. nitrát jelenlétében, az oldat Ulsch szerinti redukcióját követően kivett alikvot részének Kjeldahl szerinti roncsolásával; az ammónia meghatározása mindkét esetben a 2.1. módszer szerint történik;

3.2.2. összes oldható nitrogén, a nitrát-nitrogén kivételével, Kjeldahl-roncsolással a nitrát-nitrogén savas közegben vas-szulfáttal történt kivonása után, ahol az ammónia meghatározása a 2.1. módszer szerint történik;

3.2.3. nitrát-nitrogén, különbség szerint:

3.2.3.1. kalcium-ciánamid hiányában a 3.2.1.2. és a 3.2.2. közötti különbség vagy az összes oldható nitrogén (3.2.1.2.), valamint az ammónianitrogén és a karbamidkötésű szerves nitrogén összege (3.2.4.+3.2.5.) közötti különbség alapján,

3.2.3.2. kalcium-ciánamid jelenlétében, a 3.2.1.2. és a 3.2.2. közötti különbség vagy a 3.2.1.2. és a 3.2.4.+3.2.5.+3.2.6. összege közötti különbség alapján;

3.2.4. ammónia-nitrogén:

3.2.4.1. kizárólag ammónia-nitrogén, illetve ammónia- + nitrát-nitrogén jelenlétében az 1. módszer alkalmazásával,

▼B

3.2.4.2. karbamid-nitrogén, és/vagy ciánamid-nitrogén jelenlétében hideg desztillálással, enyhe lúgosítást követően, az ammóniát ismert koncentrációjú kénsavban elnyeletve és a 2.1. módszer szerint meghatározva;

3.2.5. karbamid-nitrogén:

3.2.5.1. ureáz segítségével ammóniává alakítva, amelyet ismert koncentrációjú sósavval titrálunk meg,

vagy

3.2.5.2. gravimetriás módszerrel xanthidrollal: az együtt leváló biuretet nagyobb hiba nélkül karbamidként számolhatjuk, mivel a biurettartalom ezekben az összetett műtrágyákban abszolút értékben alacsony,

vagy

3.2.5.3. különbség szerint, a következő táblázatnak megfelelően:

Eset	Nitrát-nitrogén	Ammónianit-rogén	Ciánamid-nitrogén	Különbség számítása
1	nincs	van	van	(3.2.1.1.) – (3.2.4.2. + 3.2.6.)
2	van	van	van	(3.2.2.) – (3.2.4.2. + 3.2.6.)
3	nincs	van	nincs	(3.2.1.1.) – (3.2.4.2.)
4	van	van	nincs	(3.2.2.) – (3.2.4.2.)

3.2.6. ciánamid-nitrogén, ezüstvegyületként történő lecsapását követően a csapadékból Kjeldahl-módszerrel történő becsülése.

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt víz.

4.1. Kálium-szulfát, analitikai célra

4.2. Hidrogénnel redukált vaspor (a vas előírt mennyiségének képesnek kell lennie legalább 50 mg nitrát-nitrogén redukálására)

4.3. Kálium- tiocianát, analitikai célra

4.4. Kálium- nitrát, analitikai célra

4.5. Ammónium-szulfát, analitikai célra

4.6. Karbamid, analitikai célra

4.7. 1:1 térfogatarányban hígított kénsav: egy térfogatrész kénsav (d_{20} = 1,84 g/ml) egy térfogatrész vízben

▼M4

4.8. Standard koncentrációjú kénsavoldat: 0,1 mol/l.

▼B

4.9. Tömény nátrium-hidroxid oldat. Vizes oldat, körülbelül 30 %-os (m/v) NaOH, ammóniamentes.

4.10. Meghatározott koncentrációjú nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat: 0,2 mol/l, karbonátmentes.

4.11. *Ón(II)-klorid oldat*

Oldjunk fel 120 g $SnCl_2$ $2H_2O$-t 400 ml tömény sósavban (d_{20} = 1,18 g/ml) és töltsük fel 1 literre vízzel. Az oldatnak tökéletesen tisztának kell lennie, és közvetlenül a felhasználás előtt kell elkészíteni.

Megjegyzés

Elengedhetetlen az ón(II)-klorid redukálóképességét ellenőrizni: oldjunk fel 0,5 g $SnCl_2$ $2H_2O$-t 2 ml tömény sósavban (d_{20} = 1,18 g/ml) és töltsük fel 50 ml-re vízzel. Utána adjunk hozzá 5 g Rochelle-sót (kálium-nátrium-tartarát), majd annyi szódabikarbónát, hogy az oldat lakmuszpapírral lúgos kémhatást mutasson.

▼M5

Titráljuk 0,05 mol/l jódoldattal (I_2) keményítőoldat mint indikátor jelenlétében.

1 ml 0,05 mol/l jódoldat (I_2) 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$-nak felel meg.

Az így elkészített oldatban jelen lévő összes ón legalább 80 %-a kétértékű kell, hogy legyen. A titráláshoz legalább 35 ml 0,05 mol/l jódoldatot kell használni.

▼B

4.12. Kénsav (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.13. Hígított sósav: egy térfogatrész sósav (d_{20} = 1,18 g/ml) és egy térfogatrész víz

4.14. Ecetsav: 96–100 %-os

4.15. Körülbelül 30 % (m/v) H_2SO_4-t tartalmazó kénsavoldat

4.16. Vas-szulfát: kristályos, $FeSO_4.7H_2O$

▼M4

4.17. Standard koncentrációjú kénsav mérőoldat: 0,05 mol/l.

▼B

4.18. Oktil-alkohol

4.19. Kálium-karbonát telített oldata

4.20. Nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata: 0,1 mol/l (karbonátmentes)

4.21. Bárium-hidroxid telített oldata

4.22. Nátrium-karbonát oldat: 10 % (m/v).

4.23. Sósav: 2 mol/l

4.24. Meghatározott koncentrációjú sósavoldat: 0,1 mol/l

4.25. *Ureázoldat*

Szuszpendáljunk 0,5 g aktív ureázt 100 ml desztillált vízzel. 0,1 mol/l-es sósavval (4.24.), pH-mérővel állítsuk be a pH-értéket 5,4-re.

4.26. *Xanthidrol*

5 %-os etanolos vagy metanolos (4.31.) oldat (ne használjunk olyan terméket, amelyben sok az oldhatatlan rész). Az oldatot jól zárható edényben fénytől védve 3 hónapig el lehet tartani.

4.27. Réz-oxid (CuO): 0,3–0,4 g becslésenként, vagy 0,95–1,25 g rézszulfát-pentahidrát ekvivalens mennyisége ($CuSO_4 . 5H_2O$) becslésenként.

4.28. Horzsakő forráskönnyítő granulátum, sósavban mosott, izzított

4.29. *Indikátoroldatok*

4.29.1. A. oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid oldatban és töltsük fel 1 literre vízzel.

B. oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A. oldatot két térfogatrész B. oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semleges oldatban szürke, lúgos oldatban pedig zöld színű. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk.

4.29.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban, töltsük fel 100 ml-re vízzel és szükség esetén szűrjük meg. Ez az indikátor (4–5 csepp) az előző helyett is használható.

4.30. *Indikátorpapírok*

Lakmusz, brómtimolkék (vagy pH 6 és 8 közötti változásra érzékeny papírok)

4.31. Etanol vagy metanol: 95 %-os oldat

▼B

5. **Készülék**

5.1. *Desztillálókészülék*

Lásd 2.1. módszer.

5.2. *Az ammónianitrogén 7.2.5.3. analitikai módszerrel történő becslésére szolgáló készülék (lásd 6. ábra)*

A készülék speciálisan kiképzett, gömbölyű üveg fejrésszel ellátott szedőből áll, amelynek egy oldalkivezető nyaka is van, a fejen keresztül egy cseppfogóval ellátott cső nyúlik ki, valamint egy merőlegesen hajlított cső a levegő bevezetésére. A csöveket egyszerű gumi csatlakozással lehet a szedőhöz kapcsolni. Fontos, hogy a levegőt bevezető cső végének kiképzése megfelelő formájú legyen, mivel a gázbuborékoknak tökéletesen kell eloszolniuk a szedőben és a gázmosóban lévő oldatokban. A legjobb erre a kis, gombaalakú gázbevezető fej, amelynek átmérője 20 mm, és közben a kerületén 6 db 1 mm-es nyílása van.

5.3. *A karbamid-nitrogén-ureáz technikával történő becslésére szolgáló készülék (7.2.6.1.)*

Ez a készülék egy 300 ml-es Erlenmeyer-lombikból, egy csepegtetőtölcsérből és egy kis gázmosóból áll (lásd 7. ábra).

5.4. Körkörös rázógép (35–40 fordulat percenként)

5.5. pH-mérő

5.6. Állítható hőfokú szárítószekrény

5.7. *Üvegedények:*

2, 5, 10, 20, 25, 50 és 100 ml-es pipetták,

300 és 500 ml-es hosszú nyakú Kjeldahl-lombikok,

100, 250, 500 és 1 000 ml-es mérőlombikok,

zsugorított üvegszűrő tégelyek, 5–15 μ pórusátmérő

mozsarak.

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Elemzési módszer**

7.1. *Összes oldható és oldhatatlan nitrogén*

7.1.1. Nitrát hiányában

7.1.1.1. Roncsolás

Mérjünk be 0,001 g pontossággal olyan mennyiségű mintát, amely maximum 100 mg nitrogént tartalmaz. Vigyük a desztillálókészülék lombikjába (5.1.). Adjunk hozzá 10 és 15 g közötti mennyiségű kálium-szulfátot (4.1.), a katalizátort (4.27.) és pár szem forráskönnyítő granulátumot (4.28.). Ezután adjunk hozzá 50 ml hígított kénsavat (4.7.), és keverjük gondosan össze. Először óvatosan melegítsük, időnként rázogatva, amíg a habzás megszűnik. Utána úgy állítsuk be a melegítést, hogy az oldat egyenletesen forrjon, az oldat kitisztulása után még egy órát forraljuk, ügyelve arra, hogy a lombik nyakára vagy falára ne tapadjon fel szerves anyag. Hagyjuk lehűlni. Óvatosan hígítsuk meg 350 ml vízzel rázogatás közben. Biztosítsuk, hogy az oldódás a lehető legteljesebb legyen. Hagyjuk lehűlni, és csatlakoztassuk a lombikot a desztilláló készülékhez (5.1.).

7.1.1.2. Az ammónia desztillációja

►M4 Precíziós pipettával vigyünk a készülék gyűjtőedényébe 50 ml 0,1 mol/l-es kénsav mérőoldatot (4.8.). ◄ Adjuk hozzá az indikátort (4.29.1. vagy 4.29.2.). Ügyeljünk arra, hogy a hűtő vége legalább 1 centiméterrel az oldat felszíne alatt legyen.

Megtéve a szükséges óvintézkedéseket az ammóniaveszteség megelőzésére, óvatosan adjunk a desztillálólombikba annyi tömény nátrium-hidroxid oldatot (4.9.), hogy a folyadék erősen lúgos legyen. (Általában 120 ml elegendő; ellenőrizzük néhány csepp

▼B

fenolftaleinoldat adagolásával. A lombik tartalmának a desztilláció befejezésekor is határozottan lúgosnak kell lennie.) Szabályozzuk a lombik melegítését úgy, hogy 150 ml-t desztilláljon ki fél óra alatt. Vizsgáljuk meg indikátorpapírral (4.30.), hogy a desztilláció befejeződött-e. Ha még nem, akkor desztilláljunk át további 50 ml-t, és addig ismételjük a vizsgálatot, amíg a desztillátum újabb részlete már semleges kémhatást mutat az indikátorpapírral (4.30.). Utána engedjük le a szedőt, desztilláljunk még néhány ml-t, majd öblítsük le a hűtő végét. A savfelesleget addig titráljuk kálium- vagy nátrium-hidroxid meghatározott koncentrációjú 0,2 mol/l-es oldatával (4.10.) az indikátor színének megváltozásáig.

7.1.1.3. Vakpróba

Ugyanilyen feltételek mellett végezzünk vakpróbát (a minta kihagyásával) és ezt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

7.1.1.4. Az eredmények kifejezése

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

ahol

▼M4

a = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldata, ml-ben, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (5.1.) szedőjébe 50 ml 0,1 mol/l kénsav mérőoldatot (4.8.) pipettáztunk,

▼B

A = az elemzéshez használt 0,2 mol/l-es nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldatából fogyott mennyiség, ml-ben,

M = a vizsgálati minta tömege, grammban.

7.1.2. Nitrát jelenlétében

7.1.2.1. Vizsgálati minta

Mérjünk be 0,001 g pontossággal annyi mintát, amely 40 mg nitrát-nitrogénnél nem tartalmaz többet.

7.1.2.2. A nitrát redukciója

Elegyítsük a bemért mintát 50 ml vízzel egy kis mozsárban. Minimális mennyiségű desztillált vízzel mossuk át egy 500 ml-es Kjeldahl-lombikba. Adjunk hozzá 5 g redukált vasat (4.2.) és 50 ml ón-klorid oldatot (4.11.). Rázzuk össze, és hagyjuk állni fél óra hosszat. Állás közben 10, illetve 20 perc elteltével újra keverjük össze.

7.1.2.3. Kjeldahl-roncsolás

Adjunk hozzá 30 ml kénsavat (4.12.), 5 g kálium-szulfátot (4.1.), az előírt mennyiségű katalizátort (4.27.) és egy kevés horzsakőszemcsét (4.28.). Az enyhén ferdén befogott lombikot kíméletesen melegítsük. Lassan növeljük a hőt és gyakran rázzuk össze az oldatot, hogy a keverék szuszpenzióban maradjon: a folyadék elsötétül, majd kitisztul, sárgászöld vízmentes vas-szulfát szuszpenzió képződése közben. Ezután folytassuk a melegítést a tiszta oldat nyerése után egy órán át, az oldatot éppen a forráspontján tartva. Hagyjuk lehűlni. Óvatosan vegyük fel a lombik tartalmát egy kevés vízbe és apránként adjunk hozzá 100 ml vizet. Keverjük össze és öntsük át a lombik tartalmát egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel. Elegyítsük. Szűrjük száraz edénybe száraz szűrőn keresztül.

7.1.2.4. Az oldat elemzése

Pipettával vigyük a desztillálókészülék (5.1.) szedőjébe az oldat alikvot részét, amely legfeljebb 100 mg nitrogént tartalmaz. Hígítsuk 350 ml-re desztillált vízzel, adjunk hozzá pár horzsakőszemcsét (4.28.), csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez és folytassuk a becslést a 7.1.1.2. leírás szerint.

7.1.2.5. Vakpróba

Lásd 7.1.1.3.

▼B

7.1.2.6. Az eredmények kifejezése

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

ahol

▼M4

a = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldata ml-ben, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (5.1.) szedőjébe 50 ml 0,1 mol/l kénsav mérőoldatot (4.8.) adtunk,

▼B

A = az elemzéshez használt 0,2 mol/l-es nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldatából fogyott mennyiség, ml-ben,

M = a 7.1.2.4 szerint vett alikvot részben jelen lévő minta tömege, grammban.

7.2. *Oldható nitrogénvegyületek*

7.2.1. A vizsgálati oldat elkészítése

1 mg pontossággal mérjünk be 10 g mintát és tegyük 500 ml-es mérőlombikba.

7.2.1.1. Ciánamid-nitrogént nem tartalmazó műtrágya esetében

Adjunk a lombikba 50 ml vizet, majd 20 ml hígított sósavat (4.13.). Rázzuk össze és hagyjuk állni addig, amíg meg nem szűnik a szén-dioxid fejlődés. Utána adjunk hozzá 400 ml vizet és rázassuk körkörös rázógépen fél órán át (5.4.). Töltsük jelig vízzel, keverjük össze, és szűrjük száraz szűrőn át a szedőedénybe.

7.2.1.2. Ciánamid-nitrogént tartalmazó műtrágya esetében

Adjunk a lombikba 400 ml vizet és néhány csepp metilvöröst (4.29.2.). Szükség esetén savanyítsuk az oldatot ecetsavval (4.14.). Adjunk hozzá 15 ml ecetsavat (4.14.). Rázassuk a körkörös rázógépen (5.4.) 2 órán át. Szükség esetén savanyítsuk vissza az oldatot a művelet közben ecetsavval (4.14.). Töltsük fel a jelig vízzel, keverjük össze, száraz szűrőn azonnal szűrjük le száraz szedőedénybe és azonnal végezzük el a ciánamid-nitrogén becslését.

Mindkét esetben ugyanaznap végezzük az oldható nitrogénvegyületek becslését, amikor az oldat készült, a ciánamid-nitrogénnel és a karbamid-nitrogénnel kezdve, ha jelen van ilyen.

7.2.2. Összes oldható nitrogén

7.2.2.1. Nitrát hiányában

Pipettázzuk 300 ml-es Kjeldahl-lombikba a szűrlet (7.2.1.1. vagy 7.2.1.2.) legfeljebb 100 mg nitrogént tartalmazó alikvot részét. Adjunk hozzá 15 ml tömény kénsavat (4.12.), 0,4 g réz-oxidot vagy 1,25 g réz-szulfátot (4.27.) és néhány horzsakőszemcsét (4.28.). Először gyengén melegítsük a roncsolás megkezdésére, majd vigyük magasabb hőmérsékletre, és tartsuk ott, amíg az oldat színtelen vagy enyhén zöldes lesz és a fehér füstképződés jól láthatóvá válik. Lehűlés után veszteség nélkül vigyük az oldatot a desztillálólombikba, hígítsuk kb. 500 ml-re vízzel, és adjunk hozzá néhány horzsakőszemcsét (4.28.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez (5.1.), és folytassuk a meghatározást a 7.1.1.2. pont leírása szerint.

7.2.2.2. Nitrát jelenlétében

Hiteles pipettával vigyük 500 ml-es Erlemeyer-lombikba a 7.2.1.1. vagy 7.2.1.2. pont szerinti szűrlet legfeljebb 40 mg nitrátkötésű nitrogént tartalmazó alikvot mennyiségét. Az elemzésnek ebben a szakaszában a nitrogén összmennyisége nem fontos. Adjunk hozzá 10 ml 30 %-os kénsavat (4.15.), 5 g redukált vasport (4.2.) és azonnal fedjük le az Erlenmeyer-lombikot óraüveggel. Melegítsük kíméletesen, amíg a reakció állandóvá, de nem túl hevessé válik. Ekkor állítsuk le a melegítést, és hagyjuk a lombikot legalább három órán át szobahőmérsékleten állni. Veszteség nélkül mossuk át vízzel a lombik tartalmát egy 250 ml-es mérőlombikba, dekantálva (az oldhatatlan vasat visszahagyva a reakciólombikban), töltsük fel a jelig vízzel.

▼B

Gondosan keverjük össze vízzel, hiteles pipettával vigyünk át egy 300 ml-es Kjeldahl-lombikba az oldat legfeljebb 100 mg nitrogént tartalmazó alikvot részét. Adjunk hozzá 15 ml tömény kénsavat (4.12.), 0,4 g réz-oxidot vagy 1,25 g réz-szulfátot (4.27.) és néhány horzsakőgranulátumot (4.28.). Először gyengén melegítsük a roncsolás megkezdésére, majd vigyük magasabb hőmérsékletre, és tartsuk ott, amíg az oldat színtelen vagy enyhén zöldes lesz és a fehér füstképződés jól láthatóvá válik. Lehűlés után veszteség nélkül vigyük az oldatot a desztillálólombikba, hígítsuk kb. 500 ml-re vízzel, és adjunk hozzá néhány horzsakőszemcsét (4.28.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez (5.1.), és folytassuk a meghatározást a 7.1.1.2. pont leírása szerint.

7.2.2.3. Vakpróba

Lásd 7.1.1.3.

7.2.2.4. Az eredmények kifejezése

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

ahol

▼M4

a = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldata ml-ben, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (5.1.) szedőjébe 50 ml 0,1 mol/l kénsav mérőoldatot (4.8.) adtunk,

▼B

A = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml-ben, amely a minta elemzéséhez fogyott,

M = a 7.2.2.1. vagy 7.2.2.2. szerint vett alikvot részben jelen lévő minta tömege, grammban.

7.2.3. Összes oldható nitrogén, a nitrát-nitrogén kivételével

Hiteles pipettával vigyük a 7.2.1.1. vagy 7.2.1.2. pont szerinti szűrlet legfeljebb 50 mg meghatározandó nitrogént tartalmazó alikvot részét egy 300 ml-es Kjeldahl-lombikba. Hígítsuk 100 ml-re vízzel, adjunk hozzá 5 g vas-szulfátot (4.16.), 20 ml tömény kénsavat (4.1.) és néhány horzsakőszemcsét (4.28.) Először gyengén melegítsük, majd fokozzuk a hőt a fehér füst megjelenéséig. 15 percig folytassuk a roncsolást. Állítsuk le a melegítést, adjunk hozzá réz-oxid- (4.27.) katalizátort és tartsuk további 10-15 percen át azon a hőmérsékleten, ahol a fehér füstök fejlődése megkezdődött. Lehűlés után a Kjeldahl-lombik teljes tartalmát öntsük át a desztillálókészülék (5.1.) lombikjába. Hígítsuk vízzel kb. 500 ml-re, és adjunk hozzá néhány horzsakőszemcsét. Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez, és folytassuk le a meghatározást a 7.1.1.2. leírása szerint.

7.2.3.1. Vakpróba

Lásd 7.1.1.3.

7.2.3.2. Az eredmények kifejezése

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

ahol

▼M4

a = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldata ml-ben, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (5.1.) szedőjébe 50 ml 0,1 mol/l kénsav mérőoldatot (4.8.) adtunk,

▼B

A = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml-ben, amely a minta elemzéséhez fogyott,

M = a becsléshez vett alikvot részben jelen lévő minta tömege, grammban.

▼B

7.2.4. Nitrát-nitrogén

7.2.4.1. Kalcium-ciánamid hiányában

A 7.2.2.4. és a 7.2.3.2. pontban kapott eredmények különbségéből, és/vagy a 7.2.2.4. pontban kapott eredmény és a (7.2.5.2. vagy 7.2.5.5.) valamint a (7.2.6.3. vagy 7.2.6.5. vagy 7.2.6.6.) pontban kapott eredmények összege közötti különbségből nyerjük.

7.2.4.2. Kalcium-ciánamid jelenlétében

A 7.2.2.4. és a 7.2.3.2. pontban kapott eredmények különbségéből, illetve a 7.2.2.2.4. pontban kapott eredmény és a (7.2.5.5.), a (7.2.6.3. vagy 7.2.6.5. vagy 7.2.6.6.) és a (7.2.7.) pontban kapott eredmények összegének különbségből nyerjük.

7.2.5. Ammónia-nitrogén

7.2.5.1. Csak ammónia-nitrogén, illetve ammónia- és nitrát-nitrogén jelenlétében

Vigyük át a szűrletből (7.2.1.1.) a desztillálókészülék (5.1.) lombikjába egy hiteles pipettával egy legfeljebb 100 mg ammónianitrogént tartalmazó alikvot részt. Adjunk hozzá annyi vizet, hogy térfogata kb. 350 ml legyen, és néhány horzsakőszemcsét (4.28.) a forrás elősegítésére. Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez, adjunk hozzá 20 ml nátrium-hidroxid oldatot (4.9.) és desztilláljuk a 7.1.1.2. pont szerint.

7.2.5.2. Az eredmények kifejezése

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

ahol

▼M4

a = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldata ml-ben, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (5.1.) szedőjébe 50 ml 0,1 mol/l kénsav mérőoldatot (4.8.) adtunk,

▼B

A = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml-ben, amely a minta elemzéséhez fogyott,

M = a becsléshez vett alikvot részben jelen lévő minta tömege, grammban.

7.2.5.3. Karbamid- és/vagy ciánamid-nitrogén jelenlétében

►M4 Precíziós pipettával vigyük át a készülék száraz lombikjába (5.2.) a szűrlet (7.2.1.1. vagy 7.2.1.2.) legfeljebb 20 mg ammóniakötésű nitrogént tartalmazó alikvot részét. Állítsuk össze a készüléket. Pipettázzuk a 0,05 mol/l kénsav mérőoldat (4.17.) 50 ml-ét egy 300 ml-es Erlenmeyer-lombikba, és adjunk hozzá annyi desztillált vizet, hogy a folyadékszint kb. 5 cm-rel a bevezető cső nyílása fölött legyen. ◄ A reakcióedény oldalsó nyakán keresztül adjunk annyi desztillált vizet, hogy a térfogat 50 ml körül legyen. Keverjük össze. A levegőztetés alatti habzást elkerülése érdekében, adjunk hozzá pár csepp oktil-alkoholt (4.18.). Lúgosítsuk meg az oldatot 50 ml telített kálium-karbonát-oldattal (4.19.), és azonnal kezdjük meg a felszabadított ammónia kiűzését a hideg szuszpenzióból. Az ehhez szükséges erős levegőáramot (körülbelül 3 liter/perc áramlási sebesség) előzetesen híg kénsavval, illetve híg nátrium-hidroxiddal töltött gázmosó palackokon vezetjük át. Sűrített levegő alkalmazása helyett vákuumban (vízsugár szivattyúval) is dolgozhatunk, feltéve, hogy a bevezető cső kielégítően légzáró módon kapcsolódik az ammóniát felfogó gyűjtőedényhez. Az ammónia kiűzése általában három óra alatt fejeződik be. Erről azonban célszerű meggyőződni a gyűjtőedény kicserélésével. Amikor a műveletnek vége, válasszuk le a gyűjtőedényt a készülékről, öblítsük le a cső végét és a lombik oldalát kevés desztillált vízzel. Titráljuk a savfelesleget 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid ismert koncentrációjú oldatával (4.20.), amíg az indikátor (4.29.1.) színe szürkére változik.

▼B

7.2.5.4. Vakpróba

Lásd 7.1.1.3.

7.2.5.5. Az eredmények kifejezése

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

ahol

▼M4

a = 0,1 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldata ml-ben, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (5.2.) szedőjébe 50 ml 0,05 mol/l kénsav mérőoldatot (4.17.) adtunk,

▼B

A = 0,1 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml-ben, amely a minta vizsgálatára fogyott,

M = az elemzéshez vett alikvot részben jelen lévő minta tömege, grammban.

7.2.6. Karbamid-nitrogén

7.2.6.1. Ureáz módszer

Hiteles pipettával vigyük egy 500 ml-es mérőlombikba a szűrlet (7.2.1.1. vagy 7.2.1.2.) legfeljebb 250 mg karbamidnitrogént tartalmazó alikvot részét. A foszfátok lecsapására adjunk az oldathoz telített bárium-hidroxid-oldatot (4.21.), amíg már nem figyelhető meg csapadékleválás. Ezután távolítsuk el a báriumionokat (és az esetleg feloldódott kalciumionokat) 10 %-os nátrium-karbonát-oldat (4.22.) segítségével.

Hagyjuk leülepedni és ellenőrizzük, hogy a csapadékleválás teljesen végbement-e. Töltsük fel a jelig, keverjük össze és szűrjük meg redős szűrőpapíron. A szűrlet 50 ml-ét pipettázzuk a készülék (5.3.) 300 ml-es Erlenmeyer-lombikjába. Savanyítsuk meg a szűrletet 2 mol/l-es sósavval (4.23.), addig, amíg a pH-mérővel pH 3,0 értéket nem mérünk (5.5.). Utána 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxiddal (4.20.) növeljük a pH-értékét 5,4-re.

Az ureáz reakció alatti ammóniaveszteség megelőzése érdekében zárjuk le az Erlenmeyer-lombikot dugóval, amelybe egy csepegtető tölcsér, és egy 2 ml meghatározott koncentrációjú 0,1 mol/l sósavat tartalmazó buborékcsapda (4.24.) csatlakozik. Adagoljunk be a választótölcséren 20 ml ureázoldatot (4.25.) és hagyjuk állni 1 órán át 20–25 °C hőmérsékleten. Majd pipettázzunk 25 ml 0,1 mol/l-es sósav mérőoldatot (4.24.) a választótölcsérbe, hagyjuk belefolyni az oldatba, azután öblítsük ki egy kis vízzel. Ugyanígy, veszteség nélkül töltsük át a védő gyűjtőedény tartalmát az Erlenmeyer-lombikban lévő oldatba. A savfelesleget titráljuk 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid mérőoldattal (4.20.) pH mérővel mért 5,4 pH-érték eléréséig.

7.2.6.2. Vakpróba

Lásd 7.1.1.3.

7.2.6.3. Az eredmények kifejezése

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

ahol

a = 0,1 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldata, ml-ben, amely a vizsgálattal pontosan azonos körülmények között elvégzett vakpróba során fogyott,

A = 0,1 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldata, ml-ben, amely a minta vizsgálatára fogyott,

M = az elemzéshez vett alikvot részben jelen lévő minta tömege, grammban.

▼B

Megjegyzés

(1) A bárium-hidroxiddal és nátrium-karbonáttal végzett kicsapás után a lehető leggyorsabban végezzük a lombik jelig töltését, szűrését és semlegesítést.

(2) A titrálást indikátorral (4.29.2.) is el lehet végezni, de akkor nehezebb a végpont észlelése.

7.2.6.4. Xanthidrolos gravimetriás módszer

Hiteles pipettával vigyük át szűrlet (7.2.1.1. vagy 7.2.1.2.) legfeljebb 20 mg karbamidot tartalmazó alikvot részét egy 250 ml-es főzőpohárba. Adjunk hozzá 40 ml ecetsavat (4.14.). Keverjük 1 percig üvegbottal és hagyjuk állni 5 percig, hogy az összes csapadék leülepedjék. Lapos felületen szűrjük bele 100 ml-es főzőpohárba, mossuk néhány ml ecetsavval (4.14.), utána cseppenként adjunk a szűrlethez 10 ml xanthidrolt (4.26.), közben folyamatosan keverjük az üvegbottal. Hagyjuk állni, amíg a csapadék megjelenik, majd ebben a pillanatban keverjük megint egy vagy két percig. Hagyjuk állni másfél órán át. Enyhén tömörítve szűrjük át előzőleg kiszárított és lemért üveg szűrőtégelyen, öblítsük át háromszor 5 ml etanollal (4.31.) anélkül, hogy megpróbálnánk eltávolítani az összes ecetsavat. Tegyük a szárítószekrénybe és tartsuk egy órán át 130 °C hőmérsékleten (ne emeljük a hőmérsékletet 145 °C fölé). Exszikkátorban hagyjuk lehűlni, majd mérjük le

7.2.6.5. Az eredmények kifejezése

$$\% \text{ karbamid N} + \text{biuret} = \frac{6,67 \times m_1}{M_2}$$

ahol

m_1 = a kapott csapadék tömege, grammban,

M_2 = a becsléshez vett alikvot részben jelen lévő minta tömege, grammban.

Az eredményt korrigáljuk a vakértékkel. Általában a biuretet nagyobb hiba elkövetése nélkül beleméríhetjük a karbamidértékbe, mivel az összetett műtrágyákban a biurettartalom abszolút értékben jelentéktelen.

7.2.6.6. Különbségen alapuló módszer

A karbamid-nitrogén a következő táblázat szerint is számítható:

Eset	Nitrát-N	Ammónia-N	Ciánamid-N	Karbamid-N
1	Nincs	Van	Van	(7.2.2.4.) – (7.2.5.5. + 7.2.7.)
2	Van	Van	Van	(7.2.3.2.) – (7.2.5.5. + 7.2.7.)
3	Nincs	Van	Nincs	(7.2.2.4.) – (7.2.5.5.)
4	Van	Van	Nincs	(7.2.3.2.) – (7.2.5.5.)

7.2.7. Ciánamid-nitrogén

A szűrletből (7.2.1.2.) vegyünk egy 10–30 mg ciánamid-nitrogént tartalmazó alikvot részt és tegyük 250 ml-es főzőpohárba. Folytassuk az elemzést a 2.4. módszer szerint.

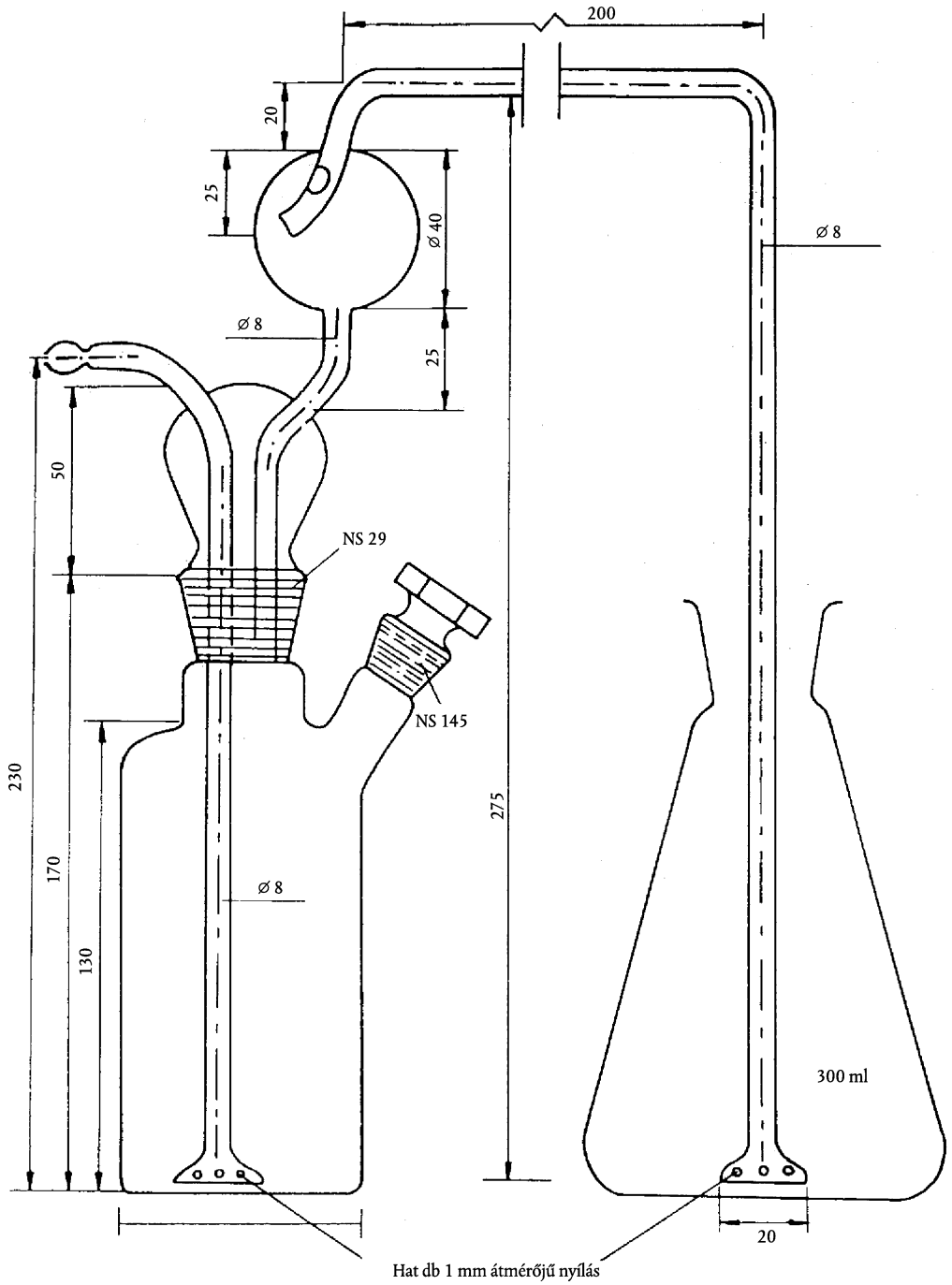
8. **Az eredmények igazolása**

8.1. Bizonyos esetekben a bemért mintából közvetlenül meghatározott összes nitrogéntartalom (7.1.) és az összes oldható nitrogéntartalom (7.2.2.) különbözhet egymástól. A különbség azonban 0,5 %-nál nem lehet nagyobb. Ellenkező esetben a műtrágya olyan oldhatatlan nitrogéntartalmú formákat tartalmazhat, amelyek nem szerepelnek az I. mellékletben foglalt jegyzékben.

▼B

8.2. Minden elemzés elvégzése előtt ellenőrizzük a nitrogén különböző formáit a vizsgálati minta tartalmához hasonló arányokban tartalmazó mérőoldattal, hogy a berendezés jól működik-e és helyesen alkalmazzuk a módszert. Az ilyen mérőoldatot kálium-tiocianát (4.3.), kálium-nitrát (4.4.), ammónium-szulfát (4.5.) és karbamid (4.6.) mérőoldatokból készítjük.

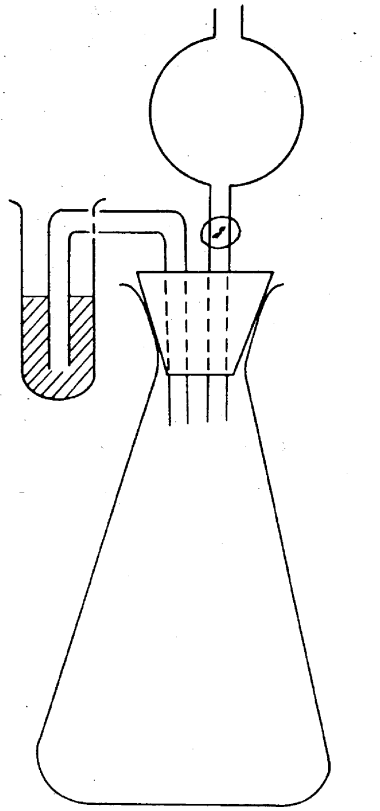
▼B



6. ábra

Az ammónianitrogén becslésére szolgáló készülék (7.2.5.3.)

▼B



7. ábra

A karbamid-nitrogén becslésére szolgáló készülék (7.2.6.1.)

▼B

2.6.2. módszer

Különböző nitrogénformák meghatározása a nitrogént csak nitrát-, ammónia-és karbamid-nitrogén formájában tartalmazó műtrágyákban

1. **Cél**

Ez a módszer a nitrogén különböző formáinak a nitrogént csak nitrát-, ammónia- és karbamid-nitrogén formájában tartalmazó műtrágyákban történő meghatározására szolgáló, egyszerűsített módszert állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer az I. mellékletben említett összes olyan műtrágyához alkalmazható, amely kizárólag nitrát-nitrogént, ammónia-nitrogént vagy karbamid-nitrogént tartalmaz.

3. **A módszer elve**

A következő meghatározásokat egyetlen vizsgálati oldat különböző részein végezzük:

3.1. *Összes oldható nitrogén:*

3.1.1. nitrát hiányában, az oldat közvetlen Kjeldahl-roncsolásával,

3.1.2. nitrát jelenlétében az oldat egy részének Ulsch-módszer szerinti redukciót követően végzett Kjeldahl-roncsolásával; az ammónia meghatározása mindkét esetben a 2.1. módszer szerint történik;

3.2. összes oldható nitrogén, kivéve a nitrát-nitrogént, Kjeldahl-roncsolással a nitrát-nitrogén savas közegben vas-szulfáttal történő eltávolítása után; az ammónia meghatározása a 2.1. módszer szerint történik;

3.3. nitrát-nitrogén a 3.1.2. és a 3.2. közötti különbség vagy az összes oldható nitrogén (3.1.2.) és az ammónianitrogén és a karbamid-nitrogén összege közötti (3.4. + 3.5.) különbség alapján;

3.4. ammónia-nitrogén, enyhe lúgosítást követő hideg desztillációval; az ammóniát kénsavoldatban elnyeletjük és a 2.1. módszer szerint határozzuk meg.

3.5. *karbamid-nitrogén, vagy:*

3.5.1. ureázzal ammóniává történő átalakítással, ismert koncentrációjú sósavval megtitrálva határozunk meg,

3.5.2. xanthidrollal végzett gravimetriás módszerrel: az együttesen kicsapott biuret nagyobb hiba nélkül a karbamid-nitrogénbe vegyíthető; szintje rendszerint kis abszolút értékű az összetett műtrágyákban,

3.5.3. különbség alapján, az alábbi táblázat szerint:

Eset	Nitrát-nitrogén	Ammónia-nitrogén	Különbség
1	Nincs	Van	(3.1.1.) – (3.4.)
2	Van	Van	(3.2.) – (3.4.)

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt víz.

4.1. Kálium-szulfát analitikai célra

4.2. Vas, hidrogénnel redukálva, analitikai célra (a vas megadott mennyiségének legalább 50 mg nitrát-N-t kell tudnia redukálni).

4.3. Kálium-nitrát analitikai célra

4.4. Ammónium-szulfát analitikai célra

4.5. Karbamid analitikai célra

▼M4

4.6. 0,1 mol/l kénsavoldat

▼B

4.7. Tömény nátrium-hidroxid oldat: körülbelül 30 % (m/v) NaOH vizes oldata, ammóniamentes.

4.8. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat: 0,2 mol/l, karbonátmentes.

4.9. Kénsavsűrűség (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.10. Hígított sósav: egy térfogatrész sósav (d_{20} = 1,84 g/ml) és egy térfogatrész víz

4.11. Ecetsav: 96–100 %-os

4.12. Körülbelül 30 % (m/v) H_2SO_4-t tartalmazó kénsavoldat, ammóniamentes

4.13. Vas-szulfát: kristályos $FeSO_4$ $7H_2O$.

▼M4

4.14. Titrált kénsavoldat: 0,05 mol/l

▼B

4.15. Oktil-alkohol

4.16. Telített kálium-karbonát oldat

4.17. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat: 0,1 mol/l

4.18. Telített bárium-hidroxid oldat

4.19. Nátrium-karbonát oldat: 10 %-os (m/v)

4.20. Sósav: 2 mol/l

4.21. Sósavoldat: 0,1 mol/l

4.22. *Ureázoldat*

Készítsünk szuszpenziót 0,5 g aktív ureázból 100 ml desztillált vízzel, 0,1 mol/l-es sósavat (4.21.) használva, pH-mérővel állítsuk be a pH-értéket 5,4-re.

4.23. *Xanthidrol*

5 % oldat etanolban vagy metanolban (4.28.) (ne használjunk olyan anyagot, amelyben magas az oldhatatlan részek aránya); az oldat sötétben 3 hónapig eltartható gondosan lezárt palackban.

4.24. *Katalizátor*

Réz-oxid (CuO): 0,3–0,4 g meghatározásonként, vagy ekvivalens mennyiségű, 0,95–1,25 g réz-szulfát-pentahidrát ($CuSO_4$. $5H_2O$) meghatározásonként.

4.25. Horzsakő forráskönnyítő granulátum, sósavban mosott, izzított

4.26. *Indikátoroldatok*

4.26.1. Keverékindikátor

A. oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid oldatban és töltsük fel 1 literre vízzel.

B. oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A. oldatot két térfogatrész B. oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semleges oldatban szürke, lúgos oldatban pedig zöld. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk.

4.26.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban. Töltsük fel 100 ml-re vízzel és szükség esetén szűrjük le. Ebből az indikátorból az előző helyett 4–5 csepp használható.

4.27. *Indikátorpapírok*

Lakmusz, brómtimolkék (vagy más, 6–8 pH érzékenységű papírok).

4.28. Etanol vagy metanol: 95 %-os (m/v)

▼B

5. **Készülék**

5.1. *Desztillálókészülék*

Lásd 2.1. módszer.

5.2. *Az ammónianitrogén meghatározására szolgáló készülék (7.5.1.)*

Lásd 2.6.1. módszer és 6. ábra.

5.3. *A karbamid-nitrogén ureáz módszerrel történő meghatározására szolgáló készülék (7.6.1.)*

Lásd 2.6.1. módszer és 7. ábra.

5.4. Körkörös rázógép (35–40 fordulat percenként).

5.5. pH-mérő

5.6. *Üvegedények:*

2, 5, 10, 25, 50 és 100 ml-es hiteles pipetták,

300 és 500 ml-es hosszú nyakú Kjeldahl-lombikok,

100, 250, 500 és 1 000 ml-es mérőlombikok,

zsugorított üveg szűrőtégelyek, pórusátmérő 5–15 μm,

mozsár.

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Módszerek**

7.1. *A vizsgálati oldat elkészítése*

1 mg pontossággal mérjünk ki a mintából 10 g-ot, vigyük át 500 ml-es mérőlombikba. Adjunk hozzá 50 ml vizet, majd 20 ml hígított sósavat (4.10.). Rázzuk össze. Hagyjuk állni, amíg a CO_2 felszabadulás befejeződik. Adjunk hozzá 400 ml vizet, rázzuk fél órán át; töltsük fel a jelig vízzel, homogenizáljuk, száraz szűrőpapíron keresztül egy száraz szedőbe.

7.2. *Összes nitrogén*

7.2.1. Nitrát hiányában

Pipettázzuk a szűrlet (7.1.) legfeljebb 100 mg N-t tartalmazó részletét egy 300 ml-es Kjeldahl-lombikba. Adjunk hozzá 15 ml tömény kénsavat (4.9.), 0,4 g réz-oxidot, vagy 1,25 g réz-szulfátot (4.24.), valamint néhány szem üveggyöngyöt a forrás szabályozása érdekében. Először óvatosan melegítsük a reakció beindítása érdekében, utána erőteljesebben mindaddig, amíg a folyadék elszíntelenedik, vagy enyhén zöldes lesz, és jól látható fehér füst jelenik meg. Lehűlés után öntsük át az oldatot a desztillálólombikba, hígítsuk körülbelül 500 ml-re vízzel és adjunk hozzá néhány horzsakőszemcsét (4.25.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez (5.1.), és végezzük el a meghatározást a 2.6.1. módszer 7.1.1.2. pontjában előírtak szerint.

7.2.2. Nitrát jelenlétében

A 7.1. pont szerinti szűrlet legfeljebb 40 mg nitrátkötésben lévő nitrogént tartalmazó részletét pipettázzuk egy 500 ml-es Erlenmeyer-lombikba. Az elemzésnek ebben a szakaszában az N teljes mennyisége nem lényeges. Adjunk hozzá 10 ml 30 %-os kénsavat (4.12.), 5 g redukált vasat (4.2.), és azonnal fedjük le óraüveggel az Erlenmeyer-lombikot. Óvatosan melegítsük addig, amíg a reakció felerősödik, de még nem heves. Hagyjuk abba a melegítést és hagyjuk állni legalább három órán át szobahőmérsékleten. Veszteség nélkül vigyük át a folyadékot 250 ml-es mérőlombikba, az oldatlan vasat visszahagyva. Töltsük fel a jelig vízzel. Óvatosan homogenizáljuk. Pipettázzunk egy, legfeljebb 100 mg N-t tartalmazó részt 300 ml-es Kjeldahl-lombikba. Adjunk hozzá 15 ml tömény kénsavat (4.9.), 0,4 g réz-oxidot, vagy 1,25 g réz-szulfátot (4.24.), valamint egy kevés üveggyöngyöt a forrás szabályozása érdekében. Először óvatosan melegítsük a reakció beindítása érdekében, utána erőteljesebben mindaddig, amíg a folyadék elszíntelenedik, vagy enyhén zöldes lesz, és

▼B

jól látható fehér füst jelenik meg. Hűtés után veszteség nélkül öntsük át az oldatot a desztillálólombikba, hígítsuk körülbelül 500 ml-re vízzel és adjunk hozzá néhány horzsakőszemcsét (4.25.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez (5.1.), és végezzük el a meghatározást a 2.6.1. módszer 7.1.1.2. pontjában előírtak szerint.

7.2.3. Vakpróba

Ugyanilyen feltételek mellett végezzünk vakpróbát (a minta kihagyásával), és az eredményt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

7.2.4. Az eredmények kifejezése

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

ahol:

▼M4

a = a 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldata ml-ben, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (4.6.) szedőjébe 50 ml 0,1 mol/l kénsav mérőoldatot (4.8.) adtunk,

▼B

A = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata (4.8.), ml-ben, amely a minta elemzéséhez fogyott,

M = az alikvot részben (7.2.1. vagy 7.2.2.) jelen lévő vizsgálati minta tömege, grammban.

7.3. *Összes nitrogén, nitrát-N kivételével*

7.3.1. Elemzés

Pipettázzuk 300 ml-es Kjeldahl-lombikba a szűrlet egy legfeljebb 50 mg meghatározandó N-t tartalmazó *alikvot* részét (7.1. Hígítsuk 100 ml-re vízzel, adjunk hozzá 5 g vas-szulfátot (4.13.), 20 ml tömény kénsavat (4.9.) és egy kevés üveggyöngyöt a forrás szabályozására. Melegítsük először óvatosan, azután erősebben, amíg fehér füst nem jelenik meg. Folytassuk a reakciót 15 percig. Szüntessük meg a melegítést és adjunk hozzá 0,4 g réz-oxidot vagy 1,25 g réz-szulfátot (4.24.) katalizátorként. Folytassuk a melegítést, és tartsuk fenn a fehér füstképződést 10–15 percig. Lehűtés után veszteség nélkül vigyük át a Kjeldahl-lombik tartalmát a desztillálólombikba (5.1.). Hígítsuk körülbelül 500 ml-re vízzel, adjunk hozzá egy kevés horzsakőszemcsét (4.25.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez és folytassuk a meghatározást a 2.6.1. módszer 7.1.1.2. pontja szerint.

7.3.2. Vakpróba

Lásd 7.2.3.

7.3.3. Az eredmények kifejezése

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

ahol:

▼M4

a = a 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldata ml-ben, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (4.6.) szedőjébe 50 ml 0,1 mol/kénsav mérőoldatot (4.8.) adtunk,

▼B

A = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml-ben, amely a minta elemzéséhez fogyott,

M = a meghatározáshoz használt alikvot részben jelen lévő minta tömege, grammban kifejezve.

▼B

7.4. *Nitrát-nitrogén*

Az alábbiak közötti különbség alapján kapjuk meg:

7.2.4. – (7.5.3. + 7.6.3.)

vagy

7.2.4. – (7.5.3. + 7.6.5.)

vagy

7.2.4. – (7.5.3. + 7.6.6.)

7.5. *Ammónia-nitrogén*

7.5.1. Elemzés

Pipettázzuk a készülék száraz lombikjába (5.2.) a szűrlet legfeljebb 20 mg ammónia-N-t tartalmazó részét (7.1.). Csatlakoztassuk a készülékhez. ►M4 Pipettázzunk a 300 ml-es Erlenmeyer-lombikba pontosan 50 ml titrált 0,05 mol/l-es kénsavoldatot (4.14.) és annyi desztillált vizet, hogy a folyadék szintje kb. 5 cm-rel a bemeneti cső nyílása felett legyen. ◄ A reakciólombik oldalcsövén keresztül öntsünk be annyi vizet, hogy a térfogat kb. 50 ml legyen. Rázzuk össze. A gázáram megindításakor fellépő habzás megelőzése érdekében adjunk hozzá néhány csepp oktil-alkoholt (4.15.). Adjunk hozzá 50 ml telített kálium-karbonát oldatot (4.16.), és azonnal kezdjük kiűzni az így felszabadított ammóniát a hideg szuszpenzióból. Az ehhez szükséges intenzív levegőáramot (körülbelül három liter/perc áramlási sebesség) előzőleg a hígított kénsavat és hígított nátrium-hidroxidot tartalmazó gázmosó palackokon való átvezettetéssel tisztítjuk. Nyomás alatti levegő használata helyett vákuumot (vízsugárszivattyú) használhatunk, ha a készülék tömítettsége megfelelő.

Az ammónia eltávolítása általában három óra múlva befejeződik.

Erről azonban kívánatos meggyőződni az Erlenmeyer-lombik kicserélésével. Amikor a folyamat befejeződik, válasszuk le az Erlenmeyer-lombikot a készülékről, öblítsük le a bevezető cső végét és az Erlenmeyer-lombik belső falát egy kevés desztillált vízzel, és titráljuk meg a savfelesleget az ismert faktorú 0,1 mol/l nátrium-hidroxid-oldattal (4.17.).

7.5.2. Vakpróba

Lásd 7.2.3.

7.5.3. Az eredmények kifejezése

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

ahol:

▼M4

a = a 0,1 mol/l-es nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldata ml-ben (4.17.), amely a vakpróbához fogyott, amikor 50 ml titrált 0,05 mol/l-es kénsav mérőoldatot (4.14.) a készülék (5.2.) 300 ml-es Erlenmeyer-lombikjába pipettáztunk,

▼B

A = 0,1 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata (4.17.), ml-ben, amely a minta elemzéséhez fogyott,

M = az elemzéshez használt alikvot részben jelen lévő minta tömege, grammban kifejezve.

7.6. *Karbamid-nitrogén*

7.6.1. Ureáz módszer

Pipettázzuk 500 ml-es mérőlombikba a szűrlet (7.1.) legfeljebb 250 mg karbamid-nitrogént tartalmazó részét. Adjunk hozzá megfelelő mennyiségű telített bárium-hidroxid-oldatot (4.18.) addig, amíg az oldat további adagolására több csapadék már nem válik le. A fölös báriumionokat (és az esetlegesen feloldódott kalciumionokat) 10 %-os

▼B

nátrium-karbonát-oldattal (4.19.) távolítsuk el. Hagyjuk leülepedni és ellenőrizzük, hogy a kicsapódás befejeződött-e. Töltsük fel a jelig, homogenizáljuk és szűrjük át redős szűrőpapíron. Pipettázzunk 50 ml szűrletet a készülék 300 ml-es Erlenmeyer-lombikjába (5.3.). Savanyítsuk 2 mol/l-es sósavval (4.20.) ph-mérővel mért 3-as pH-értékre. 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxiddal (4.17.) növeljük a pH-értéket 5,4-re. Az ureázos hidrolízis közbeni ammóniaveszteség elkerülése érdekében zárjuk le az Erlenmeyer-lombikot dugóval, amelybe egy csepegtető tölcsér és egy kisméretű, pontosan 2 ml 0,1 mol/l-es sósavat tartalmazó gázcsapda tartály (4.21.) csatlakozik. A csepegtető tölcsérrel vigyünk be 20 ml ureázoldatot (4.22.). Hagyjuk állni 1 órán át 20–25 °C hőmérsékleten. Pipettázzunk 25 ml meghatározott koncentrációjú 0,1 mol/l sósavoldatot (4.21.) a csepegtető tölcsérbe, engedjük bele a lombikba, majd öblítsük be egy kis vízzel. A gázcsapda tartályban lévő folyadékot szintén vigyük veszteség nélkül az Erlenmeyer-lombikba. Titráljuk a savfelesleget meghatározott koncentrációjú 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxid-oldattal (4.17.), amíg 5,4-es értéket nem mérünk a pH-mérőn.

Megjegyzések

1. A bárium-hidroxid és a nátrium-karbonát oldatok hozzáadása után a jelig töltést, szűrést és semlegesítést a lehető leggyorsabban végezzük el.

2. A titrálás elvégezhető indikátorral is (4.26.), de a színátcsapás nehezebben észlelhető.

7.6.2. Vakpróba

Lásd 7.2.3.

7.6.3. Az eredmények kifejezése

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

ahol:

a = a vakpróbához használt 0,1 mol/l-es nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldatból (4.17.) fogyott mennyiség, ml-ben, az elemzéssel pontosan azonos feltételek mellett végezve,

A = 0,1 mol/l-es nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata (4.17.), ml-ben, amely a minta elemzéséhez fogyott,

M = az elemzéshez használt alikvot részben jelen lévő minta tömege, grammban kifejezve.

7.6.4. Xanthidrollal végzett gravimetriás meghatározás

Pipettázzuk a szűrlet (7.1.) legfeljebb 20 mg karbamidot tartalmazó mennyiségét 100 ml-es főzőpohárba. Adjunk hozzá 40 ml ecetsavat (4.11.). Keverjük üvegbottal egy percig. A kiváló csapadékot hagyjuk öt percig ülepedni. Szűrjük, mossuk pár ml ecetsavval (4.11.). Cseppenként adjunk az oldathoz 10 ml xanthidrolt (4.23.), az oldatot közben állandóan kevergetve üvegbottal. Hagyjuk állni, amíg csapadékleválást észlelünk, majd egy-két percig keverjük újra az üvegbottal. Hagyjuk állni másfél óra hosszat. Enyhe vákuum mellett szűrjük előre kiszárított és lemért üvegszűrő tégelyen; mossuk át háromszor 5 ml etanollal (4.28.), anélkül, hogy az ecetsav teljes eltávolítására törekednénk. Helyezzük a szűrőt szárítószekrénybe és szárítsuk egy órán keresztül 130 °C-on (a hőmérséklet ne haladja meg a 145 °C-ot). Hagyjuk lehűlni exszikkátorban és mérjük le.

7.6.5. Az eredmények kifejezése

$$\% \text{ N (karbamid)} = \frac{6,67 \times m}{M}$$

ahol:

m = a kapott csapadék tömege, grammban,

▼B

M = a becsléshez vett alikvot részben jelen lévő minta tömege, grammban.

Az eredményt korrigáljuk a vakértékkel. Általában a biuretet nagyobb hiba elkövetése nélkül belemérhetjük a karbamidértékbe, mivel az összetett műtrágyákban a biurettartalom abszolút értékben jelentéktelen.

7.6.6. Különbségen alapuló módszer

A karbamid-N számítható a következő táblázat szerint is:

Eset	Nitrát-N	Ammónia-N	Karbamid-N
1	Nincs	Van	(7.2.4.) – (7.5.3.)
2	Van	Van	(7.3.3.) – (7.5.3.)

8. **Az eredmény igazolása**

Minden elemzés elvégzése előtt ellenőrizzük a nitrogén különböző formáit a minta tartalmához hasonló arányban tartalmazó mérőoldattal, hogy a berendezés megfelelően működik, és helyesen alkalmazzuk a módszert. Az ilyen mérőoldatot kálium-nitrát (4.3.), ammónium-szulfát (4.4.) és karbamid (4.5.) titrált oldataiból készítjük.

3. módszerek

Foszfor

3.1. módszerek

Extrakciós módszerek

3.1.1. módszer

Ásványi savakban oldható foszfor kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer az ásványi savakban oldható foszfor meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Kizárólag az I. mellékletben felsorolt foszfátműtrágyákra vonatkozik.

3. **A módszer elve**

A műtrágyában lévő foszfor kivonása salétromsav és kénsav elegyével.

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt víz.

4.1. Kénsav (d_{20} = 1,84 g/ml).

4.2. Salétromsav (d_{20} = 1,40 g/ml).

5. **Készülék**

Szokásos laboratóriumi felszerelés.

5.1. Egy legalább 500 ml űrtartalmú Kjeldahl-lombik vagy egy 250 ml-es gömbölyű fenekű lombik, visszafolyó hűtőként működő üvegcsővel.

5.2. 500 ml-es mérőlombik

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

▼B

7. **Eljárás**

7.1. *Minta*

Az előkészített mintából mérjünk ki 0,001 g pontossággal 2,5 g-ot, és tegyük száraz Kjeldahl-lombikba.

7.2. *Extrakció*

Adjunk hozzá 15 ml vizet és összekeveréssel szuszpendáljuk az anyagot. Adjunk hozzá 20 ml salétromsavat (4.2.) és óvatosan adjunk hozzá 30 ml kénsavat (4.1.).

Amikor a kezdeti heves reakció megszűnik, a lombik tartalmát lassan melegítsük forrásig és forraljuk 30 percig. Hagyjuk lehűlni, majd óvatosan adjunk hozzá körülbelül 150 ml vizet keverés közben. Folytassuk a forralást 15 percig.

Hűtsük le teljesen és vigyük át a folyadékot veszteség nélkül egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük jelig, homogenizáljuk és száraz, foszfátmentes redős szűrőpapíron szűrjük, a szűrlet első részletét öntsük ki.

7.3. *Meghatározás*

A foszfor meghatározását a 3.2. módszerrel végezzük, az így kapott oldat egy alikvot részén.

3.1.2. módszer

2 %-os hangyasavban (20 g/liter) oldható foszfor kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer a 2 %-os hangyasavban (20 g/liter) oldható foszfor meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Kizárólag lágy ásványi foszfátok.

3. **A módszer elve**

A kemény és a lágy ásványi foszfátok megkülönböztetése céljából a hangyasavban oldható foszfort meghatározott körülmények között vonjuk ki.

4. **Reagensek**

4.1. *Hangyasav, 2 % (20 g/liter)*

Megjegyzés

Töltsünk fel desztillált vízzel 82 ml hangyasavat (koncentráció 98–100 %, d_{20} = 1,22 g/ml) öt liter térfogatra.

5. **Készülék**

Szokásos laboratóriumi felszerelések.

5.1. 500 ml-es mérőlombik (pl. Stohmann-lombik)

5.2. Körkörös rázógép (35–40 fordulat percenként)

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Minta*

Az előkészített mintából mérjünk ki 0,001 g pontossággal 5 g-ot és tegyük száraz, 500 ml-es bő nyakú kalibrált Stohmann-lombikba (5.1.).

▼B

7.2. *Extrakció*

Miközben a lombikot kézzel folyamatosan rázogatjuk, adjunk hozzá 20 (± 1) °C hőmérsékletű 2 %-os hangyasavat (4.1.), amíg a kalibrációs jelnél kb. 1 cm-rel alacsonyabb folyadékszintet nem érünk el. Zárjuk le a lombikot gumidugóval és rázassuk körkörös rázógépen (5.2.) 30 percig 20 (± 2) °C hőmérsékleten.

Az oldatot száraz, redős, foszfátmentes szűrőpapíron át száraz edénybe szűrjük. A szűrlet első részletét öntsük ki.

7.3. *Meghatározás*

Határozzuk meg a foszfort a 3.2. módszer szerint a teljesen tiszta szűrlet egy alikvot részében.

3.1.3. módszer

2 %-os citromsavban (20 g/liter) oldható foszfor kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer a 2 %-os citromsavban (20 g/liter) oldható foszfor meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

A módszer kizárólag bázikus salak típusokra (lásd az I. melléklet A. részét) alkalmazható. (lásd).

3. **A módszer elve**

A foszfor kivonása a műtrágyából 2 %-os citromsavoldattal (20 g/liter), meghatározott feltételek mellett.

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt víz.

4.1. *Kristályos citromsavból ($C_6H_8O_7$ H_2O) készített 2 %-os citromsavoldat (20 g/liter).*

Megjegyzés

A citromsav-oldat koncentrációját ellenőrizzük úgy, hogy 10 ml-ét ismert faktorú 0,1 mol/l nátrium-hidroxid oldattal megtitráljuk, fenolftalein indikátor mellett.

Ha a citromsav-oldat megfelelő, a nátrium-hidroxid oldat fogyása 28,55 ml lesz.

5. **Készülék**

5.1. *Körkörös rázógép (35–40 fordulat percenként)*

6. **A minta előkészítése**

A vizsgálatot a beérkezési állapotú mintán végezzük el. A mintát gondosan össze kell keverni, hogy homogenitását biztosítsuk. Lásd az 1. módszert.

7. **Eljárás**

7.1. *Minta*

Az előkészített mintából mérjünk ki 0,001 g pontossággal 5 g-ot, tegyük megfelelően széles nyakú 600 ml térfogatú száraz lombikba, amelyben a minta alapos rázatására lehetőség van.

7.2. *Extrakció*

Adjunk a mintához 500 (± 1) ml mennyiségű 20 (± 1) °C hőmérsékletű citromsavoldatot. Amikor az első milliliteret adagoljuk, erősen rázzuk a lombikot, így megelőzve, hogy csomók képződjenek, vagy az anyag a lombik falára tapadjon. Gumidugóval zárjuk le a lombikot, és pontosan 30 percig, 20 (± 2) °C hőmérsékleten rázassuk körforgó rázógépen (5.1.).

▼B

Azonnal szűrjük át száraz, redős, foszfátmentes szűrőpapíron száraz üvegedénybe, és öntsük ki a szűrlet első kb. 20 ml-ét. Folytassuk a szűrést, amíg a foszfor meghatározáshoz elegendő mennyiségű szűrletet nem nyerünk.

7.3. *Meghatározás*

A foszforkivonat meghatározását a 3.2. módszerrel az így kapott oldat alikvot részén végezzük.

3.1.4. módszer

Semleges ammónium-citrátban oldható foszfor kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer a semleges ammónium-citrátban oldható foszfor meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

A módszer minden olyan műtrágyára alkalmazható, amelynek semleges ammóniumcitrát-oldatban való oldhatóságát megállapították (lásd I. melléklet).

3. **A módszer elve**

Foszfor kivonása 65 °C hőmérsékleten semleges ammónium-citrát oldattal (pH 7,0) meghatározott feltételek mellett.

4. **Reagens**

Desztillált vagy ioncserélt víz.

4.1. *Semleges ammónium-citrát oldat (pH 7,0).*

Ezen oldatnak literenként 185 g kristályos citromsavat kell tartalmaznia, fajsúlya 20 °C hőmérsékleten 1,09 legyen, pH-értéke pedig 7,0.

A reagenst a következőképpen készítjük el:

Oldjunk fel 370 g kristályos citromsavat ($C_6H_8O_7$ H_2O) körülbelül 1,5 liter vízben és 345 ml ammónium-hidroxid oldat (28–29 % NH_3) hozzáadásával készítsünk megközelítően semleges kémhatású oldatot. Ha az NH_3-koncentráció 28 %-nál alacsonyabb, ennek megfelelően nagyobb mennyiségű ammónium-hidroxid oldatot adjunk hozzá és a citromsavat ennek megfelelően kevesebb vízzel hígítsuk.

Hűtsük le az oldatot, és pH méter elektródjainak az oldatba való merítésével állítsuk a pH-t pontosan semlegesre úgy, hogy mechanikus keverővel való folyamatos kevertetés közben cseppenként adagoljuk 28–29 % NH_3 ammóniatartalmú oldatot mindaddig, amíg 20 °C hőmérsékleten pontosan 7,0 pH értéket kapunk. Ekkor egészítsük ki a térfogatot 2 l-re, és újra ellenőrizzük a pH-t. Tartsuk a reagenst zárt edényben, és pH-ját rendszeresen ellenőrizzük.

5. **Készülék**

5.1. Kétliteres főzőpohár

5.2. pH-mérő

5.3. 200 vagy 250 ml-es Erlenmeyer-lombik

5.4. 500 ml-es mérőlombikok és egy 2 000 ml-es mérőlombik

5.5. Vízfürdő, 65 °C-ra termosztálható, megfelelő keverővel ellátva (lásd a 8. ábrát).

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

▼B

7. **Eljárás**

7.1. *Minta*

A vizsgálandó műtrágya 1 és 3 g közé eső mennyiségét (lásd a rendelet I. mellékletének A. és B. részét) 100 ml, előzőleg 65 °C hőmérsékletre melegített ammónium-citrát oldatot tartalmazó, 200 vagy 250 ml-es Erlenmeyer-lombikba.

7.2. *Az oldat elemzése*

Dugjuk be az Erlenmeyer-lombikot, és rázzuk annak érdekében, hogy csomómentes szuszpenziót nyerjünk. Időnként egy pillanatra vegyük ki a dugót a nyomás kiegyenlítésére, majd zárjuk vissza az Erlenmeyer-lombikot. Helyezzük a lombikot vízfürdőbe, hogy tartalmának hőmérsékletét pontosan 65 °C-on tarthassuk, és csatlakoztassuk a keverőhöz (8. ábra). Keverés közben a szuszpenzió szintjének állandóan a vízfürdőben lévő víz szintje alatt kell lennie ([1]). A mechanikai keverést úgy állítsuk be, hogy az anyag teljes szuszpendálását biztosítsuk.

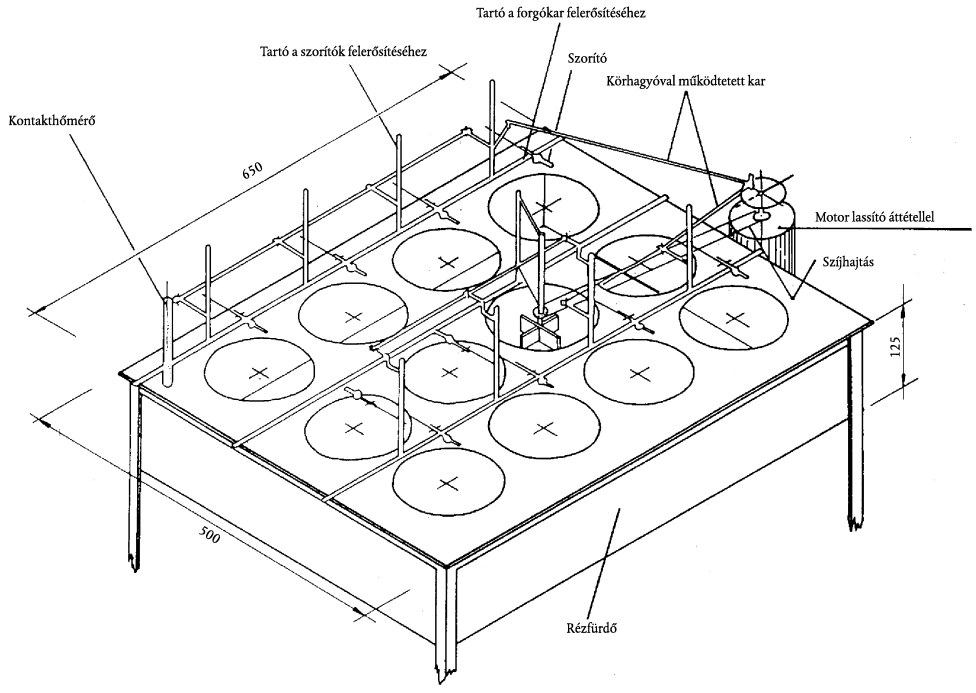
Pontosan egy órán át végzett keverés után vegyük ki az Erlenmeyer-lombikot a vízfürdőből.

Hűtsük le azonnal folyóvíz alatt szobahőmérsékletre, és az Erlenmeyer-lombik tartalmát veszteség nélkül vigyük át egy 500 ml-es mérőlombikba vízsugárral (mosópalack). Töltsük jelig vízzel. Keverjük alaposan össze. Szűrjük át (közepes sebességgel, foszfátmentes) száraz, redős, szűrőpapíron száraz edénybe. Öntsük ki a szűrlet első, részét (kb. 50 ml).

Ezután gyűjtsünk össze kb. 100 ml tiszta szűrletet.

7.3. *Meghatározás*

Határozzuk meg az így nyert kivonat foszfortartalmát a 3.2. módszerrel.



8. ábra

([1]) Ha gépi keverő nem áll rendelkezésre, a lombik ötpercenként kézzel megrázható.

▼B

3.1.5. módszer

ekKivonás lúgos ammónium-citráttal

3.1.5.1. módszer

Oldható foszfor kivonása Petermann-módszerrel, 65 °C hőmérsékleten

1. **Cél**

Ez a módszer az oldható foszfor lúgos ammónium-citrátban történő meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

A módszer kizárólag lecsapott dikalcium-foszfát-dihidráthoz ($CaHPO_4$ $2H_2O$) alkalmazható.

3. **A módszer elve**

Foszfor kivonása 65 °C hőmérsékleten ammónium-citrát (Petermann-féle) lúgos oldatával, meghatározott feltételek mellett.

4. **Reagensek**

Desztillált víz vagy a desztillált vízzel azonos tulajdonságú ionmentes víz.

4.1. Petermann-féle oldat

4.2. *Jellemzők*

▼M4

Citromsav ($C_6H_8O_7.H_2O$): 173 g/liter.

Ammónia: 42 g/liter ammónia-nitrogén

Kénsav: 0,25 mol/l

pH-érték 9,4 és 9,7 között

▼B

Készítés diammónium-citrátból

Keverjük össze. Oldjunk fel 931 g diammónium-citrátot (mólsúly: 226,19) kb. 2 500 ml vízben, 5 l-es mérőlombikban. Állítsuk folyóvizes fürdőbe, keverjük össze, hűtsük, majd kis részletekben adjuk hozzá az ammóniát. Pl. d_{20}=0,906 g/ml sűrűségű, 20,81 súly %-os ammóniatartalmú oldatnál 502 ml ammóniaoldatot kell használni. Állítsuk a hőmérsékletet 20 °C-ra, töltsük a lombikot jelig desztillált vízzel. Keverjük össze.

Készítése citromsavból és ammóniából

Oldjunk fel 865 g citromsav monohidrátot kb. 2 500 ml desztillált vízben egy kb. 5 l-es edényben. Helyezzük az edényt jeges fürdőbe, és folyamatos rázogatás közben adjunk hozzá ammónia oldatot egy olyan tölcséren keresztül, amelynek szára a citromsav-oldatba merül. Pl. d_{20}=0,906 g/ml sűrűségű, 20,81 súly %-os ammóniatartalmú oldatnál .1 114 ml ammóniaoldatot kell adagolni Állítsuk a hőmérsékletet 20 °C-ra, töltsük át az oldatot egy 5 l-es mérőlombikba, töltsük jelig desztillált vízzel és keverjük össze.

Az ammónianitrogén tartalmat a következő módon ellenőrizzük.

Vigyünk át 25 ml oldatot 250 ml-es mérőlombikba és töltsük fel a jelig desztillált vízzel. Keverjük össze. Határozzuk meg az ammónia-nitrogén tartalmat ezen oldat 250 ml-én a 2.1. módszer szerint. Megfelelő, ha a 0,5 mol/l H_2SO_4 fogyása 15 ml lesz.

Ha az ammónianitrogén töménysége nagyobb, mint 42 g/liter, az NH_3 kiűzhető semlegesgáz-árammal vagy enyhe melegítéssel visszaállítva a pH-értéket 9,7-re. Végezzünk el még egy meghatározást.

▼B

Ha az ammónianitrogén töménysége kisebb, mint 42 g/liter, akkor hozzá kell adni M tömegű ammóniaoldatot:

$$M = (42 - n \times 2,8) \times \frac{500}{20,81} \text{ g}$$

vagy

$$V = \frac{M}{0,906}$$

térfogatot 20 °C hőmérsékleten.

Ha V értéke kisebb, mint 25 ml, öntsünk be közvetlenül az ötliteres lombikba V = 0,173 g porított citromsavval együtt.

Ha a V értéke nagyobb, mint 25 ml, célszerű egy liter új reagenst készíteni az alábbi módon.

Mérjünk le 173 g citromsavat. Oldjuk fel 500 ml vízben. Ezután, a jelzett óvintézkedéseket betartva, adjunk hozzá legfeljebb 225 + V × 1 206 ml ammóniaoldatot, amelyet az 5 liter reagens készítésére használtunk. Töltsük fel a jelig vízzel. Keverjük össze.

Ezt a litert keverjük össze a korábban készített 4 975 ml mennyiséggel.

5. **Készülék**

5.1. Vízfürdő, amely 65 (± 1) °C hőmérséklet beállítására alkalmas.

5.2. 500 ml-es mérőlombik (pl. Stohmann-lombik).

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Minta*

Az előkészített mintából mérjünk ki 1 g-ot 0,001 g pontossággal és tegyük az 500 ml-es mérőlombikba (5.2.).

7.2. *Extrakció*

Adjunk hozzá 200 ml lúgos ammónium-citrát oldatot (4.1.). Dugaszoljuk be a lombikot és rázzuk kézzel erőteljesen egyrészt a darabosodás elkerülése érdekében, másrészt pedig azért, hogy az anyag ne tapadjon hozzá a lombik falához.

Tegyük a lombikot 65 °C hőmérsékletre beállított vízfürdőbe és az első fél órában rázzuk meg öt percenként. Minden rázás után lazítsuk meg a dugót a nyomás kiegyenlítése érdekében. A vízfürdőben a víz szintjének a lombikban lévő oldat szintje felett kell lennie. Hagyjuk a lombikot még egy órán át a vízfürdőben 65 °C hőmérsékleten és rázogassuk 10 percenként. Vegyük ki a lombikot, hűtsük le körülbelül 20 °C hőmérsékletre, töltsük fel 500 ml-re vízzel. Keverjük össze, és szűrjük száraz redős, foszfátmentes szűrőpapíron, a szűrlet első részét öntsük ki.

7.3. *Meghatározás*

A kivont foszfát meghatározását a 3.2. módszerrel végezzük az így kapott oldat egy alikvot részén.

3.1.5.2. módszer

Oldható foszfor kivonása Petermann-módszerrel, szobahőmérsékleten

1. **Cél**

Ez a módszer a hideg lúgos ammónium-citrátban oldható foszfor meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

▼B

2. **Alkalmazási terület**

A módszer kizárólag termofoszfátokra alkalmazható.

3. **A módszer elve**

A foszfor kivonása kb. 20 °C hőmérsékleten ammónium-citrát lúgos oldatával (Petermann-féle oldat), meghatározott feltételek mellett.

4. **Reagens**

Lásd 3.1.5.1. módszer.

5. **Készülék**

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés, valamint egy 250 ml-es mérőlombik (pl. Stohmann-lombik).

5.2. Körkörös rázógép (35–40 fordulat percenként)

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Minta*

Az előkészített mintából mérjünk ki 2,5 g-ot, 0,001 g pontossággal és tegyük 250 ml-es mérőlombikba (5.1.).

7.2. *Extrakció*

Adjunk hozzá egy kevés 20 °C hőmérsékletű Petermann-féle oldatot, rázzuk nagyon erősen, egyrészt a darabosodás megakadályozása érdekében, másrészt azért, hogy ne tapadjon az anyag a lombik falára. Töltsük fel a jelig Petermann-féle oldattal, majd zárjuk le a lombikot gumidugóval.

Rázassuk két órán át a körkörös rázógépen (5.2.). száraz, redős, foszfátmentes szűrőpapíron száraz edénybe, a szűrlet első részét öntsük ki.

7.3. *Meghatározás*

A foszfor meghatározását a 3.2. módszer szerint végezzük az így nyert oldat egy alikvot részén.

3.1.5.3. módszer

Joulie-féle lúgos ammónium-citrátban oldható foszfor kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer a Joulie-féle lúgos ammónium-citrátban oldható foszfor meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Az összes olyan egyszerű és összetett foszfát-műtrágya, amelyben a foszfát alumínium-kalcium formájában fordul elő.

3. **A módszer elve**

Kivonás előírás szerinti ammónium-citrát lúgos oldatával történő erőteljes rázással (ahol szükséges, oxin jelenlétében), kb. 20 °C-os hőmérsékleten.

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt víz

4.1. *Joulie-féle lúgos ammónium-citrát oldat*

Ez az oldat 400 g citromsavat és 153 g NH_3-at tartalmaz literenként. Szabadammónia-tartalma körülbelül 55 g literenként. Az alábbiakban leírt módszerek egyikével készíthető.

▼B

4.1.1. 1 literes mérőlombikban oldjunk fel 400 g citromsavat ($C_6H_8O_7$ H_2O) körülbelül 600 ml ammóniában (d_{20} = 0,925 g/ml, azaz 200 g NH_3/liter). A citromsavat egymás után, 50–80 g tömegű mennyiségekben adjuk hozzá, a hőmérsékletet közben 50 °C alatt tartva. Töltsük fel az 1 literes jelig ammóniával.

4.1.2. 1 literes mérőlombikban oldjunk fel 432 g diammónium-hidrogén-citrátot ($C_6H_{14}N_2O_7$) 300 ml vízben. Adjunk hozzá 440 ml ammóniát (d_{20} = 0,925 g/ml). Töltsük fel 1 literre vízzel.

Megjegyzés

A teljes ammóniatartalom vizsgálata.

Vegyünk 10 ml-es mintát a citrátoldatból és tegyük 250 ml-es lombikba. Töltsük fel a jelig desztillált vízzel. Határozzuk meg az ammónianitrogén tartalmat ennek az oldatnak a 25 milliliternyi mennyiségén, a 2.1. módszer szerint.

▼M4

1 ml H_2SO_4, 0,25 mol/l =0,008516 g NH_3.

▼B

Ilyen körülmények között a reagenst akkor lehet megfelelőnek tekinteni, ha a titrálásnál fogyott ml-ek száma 17,7 és 18 ml között van.

Ellenkező esetben adjunk hozzá 0,1 milliliterenként 4,25 ml ammóniát (d_{20} = 0,925 g/l) a fent említett 18 ml alatt.

4.2. Porított 8-hidroxikinolin (oxin).

5. **Készülék**

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés és egy kisméretű üveg vagy porcelán dörzsmozsár törővel

5.2. 500 ml-es mérőlombikok

5.3. Egy 1 000 ml-es mérőlombik

5.4. Körkörös rázógép (35–40 fordulat percenként)

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Minta*

Az előkészített mintából mérjünk ki 0,0005 g pontossággal 1 g-ot és tegyük kisméretű mozsárba. Nedvesítsük meg körülbelül 10 csepp citráttal (4.1.) és nagyon óvatosan dörzsöljük el a törővel.

7.2. *Extrakció*

Adjunk hozzá 20 ml ammónium-citrátot (4.1.), keverjük pépesre és hagyjuk ülepedni körülbelül 1 percig.

Öntsük le a folyadékot 500 ml-es mérőlombikba, kiszűrve az olyan szemcséket, amelyek esetleg kimaradtak a korábbi nedves dörzsölésből. Adjunk 20 ml citrátoldatot (4.1.) a maradékhoz, dörzsöljük el a fentiek szerint és öntsük le a folyadékot a mérőlombikba. Ismételjük meg négyszer ezt a folyamatot úgy, hogy az ötödik végén az összes anyagot bele lehessen önteni a lombikba. Az e műveletekhez felhasznált citrát összes térfogatának megközelítőleg 100 ml-nek kell lennie.

Öblítsük a törőt és a mozsarat a mérőlombikba 40 ml desztillált vízzel.

A bedugaszolt lombikot rázassuk három órán át a körkörös rázógépen (5.4.).

Hagyjuk a lombikot állni 15–16 órán át, majd ugyanilyen feltételek mellett rázassuk ismét három órán át. A hőmérsékletet az egész művelet alatt 20 ± 2 °C értéken tartjuk.

Töltsük fel a jelig desztillált vízzel. Szűrjük át száraz szűrőn, öntsük ki a szűrlet első részét és gyűjtsük a tiszta szűrletet száraz lombikba.

▼B

7.3. *Meghatározás*

A kivont foszfor becslését a 3.2. módszer szerint végezzük az így nyert oldat egy alikvot részén.

8. **Függelék**

Az oxin alkalmazása lehetővé teszi, hogy ezt az eljárást magnéziumot tartalmazó műtrágyákra alkalmazzuk. Ez olyankor ajánlott, amikor a magnézium és a foszfor-anhidrid tartalom aránya nagyobb, mint 0,03 ($Mg/P_2O_5 > 0,03$). Ebben az esetben adjunk 3 g oxint a megnedvesített vizsgálati mintához. Az oxin magnézium távollétében feltételezhetően a továbbiakban nem zavarja a meghatározást. Azonban ha ismert, hogy a vizsgálandó anyag nem tartalmaz magnéziumot, az oxin használatától el lehet tekinteni.

3.1.6. módszer

Vízoldható foszfor kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer a vízoldható foszfor meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Az összes olyan műtrágya – beleértve az összetett műtrágyákat is –, amely esetében meg kell határozni a vízoldható foszfort.

3. **A módszer elve**

Kivonás vízzel, rázás útján, meghatározott feltételek mellett.

4. **Reagens**

Desztillált vagy ioncserélt víz

5. **Készülék**

5.1. 500 ml-es mérőlombik (pl. Stohmann-lombik).

5.2. Körkörös rázógép (35–40 fordulat percenként)

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Minta*

Az előkészített mintából mérjünk ki 5 g mennyiséget 0,001 g pontossággal és tegyük 500 ml-es mérőlombikba (5.1.).

7.2. *Extrakció*

Öntsünk a lombikba 450 ml vizet, amelynek hőmérséklete 20 és 25 °C között legyen.

Rázzuk a körkörös rázógépen (5.2.) 30 percig.

Ezután a lombikot töltsük jelig vízzel, rázással alaposan keverjük össze, majd szűrjük száraz, foszfátmentes redős szűrőn egy száraz edénybe.

7.3. *Meghatározás*

A foszfor meghatározását a 3.2. módszer szerint végezzük, az így nyert oldat egy alikvot részén.

▼B

3.2. módszer

A kivont foszfor meghatározása

(Gravimetriás módszer kinolin-foszfomolibdáttal)

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok foszfortartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer alkalmazható az összes műtrágyakivonat ([1]) esetében a foszfor különféle formáinak a meghatározására.

3. **A módszer elve**

A foszfor különböző formáinak, kivéve az ortofoszfátokat, esetleges hidrolízisét követően az ortofoszfát-ionokat savas közegben kinolin-foszfomolibdát formájában kicsapatjuk.

Szűrés és mosás után a csapadékot 250 °C-on szárítjuk, majd lemérjük.

A fent említett feltételek mellett az oldatban található vegyületek (ásványi és szerves savak, ammóniumionok, oldható szilikátok stb.) valószínűleg nem fejtenek ki zavaró hatást, ha a lecsapáskor nátrium-molibdát vagy ammónium-molibdát alapú reagenst használunk.

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt víz

4.1. Tömény salétromsav (d_{20} = 1,40 g/ml)

4.2. *Reagenskészítés*

4.2.1. Nátrium-molibdát alapú reagens készítése

A. oldat: Oldjunk fel 70 g nátrium-molibdát-dihidrátot 100 ml desztillált vízben.

B. oldat: Oldjunk fel 60 g citromsav-monohidrátot 100 ml desztillált vízben és adjunk hozzá 85 ml tömény salétromsavat (4.1.).

C. oldat: A C oldatot az A és B oldatok elegyítésével nyerjük.

D. oldat: 50 ml desztillált vízhez adjunk 35 ml tömény salétromsavat (4.1.), majd 5 ml frissen desztillált kinolint. Adjuk hozzá ezt az oldatot a C. oldathoz, jól keverjük össze és hagyjuk állni reggelig sötét helyen. Ezután töltsük fel 500 ml-re desztillált vízzel, ismét keverjük össze, majd szűrjük át zsugorított üvegszűrőn (5.6.).

4.2.2. Ammónium-molibdát alapú reagens készítése

A. oldat: 300 ml desztillált vízben oldjunk fel 100 g ammónium-molibdátot gyenge melegítés közben és időnként megkeverve.

B. oldat: oldjunk fel 120 g citromsav-monohidrátot 200 ml desztillált vízben és adjunk hozzá 170 ml tömény salétromsavat (4.1.).

C. oldat: 10 ml frissen desztillált kinolint adjunk hozzá 70 ml tömény salétromsavhoz (4.1.).

D. oldat: Lassan öntsük állandó keverés közben az A oldatot a B oldathoz. Azután alapos keverés közben adjuk a C oldatot ehhez az elegyhez, és egészítsük ki 1 literre. Hagyjuk állni két napig sötét helyen, és azután szűrjük át egy zsugorított üvegszűrőn (5.6.).

A 4.2.1. és a 4.2.2. reagens azonos módon használható; mindkettőt sötét helyen, bedugaszolt polietilén üvegben kell tárolni.

([1]) Ásványi savakban oldható foszfor, vízoldható foszfor, ammónium-citrát oldatokban oldható foszfor, 2 %-os citromsavban oldható foszfor és 2 %-os hangyasavban oldható foszfor.

▼B

5. **Készülék**

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés és egy 500 ml-es, széles nyakú Erlenmeyer-lombik

5.2. 10, 25 és 50 ml-es osztott pipetták

5.3. 5–20 μ porozitású üvegszűrőtégely

5.4. Buchner-lombik

5.5. 250 ± 10 °C-ra állítható szárítószekrény

5.6. 5–20 μ porozitású zsugorított üveg szűrőtölcsér,

6. **Eljárás**

6.1. *Mintavétel az oldatból*

A műtrágyakivonatból vegyünk ki pipettával egy kb. 0,01 g P_2O_5-öt tartalmazó alikvot részt (lásd 2. táblázat) és tegyük 500 ml-es Erlenmeyer-lombikba. Adjunk hozzá 15 ml tömény salétromsavat ([1]) (4.1.) és hígítsuk vízzel kb. 100 ml-re.)

2. táblázat

A foszfátoldatok alikvot részeinek meghatározása

A műtrágyában lévő P_2O_5 %	A műtrágyában lévő P %	Vizsgálati minta (g)	Hígítás (ml-re)	Minta (ml)	Hígítás (ml-re)	Lecsapandó minta (ml)	Kinolin-foszfomolibdát átszámítási faktor (F), P_2O_5 %-ban	Kinolin-foszfomolibdát átszámítási faktor (F'), P %-ban
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. *Hidrolízis*

Ha feltételezhető, hogy metafoszfátok, pirofoszfátok vagy polifoszfátok vannak jelen az oldatban, a hidrolízist a következőképpen végezzük.

Hozzuk lassú forrásba az Erlenmeyer-lombik tartalmát és tartsuk ezen a hőmérsékleten, amíg a hidrolízis befejeződik (ez általában egy óra alatt következik be). Ügyelni kell az egyenetlen és túlzott bepárlódás okozta veszteségek – amelyek akár több mint a felével is csökkenthetik az eredeti térfogatot – elkerülésére, például visszafolyó hűtő beszerelésével. A hidrolízis végeztével a térfogatot desztillált vízzel az eredeti térfogatra kell kiegészíteni.

6.3. *A szűrőtégely lemérése*

Szárítsuk a szűrőtégelyt (5.3.) legalább 15 percig 250 (± 10) °C hőmérsékletre beállított szárítószekrényben. Exszikkátorban történt lehűtése után mérjük le a tégelyt.

([1]) 21 ml, ha a kicsapandó oldat 15 ml-nél több citrátoldatot (semleges citrát, Petermann- vagy Joulie-féle lúgos citrát) tartalmaz.

▼B

6.4. *Lecsapás*

Az Erlenmeyer-lombikban lévő savas oldatot addig melegítjük, amíg forrni nem kezd, utána megkezdjük a kinolin-foszfomolibdát lecsapását 40 ml lecsapó reagens (4.2.1. vagy 4.2.2. reagens [1]) cseppenkénti adagolásával, folyamatos keverés mellett. Tegyük az Erlenmeyer-lombikot forrásban lévő vízfürdőbe, hagyjuk ott 15 percig és időnként rázogassuk. Az oldat leszűrhető azonnal vagy lehűlés után.

6.5. *Szűrés és mosás*

Az oldatot vákuum segítségével dekantálva szűrjük. Az Erlenmeyer-lombikban maradt csapadékot 30 ml vízzel mossuk. Dekantáljuk és szűrjük le az oldatot. Ezt az eljárást ötször megismételjük. Végül a csapadéknak a lombikban maradt részét is veszteség nélkül a szűrőre mossuk vízzel. Négyszer átmossuk 20-20 ml vízzel, minden alkalommal teljesen leszívatva a folyadékot a szűrőről. Alaposan szárítsuk meg a csapadékot.

6.6. *Szárítás és mérés*

Töröljük le a szűrőtégely külsejét szűrőpapírral. Tegyük be a szűrőtégelyt szárítószekrénybe és hagyjuk ott a súlyállandóságig, 250 °C (5.5.) hőmérsékleten (általában 15 percig); exszikkátorban hagyjuk lehűlni szobahőmérsékletre és gyorsan mérjük le.

6.7. *Vakpróba*

Minden egyes meghatározás-sorozatnál végezzünk vakpróbát, csak a reagenseket és az oldószereket használva, az extrakciónak megfelelő arányban (citrátoldat stb.) és ezeket vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

6.8. *Igazolás*

Végezzük el a meghatározást kálium-dihidrogén-foszfát oldat 0,01 g P_2O_5-öt tartalmazó alikvot részén.

7. **Az eredmények kifejezése**

Amennyiben a 2. táblázatban foglalt vizsgálati mintákat és hígítási mennyiségeket használjuk, a következő képletet használjuk:

$$\text{A műtrágyában lévő P\%} = (A–a) \times F'$$

vagy

$$\text{a műtrágyában lévő } P_2O_5\% = (A–a) \times F$$

ahol:

A = a kinolin-foszfomolibdát tömege, grammban

a = a vakpróba során kapott kinolin-foszfomolibdát tömege, grammban

F és FA 2. táblázat utolsó két oszlopában megadott faktorok.

A 2. táblázatban szereplő adatoktól eltérő vizsgálati minták és hígítások esetében a következő képletet használjuk:

$$\text{A műtrágyában lévő P\%} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

vagy

$$\text{Aműtrágyában lévő } P_2O_5\ \% = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

[1] 15 ml-nél több citrátoldatot (semleges, Petermann- vagy Joulie-oldat) tartalmazó foszfátoldat lecsapásához, amelyet 21 ml tömény salétromsavval (lásd a 6.1. pont lábjegyzetét) savanyítottunk meg, használjunk 80 ml lecsapószert.

▼B

ahol

f és f' = a kinolin-foszfomolibdát P_2O_5 = 0,032074 vegyületté (f) vagy P = 0,013984 (f') történő átszámításának faktorai,

D = hígítási faktor

M = az elemzett minta tömege, grammban.

4. módszer

Kálium

4.1. módszer

A vízoldható káliumtartalom meghatározása

1. **Cél**

Ez a módszer a vízoldható káliumtartalom meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Az I. mellékletben felsorolt összes káliumműtrágya.

3. **A módszer elve**

A vizsgálandó mintában lévő káliumot vízben feloldjuk. Eltávolítjuk vagy megkötjük azokat az anyagokat, amelyek a kálium mennyiségi meghatározását zavarhatnák, majd a káliumot enyhén lúgos közegben kálium-tetrafenil-borát formájában lecsapjuk.

4. **Reagensek**

Desztillált vagy ioncserélt víz.

4.1. *Formaldehid*

Tiszta formaldehid oldat, 25 és 35 % közötti formaldehid tartalommal.

4.2. Kálium-klorid analitikai célra

4.3. *Nátrium-hidroxid oldat: 10 mol/l*

Ügyelni kell arra, hogy csak káliummentes nátrium-hidroxidot használjunk.

4.4. *Indikátoroldat*

Oldjunk fel 0,5 g fenolftaleint etanolban 90 %-on és töltsük fel 100 ml-re.

4.5. *EDTA-oldat*

Oldjunk fel 4 g-ot etilén-diamintetra-ecetsav dinátrium sójának dihidrátjából vízben, 100 ml-s mérőlombikban. Töltsük jelig és keverjük össze.

Ezt a reagenst műanyag edényben tároljuk.

4.6. *NaTPB-oldat*

Oldjunk fel 32,5 g nátrium-tetrafenil-borátot 480 ml vízben, adjunk hozzá 2 ml nátrium-hidroxid oldatot (4.3.) és 20 ml magnézium-klorid oldatot (100 g $MgCl_2$ $6H_2O$/liter).

Keverjük 15 percig és szűrjük át finom, hamumentes szűrőpapíron.

Ezt a reagenst műanyag edényben tároljuk.

4.7. *Mosófolyadék*

Hígítsunk fel vízzel 20 ml NaTPB-oldatot (4.6.) 1 000 ml-re.

▼B

4.8. *Brómos víz*

Telített vizes brómoldat.

5. **Készülék**

5.1. 1 000 ml-es mérőlombikok

5.2. 250 ml-es főzőpohár

5.3. 5–20 μ porozitású szűrőtégelyek

5.4. 120 ± 10 °C hőmérsékletre beállított szárítószekrény

5.5. Exszikkátor

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

Káliumsók esetében a mintát annyira finomra kell darálni, hogy az elemzéshez reprezentatív mintát nyerjünk. Az ilyen termékekhez az 1. módszer (6) a) pontjában foglalt előírásokat kell követni.

7. **Eljárás**

7.1. *Minta*

Mérjünk ki 10 g-ot az előkészített mintából 0,001 g pontossággal (5 g-ot 50 %-nál több kálium-oxidot tartalmazó káliumsók esetében). Tegyük ezt a vizsgálati mintát 600 ml-es főzőpohárba és öntsünk hozzá körülbelül 400 ml vizet.

Forraljuk fel és tartsuk forrásban 30 percig. Hűtsük le, veszteség nélkül vigyük át egy 1 000 ml-es mérőlombikba, töltsük fel a jelig, keverjük össze és szűrjük le száraz edénybe. A szűrlet első 50 ml-jét öntsük ki (lásd 7.6., az eljárással kapcsolatos megjegyzés).

7.2. *Az alikvot rész elkészítése a lecsapáshoz*

Vigyük át pipettával 250 ml-es főzőpohárba a szűrlet (lásd 3. táblázat) egy 25–50 mg káliumot tartalmazó alikvot részét. Szükség esetén töltsük fel az 50 ml-es jelig vízzel.

A zavaró anyagok eltávolítása végett adjunk 10 ml EDTA-oldatot (4.5.) és néhány csepp fenolftaleinoldatot (4.4.) a főzőpohárba, keverjük el és adjunk hozzá cseppenként nátrium-hidroxid oldatot (4.3.), amíg az oldat meg nem pirosodik, végül adjunk hozzá még pár csepp nátirum-hidroxidot a lúgfelesleg biztosítására (általában 1 ml nátrium-hidroxid elegendő a minta semlegesítéséhez és a lúgfelesleg biztosításához).

Az ammónia legnagyobb részének kiűzése érdekében (lásd 7.6.b), az eljárással kapcsolatos megjegyzés) forraljuk kíméletesen 15 percig.

Szükség esetén adjunk hozzá vizet, hogy a térfogat 60 ml-re növekedjék.

Forraljuk fel az oldatot, szüntessük meg a főzőpohár melegítését és adjunk hozzá 10 ml formaldehidet (4.1.). Adjunk hozzá néhány csepp fenolftaleint és szükség esetén további nátrium-hidroxidot, amíg határozott piros szín jelenik meg. Fedjük le a főzőpoharat óraüveggel és helyezzük forró vízfürdőre 15 percre.

7.3. *A szűrőtégely lemérése*

Szárítsuk ki a szűrőtégelyt (lásd 5. „Készülék”) az állandó tömeg eléréséig (kb. 15 percig) 120 °C hőmérsékletre beállított szárítószekrényben (5.4.)

Hagyjuk lehűlni a szűrőtégelyt exszikkátorban, utána mérjük le.

7.4. *Lecsapás*

Vegyük le a főzőpoharat a forró vízfürdőről, cseppenként keverjünk hozzá 10 ml NaTPB-oldatot (4.6.). Ez az adagolás kb. 2 percet vesz igénybe. Szűrés előtt legalább 10 percig hagyjuk állni.

▼B

7.5. *Szűrés és mosás*

Szűrjük vákuumban a lemért szűrőtégelybe, öblítsük be a főzőpoharat a mosófolyadékkal (4.7.), mossuk a csapadékot háromszor a mosófolyadékkal (összesen 60 ml mosófolyadékkal) és kétszer 5-10 ml vízzel.

Gondosan szárítsuk meg a csapadékot.

7.6. *Szárítás és mérés*

Töröljük le a szűrőtégely külső oldalát szűrőpapírral. Helyezzük a szűrőtégelyt tartalmával együtt a szárítószekrénybe másfél órára, 120 °C hőmérsékleten. Hagyjuk a szűrőtégelyt exszikkátorban lehűlni, és gyorsan mérjük le.

Az eljárással kapcsolatos megjegyzés

a) Amennyiben a szűrlet sötét színű, pipettázzunk át egy legfeljebb 100 mg K_2O-t tartalmazó alikvot résztó, és tegyük 100 ml-es mérőlombikba, adjunk hozzá brómos vizet, és forralással távolítsuk el a brómfelesleget. Lehűlés után töltsük fel a jelig, szűrjük le és határozzuk meg mennyiségileg a szűrlet alikvot részében lévő káliumot.

b) Ha kevés ammónianitrogén van jelen vagy egyáltalán nincs jelen, a 15 perces forralás szükségtelen.

7.7. *Mintaként veendő alikvot részek és átszámítási faktorok*

3. **táblázat**

A 4. módszerhez

A műtrágyában lévő K_2O %	A műtrágyában lévő K %	Vizsgálati minta (g)	A kivonat oldatából vett minta a hígításhoz (ml)	Hígítás (ml-re)	A lecsapáshoz mintaként veendő alikvot rész (ml)	Átszámítási faktor (F), $\frac{\%\ K_2O}{gTPBK}$	Átszámítási faktor (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	vagy –		10	131,400	109,060
			vagy 50	250	50	131,400	109,060
több mint 50	több mint 41,5	5	vagy –	–	10	262,800	218,120
			vagy 50	250	50	262,800	218,120

7.8 *Vakpróba*

Minden egyes meghatározás-sorozat esetében végezzünk vakpróbát úgy, hogy csak a reagenseket használjuk az elemzés során használt arányokban és ezt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításakor.

7.9. *Kontrollvizsgálat*

A vizsgálati módszer ellenőrzése céljából végezzünk meghatározást a kálium-klorid vizes oldatának egy legfeljebb 40 mg K_2O-t tartalmazó alikvot részén.

8. **Az eredmények kifejezése**

Ha a 3. táblázatban foglalt vizsgálati mintákat és hígítási értékeket használjuk, a következő képletet kell alkalmazni:

$$\text{A műtrágyában található } K_2O\% - a = (A - a)\,F$$

▼B

vagy

$$\text{A műtrágyában található } K\% - a = (A–a)F'.$$

ahol

A = a mintából nyert csapadék tömege, grammban

a = a vakpróbánál nyert csapadék tömege, grammban

F és F' = faktorok (lásd 3. táblázat).

Ha a minták és hígítások értékei eltérnek a 3. táblázatban megadottaktól, a következő képletet használjuk:

$$\text{A műtrágyában található } K_2O = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

vagy

$$\text{A műtrágyában található } K = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

ahol:

f = átszámítási faktor, KTFB K_2O-ba = 0,1314,

f' = átszámítási faktor, KTFB K-ba = 0,109,

D = hígítási faktor

M = a vizsgálati minta tömege, grammban

5. módszer

Nincs erre vonatkozó tétel.

6. módszer

Klór

6.1. módszer

Kloridok meghatározása szerves anyagok hiányában

1. **Cél**

Ez a módszer a klorid szerves anyag hiányában történő meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Az összes olyan műtrágya, amely szerves anyagot nem tartalmaz

3. **A módszer elve**

A vízben feloldott kloridokat savas közegben ismert koncentrációjú ezüst-nitrát oldat feleslegével lecsapjuk. A felesleget ammónium-tiocianát oldattal vas(III)ammónium-szulfát jelenlétében visszatitráljuk (Volhard-módszer).

4. **Reagensek**

Kloridmentes desztillált vagy ioncserélt víz

4.1. Nitrobenzol vagy dietil-éter

4.2. Salétromsav: 10 mol/l

▼B

4.3. *Indikátoroldat*

Oldjunk fel 40 g vas(III)-ammónium-szulfátot, $Fe_2(SO_4)_3$ $(NH_4)_2SO_4$ $24H_2O$, vízben és töltsük fel 1 literre.

4.4. *Ezüst-nitrát mérőoldat: 0,1 mol/l*

Készítés

Mivel ez a só higroszkópos, és nem szárítható a bomlás kockázata nélkül, tanácsos kimérni kb. 9 g mennyiséget, feloldani vízzel és feltölteni 1 literre. Titrálással állítsuk be 0,1 mol/l-re a 0,1 mol/l-es $AgNO_3$ titerét.

5. **Készülék**

5.1. Körkörös rázógép (35–40 fordulat percenként).

5.2. Büretták

5.3. 500 ml-es mérőlombik

5.4. 250 ml-es Erlenmeyer-lombik

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Minta és oldatkészítés*

Tegyünk 0,001 g pontossággal kimért 5 g tömegű mintát 500 ml-es mérőlombikba és adjunk hozzá 450 ml vizet. Keverjük fél órán át a körkörös rázógéppel (5.1.), töltsük fel az 500 ml-es jelig desztillált vízzel; keverjük össze és szűrjük bele egy főzőpohárba.

7.2. *Meghatározás*

A szűrletből vegyünk egy legfeljebb 0,150 g kloridot tartalmazó *alikvot* részt. Például 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) vagy 100 ml (1 g). Ha a vett minta kisebb, mint 50 ml, akkor fel kell tölteni a térfogatot 50 ml-re desztillált vízzel.

Adjunk hozzá 5 ml 10 mol/l-es salétromsavat (4.2.), 20 ml indikátoroldatot (4.3.) és két csepp ammónium-tiocianát mérőoldatot (az utóbbi reagenshez e célból nullára beállított bürettát használunk).

Ezután bürettával addig adjunk hozzá ezüst-nitrát mérőoldatot (4.4), amíg 2–5 ml felesleg nem keletkezik. Adjunk hozzá 5 ml nitrobenzolt vagy 5 ml dietil-étert (4.1.), és jól rázzuk össze, hogy tömörítsük a csapadékot. Az ezüst-nitrát felesleget addig titráljuk 0,1 mol/l-es ammónium-tiocianáttal (4.5.), amíg vörösesbarna szín nem jelenik meg, amely a lombik enyhe rázását követően is megmarad.

Megjegyzés

A nitrobenzol vagy a dietil-éter (de főképpen a nitrobenzol) megakadályozza, hogy az ezüst-klorid reakcióra lépjen a tiocianát ionokkal. Ily módon tiszta színátcsapás figyelhető meg.

7.3. *Vakpróba*

Végezzünk vakpróbát (a minta kihagyásával) azonos feltételek mellett és vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

7.4. *Kontrollvizsgálat*

A becslést megelőzően ellenőrizzük a módszer pontosságát frissen készített kálium-klorid oldat olyan alikvot részével, amely 100 mg nagyságrendű, ismert mennyiségű kloridot tartalmaz.

8. **Az eredmények kifejezése**

Az eredményt a beérkezési állapotú minta kloridtartalmának százalékos értékében fejezzük ki.

▼B

Számítsuk ki a klorid (Cl) százalékarányát a következő képlettel:

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

ahol:

V_z = 0,1 mol/l-es ezüst-nitrát milliliterszáma

V_{cz} = a vakpróba során használt 0,1 mol/l-es ezüst-nitrát milliliterszáma,

V_a = a 0,1 mol/l-es ammónium-tiocianát milliliterszáma,

V_{ca} = a vakpróba során használt 0,1 mol/l-es ammónium-tiocianát milliliterszáma

M = a vett minta (7.2.) tömege, grammban.

7. módszerek

Az őrlés finomsága

7.1. módszer

Az őrlés finomságának meghatározása (száraz szárítás)

1. **Cél**

Ez a módszer az őrlés finomságának meghatározására vonatkozó száraz eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

A módszer alkalmazható az összes olyan EK-műtrágyára, amelyeknél 0,630 és 0,160 mm-es szitákra vonatkozó őrlési finomsági követelményt írtak elő.

3. **A módszer elve**

Gépi szitálással meghatározzuk a terméknek azt a mennyiségét, amelynek szemcsemérete 0,630 fölött van, és azt a mennyiséget, amelynek szemcsemérete 0,160 és 0,630 mm között van, és kiszámítjuk az őrlés finomságának százalékos értékét.

4. **Készülék**

4.1. Rázógép gépi szitáláshoz

4.2. Szabványos méretű (20 cm átmérőjű, 5 cm magasságú) sziták 0,160-os és 0,630 lyukmérettel.

5. **Eljárás**

Mérjünk ki az anyagból 0,05 g pontossággal 50 g-ot. Állítsuk össze a két szitát és a hozzájuk tartozó gyűjtő edényrészt és helyezzük a rázógépre (4.1.), úgy, hogy a nagyobb lyukméretű szita felül helyezkedjék el. Tegyük a szitálandó mintát a felső szitára. Szitáljunk 10 percig, majd vegyük ki a gyűjtőedényben összegyűlt anyagot. Indítsuk újra a készüléket, és egy perc múlva győződjünk meg arról, hogy a gyűjtőedénybe ez idő alatt nem hullott át 250 mg-ot meghaladó anyagmennyiség. Ismételjük az utóbbi eljárást (egyszerre 1–1 percig), amíg az összegyűlt anyag mennyisége kevesebb nem lesz 250 mg-nál. Mérjük le külön-külön a szitákon fennmaradt anyagot.

6. **Az eredmények kifejezése**

$$\text{A minta } \% - \text{os finomsága a} 0,630 \text{mm lyukméretű szitán} = (50 – M_1) \times 2$$

▼B

A minta % – osfinomságaa0, 160mmlyukméretű szitán = $[50–(M_1 + M_2)] \times 2$.

ahol:

M_1 = a 0,630 mm lyukméretű szitán fennmaradt szitamaradék tömege, grammban.

M_2 = a 0,160 mm lyukméretű szitán fennmaradt szitamaradék tömege, grammban.

A 0,630 mm lyukméretű szitából kihulló anyag már külön van választva.

E számítások eredményét felkerekítjük a legközelebbi egész számra.

7.2. módszer

Lágy természetes foszfátok őrlési finomságának meghatározása

1. **Cél**

Ez a módszer a lágy természetes foszfátok őrlési finomságának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Lágy természetes foszfátok.

3. **A módszer elve**

Finom részecske eloszlású mintáknál az összetapadás miatt a száraz szitálás nehézkes. Ezért általában nedves szitálást alkalmaznak.

4. **Reagensek**

1 %-os nátrium-hexametafoszfát oldat

5. **Készülék**

5.1. Szabványos méretű (20 mm átmérőjű, 5 cm magasságú) sziták 0,063 és 0,125 mm lyukmérettel, gyűjtőedények

5.2. Állványra szerelt 20 cm átmérőjű üvegtölcsér

5.3. 250 ml-es főzőpoharak

5.4. Szárítószekrény

6. **Elemzési módszer**

6.1. *Mintavétel*

Mérjünk ki az anyagból 50 g-ot, 0,05 g pontossággal. Mossuk le a szita mindkét oldalát vízzel és tegyük a 0,125 mm lyukméretű szitát a 0,063 mm lyukméretű szita fölé.

6.2. *Eljárás*

Helyezzük a vizsgálati mintát a felső szitára. A szitálást vékony hidegvíz sugárral végezzük (csapvíz használható) addig, amíg az átfolyó víz gyakorlatilag tiszta nem lesz. Ügyelni kell a folyadékáram beállítására, hogy az alsó szita sohase teljék meg vízzel.

Amikor a felső szitán lévő maradék láthatólag többé-kevésbé állandó marad, távolítsuk el ezt a szitát és közben helyezzük egy gyűjtőedényre.

Folytassuk a nedves szitálást az alsó szitán néhány percig, amíg az átfolyó víz csaknem tiszta lesz.

Tegyük vissza a 0,125 mm lyukméretű szitát a 0,063 mm lyukméretű szitára. Vigyük át az esetleges lerakódást a gyűjtőedényből a felső szitára és kezdjük ismét a szitálást gyenge vízsugárral, amíg ez a víz újból csaknem tisztává válik.

Vigyük át valamennyi maradékot veszteség nélkül külön-külön főzőpohárba a tölcsér segítségével. A főzőpoharakat vízzel megtöltve

▼B

szuszpendáljuk az egyes maradékokat. Hagyjuk állni kb. 1 percig, dekantáljunk annyi vizet, amennyit lehetséges.

Tegyük a főzőpoharakat 150 °C hőmérsékletű szárítószekrénybe 2 órára.

Hagyjuk kihűlni, a szitamaradékokat ecsettel nyerjük vissza, majd mérjük le.

7. **Az eredmények kifejezése**

A számítási eredményeket felkerekítjük a legközelebbi egész számra.

A minta % – os finomsga a 0,125 mm lyukméretű szitán

$$= (50 - M_1) \times 2$$

A minta % – os finomsága a 0,630 mm lyukm éretű szitán

$$= [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

ahol:

M_1 = a 0,125 mm lyukméretű szitán fennmaradt szitamaradék tömege, grammban.

M_2 = a 0,630 mm lyukméretű szitán fennmaradt szitamaradék tömege, grammban.

8. **Megjegyzések**

Ha a szitálást követően csomók jelenléte figyelhető meg, az elemzést még egyszer el kell végezni a következő módon.

Lassan, folyamatos keverés mellett öntsük a minta 50 grammját egy literes lombikba, amelybe előzetesen 500 ml nátrium-hexametafoszfát-oldatot öntöttünk. Dugaszoljuk be a lombikot, és kézzel erőteljesen rázzuk, hogy a csomók szétessenek. Az egész szuszpenziót vigyük a felső szitára, és gondosan mossuk át a lombikot is. Ezután folytassuk a vizsgálatot a 6.2. pont előírásai szerint.

8. módszerek

Mezoelemek

8.1. módszer

Az összes kalcium, összes magnézium, összes nátrium és a szulfát formájában jelen lévő összes kén kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer az összes kalcium, összes magnézium, összes nátrium és a szulfát formájában jelen lévő összes kén kivonására vonatkozó eljárást állapítja meg úgy, hogy ugyanaz a kivonat alkalmazható valamennyi előírt tápanyag meghatározásához.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer azokra az EK-műtrágyákra vonatkozik, amelyek tekintetében e rendelet előírja az összes kalcium, összes magnézium, összes nátrium és a szulfát formájában jelen lévő összes kén megadását.

3. **A módszer elve**

Oldás híg sósavban forralva.

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósav*

Egy térfogatrész sósav (d_{20} = 1,18 g/ml) és egy térfogatrész víz.

5. **Készülék**

Állítható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

▼B

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Vizsgálati minta*

A kalciumot, a magnéziumot, a nátriumot és a szulfát formájában jelen lévő ként egy milligramm pontossággal kimért, 5 g vizsgálati mintából vonjuk ki.

Ha azonban a műtrágya 15 %-nál több ként (S), azaz 37,5 %-nál több SO_3-ot és 18,8 %-nál több kalciumot (Ca), azaz 26,3 %-nál több CaO-t tartalmaz, akkor a kalcium és a kén kivonását egy milligramm pontossággal kimért 1 g vizsgálati mintából végezzük. Tegyük a vizsgálati mintát 600 ml-es főzőpohárba.

7.2. *Az oldat elkészítése*

Adjunk hozzá kb. 400 ml vizet és – a minta magas karbonáttartalma esetén óvatosan – adjunk hozzá kis adagokban 50 ml hígított sósavat (4.1.). Forraljuk fel és tartsuk forrásban 30 percig. Időnként megkeverve hagyjuk lehűlni. Veszteség nélkül, dekantálással vigyük át egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel és keverjük össze. Száraz szűrőn szűrjük le száraz gyűjtőedénybe, az első részletet kiöntve. A szűrletnek teljesen átlátszónak kell lennie. Ha a szűrletet nem használjuk fel azonnal, akkor dugóval zárjuk le.

8.2. módszer

A különböző formákban jelen lévő összes kén kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyákban elemi formában és/vagy egyéb kémiai összetételben jelen lévő összes kén kivonására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer azokra az EK-műtrágyákra vonatkozik, amelyek tekintetében e rendelet előírja a különböző formákban (elemi, tioszulfát, szulfit, szulfát) jelen lévő összes kén tartalmának garantálását.

3. **A módszer elve**

Az elemi ként lúgos közegben átalakítjuk poliszulfidokká és tioszulfáttá; ezeket, továbbá az esetlegesen jelen lévő szulfitokat hidrogén-peroxiddal oxidáljuk. Ezáltal a kén különböző formáit szulfáttá alakítottuk, amelyet bárium-szulfátos lecsapással határozunk meg (8.9. módszer).

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósav:*

Egy térfogatrész sósav (d = 1,18) és egy térfogatrész víz.

4.2. Nátrium-hidroxid oldat, NaOH, legalább 30 % (d = 1,33).

4.3. Hidrogén-peroxid oldat, 30 % m/m

4.4. Bárium-klorid vizes oldata, $BaCl_2$, $2H_2O$, 122 g literenként.

5. **Készülék**

Állítható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

▼B

7. **Eljárás**

7.1. *Vizsgálati minta*

Egy milligramm pontossággal mérjünk ki olyan mennyiségű műtrágyát, amely 80–350 mg mennyiségű ként (S) vagy 200–875 mg mennyiségű SO_3-ot tartalmaz.

Rendszerint (ha S < 15 %) 2,5 g-ot mérjünk ki. Tegyük a vizsgálati mintát egy 400 ml-es főzőpohárba.

7.2. *Oxidálás*

Adjunk hozzá 20 ml nátrium-hidroxid oldatot (4.2.) és 20 ml vizet. Fedjük le óraüveggel. Forraljuk 5 percig a főzőlapon (5.1.). Vegyük le a főzőlapról. Forró vízsugár segítségével gyűjtsük össze a főzőpohár falára ragadt ként és forraljuk 20 percig. Hagyjuk lehűlni.

Adjunk hozzá 2 ml-es adagokban hidrogén-peroxidot (4.3.) mindaddig, amíg már nem észlelünk további reakciót. 6–8 adag hidrogén-peroxidra lesz szükség. Hagyjuk tovább oxidálódni egy órát, majd forraljuk fél órán át. Hagyjuk lehűlni.

7.3. *Az oldat elkészítése az elemzéshez*

Adagoljunk kb. 50 ml vizet és 50 ml sósavoldatot (4.1.).

— ha a kén (S) mennyisége kevesebb, mint 5 %:

szűrjük le 600 ml-es főzőpohárba. A szűrőn maradt csapadékot mossuk át többször hideg vízzel. Mosás után a szűrlet utolsó cseppjeiből ellenőrizzük a szulfát jelenlétének hiányát bárium-klorid oldattal (4.4.). A szűrletnek tökéletesen tisztának kell lennie. A szulfátot a teljes szűrletmennyiségben határozzuk meg a 8.9. módszer szerint.

— ha a kén (S) mennyisége több, mint 5 %:

vigyük át veszteség nélkül 250 ml-es mérőlombikba, töltsük fel a jelig vízzel és keverjük össze. Száraz szűrőn szűrjük le száraz edénybe; a szűrletnek teljesen tisztának kell lennie. Ha a szűrletet nem használjuk fel azonnal, akkor dugóval zárjuk le. Határozzuk meg a szulfátokat ezen oldat egy alikvot részén bárium-szulfátos lecsapással (8.9. módszer).

8.3. módszer

A vízoldható kalcium, magnézium, nátrium és (a szulfát formájában jelen lévő) kén kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer a vízoldható kalcium, magnézium, nátrium és (a szulfát formájában jelen lévő) kén kivonására vonatkozó eljárást állapítja meg, úgy, hogy ugyanaz a kivonat alkalmazható legyen az összes előírt tápanyag meghatározásához.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer azokra a műtrágyákra vonatkozik, amelyek tekintetében az I. melléklet előírja a vízoldható kalcium, magnézium, nátrium és (a szulfát formájában jelen lévő) kén tartalmának garantálását.

3. **A módszer elve**

A tápanyagokat forró vízben oldjuk.

4. **Reagensek**

Desztillált, vagy azonos minőségű ioncserélt víz.

5. **Készülék**

Állítható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

▼B

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Vizsgálati minta*

a) Ha a műtrágya nem tartalmaz ként, vagy amennyiben tartalmaz, akkor 3 % kénnél (S) nem többet, azaz 7,5 % SO_3-ot és ugyanakkor nem több mint 4 % kalciumot (Ca), azaz 5,6 % CaO-t, akkor mérjünk ki 5 g műtrágyát egy milligramm pontossággal.

b) Ha a műtrágya több mint 3 % ként (S) és több mint 4 % kalciumot (Ca) tartalmaz, akkor mérjünk ki 1 g műtrágyát egy milligramm pontossággal.

Tegyük a vizsgálati mintát 600 ml-es főzőpohárba.

7.2. *Az oldat elkészítése*

Adjunk hozzá kb. 400 ml vizet és tartsuk forrásban 30 percig. Időnként megkeverve hagyjuk lehűlni és veszteség nélkül, dekantálással vigyük át egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel és keverjük össze.

Száraz szűrőn szűrjük le száraz lombikba. A szűrlet első részleteit öntsük ki. A szűrletnek teljesen átlátszónak kell lennie.

Ha a szűrletet nem használjuk fel azonnal, akkor dugóval zárjuk le.

8.4. módszer

Különböző formákban jelen lévő, vízoldható kén kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyában különböző vízoldható formákban jelen lévő kén kivonására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer azokra a műtrágyákra vonatkozik, amelyek tekintetében az I. melléklet előírja a vízoldható kén-trioxid tartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A ként hideg vízben feloldjuk, majd lúgos közegben hidrogén-peroxidos oxidációval szulfáttá alakítjuk.

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósav*

Egy térfogatrész sósav (d_{20} = 1,18 g/ml) és egy térfogatrész víz

4.2. Nátrium-hidroxid oldat, NaOH, legalább 30 % (d_{20} = 1,33 g/ml)

4.3. Hidrogén-peroxid oldat, 30 % (m/m)

5. **Készülék**

5.1. 500 ml-es kalibrált Stohmann-lombik

5.2. Körkörös rázógép, 30–40 fordulat percenként

5.3. Állítható hőmérsékletű elektromos főzőlap

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

▼B

7. **Eljárás**

7.1. *Vizsgálati minta*

a) Amennyiben a műtrágya legfeljebb 3 % ként (S), azaz 7,5 % SO_3-ot és ugyanakkor legfeljebb 4 % kalciumot (Ca), azaz 5,6 % CaO-t tartalmaz, akkor mérjünk ki 5 g műtrágyát egy milligramm pontossággal.

b) Amennyiben a műtrágya több mint 3 % ként (S) és ugyanakkor több mint 4 % kalciumot (Ca) tartalmaz, akkor mérjünk ki 1 g műtrágyát egy milligramm pontossággal.

Tegyük a vizsgálati mintát egy 500 ml-es lombikba (5.1.).

7.2. *Az oldat elkészítése*

Adjunk hozzá kb. 400 ml vizet. Zárjuk le dugóval. Rázassuk (5.2.) 30 percig. Töltsük fel a jelig vízzel és keverjük össze. Száraz szűrőn szűrjük le száraz lombikba. Ha a szűrletet nem használjuk fel azonnal, akkor dugóval zárjuk le.

7.3. *A vizsgálathoz használt alikvot rész oxidálása*

A kivont oldatból mérjünk ki egy legfeljebb 50 ml-es *alikvot* részt, amely lehetőség szerint 20–100 mg mennyiségű ként (S) tartalmaz.

Szükség esetén töltsük fel 50 ml-re vízzel. Adjunk hozzá 3 ml nátrium-hidroxid oldatot (4.2.) és 2 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.3.). Takarjuk le óraüveggel és a főzőlapon (5.3.) óvatosan forraljuk egy órán át. Milliliteres adagokban folytassuk a hidrogén-peroxid oldat hozzáadását mindaddig, amíg a reakció tart (legnagyobb mennyiség 5 ml).

Ezután hagyjuk lehűlni. Vegyük le az óraüveget és mossuk le az alsó oldalát a főzőpohárba. Adjunk hozzá kb. 20 ml hígított sósavat (4.1.). Töltsük fel vízzel kb. 300 ml-re.

Határozzuk meg a szulfátok mennyiségét az oxidált oldat egészére vonatkoztatva a 8.9. módszer szerint.

8.5. módszer

Elemi kén kivonása és meghatározása

Figyelmeztetés

Ez a elemzési módszer szén-diszulfid (CS_2) használatát írja elő. Ezért különleges biztonsági intézkedéseket kell alkalmazni, különösen a következők tekintetében:

— a CS_2 tárolása,

— a személyzet védőfelszerelése,

— munkahelyi higiénia,

— a tűzesetek és a robbanások megelőzése,

— a használt reagens elhelyezése.

Ez a módszer jól képzett személyzetet és megfelelően felszerelt laboratóriumot kíván meg.

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyában jelen lévő elemi kén kivonására és mennyiségének meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer azokra az EK-műtrágyákra vonatkozik, amelyek tekintetében az I. melléklet előírja az elemi formában jelen lévő összes kén tartalmának garantálását.

3. **A módszer elve**

A vízoldható vegyületek eltávolítását követően az elemi ként szén-diszulfid segítségével kivonjuk, majd a kivont ként gravimetriásan meghatározzuk.

▼B

4. **Reagensek**

Szén-diszulfid.

5. **Készülék**

5.1. 100 ml-es extrakciós lombik, csiszolatos üvegdugóval ellátva.

5.2. Soxhlet-készülék, megfelelő szűrőelemekkel.

5.3. Vákuumos, forgó párologtató berendezés.

5.4. Ventilátorral ellátott elektromos kemence, 90 (± 2) °C-ra beállítva.

5.5. 5–7 cm átmérőjű, legfeljebb 5 cm-nél nem magas porcelán Petri-csészék.

5.6. Állítható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Vizsgálati minta*

Egy milligramm pontossággal mérjünk ki 5–10 g mennyiségű mintát és tegyük a Soxhlet-készülék (5.2.) extrakciós hüvelyébe.

7.2. *A kén kivonása*

Alaposan mossuk át a hüvely tartalmát forró vízzel, hogy minden vízoldható összetevőt eltávolítsunk. Szárítsuk a kemencében (5.4.) 90 °C-on legalább egy órán át. Helyezzük a szűrőt a Soxhlet-készülékbe (5.2.).

Tegyünk néhány szem üveggyöngyöt a készülék extrakciós lombikjába (5.1.), mérjük le a tömegét (P_0) és adjunk hozzá 50 ml szén-diszulfidot (4.1.).

Csatlakoztassuk a készüléket és hagyjuk, hogy folytatódjon az elemi kén kivonása hat órán át. Kapcsoljuk ki a fűtést és lehűlés után vegyük le a lombikot. Kössük a lombikot a forgó párologtató berendezésre (5.3.) és párologtassuk, amíg a lombik tartalma szivacsos masszává szilárdul.

Szárítsuk a lombikot a kemencében 90 °C-on (5.4.) (általában egy óra szükséges), amíg a tömege (P_1) állandósul.

7.3. *Az elemi kén tisztaságának meghatározása*

Egyes anyagok az elemi kénnel együtt kivonódhattak a szén-diszulfidos eljárás során. Az elemi kén tisztaságának ellenőrzése a következőképpen történik:

Homogenizáljuk a lombik tartalmát olyan alaposan, amennyire csak lehet, és vegyünk ki 2–3 g-ot egy milligrammos pontossággal (n). Tegyük Petri-csészébe (5.5.). Mérjük meg a csésze és tartalmának együttes tömegét (P_2). Helyezzük a főzőlapra (5.6.) és állítsunk be 220 °C-ot nem meghaladó hőmérsékletet, hogy a kén ne gyulladjon meg. Hagyjuk szublimálni 3–4 órán át, amíg a tömege állandósul (P_3).

Megjegyzés

Egyes műtrágyák esetében nem feltétlenül szükséges a kén tisztaságát ellenőrizni. Ebben az esetben hagyjuk ki a 7.2. lépést.

▼B

8. **Az eredmények kifejezése**

A műtrágya elemi kén (S) tartalmának százalékos aránya a következő:

A műtrágya tisztítatlan

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

▼M4

$$\text{A kivont kén tisztasága } (\%) = \frac{P_2 - P_3}{n} \times 100;$$

▼B

$$\text{A műtrágya tiszta S} - \text{tartalma}(\%) = \frac{(P_1 - P_0)(P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100$$

ahol:

m = a műtrágya vizsgálati mintájának tömege, grammban,

P_0 = a Soxhlet-lombik tömege, grammban,

P_1 = a Soxhlet-lombik és a tisztítatlan kén szárítás utáni együttes tömege,

n = a tisztításra szánt tisztítatlan kén tömege, grammban,

P_2 = a Petri-csésze tömege,

P_3 = a Petri-csésze tömege a kén szublimációja után.

8.6. módszer

Kivont kalcium oxalát formájában történő kicsapást követő manganimetriás meghatározása

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok kalciumtartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer azokra az EK-műtrágyákra vonatkozik, amelyek tekintetében az I. melléklet előírja az összes és/vagy a vízoldható kalciumtartalom garantálását.

▼M4

3. **Elv**

A kivonó oldat alikvotjában jelen lévő kalciumot oxalát formájában és azt ennek elválasztása és feloldása után oxálsavas titrálással és kálium-permanganát felhasználával kicsapatjuk.

▼B

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósav*

Egy térfogatrész sósav (d_{20} = 1,18 g/ml) és egy térfogatrész víz.

4.2. *1:10 arányban hígított kénsav*

Egy térfogatrész kénsav (d_{20} = 1,84 g/ml) tíz térfogatrész vízben.

4.3. *1:1 arányban hígított ammóniaoldat*

Egy térfogatrész ammónia (d_{20} = 0,88 g/ml) és egy térfogatrész víz.

4.4. Ammónium-oxalát telített oldata [$(NH_4)_2C_2O_4.H_2O$], szobahőmérsékleten (hozzávetőlegesen 40 g/l).

▼B

4.5. Citromsavoldat, 30 % (m/v)

4.6. Ammónium-klorid oldat, 5 % (m/v)

4.7. Brómtimolkék-oldat, 95 %-os etanolban, 0,1 % (m/v)

4.8. Brómkrezolzöld-oldat, 95 %-os etanolban, 0,04 % (m/v)

4.9. Kálium-permanganát mérőoldat, 0,02 mol/l.

5. **Készülék**

5.1. 5–20 μ porozitású szűrőtégely zsugorított üveggel

5.2. Forró vízfürdő

6. **A vizsgálandó alikvot rész elkészítése**

A kivonat 8.1. vagy 8.3. módszer szerinti oldatából pipettával vegyünk ki 15–50 mg mennyiségű Ca-ot (= 21–70 mg mennyiségű CaO) tartalmazó alikvot részt. Legyen ezen alikvot rész térfogata v_2. Töltsük bele egy 400 ml-es főzőpohárba. Szükség esetén semlegesítsük pár csepp ammóniaoldattal (4.3.) (amíg az indikátor (4.7.) zöldről kékre nem vált).

Adjunk hozzá 1 ml citromsavoldatot (4.5.) és 5 ml ammónium-klorid oldatot (4.6.).

7. **A kalcium-oxalát lecsapása**

Adjunk hozzá kb. 100 ml vizet. Hozzuk forrásba, adjunk hozzá 8–10 csepp indikátoroldatot (4.8.) majd cseppenként 50 ml forró ammónium-oxalát oldatot (4.4.). Ha csapadék keletkezik, oldjuk fel néhány csepp sósav hozzáadásával (4.1.). Semlegesítsük folyamatos keverés közben, nagyon lassan, ammóniaoldattal (4.3.), hogy 4,4–4,6 pH-értéket kapjunk (amíg az indikátor (4.8.) zöldről kékre nem vált). Helyezzük a főzőpoharat forrásban lévő vízfürdőbe (5.2.) kb. 30 perces időtartamra.

Vegyük ki a főzőpoharat a fürdőből, hagyjuk állni egy órán át és szűrjük le a tégelybe (5.1.).

8. **Az oxalátos csapadék titrálása**

Mossuk a főzőpoharat és az üvegszűrőt addig, amíg az ammónium-oxalát felesleg teljes mértékben el nem távozik (ez a mosóvízben a klorid jelenlétének hiányával ellenőrizhető). Helyezzük a tégelyt 400 ml-es főzőpohárba és oldjuk fel a csapadékot 50 ml forró kénsavval (4.2.). Tegyünk annyi vizet a főzőpohárba, hogy kb. 100 ml legyen az oldat térfogata. Melegítsük fel 70–80 °C-os hőmérsékletre és cseppenként titráljuk permanganátoldattal (4.9.) mindaddig, amíg a rózsaszín elszíneződés 1 percig megmarad. Legyen ez a térfogat n.

9. **Az eredmények kifejezése**

A műtrágya kalcium (Ca) tartalma a következő:

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

ahol:

n = a felhasznált permanganát mennyisége, milliliterben,

m = a vizsgálati minta tömege, grammban,

v_2 = az alikvot rész térfogata, milliliterben,

v_1 = a kivont oldat térfogata, milliliterben,

t = a permanganátoldat molaritása, mol/literben.

CaO (%) = Ca (%) × 1,400.

▼B

8.7. módszer

Magnézium meghatározása atomabszorpciós spektrofotometriával

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok magnéziumtartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer azokra a 8.1. és a 8.3. módszer szerint nyert EK-műtrágya kivonatokra vonatkozik, amelyek tekintetében kötelező az összes és/vagy a vízoldható magnéziumtartalom garantálása, az I. mellékletnek a mezoelemekre vonatkozó D. részében felsorolt, alábbi műtrágyák kivételével:

— 4. típus (kieserit),

— 5. típus (magnézium-szulfát) és 5.1 típus (magnézium-szulfát oldat),

— valamint a káliumműtrágyákra vonatkozó I.A.3. mellékletben felsorolt, alábbi műtrágya kivételével:

— 7. típus (kieserit kálium-szulfáttal),

— amelyek tekintetében a 8.8. módszer alkalmazandó.

Az alább megadott módszer minden olyan műtrágya-kivonatra vonatkozik, amely olyan mennyiségben tartalmaz bizonyos elemeket, amely zavarhatja a magnézium komplexometriás meghatározását.

3. **A módszer elve**

A magnézium meghatározása atomabszorpciós spektrofotometriával, az oldat megfelelő hígítása után.

4. **Reagensek**

4.1. Sósavoldat, 1 mol/l

4.2. Sósavoldat, 0,5 mol/l

4.3. *Magnézium mérőoldat, 1,00 mg/ml*

4.3.1. Oldjunk fel 1,013 g magnézium-szulfátot ($MgSO_4.7H_2O$) a 0,5 mol/l-es sósavoldatban (4.2.).

4.3.2. Mérjünk ki 1,658 g magnézium-oxidot (MgO), amelyet a karbonátosodás nyomainak eltüntetésére előzetesen izzítottunk. Tegyük főzőpohárba és adjunk hozzá 100 ml vizet és 120 ml 1mol/l-es sósavat (4.1.). Amikor feloldódott, veszteség nélkül dekantáljuk 1 000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig és keverjük össze,

vagy

4.3.3. Kereskedelmi mérőoldat.

Az ilyen oldatok ellenőrzése a laboratórium feladata.

4.4. *Stroncium-klorid oldat*

Oldjunk fel 75 g stroncium-kloridot ($SrCl_2.6H_2O$) sósavoldatban (4.2.) és egészítsük ki a térfogatát 500 ml-re ugyanazzal a sósavoldattal.

5. **Készülék**

Atomabszorpciós mérésre alkalmas spektrométer, magnézium lámpával, 285,2 nm-re beállítva.

Levegő-acetilén láng.

6. **A minta előkészítése**

Lásd 8.1. és 8.3. módszer.

▼B

7. **Eljárás**

7.1. Ha a műtrágya garantált magnéziumtartalma (Mg) több mint 6 % (azaz 10 % MgO formájában), akkor vegyünk 25 ml-t (V_1) a kivonat oldatából (6.). Vigyük át 100 ml-es mérőlombikba, töltsük fel a jelig vízzel és keverjük össze. A hígítási tényező $D_1 = 100/V_1$.

7.2. Pipettával vegyünk ki 10 ml-t a kivont oldatból (6.) vagy az oldatból (7.1.). Vigyük át 200 ml-es mérőlombikba. Töltsük jelig a 0,5 mol/l-es sósavval (4.2.) és keverjük össze. A hígítási tényező 200/10.

7.3. Hígítsuk ezt az oldatot (7.2.) a 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) úgy, hogy a koncentráció a spektrométer (5.1.) mérési tartományának optimális részébe essen. V_2 a minta térfogata 100 ml-ben. A hígítási tényező $D_2 = 100/V_2$.

Az utolsó oldatnak 10 térfogatszázalék stroncium-klorid oldatot (4.4.) kell tartalmaznia.

7.4. *Vakoldat készítése*

Készítsünk vakoldatot a teljes eljárás megismétlésével a kivonástól kezdve (8.1. vagy 8.3. módszer), egyedül a műtrágya vizsgálati mintáját kihagyva.

7.5. *Kalibrációs oldatok készítése*

A mérőoldat (4.3.) 0,5 mol/l-es sósavval történő hígításával készítsünk legalább öt növekvő koncentrációjú kalibrációs oldatot a készülék (5.1.) optimális mérési tartományán belül.

Ezen oldatoknak 10 térfogatszázalék stroncium-klorid oldatot (4.4.) kell tartalmazniuk.

7.6. *Mérés*

Állítsuk be a spektrométert (5.1.) 285,2 nm hullámhosszra.

Porlasszuk be háromszor egymás után a kalibrációs oldatokat (7.5.), a vizsgálati oldatot (7.3.) és a vakoldatot (7.4.), és mindig a következő mérni kívánt oldattal mossuk át a készüléket. Ismételjük meg ezt a műveletet háromszor. Ábrázoljuk a kalibrációs görbét az egyes kalibrációs oldatok (7.5.) átlagos abszorbanciájának feltüntetésével az ordinátán és a megfelelő magnéziumkoncentráció (μg/ml-ben) feltüntetésével az abszcisszán. Határozzuk meg a magnézium koncentrációját a mintában (7.3.), X_s és a vakoldatban (7.4.), X_b, a kalibrációs görbe alapján.

8. **Az eredmények kifejezése**

A magnézium (Mg) vagy a magnézium-oxid (MgO) mennyiségét a mintában a kalibrációs oldatokhoz történő viszonyítással határozhatjuk meg, figyelembe véve a vakpróba eredményét.

A magnézium (Mg) százalékos mennyisége a műtrágyában a következő:

$$\text{Mg (\%)} = \frac{(X_s - X_b)\ D_1(200/10)\ D_2\ 500,100}{1000.1000\ M}$$

ahol

X_s = a vizsgálandó oldat koncentrációja, amint a kalibrációs görbe mutatja, μg/ml-ben kifejezve,

X_b = a vakoldat koncentrációja, amint a kalibrációs görbe mutatja, μg/ml-ben kifejezve,

D_1 = hígítási tényező, ha az oldatot hígítottuk (7.1.),

— Egyenlő néggyel, ha 25 ml-t vettünk,

— Egyenlő eggyel, ha az oldatot nem hígítottuk,

— D_2 = a 7.3. szerinti hígítási tényező,

▼B

— M = a vizsgálati minta tömege a kivonás során,

— MgO

MgO (%) = Mg (%)/0,6.

8.8. módszer

Magnézium meghatározása komplexometriával

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok magnéziumtartalmának meghatározásra vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer azokra az EK-műtrágya kivonatokra vonatkozik, amelyek tekintetében kötelező az összes és/vagy a vízoldható magnéziumtartalom garantálása:

— az I. mellékletben felsorolt műtrágyák: egyszerű nitrogéntartalmú műtrágyák, 1b. + 1c. típus (kalcium-magnézium-nitrát), 7. típus (magnézium-szulfonitrát), 8. típus (nitrogéntartalmú műtrágyák magnéziummal) és egyszerű káliumműtrágyák, 2. típus (dúsított kainit), 4. típus (magnéziumtartalmú kálium-klorid), 6. típus (magnéziumsót tartalmazó kálium-szulfát),

— a mezoelemekre vonatkozó I.D. mellékletben felsorolt műtrágyák.

3. **A módszer elve**

A magnéziumot a 8.1. és/vagy a 8.3. módszer szerint oldatba visszük. Első titrálás: a Ca + Mg titrálása EDTA hozzáadásával, eriokrómfekete-T jelenlétében. Második titrálás: a Ca titrálása EDTA hozzáadásával, kalcein vagy kalkon-karbonsav jelenlétében. A magnéziumot a különbségen alapuló módszerrel határozzuk meg.

4. **Reagensek**

4.1. *Magnézium mérőoldat, 0,05 mol/l*

4.1.1. Oldjunk fel 1,232 g magnézium-szulfátot ($MgSO_4.7H_2O$) a 0,5 mol/l-es sósavoldatban (4.11.) és hígítsuk fel ugyanazzal a savval 100 ml-re.

vagy:

4.1.2. Mérjünk ki 2,016 g magnézium-oxidot, amelyet a karbonátosodás nyomainak eltüntetésére előzetesen izzítottunk. Tegyük főzőpohárba és adjunk hozzá 100 ml vizet.

Keverjünk hozzá kb. 120 ml kb. 1 mol/l-es sósavat (4.12.).

Amikor feloldódott, veszteség nélkül vigyük át egy 1 000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig és keverjük össze.

Ezen oldatok 1 ml-e 1,216 mg Mg-ot tartalmaz (= 2,016 mg MgO).

A fenti mérőoldat koncentrációjának ellenőrzése a laboratórium feladata.

4.2. *EDTA 0,05 mol/l-es oldata*

Mérjünk ki 18,61 g-ot a dinátrium-etilén-diamin-tetraacetát-dihidrátból ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8.2H_2O$), helyezzük egy 1 000 ml-es főzőpohárba és oldjuk fel 600–800 ml vízben. Veszteség nélkül vigyük át 1 000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig és keverjük össze. Ellenőrizzük ezt az oldatot a mérőoldattal (4.1.) úgy, hogy az utóbbiból kiveszünk egy 20 ml-es mintát és titráljuk a (7.2.) módszer szerinti vizsgálati eljárással.

Egy ml EDTA-oldat 1,216 mg Mg-nak (= 2,016 mg MgO) és 2,004 mg Ca-nak (= 2,804 mg CaO) (lásd 10.1. és 10.6. megjegyzés) felel meg.

▼B

4.3. *0,05 mol/l-es kalcium mérőoldat*

Mérjünk ki 5,004 g száraz kalcium-karbonátot. Tegyük főzőpohárba és adjunk hozzá 100 ml vizet. Fokozatosan keverjünk bele 120 ml kb. 1 mol/l-es sósavat (4.12.).

Forraljuk fel a szén-dioxid kiűzése céljából, hűtsük le és veszteség nélkül vigyük át egy 1 000 ml-es mérőlombikba, majd töltsük fel a jelig vízzel és keverjük össze. Ellenőrizzük ezt az oldatot az EDTA-oldattal (4.2.) a megfelelő vizsgálati eljárással (7.3.). Ezen oldat 1 ml-e 2,004 mg Ca-t tartalmaz (= 2,804 mg CaO) és 1 ml 0,05 mol/l-es EDTA-oldatnak (4.2.) felel meg.

4.4. *Kalcein indikátor*

Óvatosan keverjünk össze mozsárban 1 g kalceint 100 g nátrium-kloriddal. Ebből a keverékből 10 mg-ot használjunk. Az indikátor zöldről narancsszínűre változik. A titrálást addig kell folytatni, amíg a szín zöldes árnyalattól mentes narancsra változik.

4.5. *Kalkon-karbonsav indikátor*

Oldjunk fel 400 mg kalkon-karbonsavat 100 ml metanolban. Ez az oldat legfeljebb csak kb. 4 hétig tárolható. Ebből az oldatból három cseppet kell használni. Az indikátor pirosról kék színűre változik. A titrálást addig kell folytatni, amíg a szín pirosas árnyalattól mentes kékre változik.

4.6. *Eriokrómfekete-T indikátor*

Oldjunk fel 300 mg eriokrómfekete-T-t 25 ml propanol-1 és 15 ml trietanolamin keverékében. Ez az oldat legfeljebb csak kb. 4 hétig tárolható. Ebből az oldatból három cseppet használjunk. Az indikátor pirosról kék színűre változik és a titrálást addig kell folytatni, amíg a szín pirosas árnyalattól mentes kékre változik. A szín csak akkor változik meg, ha magnézium is jelen van. Szükség esetén adjunk hozzá 1 ml-t a merőoldatból (4.1.).

Ha kalcium és magnézium egyaránt jelen van, akkor az EDTA először a kalciummal, majd a magnéziummal képez komplexet. Ebben az esetben a két elem meghatározása párhuzamosan történik.

4.7. *Kálium-cianid oldat*

KCN 2 %-os vizes oldata. (Ne pipettázzunk szájjal és lásd 10.7.).

4.8. *Kálium-hidroxid és kálium-cianid oldat*

Oldjunk fel 280 g KOH-t és 66 g KCN-t vízben, egészítsük ki a térfogatát egy literre és keverjük össze.

4.9. *10,5 pH-értékű pufferoldat*

Tegyünk 500 ml-es mérőlombikba 33 g ammónium-kloridot és oldjuk fel 200 ml vízben, majd adjunk hozzá 250 ml ammóniát (d_{20} = 0,91 g/ml), végül töltsük fel a jelig és keverjük össze. Rendszeresen ellenőrizzük az oldat pH-értékét.

4.10. Hígított sósav: egy térfogatrész sósav (d_{20} = 1,18 g/ml) és egy térfogatrész víz.

4.11. Sósavoldat, kb. 0,5 mol/l.

4.12. Sósavoldat, kb. 1 mol/l.

4.13. Nátrium-hidroxid oldat, 5 mol/l.

5. **Készülék**

5.1. Mágneses vagy mechanikus keverő.

5.2. pH-mérő.

6. **Kontrollvizsgálat**

Végezzünk meghatározásokat az oldatok (4.1. és 4.3.) alikvot részein olyan módon, hogy a Ca/Mg arány nagyjából azonos legyen a vizsgált oldatéval. E célból vegyünk „a” milliliter mennyiséget a Mg mérőoldatból (4.3.) és „b-a” milliliter mennyiséget a mérőoldatból (4.1.). Az „a” és a „b” az EDTA-oldatból a vizsgálandó oldat két titrálása során felhasznált mennyiség milliliterben kifejezett értékének felel meg. Ez

▼B

az eljárás csak akkor megfelelő, ha az EDTA-, a kalcium- és a magnéziumoldat pontosan ekvivalens. Ellenkező esetben korrekciót kell végezni.

7. **A vizsgálandó oldat elkészítése**

Lásd 8.1. és 8.3. módszer.

8. **Meghatározás**

8.1. *Mintaként veendő alikvot részek*

Az alikvot rész lehetőleg 9 és 18 mg közötti mennyiségű magnéziumot tartalmazzon (= 15–30 mg MgO).

8.2. *Titrálás eriokrómfekete-T jelenlétében*

Pipettázzunk egy alikvot részt (8.1.) a vizsgálandó oldatból 400 ml-es főzőpohárba. Semlegesítsük a felesleges savat 5 mol/l-es nátrium-hidroxid oldattal (4.12.), pH-mérőt használva. Hígítsuk fel vízzel kb. 100 ml-re. Adjunk hozzá 5 ml pufferoldatot (4.9.). A pH-mérő által mért pH-érték 10,5±0,1 legyen. Adjunk hozzá 2 ml kálium-cianid oldatot (4.7.) és három csepp eriokrómfekete-T indikátort (4.6.). Titráljuk EDTA-oldattal (4.2.). Közben a keverővel (5.1.) lassan keverjük (lásd 10.2., 10.3. és 10.4.). Legyen „b” a 0,05 mol/l-es EDTA-oldat milliliterszáma.

8.3. *Titrálás kalcein vagy kalkon-karbonsav jelenlétében*

Pipettázzunk a fenti titrálás során alkalmazottal azonos alikvot részt a vizsgált oldatból 400 ml-es főzőpohárba. Semlegesítsük a savfelesleget 5 mol/l-es nátrium-hidroxid oldattal (4.13.), pH-mérőt használva. Hígítsuk fel vízzel kb. 100 ml-re. Adjunk hozzá 10 ml KOH/KCN oldatot (4.8.) és az indikátort (4.4. vagy 4.5.). A keverővel (5.1.) való lassú keverés közben titráljuk az EDTA-oldattal (4.2.) (lásd 10.2., 10.3. és 10.4.). Legyen „a” a 0,05 mol/l-es EDTA-oldat milliliterszáma.

9. **Az eredmények kifejezése**

Azokra az EK-műtrágyákra, amelyek tekintetében a módszer alkalmazható (5 g műtrágya 500 ml kivonatban), a műtrágya százalékos tartalma:

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

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

Ahol:

a = a 0,05 mol/l-es EDTA-oldat milliliterszáma, amelyet a kalcein vagy kalkon-karbonsav jelenlétében végzett titrálás során használtunk fel,

b = a 0,05 mol/l-es EDTA-oldat milliliterszáma, amelyet az eriokrómfekete-T jelenlétében végzett titrálás során használtunk fel,

M = az alikvot részben jelen lévő minta tömege (grammban kifejezve),

T = 0,2016 × az EDTA-oldat molaritása/0,05 (lásd 4.2.),

T' = 0,1216 × az EDTA-oldat molaritása/0,05 (lásd 4.2.).

10. **Megjegyzések**

10.1. Komplexometriai elemzésekben a sztöchiometrikus EDTA-fém arány mindig 1:1, függetlenül a fém vegyértékétől és annak ellenére, hogy az EDTA négy vegyértékű. Az EDTA titráló oldat, ezért a mérőoldatok molárisak és nem normáloldatok.

▼B

10.2. A komplexometriás indikátorok gyakran érzékenyek a levegőre. Az oldat veszíthet a színéből a titrálás során. Ebben az esetben egy vagy két csepp indikátort kell hozzáadni. Ez elsősorban az eriokrómfekete és a kalkon-karbonsav esetében igaz.

10.3. A fém-indikátor komplexek gyakran viszonylag stabilak, így esetenként hosszabb időt vehet igénybe, amíg a színváltozás megtörténik. Ezért az EDTA utolsó cseppjeit lassan kell hozzáadni és egy csepp 0,05 mol/l-es magnézium- (4.1.) vagy kalciumoldatot (4.3.) kell még hozzáadni, hogy megbizonyosodjunk arról, hogy a színváltozás nem ment még végbe. Ez különösen az eriokróm-magnézium komplex esetében igaz.

10.4. Az indikátor színátcsapását nem függőlegesen, hanem vízszintesen, az oldat keresztmetszetében kell észlelni, és a főzőpoharat fehér háttér elé kell helyezni, jól megvilágított helyre. Az indikátor színváltása könnyen észlelhető, ha a főzőpoharat alulról mérsékelten megvilágított (25 wattos lámpa), tejüvegre tesszük.

10.5. Ez az elemzés bizonyos fokú gyakorlatot igényel. A feladat magában foglalja – többek között – a 4.1. és a 4.3. szerinti mérőoldatok színváltozásainak megfigyelését. Ajánlatos, hogy a meghatározásokat ugyanaz a laborkémikus végezze.

10.6. Ha garantált töménységű EDTA-oldatot használunk (például Tritisol, Normex), akkor ez egyszerűsítheti a 4.1., a 4.2. és a 4.3. szerinti mérőoldatok egyenértékének ellenőrzését.

10.7. Kálium-cianidot tartalmazó oldat nem önthető a lefolyóba a cianid ártalmatlan vegyületté történő alakítása nélkül, például lúgosítást követő nátrium-hipokloritos oxidációval.

8.9. módszer

Szulfátok meghatározása

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatokban szulfát formájában jelen lévő kén mennyiségének meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer a 8.1., a 8.2., a 8.3. és a 8.4. módszerrel előállított kivonatokban jelen lévő szulfát mennyiségének meghatározására vonatkozik.

3. **A módszer elve**

Gravimetriás meghatározás bárium-szulfát formájában.

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósav*

Egy térfogatrész sósav (d_{20} = 1,18 g/ml) és egy térfogatrész víz

4.2. Bárium-klorid oldat $BaCl_2$ $2H_2O$: 122 g/l

4.3. Ezüst-nitrát oldat: 5 g/l

5. **Készülék**

5.1. Porcelán olvasztótégelyek

5.2. Forró vízfürdő

5.3. Szárítószekrény 105 (± 1) °C-ra beállítva

5.4. Elektromos kemence 800 (±50) °C-ra beállítva

6. **Eljárás**

6.1. *Mintavétel az oldatból*

Pipettával vegyünk ki egy alikvot részt a kivonat 2. pontban megjelölt oldataiból, amely 20–100 mg S-t vagy 50–250 mg SO_3-ot tartalmaz.

▼B

Tegyük ezt az alikvot részt megfelelő térfogatú főzőpohárba. Adjunk hozzá 20 ml hígított sósavat (4.1.). Egészítsük ki kb. 300 ml-re vízzel.

6.2. *A csapadék előállítása*

Forraljuk fel az oldatot. Cseppenként adjunk hozzá kb. 20 ml-t a bárium-klorid oldatból (4.2.), miközben élénken keverjük az oldatot. Forraljuk néhány percig.

A főzőpoharat fedjük le óraüveggel és tegyük forrásban lévő vízfürdőbe (5.2.) egy órára. Ezután hagyjuk forró (kb. 60 °C) állapotban állni, amíg a felülúszó folyadék ki nem tisztul. Dekantáljuk a tiszta oldatot lassú szűrésű hamumentes szűrőn. Mossuk át a csapadékot néhányszor forró vízzel. Folytassuk a csapadék átmosását a szűrőn, mindaddig, amíg a szűrlet klorid-mentes nem lesz. Ezt ezüst-nitrát oldattal (4.3.) ellenőrizhetjük.

6.3. *Elhamvasztás és a csapadék lemérése*

Helyezzük a szűrőpapírt és a csapadékot egy előzőleg 0,1 mg pontossággal lemért porcelántégelybe (5.1.). Szárítsuk meg a szárítószekrényben (5.3.) és hamvasszuk kb. 800 °C-on fél órán át (5.4.). Hagyjuk lehűlni exszikkátorban és mérjük le 0,1 mg-os pontossággal.

7. **Az eredmények kifejezése**

Egy mg bárium-szulfát 0,137 mg S-nek vagy 0,343 mg SO_3-nak felel meg.

A műtrágya százalékos kéntartalma a következő:

$$S\ (\%) = w \times 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3\ (\%) = S(\%) \times 2,5$$

ahol:

w = a bárium-szulfát csapadék tömege, grammban,

v_1 = a kivont oldat térfogata, milliliterben,

v_2 = az alikvot térfogata, milliliterben,

m = a vizsgálati minta tömege, grammban.

8.10. módszer

Kivont nátrium meghatározása

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok nátriumtartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer azokra az EK-műtrágyákra vonatkozik, amelyek tekintetében az I. melléklet előírja a nátriumtartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A 8.1. és/vagy a 8.3. módszer szerint nyert kivonat megfelelő hígítását követően az oldat nátriumtartalmát lángemissziós spektrofotometriával határozzuk meg.

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósav*

Egy térfogatrész sósav (d_{20} = 1,18 g/ml) és egy térfogatrész víz.

▼B

4.2. Alumínium-nitrát $Al(NO_3)_3.9H_2O$

4.3. Cézium-klorid, CsCl

4.4. Vízmentes nátrium-klorid, NaCl

4.5. *Cézium-klorid és alumínium-nitrát oldat*

Készítsünk vizes oldatot 50 g cézium-kloriddal (4.3.) és 250 g alumínium-nitráttal (4.2.) egy 1 000 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a jelig és keverjük össze.

4.6. *Nátrium mérőoldat, 1 mg/ml Na-mal*

Oldjunk fel vízben 2,542 g nátrium-kloridot (4.4.) 1 000 ml-es mérőlombikban. Adjunk hozzá 10 ml sósavat (4.1.). Töltsük fel a jelig és keverjük össze.

5. **Készülék**

Lángemisszióra alkalmas spektrométer, 589,3 nm-re beállítva.

6. **Kalibrációs oldatok**

6.1. Tegyünk 10 ml mérőoldatot (4.6.) 250 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig és keverjük össze. Az oldat koncentrációja 40 μg/ml Na.

6.2. Tegyünk 0, 5, 10, 15, 20, 25 ml közbenső oldatot (6.1.) 100 ml-es mérőlombikokba. Adjunk hozzá 10 ml (4.5.) oldatot. Töltsük fel a jelig és keverjük össze. Az oldatok koncentrációja: 0, 2, 4, 6, 8, 10 μg/ml Na.

7. **A vizsgálandó oldatok előkészítése**

A kivont oldat várható nátriumtartalmától függően, a 8.1. vagy a 8.3. módszer szerint (5 g műtrágya 500 ml-ben) végezzük a hígításokat a következő táblázatnak megfelelően:

Na_2O (%)	Na (%)	Közbenső hígítás		Végső hígítás		A hígítás mértéke
		Minta (ml) (v_2)	Hígítás ml-re (v_3)	Minta (ml) (v_4)	Hígítás ml-re	
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

A közbenső oldat térfogatát vízzel egészítsük ki. A végső hígításhoz adjunk 10 ml-t az oldatból (4.5.) a 100 ml-es mérőlombikba.

1 g-os vizsgálati mintához szorozzuk meg a végső hígítás térfogatát (v_4) öttel.

8. **Meghatározás**

Készítsük elő a spektrométert (5.1.) az 589,3 nm-es mérésre. Kalibráljuk a műszert a kalibrációs oldatokra (6.2.) adott válasz megmérésével. Ezután állítsuk be a műszer érzékenységét úgy, hogy a teljes mérési tartományt kihasználjuk a legtöményebb kalibrációs oldat mérésénél. Ezután mérjük meg a vizsgálandó mintára (7.) adott választ. Ismételjük meg ezt a műveletet három alkalommal.

9. **Az eredmény kiszámítása**

Rajzoljuk fel a kalibrációs görbét az egyes kalibrációs oldatokra adott átlagos válaszok feltüntetésével az ordinátán, míg az abszcisszán a megfelelő koncentrációk szerepeljenek μg/ml mértékegységben kifejezve. Határozzuk meg ebből a vizsgálati minta nátriumkoncentrációját. A mérőoldatból számítsuk ki a nátrium mennyiségét, a hígítások mértékének figyelembevételével. Az eredményt a minta százalékában fejezzük ki.

▼B

A műtrágya százalékos nátrium (Na) tartalma a következő:

$$Na\ \% = x \cdot \frac{v_3}{v_4} \frac{v_1}{v_2} \frac{10^{-2}}{m}$$

$$Na_2O(\%) = Na(\%) \times 1,348$$

ahol:

x = a spektrométerbe juttatott oldat koncentrációja, μg/ml-ben,

v_1 = a kivont oldat térfogata, milliliterben,

v_2 = az alikvot térfogata a közbenső hígításnál, milliliterben,

v_3 = a közbenső hígítás térfogata, milliliterben,

v_4 = az alikvot térfogata a végső hígításnál (100 milliliterben),

m = a vizsgálati minta tömege, grammban.

9. módszerek

Mikroelemek 10 % vagy annál kisebb koncentrációban

9.1. módszer

Az összes mikroelem kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer a következő mikroelemek kivonására vonatkozó eljárást állapítja meg: összes bór, összes kobalt, összes réz, összes vas, összes mangán, összes molibdén és összes cink. A cél az, hogy minél kevesebb kivonatot kelljen előállítani, és lehetőség szerint ugyanaz a kivonat legyen használható a fentiekben felsorolt valamennyi mikroelem teljes mennyiségének meghatározására.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás azokra az I. melléklet E. részének hatálya alá tartozó EK-műtrágyákra vonatkozik, amelyek a következő mikroelemek közül legalább egyet tartalmaznak: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. Minden olyan mikroelemre alkalmazandó, amelynek garantált tartalma nem haladja meg a 10 %-ot.

3. **A módszer elve**

Forrásban lévő hígított sósavban való oldás.

Megjegyzés

A kivonás tapasztalati jellegű és ezért a terméktől vagy a műtrágya egyéb összetevőitől függően előfordulhat, hogy nem mindig veszteségmentes. Különösen egyes mangán-oxidok esetében a kivont mangán mennyisége lényegesen kevesebb lehet a minta tényleges mangántartalmánál. A műtrágyagyártók feladata annak biztosítása, hogy a garantált tartalom valóban megfeleljen a vizsgálati feltételek mellett kivont mennyiségnek.

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósavoldat (HCl), kb. 6 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat (d_{20} = 1,18 g/ml) egy térfogatrész vízzel.

4.2. Tömény ammóniaoldat (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml)

▼B

5. **Készülék**

Állítható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

Megjegyzés

Ha a kivonat bórtartalmát kell meghatározni, ne használjunk boroszilikát üveg felszerelést. Mivel a módszer forralást is tartalmaz, teflon vagy kvarcüveg alkalmazása javasolt. Ha a mosogatáshoz borátokat tartalmazó mosogatószert használtak, akkor az üvegedényt használat előtt gondosan át kell öblíteni.

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Vizsgálati minta*

Mérjünk ki a műtrágyából 2–10 g-ot attól függően, hogy mennyi a termékben az adott elem garantált tartalma. Az alábbi táblázatot kell használni ahhoz, hogy megfelelő hígítás után a végső oldat az egyes módszereknek megfelelő mérési tartományba essen. A mintákat 1 mg-os pontossággal kell kimérni.

A műtrágya garantált mikroelem tartalma (%)	< 0,01	0,01– < 5	≥ 5–10
A vizsgálati minta tömege (g)	10	5	2
Az adott elem tömege a mintában (mg)	1	0,5–250	100–200
A kivonat térfogata, V (ml)	250	500	500
Az adott elem koncentrációja a kivonatban (mg/l)	4	1–500	200–400

Tegyük a mintát 250 ml-es főzőpohárba.

7.2. *Az oldat elkészítése*

Szükség esetén nedvesítsük meg a mintát egy kis vízzel, majd óvatosan, kis részletekben adjuk hozzá annyiszor 10 ml hígított sósavat (4.1.), ahány g-ot kimértünk a műtrágyából, és ezután adjunk hozzá kb. 50 ml vizet. Fedjük le a főzőpoharat óraüveggel és keverjük össze a tartalmát. A főzőlapon forraljuk fel, majd tartsuk forrásban 30 percen át. Időnként megkeverve hagyjuk lehűlni. Vigyük át veszteség nélkül 250 vagy 500 ml-es mérőlombikba (lásd táblázat). Töltsük fel a jelig vízzel és gondosan keverjük össze. Száraz szűrőn szűrjük le száraz edénybe. Öntsük ki a szűrlet első részét. A kivonatnak tökéletesen tisztának kell lennie.

Ajánlatos a meghatározásokat késedelem nélkül elvégezni a tiszta szűrlet alikvot részein. Ha nem azonnal végezzük a mérést, akkor a kivonatokat tartalmazó edényeket dugóval zárjuk le.

Megjegyzés

Olyan kivonat esetében, amelynél a bórtartalom meghatározása a cél, a következőképpen járunk el: állítsuk be a pH-értéket koncentrált ammóniaoldattal (4.2.) 4 és 6 közé.

8. **Meghatározás**

Az egyes mikroelemek meghatározását az adott mikroelemre alkalmazandó módszernél feltüntetett alikvot részeken kell elvégezni.

Szükség esetén a 9.3. módszerrel távolítsuk el a szerves kelát- vagy komplexképző anyagokat a kivonat egy alikvot részéből. Ha atomabszorpciós spektrometriával végezzük a meghatározást, akkor erre nincs feltétlenül szükség.

▼B

9.2. módszer

Vízoldható mikroelemek kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer a következő mikroelemek vízoldható formáinak kivonására vonatkozó eljárást állapítja meg: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. A cél az, hogy minél kevesebb kivonást kelljen elvégezni és lehetőség szerint ugyanaz a kivonat legyen használható a fentiekben felsorolt valamennyi mikroelem koncentrációjának meghatározásához.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás azokra az I. melléklet hatálya alá tartozó EK-műtrágyákra vonatkozik, amelyek a következő mikroelemek közül legalább egyet tartalmaznak: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. Minden olyan mikroelemre alkalmazandó, amelynek garantált tartalma nem haladja meg a 10 %-ot.

3. **A módszer elve**

A mikroelemeket úgy vonjuk ki, hogy a műtrágyát 20 °C ± 2 °C hőmérsékleten vízzel rázatjuk.

Megjegyzés

A kivonás tapasztalati jellegű és előfordulhat, hogy nem veszteségmentes.

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósavoldat (HCl), kb. 6 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat (d_{20} = 1,18 g/ml) 1 térfogatrész vízzel.

5. **Készülék**

5.1. Körkörös rázógép, 35–40 percenkénti fordulatszámra beállítva.

5.2. pH-mérő

Megjegyzés

Ha a kivonat bórtartalmának meghatározása a cél, ne használjunk boroszilikát üveg felszerelést. Teflon vagy kvarcüveg alkalmazása javasolt. Ha a mosogatáskor borátokat tartalmazó mosogatószert használtak, az üvegedényt használat előtt alaposan át kell öblíteni.

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Vizsgálati minta*

Mérjünk ki a műtrágyából 2–10 g-ot, attól függően, hogy mennyi a termékben az adott elem garantált tartalma. Az alábbi táblázatot kell használni ahhoz, hogy a végső oldat megfelelő hígítás után az egyes módszereknek megfelelő mérési tartományba essen. A mintákat 1 mg-os pontossággal kell kimérni.

A műtrágya garantált mikroelem tartalma (%)	< 0,01	0,01– < 5	≥ 5–10
A vizsgálati minta tömege (g)	10	5	2
Az adott elem tömege a mintában (mg)	1	0,5–250	100–200

▼B

A kivonat térfogata, V (ml)	250	500	500
Az adott elem koncentrációja a kivonatban (mg/l)	4	1–500	200–400

Tegyük a mintát 250 vagy 500 ml-es lombikba (a táblázat szerint).

7.2. *Az oldat elkészítése*

Adjunk kb. 200 ml vizet a 250 ml-es lombikba, vagy 400 ml vizet az 500 ml-es lombikba.

Zárjuk le jól a lombikot. Rázzuk meg erősen kézzel, hogy jól eloszlassuk a mintát, azután helyezzük a lombikot a rázógépre és 30 percig rázassuk.

Vízzel töltsük fel a jelig és gondosan keverjük össze.

7.3. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Szűrjük le rögtön száraz, tiszta lombikba. Zárjuk le dugóval a lombikot. A meghatározást a szűrést követően azonnal végezzük el.

Megjegyzés

Ha a szűrlet fokozatosan zavarossá válik, készítsünk új kivonatot a 7.1. és a 7.2. pont szerint, Ve térfogatú lombikot használva. Szűrjük le a kivonatot W térfogatú, előzetesen kiszárított mérőlombikba, amelybe már betöltöttünk 5,00 ml hígított sósavat (4.1.). Állítsuk le a szűrést pontosan abban a pillanatban, amikor a folyadékszint eléri a kalibrációs jelet. Gondosan keverjük össze.

Ilyen feltételek mellett az eredmények kifejezésekor a V értéke:

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Az eredmények kifejezésekor a hígítás ettől a V értéktől függ.

8. **Meghatározás**

Az egyes mikroelemek meghatározását az adott mikroelemre alkalmazandó módszernél feltüntetett alikvot részeken kell elvégezni.

Szükség esetén a 9.3. módszerrel távolítsuk el a szerves kelát- vagy komplexképző anyagokat a kivonat egy alikvot részéből. Ha atomabszorpciós spektrometriával végezzük a meghatározást, akkor erre nincs feltétlenül szükség.

9.3. módszer

Szerves vegyületek eltávolítása műtrágyakivonatokból

1. **Cél**

Ez a módszer a szerves vegyületek műtrágyakivonatokból való eltávolítására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 9.1. és a 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható elemek garantálását.

Megjegyzés

Kis mennyiségű szerves anyag jelenléte általában nem zavarja az atomabszorpciós spektrometriával történő meghatározást.

3. **A módszer elve**

Az alikvot részben jelen lévő szerves vegyületeket hidrogén-peroxiddal oxidáljuk.

▼B

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósavoldat (HCl), kb. 0,5 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat (d_{20}= 1,18 g/ml) 20 térfogatrész vízzel.

4.2. Hidrogén-peroxid oldat (30 % H_2O_2 d_{20} = 1,11 g/ml), mikroelemektől mentes.

5. **Készülék**

Szabályozható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

6. **Eljárás**

Vegyünk 25 ml-t a 9.1. vagy a 9.2. módszerrel nyert kivonatból és vigyük át 100 ml-es főzőpohárba. A 9.2. módszerrel nyert kivonat esetében adjunk hozzá 5 ml hígított sósavoldatot (4.1.). Azután adjunk hozzá 5 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.2.). Takarjuk le óraüveggel. Hagyjuk kb. 1 órán át szobahőmérsékleten oxidálódni, majd fokozatosan melegítsük forrásig és fél óráig forraljuk. Szükség esetén lehűlés után még egyszer adjunk hozzá 5 ml hidrogén-peroxidot. Végül forraljuk fel a hidrogén-peroxid felesleg eltávolításához. Hagyjuk lehűlni és vigyük át veszteség nélkül 50 ml-es mérőlombikba, majd töltsük fel a jelig. Szűrjük le, ha szükséges.

Amikor alikvot részeket veszünk ki, illetve a termékben a mikroelem százalékos koncentrációját számítjuk ki, ezt a hígítást figyelembe kell venni.

9.4. módszer

Mikroelemek meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával

(általános eljárás)

1. **Cél**

Ez a módszer az egyes mikroelemek műtrágyakivonatokban jelen lévő mennyiségének atomabszorpciós spektrometriás módszerrel történő meghatározására vonatkozó általános eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 9.1. és a 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható elemek garantálását.

Ezen eljárás különböző mikroelemekre történő alkalmazását az egyes elemekre meghatározott módszerek leírása ismerteti részletesen.

Megjegyzés

Kis mennyiségű szerves anyag jelenléte a legtöbb esetben nem zavarja az atomabszorpciós spektrometriával történő meghatározást.

3. **A módszer elve**

Miután a kivonatot szükség szerint kezeltük a zavaró kémiai anyagok mennyiségének csökkentése, illetve eltávolítása érdekében, hígítjuk a kivonatot úgy, hogy a koncentráció a spektrométer optimális mérési tartományába essen a mikroelem meghatározásához alkalmas hullámhossznál.

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 6 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat (d_{20} = 1,18 g/ml) 1 térfogatrész vízzel.

4.2. *Hígított sósavoldat (HCI), kb. 0,5 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat (d_{20} = 1,18 g/ml) 20 térfogatrész vízzel.

▼B

4.3. *Lantánsóoldatok (10 g La/l)*

Ezt a reagenst a kobalt, a vas, a mangán és a cink meghatározásához használjuk. Az alábbi módszerek egyikének alkalmazásával készíthető el:

a) lantán-oxidot sósavban (4.1.) feloldunk. Tegyünk 1 literes lombikba 11,73 g lantán-oxidot (La_2O_3) és 150 ml vizet, és adjunk hozzá 120 ml 6 mol/l-es sósavat (4.1.). Hagyjuk feloldódni, majd vízzel egészítsük ki egy literre és gondosan keverjük össze. Ez az oldat kb. 0,5 mol/l töménységű, sósavban oldva;

b) vagy lantán-klorid, -szulfát vagy -nitrát oldattal. Oldjunk fel 26,7 g lantán-klorid-heptahidrátot ($LaCl_3.7H_2O$) vagy 31,2 g lantán-nitrát-hexahidrátot ($La(NO_3)_3.6H_2O$) vagy 26,2 g lantán-szulfát-nonahidrátot ($La_2(SO_4)_3.9H_2O$) 150 ml vízben, majd adjunk hozzá 85 ml 6 mol/l-es sósavat (4.1.). Hagyjuk feloldódni, majd vízzel egészítsük ki térfogatát 1 literre. Gondosan keverjük össze. Ez az oldat kb. 0,5 mol/l töménységű, sósavban oldva.

4.4. *Kalibrációs oldatok*

Ezek készítését illetően lásd az egyes mikroelemekre alkalmazandó egyedi elemzési módszereket.

5. **Készülék**

Atomabszorpciós spektrométer a meghatározandó elemekre jellemző sugárzás kibocsátására alkalmas fényforrásokkal felszerelve.

A vizsgálatot végző személynek követnie kell a műszer gyártójának használati utasítását és értenie kell a műszer kezeléséhez. A műszer tegye lehetővé háttérkorrekció alkalmazását, hogy szükség esetén (Co és Zn meghatározásokhoz) használni lehessen azt. A vizsgálatokhoz levegőt és acetiléngázt kell használni.

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *A meghatározandó mikroelemek kivont oldatának elkészítése*

Lásd 9.1. és/vagy 9.2., illetve 9.3. módszer.

6.2. *A vizsgálati oldat kezelése*

Hígítsuk fel a 9.1., a 9.2. vagy a 9.3. módszerrel kapott kivonat alikvot részét vízzel és/vagy sósavval (4.1. vagy 4.2.), úgy, hogy a végső mérési oldatban a meghatározandó elem koncentrációja megfeleljen az alkalmazott kalibrációs tartománynak (7.2.), és a sósav töménysége legalább 0,5 mol/l és legfeljebb 2,5 mol/l legyen. Ehhez egy vagy több egymást követő hígítás szükséges.

Vegyünk egy alikvot részt a kivonat végső hígításával nyert oldatból, térfogatát nevezzük „a” ml-nek és vigyük át 100 ml-es mérőlombikba. Ha kobalt-, vas-, mangán- vagy cinktartalmat határozunk meg, akkor adjunk hozzá 10 ml lantánsóoldatot (4.3.). Töltsünk fel a jelig a 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2) és gondosan keverjük össze. Ez a végső mérési oldat. A hígítási tényezőt nevezzük D-nek.

7. **Eljárás**

7.1. *Vakoldat készítése*

Készítsünk vakoldatot úgy, hogy a kivonat készítésétől kezdve megismételjük a teljes eljárást, de nem adunk hozzá a műtrágyából vett vizsgálati mintát.

7.2. *Kalibrációs oldatok készítése*

Az egyes mikroelemekre egyedileg megadott módszerek szerint készített kalibrációs munkaoldatok felhasználásával 100 ml-es mérőlombikokban készítsünk legalább 5 kalibrációs oldatból álló, növekvő koncentrációjú sorozatot, a spektrométer optimális mérési tartományán belül. Szükség esetén állítsuk be a sósav koncentrációját úgy, hogy a lehető legközelebb essen a hígított vizsgálati oldat (6.2.) sósav-koncentrációjához. Kobalt, vas, mangán vagy cink meghatározásakor adjunk hozzá 10 ml-t ugyanabból a lantánsóoldatból (4.3.), amelyet a 6.2. pontnál használtunk. Töltsük fel a jelig a 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) és keverjük alaposan össze.

▼B

7.3. *Meghatározás*

Készítsük elő a spektrométert (5.) a mérésekhez és állítsuk be az egyes mikroelemek tekintetében a megfelelő módszernél megadott hullámhosszra.

Porlasszuk be háromszor egymás után a kalibrációs oldatokat (7.2.), a vizsgálati oldatot (6.2.) és a vakoldatot (7.1.), és jegyezzük fel az egyes eredményeket, az egyes porlasztások között pedig öblítsük ki a készüléket desztillált vízzel.

Vegyük fel a kalibrációs görbét úgy, hogy minden kalibrációs oldatra (7.2.) nézve az átlagos spektrométer-leolvasásokat tüntetjük fel az ordinátán és az elem μg/ml-ben kifejezett megfelelő koncentrációit pedig az abszcisszán.

E görbe alapján határozzuk meg az adott mikroelem koncentrációját a vizsgálati oldatban (x_s), (6.2.) és a vakoldatban (x_b), (7.1.), a koncentrációkat μg/ml-ben kifejezve.

8. **Az eredmények kifejezése**

A mikroelem %-os koncentrációja (E) a műtrágyában egyenlő:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

ha a 9.3. módszert használtuk:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

ahol:

E a meghatározott mikroelem mennyisége, a műtrágya %-ában kifejezve,

x_s a vizsgálati oldat (6.2.) koncentrációja, μg/ml-ben,

x_b a vakoldat (7.1.) koncentrációja, μg/ml-ben,

V a 9.1. vagy a 9.2. módszerrel nyert kivonat térfogata, ml-ben,

D a végrehajtott hígításnak (6.2.) megfelelő tényező,

M a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint kimért minta tömege g-ban.

A D hígítási tényező számítása:

Ha (a1), (a2), (a3), … (ai) és (a) alikvot részek, míg (v1), (v2), (v3), … (vi) és (100) a hígításaiknak rendre megfelelő térfogatok, ml-ben kifejezve, akkor a D hígítási tényező:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ .\times\ .\times\ .\times (vi/ai) \times (100/a).$$

9.5. módszer

Bór meghatározása műtrágyakivonatokban azometin-H spektrometriás módszerrel

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok bórtartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 9.1. és a 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. melléklete előírja az összes és/vagy a vízoldható bórtartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A borátionok azometin-H oldatban sárga színű komplexet képeznek, amelynek koncentrációját molekuláris abszorpciós spektrometriával 410 nm-en határozzuk meg. A zavaró ionokat EDTA-val fedjük el.

▼B

4. **Reagensek**

4.1. *EDTA pufferoldat*

300 ml vizet tartalmazó 500 ml-es mérőlombikba tegyünk:

— 75 g ammónium-acetátot (NH_4OOCCH_3),

— 10 g dinátrium-etiléndiamin-tetraacetátot (Na_2EDTA),

— 40 ml ecetsavat (CH_3COOH, d_{20} = 1,05 g/ml).

Töltsük fel a jelig vízzel és gondosan keverjük össze. Az oldat üvegelektróddal ellenőrzött pH-értéke 4,8 ± 0,1 legyen.

4.2. *Azometin-H oldat*

200 ml-es mérőlombikba tegyünk

— 10 ml pufferoldatot (4.1.),

— 400 mg azometin-H-t ($C_{17}H_{l2}NNaO_8S_2$),

— 2 g aszkorbinsavat ($C_6H_8O_6$),

— Töltsük fel a jelig és gondosan keverjük össze. Ebből a reagensből ne készítsünk nagy mennyiséget, mert csak pár napig stabil.

4.3. *Bór kalibrálóoldatok*

4.3.1. Bór törzsoldat (100 μg/ml)

Oldjunk fel 0,5719 g bórsavat (H_3BO_3) vízben, 1 000 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a jelig vízzel és gondosan keverjük össze. Töltsük műanyag edénybe és tároljuk hűtőszekrényben.

4.3.2. Bór munkaoldat (10 μg/ml)

Tegyünk 50 ml törzsoldatot (4.3.1.) 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel és gondosan keverjük össze.

5. **Készülék**

Spektrométer molekuláris abszorpciós mérésekhez, 10 mm optikai úthosszú küvettákkal, 410 nm hullámhosszra állítva.

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *A bór oldat készítése*

Lásd 9.1. és/vagy 9.2., illetve 9.3. módszer.

6.2. *A vizsgálati oldat készítése*

A kivonat (6.1.) alikvot részét hígítsuk fel úgy, hogy a 7.2. pontban megadott koncentrációt kapjuk. Két egymást követő hígítás lehet szükséges. Nevezzük a hígítási tényezőt D-nek.

6.3. *A korrekciós oldat elkészítése*

Ha a vizsgálati oldat (6.2.) elszíneződik, készítsünk megfelelő korrekciós oldatot olyan módon, hogy műanyag edénybe 5 ml vizsgálati oldatot (6.2.), 5 ml EDTA-pufferoldatot (4.1.) és 5 ml vizet teszünk, majd jól elkeverjük.

7. **Eljárás**

7.1. *Vakoldat készítése*

Készítsünk vakoldatot úgy, hogy a kivonat készítésétől kezdve megismételjük a teljes eljárást, de nem adunk hozzá a műtrágyából vett vizsgálati mintát.

7.2. *A kalibrációs oldatok elkészítése*

Tegyünk 0, 5, 10, 15, 20 és 25 ml kalibrációs munkaoldatot (4.3.3.) 100 ml-es mérőlombikokba. Töltsük fel vízzel 100 ml-re és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok 0 és 2,5 μg/ml közötti bórt tartalmaznak.

▼B

7.3. *Színelőhívás*

Tegyünk a kalibrációs oldatokból (7.2.), a vizsgálati oldatokból (6.2.) és a vakoldatból (7.1.) 5–5 ml-t műanyag lombikokba. Adjunk hozzájuk 5 ml EDTA-pufferoldatot (4.1.). Adjunk hozzájuk 5 ml azometin-H oldatot (4.2.).

Gondosan keverjük össze és 2,5–3 órára sötét helyre állítva hagyjuk a színt kialakulni.

7.4. *Meghatározás*

Mérjük meg a 7.3. pont szerint kapott oldatok és – szükség esetén – a korrekciós oldat (6.3.) abszorbanciáját 410 nm-en, vízzel szemben. Minden egyes leolvasás előtt öblítsük át vízzel a küvettákat.

8. **Az eredmények kifejezése**

Ábrázoljuk a kalibrációs görbét úgy, hogy a kalibrációs oldatok (7.2.) koncentrációját az abszcisszára, a spektrométerről leolvasott abszorbanciát (7.4.) pedig az ordinátára mérjük fel.

Olvassuk le a kalibrációs görbéről a bórkoncentrációt a vakpróbában (7.1.), a bórkoncentrációt a vizsgálati oldatban (6.2.), és – ha a vizsgálati oldat elszíneződött, akkor – a vizsgálati oldat korrigált koncentrációját is. Az utóbbi kiszámításához vonjuk ki a korrekciós oldat abszorbanciáját a vizsgálati oldat abszorbanciájából (6.2.) és így határozzuk meg a vizsgálati oldat korrigált koncentrációját. Jegyezzük fel a vizsgálati oldat (6.2.) korrigált vagy korrekció nélküli $X(x_s)$ koncentrációját és a vakoldat koncentrációját (x_b).

A műtrágya százalékban kifejezett bórtartalmát a következő képlettel kapjuk meg:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ha a 9.3. módszert használtuk:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

ahol:

B a bórtartalom a műtrágya százalékában kifejezve,

x_s a vizsgálati oldat (6.2.) koncentrációja (μg/ml), korrekcióval vagy anélkül,

x_b a vakoldat (7.1.) koncentrációja (μg/ml),

V a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint nyert kivonat térfogata,

D a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője,

M a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint bemért minta tömege, grammban.

A D hígítási tényező kiszámítása: ha (a1) és (a2) egymást követő alikvot részek, míg (v1) és (v2) a megfelelő hígítások szerinti térfogatok, a D hígítási tényező a következő:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

9.6. módszer

Kobalt meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok kobalttartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

▼B

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 9.1. és a 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható kobalttartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A kivonatok megfelelő kezelése és hígítása után a kobalttartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. **Reagensek**

4.1. *Sósavoldat, kb. 6 mol/l*

Lásd 9.4. módszer (4.1.).

4.2. *Sósavoldat, kb. 0,5 mol/l*

Lásd 9.4. módszer (4.2.).

4.3. *Lantánsóoldatok (10 g La/l)*

Lásd 9.4. módszer (4.3.).

4.4. *Kobalt kalibrációs oldatok*

4.4.1. Kobalt törzsoldat (1 000 μg/ml)

250 ml-es főzőpohárba mérjünk 0,1 mg-os pontossággal 1 g kobaltot, adjunk hozzá 25 ml 6 mol/l-es sósavat (4.1.), és melegítsük főzőlapon, amíg a kobalt teljesen fel nem oldódik. Amikor lehűlt, vigyük át veszteség nélkül 1 000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel és gondosan keverjük össze.

4.4.2. Kobalt munkaoldat (100 μg/ml)

Vigyünk 10 ml törzsoldatot (4.4.1.) 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze.

5. **Készülék**

Atomabszorpciós spektrométer: lásd 9.4. módszer (5.). A műszer legyen felszerelve a kobaltra jellemző sugarak (240,7 nm) kibocsátására alkalmas fényforrással. A spektrométernek alkalmasnak kell lennie háttérkorrekció elvégzésére.

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *Kivont kobaltoldat*

Lásd 9.1. és/vagy 9.2., illetve – adott esetben – 9.3. módszer.

6.2. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Lásd 9.4. módszer (6.2.). A vizsgálati oldatnak 10 % (v/v) lantánsóoldatot (4.3.) kell tartalmaznia.

7. **Eljárás**

7.1. *Vakoldat készítése*

Lásd 9.4. módszer (7.1.). A vakoldatnak 10 % (v/v) lantánsóoldatot (4.3.) kell tartalmaznia.

7.2. *A kalibrációs oldatok elkészítése*

Lásd 9.4. módszer (7.2.).

A kobalt számára optimális 0–5 μg/ml meghatározási tartomány beállításához öntsünk rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml-t a munkaoldatból (4.4.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Szükség esetén a sósav koncentrációját állítsuk be úgy, hogy a lehető legközelebb essen a vizsgálati oldat sósav-koncentrációjához. Adjunk minden egyes mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban alkalmazott lantánsóoldatból. Töltsük fel 100 ml-re 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 μg/ml kobaltot tartalmaznak.

▼B

7.3. *Meghatározás*

Lásd 9.4. módszer (7.3.). Készítsük elő a spektrométert (5.) 240,7 nm-en történő mérésre.

8. **Az eredmények kifejezése**

Lásd 9.4. módszer (8.).

A műtrágya százalékban kifejezett kobalttartalmát a következő egyenlettel kapjuk meg:

$$\text{Co } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ha a 9.3. módszert használtuk:

$$\text{Co } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

ahol:

Co a műtrágya százalékban kifejezett kobalttartalma,

x_s a vizsgálati oldat (6.2.) koncentrációja, μg/ml-ben,

x_b a vakoldat (7.1.) koncentrációja, μg/ml-ben,

V a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint nyert kivonat mennyisége, milliliterben,

D a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője,

M a 9.1. módszer vagy a 9.2. módszer szerint kimért minta tömege, grammban.

A D hígítási tényező kiszámítása: Ha (a1), (a2), (a3), … (ai) és (a) alikvot részek, míg (v1), (v2), (v3), … (vi) és (100) a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

9.7. módszer

Réz meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok réztartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 9.1. és a 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható réztartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a réztartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk mg.

4. **Reagensek**

4.1. *Sósavoldat, kb. 6 mol/l*

Lásd 9.4. módszer (4.1.).

4.2. *Sósavoldat, kb. 0,5 mol/l*

Lásd 9.4. módszer (4.2.).

4.3. Hidrogén-peroxid oldat (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), mikroelemektől mentes.

▼B

4.4. *Réz kalibrációs oldatok*

4.4.1. Réz törzsoldat (1 000 μg/ml)

Mérjünk 250 ml-es főzőpohárba 0,1 mg-os pontossággal 1 g rezet, és adjunk hozzá 25 ml 6 mol/l-es sósavat (4.1.), majd adjunk hozzá 5 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.3.), végül melegítsük főzőlapon, amíg a réz teljesen fel nem oldódik. Vigyük át veszteség nélkül 1 000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel és gondosan keverjük össze.

4.4.2. Réz munkaoldat (100 μg/ml)

Tegyünk 20 ml törzsoldatot (4.4.1.) 200 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze.

5. **Készülék**

Atomabszorpciós spektrométer: lásd 9.4. módszer (5.). A műszer legyen felszerelve a rézre jellemző sugarak (324,8 nm) kibocsátásra alkalmas fényforrással.

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *Kivont rézoldat*

Lásd 9.1. és/vagy 9.2., illetve 9.3 módszer.

6.2. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Lásd 9.4. módszer (6.2.).

7. **Eljárás**

7.1. *Vakoldat készítése*

Lásd 9.4. módszer (7.1.).

7.2. *A kalibrációs oldatok elkészítése*

Lásd 9.4. módszer (7.2.).

A réz számára optimális 0–5 μg/ml meghatározási tartomány beállításához öntsünk rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml munkaoldatot (4.4.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Szükség esetén a sósav koncentrációját állítsuk be úgy, hogy a lehető legközelebb essen a vizsgálati oldat (6.2.) sósav-koncentrációjához. Töltsük fel 100 ml-re 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 μg/ml rezet tartalmaznak.

7.3. *Meghatározás*

Lásd 9.4. módszer (7.3.). Készítsük elő a spektrométert (5.) 324,8 nm hullámhosszon történő mérésre.

8. **Az eredmények kifejezése**

Lásd 9.4. módszer (8.).

A műtrágya százalékban kifejezett réztartalmát a következő egyenlettel kapjuk meg:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ha a 9.3. módszert használtuk:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

ahol:

Cu a műtrágya százalékban kifejezett réztartalma,

x_s a vizsgálati oldat (6.2) koncentrációja, μg/ml-ben,

X_b a vakoldat (7.1) koncentrációja, μg/ml-ben,

V a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint nyert kivonat mennyisége, ml-ben,

D a 6.2. szerint végzett hígítás tényezője,

▼B

M a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint kimért minta tömege, grammban.

A D hígítási tényező kiszámítása: Ha (a1), (a2), (a3), … (ai) és (a) alikvot részek, míg (v1), (v2), (v3), … (vi) és (100) a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

9.8. módszer

Vas meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok vastartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 9.1. és a 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható vastartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a vastartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk mg.

4. **Reagensek**

4.1. *Sósavoldat, kb. 6 mol/l*

Lásd 9.4. módszer (4.1.).

4.2. *Sósavoldat, kb. 0,5 mol/l*

Lásd 9.4. módszer (4.2.).

4.3. Hidrogén-peroxid oldat (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), mikroelemektől mentes.

4.4. *Lantánsóoldatok (10 g La literenként)*

Lásd 9.4. módszer (4.3.).

4.5. *Vas kalibrációs oldatok*

4.5.1. Vas törzsoldat (1 000 μg/ml)

Mérjünk 500 ml-es főzőpohárba 1 g tiszta vashuzalt 0,1 mg-os pontossággal, adjunk hozzá 200 ml 6 mol/l-es sósavat (4.1.) és 15 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.3.). Melegítsük főzőlapon, amíg a vas teljesen fel nem oldódik. Amikor lehűlt, vigyük át veszteség nélkül 1 000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel és gondosan keverjük össze.

4.5.2 Vas munkaoldat (100 μg/ml)

Tegyünk 20 ml törzsoldatot (4.5.1.) 200 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze.

5. **Készülék**

Atomabszorpciós spektrométer: lásd 9.4. módszer (5.). A műszer legyen felszerelve vasra jellemző sugarak (248,3 nm) kibocsátásra alkalmas fényforrással.

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *Kivont vasoldat*

Lásd 9.1. és/vagy 9.2., illetve 9.3. módszer.

▼B

6.2. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Lásd 9.4. módszer (6.2.). A vizsgálati oldatnak 10 % (v/v) lantánsóoldatot kell tartalmaznia.

7. **Eljárás**

7.1. *Vakoldat készítése*

Lásd 9.4. módszer (7.1.). A vizsgálati oldatnak 10 % (v/v) a (6.2.) pontban használt lantánsóoldatot kell tartalmaznia.

7.2. *A kalibrációs oldatok elkészítése*

Lásd 9.4. módszer (7.2.).

A vas számára optimális 0–10 μg/ml meghatározási tartomány beállításához tegyünk rendre 0, 2, 4, 6, 8 és 10 ml munkaoldatot (4.5.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Szükség esetén a sósav koncentrációját állítsuk be úgy, hogy a lehető legközelebb essen a vizsgálati oldat sósav-koncentrációjához. Tegyünk minden egyes mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban használt lantánsóoldatból. Töltsük fel 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 2, 4, 6, 8 és 10 μg/ml vasat tartalmaznak.

7.3. *Meghatározás*

Lásd 9.4. módszer (7.3.). Készítsük elő a spektrométert (5.) 248,3 nm hullámhosszon történő mérésre.

8. **Az eredmények kifejezése**

Lásd 9.4. módszer (8.).

A műtrágya százalékos vastartalmát a következő egyenlettel kapjuk meg:

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ha a 9.3 módszert használtuk:

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

ahol:

Fe a műtrágya százalékban kifejezett vastartalma,

x_s a vizsgálati oldat (6.2.) koncentrációja, μg/ml-ben,

x_b a vakoldat (7.1.) koncentrációja, μg/ml-ben,

V a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint nyert kivonat térfogata, ml-ben,

D a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője,

M a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint kimért vizsgálati minta tömege, grammban.

A D hígítási tényező kiszámítása: ha (a1), (a2), (a3), … (ai) és (a) alikvot részek, míg (v1), (v2), (v3), … (vi) és (100) a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

9.9. módszer

Mangán meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok mangántartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

▼B

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 9.1. és a 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható mangántartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a mangántartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. **Reagensek**

4.1. *Sósavoldat, kb. 6 mol/l*

Lásd 9.4. módszer (4.1.).

4.2. *Sósavoldat, kb. 0,5 mol/l*

Lásd 9.4. módszer (4.2.).

4.3. *Lantánsó oldatok (10 g La/liter)*

Lásd 9.4. módszer (4.3.).

4.4. *Mangán kalibrációs oldatok*

4.4.1. Mangán törzsoldat (1 000 μg/ml)

Mérjünk 250 ml-es főzőpohárba 1 g mangánt 0,1 mg-os pontossággal, adjunk hozzá 25 ml 6 mol/l-es sósavoldatot (4.3.). Melegítsük főzőlapon, amíg a mangán teljesen fel nem oldódik. Amikor lehűlt, vigyük át veszteség nélkül 1 000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel és gondosan keverjük össze.

4.4.2. Mangán munkaoldat (100 μg/ml)

Hígítsunk fel 20 ml törzsoldatot (4.4.1.) 0,5 mol/l-es sósavoldatban (4.2.) 200 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze.

5. **Készülék**

Atomabszorpciós spektrométer: lásd 9.4. módszer (5.). A műszer legyen felszerelve mangánra jellemző sugarak (279,6 nm) kibocsátására alkalmas fényforrással.

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *Mangánkivonat oldata*

Lásd 9.1. és/vagy 9.2., illetve 9.3. módszer.

6.2. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Lásd 9.4. módszer (6.2.). A vizsgálati oldat 10 % (v/v) lantánsóoldatot tartalmazzon (4.3).

7. **Eljárás**

7.1. *Vakoldat készítése*

Lásd 9.4. módszer (7.1.). A vakoldat 10 % (v/v), a 6.2-ben alkalmazott lantánsót tartalmazzon.

7.2. *A kalibrációs oldatok elkészítése*

Lásd 9.4. módszer (7.2.).

A mangán számára optimális 0–5 μg/ml meghatározási tartomány beállításához tegyünk rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml munkaoldatot (4.4.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Szükség esetén a sósav koncentrációját állítsuk be úgy, hogy a lehető legközelebb essen a vizsgálati oldat sósav-koncentrációjához. Adjunk minden egyes mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban használt lantánsóoldatból. Töltsük fel 100 ml-re 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.), és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, l, 2, 3, 4 és 5 μg/ml mangánt tartalmaznak.

▼B

7.3. *Meghatározás*

Lásd 9.4. módszer (7.3). Készítsük elő a spektrométert (5.) 279,6 nm-en történő mérésre.

8. **Az eredmények kifejezése**

Lásd 9.4. módszer (8.).

A műtrágya százalékban kifejezett mangántartalmát a következő egyenlettel kapjuk meg:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ha a 9.3. módszert használtuk:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

ahol:

Mn a műtrágya százalékban kifejezett mangántartalma,

x_s a vizsgálati oldat (6.2) koncentrációja, μg/ml-ben,

x_b a vakoldat (7.1) koncentrációja, μg/ml-ben,

V a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint nyert kivonat térfogata, ml-ben,

D a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője,

M a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint kimért minta tömege, grammban.

A D hígítási tényező kiszámítása: Ha (a1), (a2), (a3), … (ai) és (a) alikvot részek, míg (v1), (v2), (v3), … (vi) és (100) a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

9.10. módszer

Molibdén meghatározása műtrágyakivonatokban ammónium-tiocianáttal képzett komplexének spektrometriás mérésével

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok molibdén-tartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 9.l. és a 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható molibdéntartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A molibdén (V) savas közegben SCN^- ionokkal $[MoO(SCN)_5]^{--}$ komplexet képez.

A komplexet n-butil-acetáttal vonjuk ki. A zavaró ionok, így a vasionok a vizes fázisban maradnak. A sárga-narancs színt molekuláris abszorpciós spektrometriával 470 nm-en mérjük.

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 6 mol/l*

Lásd 9.4. módszer (4.1.).

4.2. *Rézoldat (70 mg/l) 1,5 mol/l-es sósavban*

Mérjünk ki 275 mg rézszulfátot ($CuSO_4.5H_2O$) 0,1 mg pontossággal és oldjuk fel 250 ml 6 mol/l-es sósavoldatban (4.1.) 1 000 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a jelig vízzel és gondosan rázzuk össze.

▼B

4.3. *Aszkorbinsavoldat (50 g/l)*

Oldjunk fel 50 g aszkorbinsavat ($C_6H_8O_6$) vízben 1 000 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a jelig vízzel, rázzuk össze gondosan és tartsuk hűtőszekrényben.

4.4. n-butil-acetát

4.5. *Ammónium-tiocianát oldat, 0,2 mol/l*

Oldjunk fel 15,224 g NH_4SCN-ot vízben, 1 000 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a jelig vízzel, gondosan rázzuk össze és tartsuk sötét üvegben.

4.6. *Ón-klorid oldat (50 g/l) 2 mol/l-es sósavban*

Ennek az oldatnak tökéletesen tisztának kell lennie, és közvetlenül a felhasználás előtt kell elkészíteni. Használjunk nagyon tiszta ónkloridot, másképpen az oldat nem lesz tiszta.

100 ml oldat készítéséhez oldjunk fel 5 g $SnCl_2 2H_2O$-ot 35 ml 6 mol/l-es sósavoldatban (4.1.). Adjunk hozzá 10 ml-t a rézoldatból (4.2.). Töltsük fel vízzel a jelig és gondosan keverjük össze.

4.7. *Molibdén kalibrációs oldatok*

4.7.1. Molibdén törzsoldat (500 μg/ml)

Tegyünk 0,1 mg pontossággal kimért 0,920 g ammónium-molibdátot [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$] 1 000 ml-es mérőlombikba és oldjuk fel 6 mol/l-es sósavban (4.1.). Ugyanezzel az oldattal töltsük jelig és gondosan keverjük össze.

4.7.2. Molibdén közbenső oldat (25 μg/ml).

Tegyük a törzsoldat (4.7.1.) 25 ml-ét egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 6 mol/l-es sósavval (4.1.) és gondosan keverjük össze.

4.7.3. Molibdén munkaoldat (2,5 μg/ml)

Vigyük át a közbenső oldatból (4.7.2.) 10 ml-t 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 6 mol/l-es sósavoldattal és gondosan keverjük össze.

5. **Készülék**

5.1. Molekuláris abszorpció mérésére alkalmas spektrométer 20 mm optikai úthosszú küvettákkal ellátva, 470 nm hullámhosszon való mérésre beállítva.

5.2. 200 ml-es vagy 250 ml-es választótölcsérek.

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *Kivont molibdénoldat*

Lásd 9.1. és/vagy 9.2., illetve – adott esetben – 9.3. módszer.

6.2. *A vizsgálati oldat elkészítése*

A kivonat (6.1.) alikvot részét hígítsuk meg 6 mol/l-es sósavoldattal (4.1.), hogy megfelelő molibdénkoncentrációt kapjunk. Nevezzük a hígítási tényezőt D-nek.

Vegyünk ki egy alikvot részt (a) az 1–12 μg molibdént tartalmazó kivonatoldatból és tegyük a választótölcsérbe (5.2.). Töltsük fel 50 ml-re a 6 mol/l-es sósavoldattal (4.1.).

7. **Eljárás**

7.1. *V akoldat készítése*

Készítsünk vakoldatot úgy, hogy a kivonat készítésétől kezdve megismételjük a teljes eljárást, de nem adunk hozzá a műtrágyából vett vizsgálati mintát.

▼B

7.2. *Kalibrációs sorozat készítése*

Legalább hat, növekvő koncentrációjú kalibrációs oldatot készítsünk a spektrométer optimális érzékenységi tartományának megfelelő koncentráció-tartományban.

A 0–12,5 μg molibdén-tartományhoz tegyünk rendre 0, 1, 2, 3, 4 és 5 ml munkaoldatot (4.7.3.) a választótölcsérekbe (5.2.). Egészítsük ki térfogatukat 50 ml-re 6 mol/l-es sósavval (4.1.). Így a tölcsérek rendre 0, 2,5, 5, 7,5, 10 és 12,5 μg molibdént tartalmaznak.

7.3. *A komplex kialakítása és elválasztása*

Minden egyes választótölcsérbe (6.2., 7.1. és 7.2.) tegyünk az alábbi sorrendben:

— 10 ml réz oldatot (4.2.),

— 20 ml aszkorbinsav-oldatot (4.3.),

gondosan keverjük össze, várjunk két-három percet, azután adjunk hozzá:

— 10 ml n-butil-acetátot (4.4.), hiteles pipettát használva,

— 20 ml tiocianát oldatot (4.5.).

Rázzuk egy percig, hogy a komplex átmenjen a szerves fázisba; hagyjuk szétválni a fázisokat; ha a két fázis szétvált, az egész vizes fázist vonjuk ki és öntsük ki; majd a szerves fázist mossuk:

— 10 ml ón-klorid oldattal (4.6.).

Rázzuk egy percig. Hagyjuk szétválni és a teljes vizes fázist engedjük le. Gyűjtsük a szerves fázist kémcsőbe, ezáltal lehetővé válik, hogy a szuszpendált vízcseppeket is összegyűjtsük.

7.4. *Meghatározás*

Mérjük le a 7.3. szerint kapott oldatok abszorbanciáját 470 nm hullámhosszon, a 0 μg/ml molibdén kalibrációs oldattal (7.2.) szemben.

8. **Az eredmények kifejezése**

Készítsük el a kalibrációs görbét úgy, hogy a kalibrációs oldatokban (7.2.) lévő molibdén μg-ban kifejezett mennyiségét az abszcisszán, a spektrométerről leolvasott megfelelő abszorbanciaértékeket (7.4.) pedig az ordinátán ábrázoljuk.

A görbe segítségével határozzuk meg a molibdén tömegét a vizsgálati oldatban (6.2.) és a vakoldatban (7.1.). Ezeket a tömegeket nevezzük rendre x_s-nek és x_b-nek.

A műtrágya százalékban kifejezett molibdéntartalma:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times D]/(M \times 10^4)$$

Ha a 9.3. módszert használtuk:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D]/(M \times 10^4)$$

ahol:

Mo a műtrágya százalékos molibdéntartalma,

a az utolsó hígításból (6.2.) vett alikvot térfogata, ml-ben,

x_s a Mo tömege a vizsgálati oldatban (6.2.), μg-ban,

x_b a Mo tömege a vakoldatban (7.1.), amelynek térfogata a vizsgálati oldat (6.2.) alikvot része térfogatának (a) felel meg,

V a 9.1. vagy a 9.2. módszerrel nyert kivonat oldatának térfogata, ml-ben,

D a 6.2. szerinti hígítás tényezője,

M a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint kimért minta tömege, grammban.

▼B

A D hígítási tényező számítása: ha (a1) és (a2) egymást követő alikvot részek, míg (v1) és (v2) a megfelelő hígításaik térfogata, a hígítási tényező a következő:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

9.11. módszer

Cink meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok cinktartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 9.1. és a 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható cinktartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a cinktartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk mg.

4. **Reagensek**

4.1. *Sósavoldat, kb. 6 mol/l*

Lásd 9.4. módszer (4.1.)

4.2. *Sósavoldat, kb. 0,5 mol/l*

Lásd 9.4. módszer (4.2.).

4.3. *Lantánsóoldatok (10 g La/liter)*

Lásd 9.4. módszer (4.3.).

4.4. *Cink kalibrációs oldatok*

4.4.1. Cink törzsoldat (1 000 μg/ml)

1 000 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 0,1 mg pontossággal kimért 1 g cinkport vagy cinklemezkét 25 ml 6 mol/l-es sósavban (4.1.). Miután teljesen feloldódott, töltsük fel a jelig vízzel és gondosan keverjük össze.

4.4.2 Cink munkaoldat (100 μg/ml)

200 ml-es mérőlombikban hígítsunk fel 20 ml törzsoldatot (4.4.1.) 0,5 mol/l-es sósavoldatban (4.2.). Töltsük fel a jelig 0,5 mol/l-es sósavoldattal és gondosan keverjük össze.

5. **Készülék**

Atomabszorpciós spektrométer: lásd 9.4. módszer (5.). A műszer legyen felszerelve cinkre jellemző sugarak (213,8 nm) kibocsátására alkalmas fényforrással. A spektrométernek alkalmasnak kell lennie háttérkorrekció elvégzésére.

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *Kivont cinkoldat*

Lásd 9.1. és/vagy 9.2., illetve – adott esetben – 9.3.módszer.

6.2. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Lásd 9.4. módszer (6.2.). A vizsgálati oldat 10 % (v/v) lantánsóoldatot tartalmazzon.

▼B

7. **Eljárás**

7.1. *Vakoldat készítése*

Lásd 9.4. módszer (7.1.). A vakoldat 10 % (v/v), a 6.2. pontban alkalmazott lantánsóoldatot tartalmazzon.

7.2. *A kalibrációs oldatok elkészítése*

Lásd 9.4. módszer (7.2.).

A cink számára optimális 0–5 μg/ml meghatározási tartomány beállításához öntsünk rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml munkaoldatot (4.4.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Szükség esetén a sósav koncentrációját állítsuk be úgy, hogy a lehető legközelebb essen a vizsgálati oldat sósav-koncentrációjához. Adjunk minden egyes mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban használt lantánsóoldatból. Töltsük fel 100 ml-re 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, l, 2, 3, 4 és 5 μg/ml kobaltot tartalmaznak.

7.3. *Meghatározás*

Lásd 9.4. módszer (7.3.). Készítsük elő a spektrométert 213,8 nm hullámhosszon történő mérésre.

8. **Az eredmények kifejezése**

Lásd 9.4. módszer (8.).

A műtrágya százalékban kifejezett cinktartalmát a következő egyenlettel kapjuk meg:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ha a 9.3. módszert használtuk:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

ahol:

Zn a műtrágya százalékban kifejezett cinktartalma,

x_s a vizsgálati oldat (6.2.) koncentrációja μg/ml-ben,

Xb a vakoldat (7.l.) koncentrációja μg/ml-ben,

V a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint nyert kivonat térfogata ml-ben,

D a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője,

M a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint bemért minta tömege (g).

A D hígítási tényező kiszámítása: Ha (a1), (a2), (a3), … (ai) és (a) alikvot részek, míg (v1), (v2), (v3), … (vi) és (100) a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

10. módszerek

Mikroelemek 10 %-nál nagyobb koncentrációban

10.1. módszer

Az összes mikroelem kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer a következő mikroelemek kivonására vonatkozó eljárást határozza meg: összes bór, összes kobalt, összes réz, összes vas, összes mangán, összes molibdén és összes cink. A cél az, hogy minél kevesebb kivonatot kelljen előállítani, és lehetőség szerint ugyanaz a kivonat legyen használható valamennyi fent felsorolt mikroelem teljes mennyiségének meghatározására.

▼B

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás azokra az I. melléklet hatálya alá tartozó közösségi műtrágyákra vonatkozik, amelyek a következő mikroelemek közül legalább egyet tartalmaznak: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. Minden olyan mikroelemre alkalmazni kell, amelynek garantált tartalma meghaladja a 10 %-ot.

3. **A módszer elve**

Forrásban lévő hígított sósavban való oldás.

Megjegyzés

A kivonás tapasztalati jellegű és ezért a terméktől vagy a műtrágya egyéb alkotórészeitől függően előfordulhat, hogy nem mindig veszteségmentes. Különösen egyes mangán-oxidok esetében a kivont mangán mennyisége lényegesen kevesebb lehet a termék tényleges mangántartalmánál A műtrágyagyártó feladata annak biztosítása, hogy a megadott érték ténylegesen megfeleljen a vizsgálati feltételek mellett kivont mennyiségnek.

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósavoldat (HCl), kb. 6 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat (d_{20} = 1,18 g/ml) egy térfogatrész vízzel.

4.2. Tömény ammóniaoldat (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml)

5. **Készülék**

5.1. Állítható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

5.2. pH-mérő

Megjegyzés

Ha a kivonat bórtartalmának meghatározása a cél, ne használjunk boroszilikát üvegedényt. Mivel a módszer forralást is tartalmaz, teflon vagy kvarcüveg alkalmazása javasolt. Amennyiben borátokat tartalmazó mosogatószerrel mostuk el az üvegedényeket, alaposan öblítsük le azokat.

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Vizsgálati minta*

Mérjünk le a műtrágyából 1–2 g-ot, attól függően, hogy mennyi a termékben az adott elem garantált tartalma. Az alábbi táblázatot kell használni ahhoz, hogy megfelelő hígítás után a végső oldat az egyes módszereknek megfelelő mérési tartományba essen. A mintákat 1 mg-os pontossággal kell kimérni.

A műtrágya garantált mikroelem tartalma (%)	> 10 < 25	≥ 25
A vizsgálati minta tömege (g)	2	1
Az adott elem tömege a mintában (mg)	> 200 < 500	≥ 250
A kivonat térfogata, V (ml)	500	500
Az adott elem koncentrációja a kivonatban (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Tegyük a mintát egy 250 ml-es főzőpohárba.

▼B

7.2. *Az oldat elkészítése*

Szükség esetén nedvesítsük meg a mintát egy kis vízzel, majd óvatosan, kis részletekben adjunk hozzá annyiszor 10 ml hígított sósavat (4.1.), ahány g-ot kimértünk a műtrágyából, majd adjunk hozzá kb. 50 ml vizet. Fedjük le a főzőpoharat óraüveggel és keverjük össze a tartalmát. A főzőlapon forraljuk fel, majd tartsuk forrásban 30 percen át. Időnként megkeverve hagyjuk lehűlni. Vigyük át veszteség nélkül egy 500 ml-es mérőlombikba Töltsük fel a jelig vízzel és gondosan keverjük össze. Száraz szűrőn szűrjük le száraz gyűjtőedénybe. Öntsük ki a szűrlet első részét. A kivonatnak tökéletesen tisztának kell lennie.

Ajánlatos a meghatározásokat késedelem nélkül elvégezni a tiszta szűrlet alikvot részein. Ha nem azonnal végezzük a mérést, akkor a kivonatokat tartalmazó lombikokat dugóval zárjuk le.

Megjegyzés

Olyan kivonat esetében, amelynél a bórtartalom meghatározása a cél, a következőképpen járunk el: állítsuk be a pH-értéket koncentrált ammóniaoldattal (4.2.) 4 és 6 közé.

8. **Meghatározás**

Az egyes mikroelemek meghatározását az adott mikroelemre alkalmazandó módszernél feltüntetett alikvot részeken kell elvégezni.

A 10.5., a 10.6., a 10.7., a 10.9. és a 10.10. módszer nem használható olyan elem meghatározására, amely kelát vagy komplex formájában van jelen. Ilyen esetben meghatározás előtt a 10.3. módszert kell használni.

Ha a meghatározást atomabszorpciós spektrometriával végezzük (10.8 és 10.11 módszer), akkor az ilyen kezelés nem feltétlenül szükséges.

10.2. módszer

Vízoldható mikroelemek kivonása

1. **Cél**

Ez a módszer a következő mikroelemek vízoldható formáinak meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. A cél az, hogy minél kevesebb kivonást kelljen elvégezni és lehetőség szerint ugyanaz a kivonat legyen használható a fentiekben felsorolt valamennyi mikroelem koncentrációjának meghatározásához.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás azokra az e rendelet I. melléklete E. részének hatálya alá tartozó közösségi műtrágyákra vonatkozik, amelyek a következő mikroelemek közül legalább egyet tartalmaznak: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. Minden olyan mikroelemre alkalmazandó, amelynek garantált tartalma meghaladja a 10 %-ot.

3. **A módszer elve**

A mikroelemeket úgy vonjuk ki, hogy a műtrágyát 20 °C ± 2 °C hőmérsékleten vízzel rázatjuk.

Megjegyzés

A kivonás tapasztalati jellegű és előfordulhat, hogy nem veszteségmentes.

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósavoldat (HCl), kb. 6 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat (d_{20} = 1,18 g/ml) 1 térfogatrész vízzel.

5. **Készülék**

5.1. Körkörös rázógép, 35–40 percenkénti fordulatra beállítva.

▼B

Megjegyzés

Ha a kivonat bórtartalmának meghatározása a cél, ne használjunk boroszilikát üvegedényt. Teflon vagy kvarcüveg alkalmazása javasolt. Amennyiben borátokat tartalmazó mosogatószerrel mostuk el az üvegedényeket, alaposan öblítsük ki azokat.

6. **A minta előkészítése**

Lásd 1. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *Vizsgálati minta*

Mérjünk le a műtrágyából 1–2 g-ot, attól függően, hogy mennyi a termékben az adott elem garantált tartalma. Az alábbi táblázatot kell használni ahhoz, hogy a végső oldat megfelelő hígítás után az egyes módszereknek megfelelő mérési tartományba essen. A mintákat 1 mg-os pontossággal kell kimérni.

A műtrágya garantált mikroelem tartalma (%)	> 10 < 25	≥ 25
A vizsgálati minta tömege (g)	2	1
Az adott elem tömege a mintában (mg)	> 200 < 500	≥ 250
A kivonat térfogata, V (ml)	500	500
Az adott elem koncentrációja a kivonatban (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Tegyük a mintát 500 ml-es lombikba.

7.2. *Az oldat elkészítése*

Adjunk kb. 400 ml vizet a lombikba.

Zárjuk le jól a lombikot. Rázzuk meg erősen kézzel, hogy jól eloszlassuk a mintát, azután helyezzük a lombikot a rázógépre és 30 percig rázassuk.

Töltsük fel vízzel a jelig és gondosan keverjük össze.

7.3. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Szűrjük le rögtön száraz, tiszta lombikba. A lombikot zárjuk le dugóval. A meghatározást a szűrést követően azonnal végezzük el.

Megjegyzés

Ha a szűrlet fokozatosan zavarossá válik, készítsünk új kivonatot a 7.1. és a 7.2. pont szerint, Ve térfogatú lombikot használva. Szűrjük le a kivonatot W térfogatú, előzetesen kiszárított mérőlombikba, amelybe már töltöttünk 5 ml hígított sósavat (4.1.). Állítsuk le a szűrést pontosan abban a pillanatban, amikor a szűrlet szintje eléri a kalibrációs jelet. Gondosan keverjük össze.

Ilyen feltételek mellett az eredmények kifejezésekor a V értéke:

$$V = Ve \times W/(W–5).$$

Az eredmények kiszámításakor a hígítás ettől a V értéktől függ.

8. **Meghatározás**

Az egyes mikroelemek meghatározását az adott mikroelemre alkalmazandó módszernél feltüntetett alikvot részeken kell elvégezni.

A 10.5., a 10.6., a 10.7., a 10.9. és a 10.10. módszer nem használható olyan elem meghatározására, amely kelát vagy komplex formájában

▼B

van jelen. Ilyen esetben meghatározás előtt a 10.3. módszert kell használni.

Ha a meghatározást atomabszorpciós spektrometriával végezzük (10.8 és 10.11 módszer), akkor az ilyen kezelés nem feltétlenül szükséges.

10.3. módszer

Szerves vegyületek eltávolítása műtrágyakivonatokból

1. **Cél**

Ez a módszer a szerves vegyületek műtrágyakivonatokból való eltávolítására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 10.1. és a 10.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. rész előírja az összes és/vagy a vízoldható elemek garantálását.

Megjegyzés

Kis mennyiségű szerves anyag jelenléte általában nem zavarja az atomabszorpciós spektrometriával történő meghatározást.

3. **A módszer elve**

Az alikvot részben jelen lévő szerves vegyületeket hidrogén-peroxiddal oxidáljuk.

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósavoldat (HCl), kb. 0,5 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat (d_{20}= 1,18 g/ml), 20 térfogatrész vízzel.

4.2. Hidrogén-peroxid oldat (30 % H_2O_2 d_{20} = 1,11 g/ml), mikroelemektől mentes.

5. **Készülék**

Szabályozható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

6. **Eljárás**

Vegyünk 25 ml-t a 10.1. vagy a 10.2. módszerrel nyert kivonat oldatából, és vigyük át 100 ml-es főzőpohárba. A 10.2. módszerrel nyert kivonat esetében adjunk hozzá 5 ml hígított sósavoldatot (4.1.). Azután adjunk hozzá 5 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.2.). Takarjuk le óraüveggel. Hagyjuk kb. 1 órán át szobahőmérsékleten oxidálódni, majd fokozatosan melegítsük forrásig és fél óráig forraljuk. Szükség esetén lehűlés után még egyszer adjunk az oldathoz 5 ml hidrogén-peroxidot. Végül forraljuk fel a hidrogén-peroxid felesleg eltávolításához. Hagyjuk lehűlni és vigyük át veszteség nélkül egy 50 ml-es mérőlombikba, majd töltsük fel a jelig. Szűrjük le, ha szükséges.

Amikor alikvot részeket veszünk ki, illetve a termékben a mikroelem százalékos koncentrációját számítjuk ki, ezt a hígítást figyelembe kell venni.

10.4. módszer

Mikroelemek meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával

(általános eljárás)

1. **Cél**

Ez a módszer a vas és a cink műtrágyakivonatokban jelen lévő mennyiségének atomabszorpciós spektrometria módszerével történő meghatározására vonatkozó általános eljárást állapítja meg.

▼B

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 10.1. és a 10.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható vas vagy cink garantálását.

Ezen eljárás különböző mikroelemekre történő alkalmazását az egyes elemekre meghatározott módszerek leírása ismerteti részletesen.

Megjegyzés

Kis mennyiségű szerves anyag jelenléte a legtöbb esetben nem zavarja az atomabszorpciós spektrometriával történő meghatározást.

3. **A módszer elve**

Miután a kivonatot szükség szerint kezeltük a zavaró kémiai anyagok mennyiségének csökkentése, illetve eltávolítása érdekében, a kivonatot hígítjuk, úgy, hogy a koncentráció a spektrométer optimális mérési tartományába essen a mikroelem meghatározásához alkalmas hullámhossznál.

4. **Reagensek**

4.1. *Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 6 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat (d_{20} = 1,18 g/ml) 1 térfogatrész vízzel.

4.2. *Hígított sósavoldat (HCl), kb. 0,5 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat (d_{20} = 1,18 g/ml) 20 térfogatrész vízzel.

4.3. *Lantánsóoldatok (10 g La/l)*

Ezt a reagenst a vas és a cink meghatározásához használjuk. Az alábbi módszerek egyikének alkalmazásával készíthető el:

a) lantán-oxidot sósavban (4.1.) feloldva. Tegyünk 1 literes mérőlombikba 11,73 g lantán-oxidot (La_2O_3) és 150 ml vizet, és adjunk hozzá 120 ml 6 mol/l-es sósavat (4.1.). Hagyjuk feloldódni, majd vízzel egészítsük ki egy literre és gondosan keverjük össze. Ez az oldat kb. 0,5 mol/l töménységű, sósavban oldva; vagy

b) lantán-klorid, -szulfát vagy -nitrát oldattal. Oldjunk fel 26,7 g lantán-klorid-heptahidrátot ($LaCl_3.7H_2O$) vagy 31,2 g lantán-nitrát-hexahidrátot ($La(NO_3)_3.6H_2O$) vagy 26,2 g lantán-szulfát-nonahidrátot ($La_2(SO_4)_3.9H_2O$) 150 ml vízben, majd adjunk hozzá 85 ml 6 mol/l-es sósavat (4.1.). Hagyjuk feloldódni, majd vízzel egészítsük ki térfogatát 1 literre. Gondosan keverjük össze. Ez az oldat kb. 0,5 mol/l töménységű, sósavban oldva.

4.4. *Kalibrációs oldatok*

Ezek készítését illetően lásd az egyes mikroelemekre alkalmazandó egyedi meghatározási módszereket.

5. **Készülék**

Atomabszorpciós spektrométer a meghatározandó mikroelemekre jellemző sugarak kibocsátására alkalmas fényforrásokkal felszerelve.

A vizsgálatot végző személynek követnie kell a műszer gyártójának használati utasítását és értenie kell a műszer kezeléséhez. A műszer tegye lehetővé háttérkorrekció alkalmazását, hogy szükség esetén (pl. Zn) használni lehessen azt. A vizsgálatokhoz levegőt és acetiléngázt kell használni.

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *A meghatározandó elemeket tartalmazó kivonatoldatok elkészítése*

Lásd 10.1. és/vagy 10.2., illetve – adott esetben – 10.3. módszer.

6.2. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Hígítsuk fel a 10.1., a 10.2. vagy a 10.3. módszerrel kapott kivonat alikvot részét vízzel és/vagy sósavval (4.1. vagy 4.2.), úgy, hogy a

▼B

végső mérési oldatban a meghatározandó elem koncentrációja megfeleljen az alkalmazott kalibrációs tartománynak (7.2.), és a sósav töménysége legalább 0,5 mol/l és legfeljebb 2,5 mol/l legyen. Ehhez egy vagy több egymást követő hígítás szükséges.

A végső oldatot úgy nyerjük, hogy egy alikvot rész hígított kivonatot 100 ml térfogatú mérőlombikba öntünk. Legyen ennek az alikvot résznek a térfogata (a) ml. Öntsünk hozzá 10 ml lantánsóoldatot (4.3.). Töltsük fel a jelig 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.), és jól keverjük össze. A hígítási tényezőt nevezzük D-nek.

7. **Eljárás**

7.1. *Vakoldat készítése*

Készítsünk vakoldatot úgy, hogy a kivonat készítésétől kezdve megismételjük a teljes eljárást, de nem adunk hozzá a műtrágyából vett vizsgálati mintát.

7.2. *Kalibrációs oldatok készítése*

Az egyes mikroelemekre egyedileg megadott módszerek szerint készített kalibrációs munkaoldatok felhasználásával 100 ml-es mérőlombikokban készítsünk legalább 5 kalibrációs oldatból álló, növekvő koncentrációjú sorozatot, a spektrométer optimális mérési tartományán belül. Szükség esetén állítsuk be a sósav koncentrációját úgy, hogy a lehető legközelebb essen a hígított vizsgálati oldat (6.2.) sósavkoncentrációjához. Vas vagy cink meghatározásakor adjunk hozzá 10 ml-t ugyanabból a lantánsóoldatból (4.3.), amelyet a 6.2. pontnál használtunk. Töltsük fel a jelig a 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) és keverjük alaposan össze.

7.3. *Meghatározás*

Készítsük elő a spektrométert (5.) a mérésekhez, és állítsuk be az egyes mikroelemek tekintetében a megfelelő módszernél megadott hullámhosszra.

Porlasszuk be háromszor egymás után a kalibrációs oldatokat (7.2.), a vizsgálati oldatot (6.2.) és a vakoldatot (7.1.), és jegyezzük fel az egyes eredményeket, az egyes porlasztások között pedig öblítsük át a készüléket desztillált vízzel.

Szerkesszük meg a kalibrációs görbét úgy, hogy az egyes kalibrációs oldatok (7.2.) tekintetében a spektrométeren leolvasott értékek átlagát az ordinátán, az adott elem μg/ml-ben kifejezett megfelelő koncentrációját pedig az abszcisszán ábrázoljuk.

E görbe alapján határozzuk meg az adott mikroelem koncentrációját a vizsgálati oldatban (x_s), (6.2.) és a vakoldatban (x_b), (7.1.), a koncentrációkat μg/ml-ben kifejezve.

8. **Az eredmények kifejezése**

A mikroelem %-os koncentrációja (E) a műtrágyában egyenlő:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

ha a 10.3. módszert használtuk:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

ahol:

E a meghatározott mikroelem mennyisége, a műtrágya %-ában kifejezve,

x_s a vizsgálati oldat (6.2.) koncentrációja, μg/ml-ben,

x_b a vakoldat (7.1.) koncentrációja, μg/ml-ben,

V a 10.1. vagy a 10.2. módszerrel nyert kivonat térfogata, ml-ben,

D a végrehajtott hígításnak (6.2.) megfelelő tényező,

M a 10.1. vagy a 10.2. módszer szerint kimért minta tömege g-ban.

▼B

A D hígítási tényező számítása:

Ha (a1), (a2), (a3), … (ai) és (a) alikvot részek, míg (v1), (v2), (v3), … (vi) és (100) a hígításaiknak rendre megfelelő térfogatok, ml-ben kifejezve, akkor a D hígítási tényező:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

10.5. módszer

Bór meghatározása műtrágyakivonatokban acidimetriás titrálással

1. **Cél**

Ez a módszer a bór műtrágyakivonatokban történő meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 10.1. és a 10.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható bórtartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A borát és a mannit alábbi reakciója során mannit-bór komplex képződik:

$$C_6H_8(OH)_6 + H_3BO_3C_6H_{15}O_8B + H_2O$$

A komplexet nátrium-hidroxid oldattal 6,3 pH-értékre titráljuk.

4. **Reagensek**

4.1. *Metilvörös indikátoroldat*

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) 50 ml etanolban (95 %-os) 100 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a jelig vízzel. Gondosan keverjük össze.

4.2. *Hígított sósavoldat, kb. 0,5 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat (HCl) (d_{20} = 1,18 g/ml) 20 térfogatrész vízzel.

4.3. *Nátrium-hidroxid oldat, kb. 0,5 mol/l*

Szén-dioxid-mentesnek kell lennie. Oldjunk fel 20 g nátrium-hidroxid (NaOH) pelletet 1 literes, kb. 800 ml forralt vizet tartalmazó mérőlombikban. Amikor az oldat lehűlt, egészítsük ki 1 000 ml-re forralt vízzel, és jól keverjük össze.

4.4. *Nátrium-hidroxid mérőoldat, kb. 0,025 mol/l*

Szén-dioxid-mentesnek kell lennie. A 0,5 mol/l-es nátrium-hidroxid oldatot (4.3.) forralt vízzel hígítsuk húszszorosára, és jól keverjük össze. Az oldat bórban (B) kifejezett értékét meg kell határozni (lásd 9. pont).

4.5 *Bór kalibrációs oldat (100 μg/ml B)*

1 000 ml-es mérőlombikban oldjunk fel vízzel 0,5719 g, 0,1 mg pontossággal kimért bórsavat (H_3BO_3). Öntsük fel vízzel és jól keverjük össze. Öntsük át műanyag palackba és tároljuk hűtőszekrényben.

4.6. D-mannit ($C_6H_{14}O_6$) por

4.7. Nátrium-klorid (NaCl)

5. **Készülék**

5.1. Üvegelektródos pH-mérő

5.2. Mágneses keverő

▼B

5.3. 400 ml-es főzőpohár teflon keverőpálcával

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *A bóroldat elkészítése*

Lásd 10.1., 10.2. és – adott esetben – 10.3. pont.

7. **Eljárás**

7.1. *Vizsgálat*

Tegyünk 400 ml-es főzőpohárba (5.3.) egy alikvot részt (a) a kivonatból (6.1.), amely 2–4 mg B-t tartalmaz. Öntsünk hozzá 150 ml vizet.

Adjunk hozzá néhány csepp metilvörös indikátoroldatot (4.1.).

A 10.2. módszerrel történő kivonás esetében 0,5 mol/l-es sósav (4.2.) hozzáadásával az indikátoroldat színátcsapási pontjáig savanyítsuk a kivonatot, majd adjunk hozzá további 0,5 ml 0,5 mol/l-es sósavat (4.2.).

3 g nátrium-klorid (4.7.) hozzáadása után forraljuk fel az oldatot a szén-dioxid kiűzése érdekében. Hagyjuk lehűlni. Helyezzük a főzőpoharat a mágneses keverőre (5.2.), és helyezzük bele az előzetesen kalibrált pH-mérő elektródokat (5.1.).

Állítsuk be a pH-értéket pontosan 6,3-ra, először a 0,5 mol/l-es nátrium-hidroxid oldattal (4.3.), utána a 0,025 mol/l-es oldattal (4.4.).

Adjunk hozzá 20 g D-mannitot (4.6.), oldjuk fel teljesen és jól keverjük össze. Titráljuk a 0,025 mol/l-es nátrium-hidroxid oldattal (4.4.) 6,3 pH-értékre (legalább 1 percig stabil maradjon). A szükséges térfogat legyen X_1.

8. **Vakoldat**

Készítsünk vakoldatot úgy, hogy megismételjük a teljes eljárást az oldatkészítési szakasztól kezdve, de nem adunk hozzá műtrágyát. A szükséges térfogat legyen X_0.

9. **A nátrium-hidroxid oldat (4.4.) bór (B) értéke**

Pipettázzunk 20 ml (2,0 mg B) kalibrációs oldatot (4.5.) 400 ml-es főzőpohárba, és adjunk hozzá néhány csepp metilvörös indikátoroldatot (4.1.). Adjunk hozzá 3 g nátrium-kloridot (4.7.) és sósavoldatot (4.2.) az indikátoroldat (4.1.) színátcsapási pontjáig.

Egészítsük ki a térfogatot kb. 150 ml-re, és fokozatosan forraljuk fel a szén-dioxid kiűzése érdekében. Hagyjuk lehűlni. Helyezzük a főzőpoharat a mágneses keverőre (5.2.), és tegyük bele az előzetesen kalibrált pH-mérő elektródokat (5.1.). Állítsuk be a pH-értéket pontosan 6,3-ra, először a 0,5 mol/l-es nátrium-hidroxid oldattal (4.3.), majd a 0,025 mol/l-es oldattal (4.4.).

Adjunk hozzá 20 g D-mannitot (4.6.), oldjuk fel teljesen és jól keverjük össze. Titráljuk a 0,025 mol/l-es nátrium-hidroxid oldattal (4.4.) 6,3 pH-értékre (legalább 1 percig stabil maradjon). A szükséges térfogat legyen V_1.

Ugyanilyen módon készítsünk vakoldatot, a kalibrációs oldatot 20 ml vízzel helyettesítve. A szükséges térfogat legyen V_0.

A NaOH mérőoldat (4.4.) bórértéke (F) mg/ml mértékegységben megadva a következő:

$$F\ (\mathrm{mg/ml-ben}) = 2/(V_1 - V_0)$$

1 ml pontosan 0,025 mol/l töménységi értékre beállított nátrium-hidroxid oldat 0,27025 mg B-nak felel meg.

▼B

10. **Az eredmények kifejezése**

A műtrágyában található bór százalékarányát a következő képlettel kapjuk meg:

$$B\ (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

ahol:

B (%) a műtrágya százalékos bórtartalma,

X_1 a vizsgálati mintára fogyott 0,025 mol/l-es nátrium-hidroxid oldat (4.4) térfogata, ml-ben,

X_0 a vakoldatra fogyott 0,025 mol/l-es nátrium-hidroxid oldat (4.4) térfogata, ml-ben,

F a 0,025 mol/l-es nátrium-hidroxid oldat (4.4.) bór (B) értéke, mg/ml-ben,

V a 10.1. vagy a 10.2. módszerrel nyert kivonat oldatának térfogata, ml-ben,

a a kivonat oldatából (6.1.) vett alikvot rész (7.1.) térfogata, ml-ben,

M a 10.1. vagy a 10.2. módszerrel vett vizsgálati minta tömege, grammban.

10.6. módszer

Kobalt meghatározása műtrágyakivonatokban gravimetriás módszerrel, 1-nitrozo-2-naftollal

1. **Cél**

Ez a dokumentum a műtrágyakivonatok kobalttartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 10.1. vagy a 10.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható kobalttartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A kobalt(III)-ion 1-nitrozo-2-naftollal vörös csapadékot, Co $(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$-t ad. Miután a kivonatban lévő kobaltot kobalt (III)-ion formájára hoztuk, ecetsavas közegben 1-nitrozo-2-naftol oldattal lecsapatjuk. Szűrés után a csapadékot kimossuk, súlyállandóságig szárítjuk és mint Co $(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$-t mérjük.

4. **Reagensek**

4.1. Hidrogén-peroxid oldat (H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), 30 %

4.2. *Nátrium-hidroxid oldat kb. 2 mol/l*

Oldjunk fel 8 g nátrium-hidroxid-pelletet 100 ml vízben.

4.3. *Hígított sósavoldat, kb. 6 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat (d_{20} = 1,18 g/ml) 1 térfogatrész vízzel.

4.4. Ecetsav (99,7 % CH_3CO_2H) (d_{20} = 1,05 g/ml).

4.5. *1:2 ecetsav oldat, kb. 6 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész ecetsavat (4.4.) 2 térfogatrész vízzel.

4.6. 1-nitrozo-2-naftol oldat 100 ml ecetsavban (4.4.). Adjunk hozzá 100 ml langyos vizet. Alaposan keverjük össze. Rögtön szűrjük le. Az így nyert oldatot azonnal fel kell használni.

▼B

5. **Készülék**

5.1. P 16/ISO 4 793-as szűrőtégely, 4-es porozitású, 30 vagy 50 ml űrtartalmú

5.2. Szárítószekrény, 130 ± 2 °C hőmérsékletre beállítva

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *A kobaltoldat elkészítése*

Lásd 10.1. vagy 10.2. módszer

6.2. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Tegyünk a kivonatból 400 ml-es főzőpohárba egy legfeljebb 20 mg Co-t tartalmazó alikvot részt. Ha a kivonatot a 10.2. módszerrel készítettük, savanyítsuk 5 csepp sósavval (4.3.). Adjunk hozzá kb. 10 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.1.). Hagyjuk az oxidálószert 15 percig hidegen hatni, majd az oldat térfogatát egészítsük ki vízzel kb. 100 ml-re. Fedjük le a főzőpoharat óraüveggel. Forraljuk fel és hagyjuk forrni kb. 10 percig. Hűtsük le. Cseppenként lúgosítsuk a nátrium-hidroxid oldattal (4.21.), amíg fekete kobalt-hidroxid kezd kicsapódni.

7. **Eljárás**

Adjunk az oldathoz 10 ml ecetsavat (4.4.) és vízzel egészítsük ki kb. 200 ml-re az oldat térfogatát. Melegítsük forrásig. Folyamatos keverés közben bürettával cseppenként adjunk hozzá 20 ml 1-nitrozo-2-naftol oldatot (4.6.). Erőteljes keveréssel fejezzük be, hogy koaguláljon a csapadék.

Szűrjük át előre lemért szűrőtégelyen (5.1.), vigyázva, hogy a szűrő el ne tömődjön. Ezt szem előtt tartva ügyeljünk arra, hogy a szűrés alatt a csapadék felületét mindig folyadékréteg borítsa.

Mossuk át a főzőpoharat hígított ecetsavval (4.5.), hogy az összes csapadékot eltávolítsuk, mossuk a csapadékot a szűrőre hígított ecetsavval (4.5.), majd mossuk át háromszor forró vízzel.

130 ± 2 °C hőmérsékletű szárítószekrényben (5.2.) szárítsuk súlyállandóságig.

8. **Az eredmények kifejezése**

1 mg Co $(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$ csapadék 0,096381 mg Co-nak felel meg.

A műtrágyában található kobalt (Co) százalékarányát a következő képlettel kapjuk meg:

$$\text{Co}\ (\%) = X \times 0,0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

ahol:

X a csapadék tömege, mg-ban,

V a 10.1. vagy a 10.2. módszerrel nyert kivonatoldat térfogata, ml-ben,

a az utolsó hígításból vett alikvot rész térfogata, ml-ben,

D ezen alikvot rész hígítási tényezője,

M a vizsgálati minta tömege, g-ban.

10.7. módszer

Réz meghatározása műtrágyakivonatokban titrimetriás módszerrel

1. **Cél**

Ez a módszer műtrágyakivonatok réztartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

▼B

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 10.1. vagy a 10.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható réztartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A réz(II) ionokat savas közegben kálium-jodiddal redukáljuk:

$$2Cu^{++} + 4I^- \rightarrow 2CuI + I_2$$

Az így felszabadult jódot nátrium-tioszulfát mérőoldattal, keményítő indikátor jelenlétében titráljuk a következő képlet szerint:

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

4. **Reagensek**

4.1. Salétromsav (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml)

4.2. Karbamid [$(NH_2)_2$ C = 0]

4.3. *Ammónium-hidrogén-difluorid (NH_4HF_2) 10 %-os (m/v) oldata*

Az oldatot műanyag edényben tartsuk.

4.4. *Ammónium-hidroxid oldat (1+1)*

Keverjünk össze 1 térfogatrész ammóniát (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) 1 térfogatrész vízzel.

4.5. *Nátrium-tioszulfát mérőoldat*

Oldjunk fel 7,812 g nátrium-tioszulfát-pentahidrátot ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) vízzel, 1 literes mérőlombikban. Ezt az oldatot úgy kell készíteni, hogy 1 ml 2 mg Cu-val legyen egyenlő. Stabilizáljuk az oldatot néhány csepp kloroformmal. Az oldatot közvetlen fénytől védve, üvegedényben kell tartani.

4.6. Kálium-jodid (KI)

4.7. *Kálium-tiocianát (KSCN) oldat (25 % m/v)*

Az oldatot műanyag palackban tartsuk.

4.8. *Keményítő oldat (kb. 0,5 %)*

Tegyünk 2,5 g keményítőt 600 ml-es főzőpohárba. Öntsünk hozzá kb. 500 ml vizet. Keverés közben forraljuk fel. Hűtsük le szobahőmérsékletre. Az oldatot csak rövid ideig lehet eltartani. Az eltarthatóságot javíthatjuk, ha kb. 10 mg higany-jodidot adunk hozzá.

5. **Az elemzendő oldat elkészítése**

A rézoldat elkészítése

Lásd 10.1. és 10. 2. módszer.

6. **Eljárás**

6.1. *Oldatkészítés titráláshoz*

Tegyünk egy legalább 20–40 mg Cu-t tartalmazó alikvot részt az oldatból 500 ml-es Erlenmeyer-lombikba.

Rövid forralással űzzük ki a jelen lévő oxigénfelesleget. A térfogatot egészítsük ki kb. 100 ml-re vízzel. Adjunk hozzá 5 ml salétromsavat (4.1.), forraljuk fel és hagyjuk forrni kb. fél percig.

Vegyük le az Erlenmeyer-lombikot a fűtőkészülékről, adjunk hozzá kb. 3 g karbamidot (4.2.) és ismét forraljuk kb. fél percig.

Vegyük le a fűtőkészülékről és adjunk hozzá 200 ml hideg vizet. Szükség esetén hűtsük az Erlenmeyer-lombik tartalmát szobahőmérsékletre.

▼B

Fokozatosan adjunk hozzá ammónium-hidroxid oldatot (4.4.), amíg az oldat színe kékre nem változik, majd adjunk még hozzá 1 ml-t feleslegben.

Adjunk hozzá 50 ml ammónium-hidrogén-difluorid oldatot (4.3.) és keverjük össze.

Adjunk hozzá 10 g kálium-jodidot (4.6.) és oldjuk fel.

6.2. *Az oldat titrálása*

Helyezzük az Erlenmeyer-lombikot mágneses keverőre. Tegyük a keverőpálcát az Erlenmeyer-lombikba és állítsuk be a keverőt a kívánt fordulatszámra.

Adjunk hozzá bürettával nátrium-tioszulfát mérőoldatot (4.5.) addig, amíg az oldatból felszabaduló jód barna színe halványabbá válik.

Adjunk hozzá 10 ml keményítőoldatot (4.8.).

Folytassuk a nátrium-tioszulfát oldattal (4.5.) végzett titrálást, amíg a bíbor szín csaknem eltűnik.

Adjunk hozzá 20 ml kálium-tiocianát oldatot (4.7.), és folytassuk a titrálást addig, amíg az ibolyakék szín teljesen el nem tűnik.

Jegyezzük fel a felhasznált tioszulfátoldat mennyiségét.

7. **Az eredmények kifejezése**

1 ml nátrium-tioszulfát mérőoldat (4.5.) 2 mg Cu-nek felel meg.

A műtrágyában lévő réz százalékarányát a következő képlettel kapjuk meg:

$$\text{Cu (\%)} = X \frac{V}{a \times M \times 5}$$

ahol:

X a felhasznált nátrium-tioszulfát oldat térfogata, ml-ben,

V a 10.1. és a 10.2. módszer szerinti kivonatoldat térfogata, ml-ben,

a az alikvot rész térfogata, ml-ben,

M a 10.1. és a 10.2. módszer szerint kezelt vizsgálati minta tömege, grammban.

10.8. módszer

Vas meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok vastartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 10.1. és a 10.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható vastartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a vastartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk mg.

4. **Reagensek**

4.1. *Sósavoldat, kb. 6 mol/l*

Lásd 10.4. módszer (4.1.).

▼B

4.2. *Sósavoldat, kb. 0,5 mol/l*

Lásd 10.4. módszer (4.2.).

4.3. Hidrogén-peroxid oldat (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), mikroelemektől mentes.

4.4. *Lantánsóoldatok (10 g La literenként)*

Lásd 10.4. módszer (4.3.).

4.5. *Vas kalibrációs oldatok*

4.5.1. Vas törzsoldat (1 000 μg/ml)

Mérjünk 500 ml-es főzőpohárba 1 g tiszta vashuzalt 0,1 mg-os pontossággal, adjunk hozzá 200 ml 6 mol/l-es sósavat (4.1.) és 15 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.3.). Melegítsük főzőlapon, amíg a vas teljesen fel nem oldódik. Amikor lehűlt, vigyük át veszteség nélkül 1 000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel és gondosan keverjük össze.

4.5.2 Vas munkaoldat (100 μg/ml)

Tegyünk 20 ml törzsoldatot (4.5.1.) egy 200 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze.

5. **Készülék**

Atomabszorpciós spektrométer: lásd 10.4. módszer (5.). A műszer legyen felszerelve vasra jellemző sugarak (248,3 nm) kibocsátására alkalmas fényforrással.

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *Kivont vasoldat*

Lásd 10.1. és/vagy 10.2., illetve – adott esetben – 10.3. módszer.

6.2. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Lásd 10.4. módszer (6.2.). A vizsgálati oldatnak 10 % (v/v) lantánsóoldatot kell tartalmaznia.

7. **Eljárás**

7.1. *Vakoldat készítése*

Lásd 10.4. módszer (7.1.). A vizsgálati oldatnak 10 % (v/v) a (6.2.) pontban használt lantánsóoldatot kell tartalmaznia.

7.2. *A kalibrációs oldatok elkészítése*

Lásd 10.4. módszer (7.2.).

A vas számára optimális 0–10 μg/ml meghatározási tartomány beállításához tegyünk rendre 0, 2, 4, 6, 8 és 10 ml munkaoldatot (4.5.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Szükség esetén a sósav-koncentrációt állítsuk be úgy, hogy a lehető legközelebb essen a vizsgálati oldat sósav-koncentrációjához. Tegyünk minden egyes mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban használt lantánsóoldatból. Töltsük fel 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 2, 4, 6, 8 és 10 μg/ml vasat tartalmaznak.

7.3. *Meghatározás*

Lásd 10.4. módszer (7.3.). Készítsük elő a spektrométert (5.) 248,3 nm hullámhosszon történő mérésre.

8. **Az eredmények kifejezése**

Lásd 10.4. módszer (8.).

A műtrágya százalékos vastartalmát a következő egyenlettel kapjuk meg:

$$Fe\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

▼B

Ha a 10.3 módszert használtuk:

$$Fe\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

ahol:

Fe a műtrágya százalékban kifejezett vastartalma,

x_s a vizsgálati oldat (6.2.) koncentrációja, μg/ml-ben,

x_b a vakoldat (7.1.) koncentrációja μg/ml-ben,

V a 10.1. vagy a 10.2. módszer szerint nyert kivonat térfogata, ml-ben,

D a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője,

M a 10.1. vagy a 10.2. módszer szerint kimért vizsgálati minta tömege, grammban.

A D hígítási tényező kiszámítása: ha (a1), (a2), (a3), … (ai) és (a) alikvot részek, míg (v1), (v2), (v3), … (vi) és (100) a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times (vi/ai) \times (100/a).$$

10.9. módszer

Mangán meghatározása műtrágyakivonatokban titrálással

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok mangántartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 10.1. és a 10.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható mangántartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

Ha a kivonatban kloridionok vannak jelen, akkor azokat a kivonat kénsavas forralásával el kell távolítani. A mangánt salétromsavas közegben nátrium-bizmutáttal oxidáljuk. A képződött permanganátot vas(II)-szulfát feleslegével redukáljuk. Ezt a felesleget kálium-permanganát oldattal titráljuk.

4. **Reagensek**

4.1. Tömény kénsav (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. *Kénsav, kb. 9 mol/l*

Keverjünk össze gondosan 1 térfogatrész tömény kénsavat (4.1.) 1 térfogatrész vízzel.

4.3. *Salétromsav 6 mol/l*

Keverjünk össze 3 térfogatrész salétromsavat (HNO_3, d_{20}= 1,40 g/ml) 4 térfogatrész vízzel.

4.4. *Salétromsav 0,3 mol/l*

Keverjünk össze 1 térfogatrész 6 mol/l-es salétromsavat 19 térfogatrész vízzel.

4.5. Nátrium-bizmutát (NaBiO3) (85 %).

4.6. Kovaföld

4.7. Ortofoszforsav, 15 mol/l-es (H_3PO_4, d_{20} = 1,71 g/ml)

▼B

4.8. *Vas-szulfát oldat, 0,15 mol/l*

Oldjunk fel 41,6 g vas-szulfát-heptahidrátot ($FeSO_4.7\ H_2O$) 1 literes mérőlombikban.

Adjunk hozzá 25 ml tömény kénsavat (4.1.) és 25 ml foszforsavat (4.7.). Töltsük fel 1 000 ml-re. Keverjük össze.

4.9. *Kálium-permanganát oldat, 0,020 mol/l*

Mérjünk ki 3,160 g kálium-permanganátot ($KMnO_4$) 0,1 mg pontossággal. Oldjuk fel és töltsük fel 1 000 ml-re vízzel.

4.10. *Ezüst-nitrát oldat, 0,1 mol/l*

Oldjunk fel 1,7 g ezüst-nitrátot ($AgNO_3$) vízben és töltsük fel 100 ml-re.

5. **Készülék**

5.1. P16/ISO 4 793 szerinti szűrőtégely, 4-es porozitású, 50 ml térfogatú, 500 ml-es szűrőlombikra szerelve.

5.2. Mágneses keverő.

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *Kivont mangánoldat*

Lásd 10.1. és 10.2. módszer. Ha nem ismeretes, hogy vannak-e jelen kloridionok, akkor egy csepp ezüst-nitrát oldattal (4.10.) végezzünk kísérletet ennek megállapítására.

6.2. Ha kloridionok nincsenek jelen, 10–20 mg mangánt tartalmazó alikvot részt tegyünk egy magas főzőpohárba. A térfogatot állítsuk be kb. 25 ml-re bepárlással vagy víz hozzáadásával. Adjunk hozzá 2 ml tömény kénsavat (4.1.).

6.3. *Ha kloridionok jelen vannak, akkor azokat el kell távolítani a következőképpen:*

Tegyünk a kivonatból 10–20 mg mangánt tartalmazó alikvot részt 400 ml-es magas főzőpohárba. Adjunk hozzá 5 ml 9 mol/l-es kénsavat (4.2.). Vegyifülke alatt forraljuk főzőlapon mindaddig, amíg bőséges fehér füstfejlődést nem észlelünk. Addig folytassuk a forralást, amíg a térfogat kb. 2 ml-re nem csökken (a főzőpohár alján vékony, szirupszerű folyadékréteg látható). Hagyjuk lehűlni szobahőmérsékletre.

Óvatosan adjunk hozzá 25 ml vizet és újra vizsgáljuk meg 1 csepp ezüst-nitrát oldat (4.10.) hozzáadásával, hogy vannak-e jelen kloridionok. Ha még mindig van klorid az oldatban, ismételjük meg a műveletet 5 ml 9 mol/l-es kénsav (4.2.) hozzáadása után.

7. **Eljárás**

Adjunk a vizsgálati oldatot tartalmazó 400 ml-es főzőpohárba 25 ml 6 mol/l-es salétromsavat (4.3.) és 2,5 g nátrium-bizmutátot (4.5.). Keverjük össze alaposan 3 percig a mágneses keverőn (5.2.).

Adjunk hozzá 50 ml 0,3 mol/l-es salétromsavat (4.4.) és keverjük újra. Szűrjük vákuumban, olyan szűrőtégelyen (5.1.), amelynek alját kovaföldde l (4.6.) borítottuk. Mossuk át a szűrőt néhányszor a 0,3 mol/l-es salétromsavval (4.4.), amíg színtelen szűrletet nem kapunk.

Tegyük a szűrletet és a mosófolyadékot 500 ml-es főzőpohárba. Keverjük össze, és adjunk hozzá 25 ml 0,15 mol/l-es vas-szulfát oldatot (4.8.). Ha vas-szulfát hozzáadásakor a szűrlet megsárgul, adjunk hozzá 3 ml 15 mol/l-es ortofoszforsavat (4.7.)

Bürettából titráljuk a fölös vas-szulfátot 0,02 mol/l-es kálium-permanganát oldattal (4.9.), amíg az elegy színe rózsaszínbe megy át, és ez a szín 1 percig állandó marad. Végezzünk vakpróbát azonos feltételek mellett, de a vizsgálati minta kihagyásával.

Megjegyzés

Az oxidált oldatnak nem szabad gumival érintkeznie.

▼B

8. **Az eredmények kifejezése**

1 ml 0,02 kálium-permanganát oldat 1,099 mg mangánnak (Mn) felel meg.

A műtrágya százalékos mangántartalmát a következő képlettel kapjuk meg:

$$\text{Mn (\%) ahol} = (x_b - x_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

ahol:

X_b a vakpróbához felhasznált permanganát térfogata, ml-ben,

X_s a vizsgálati mintához felhasznált permanganát térfogata, ml-ben,

V a 10.1. és a 10.2. módszer szerint nyert kivonat oldatának térfogata, ml-ben,

a a kivonatból vett alikvot rész térfogata, ml-ben,

M a vizsgálati minta tömege, grammban.

10.10. módszer

Molibdén meghatározása műtrágyakivonatokban gravimetriás módszerrel 8-hidroxi-kinolinnal

1. **Cél**

Ez a módszer a műtrágyakivonatok molibdéntartalmának meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 10.l. és a 10.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható molibdéntartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A molibdént meghatározott feltételek mellett lecsapatott molibdenil-oxinát formájában határozzuk meg.

4. **Reagensek**

4.1. *Kénsavoldat, kb. 1 mol/l töménységű*

Óvatosan töltsünk 55 ml kénsavat (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml) 1 literes, 800 ml vizet tartalmazó mérőlombikba. Keverjük össze. Lehűlés után egészítsük ki térfogatát 1 literre. Keverjük össze.

4.2. *Hígított ammóniaoldat (1:3)*

Keverjünk össze 1 térfogatrész töményt ammóniaoldatot (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) 3 térfogatrész vízzel.

4.3. *Hígított ecetsavoldat (1:3)*

Keverjünk össze 1 térfogatrész tömény ecetsavat (99,7 % CH_3COOH, d_{20} = 1,049 g/ml) 3 térfogatrész vízzel.

4.4. *Dinátrium-etiléndiamintetraacetát (EDTA)*

Oldjunk fel 5 g Na_2EDTA-t vízben, 100 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a jelig és keverjük össze.

4.5. *Pufferoldat*

100 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 15 ml tömény ecetsavat és 30 g ammónium-acetátot vízben. Töltsük fel 100 ml-re.

4.6. *7-Hidroxi-kinolin (oxin) oldat*

100 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 3 g 8-hidroxi-kinolint 5 ml tömény ecetsavban. Adjunk hozzá 80 ml vizet. Cseppenként adjunk

▼B

hozzá ammóniaoldatot (4.2.), amíg az oldat zavarossá nem válik, majd adjunk hozzá ecetsavat (4.3.), amíg az oldat újra kitisztul.

Töltsük fel vízzel 100 ml-re.

5. **Készülék**

5.1. P16/ISO 4 793 szerinti szűrőtégely, 4-es porozitású, 30 ml térfogatú.

5.2. Üvegelektródos pH-mérő.

5.3. Szárítószekrény, 130–135 °C hőmérsékleten.

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. A molibdénoldat elkészítése. Lásd 10.1. és 10.2. módszer.

7. **Eljárás**

7.1. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Tegyünk 20–100 mg molibdént tartalmazó alikvot részt 250 ml-es főzőpohárba. Töltsük fel a térfogatát vízzel 50 ml-re.

Állítsuk be az oldat kémhatását kénsavoldat (4.1.) cseppenkénti adagolásával pH 5-re. Adjunk hozzá 15 ml EDTA-oldatot (4.4.), azután 5 ml pufferoldatot (4.5.). Töltsük fel vízzel kb. 80 ml-re.

7.2. *A csapadék kinyerése és tisztítása*

A csapadék kinyerése

Enyhén melegítsük az oldatot. Folyamatos keverés mellett adjuk hozzá az oxinoldatot (4.6.). Addig folytassuk a lecsapatást, amíg csapadék kiválása már nem észlelhető. Adjunk még hozzá annyi reagenst, hogy a felülúszó oldat enyhén sárgára színeződjék. Általában 20 ml elegendő. Enyhén melegítsük a csapadékot még két-három percig.

Szűrés és mosás

Szűrjük szűrőtégelyen (5.1.). Öblítsük néhányszor 20 ml forró vízzel. Az öblítővíznek fokozatosan színtelenné kell válnia, jelezve, hogy oxin már nincs jelen.

7.3. *A csapadék mérése*

Szárítsuk a csapadékot súlyállandóságig (legalább 1 órán át) 130–135 °C hőmérsékleten.

Hagyjuk exszikkátorban lehűlni és mérjük le.

8. **Az eredmények kifejezése**

1 mg molibdenil-oxinát, $MoO_2(C_9H_6ON)_2$ 0,2305 mg molibdénnek felel meg.

A műtrágya százalékos molibdéntartalmát a következő képlettel kapjuk meg:

$$\text{Mo}\ (\%) = \text{X} \times 0,02305 \times \frac{\text{V} \times \text{D}}{\text{a} \times \text{M}}$$

ahol:

X a molibdenil-oxinát csapadék tömege, mg-ban,

V a 10.1. vagy a 10.2. módszer szerinti kivonatoldat térfogata, ml-ben,

a az utolsó hígításból vett alikvot rész térfogata, ml-ben,

D az alikvot rész hígítási tényezője,

M a vizsgálati minta tömege, grammban.

▼B

10.11. módszer

Cink meghatározása műtrágyakivonatokban atomabszorpciós spektrometriával

1. **Cél**

Ez a módszer a cink műtrágyakivonatokban való meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. **Alkalmazási terület**

Ez az eljárás a 10.1. és a 10.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára vonatkozik, amelyek tekintetében az e rendelet I. mellékletének E. része előírja az összes és/vagy a vízoldható cinktartalom garantálását.

3. **A módszer elve**

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a cinktartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk mg.

4. **Reagensek**

4.1. *Sósavoldat, kb. 6 mol/l*

Lásd 10.4. módszer (4.1.)

4.2. *Sósavoldat, kb. 0,5 mol/l*

Lásd 10.4. módszer (4.2.).

4.3. *Lantánsóoldatok (10 g La/liter)*

Lásd 10.4. módszer (4.3.).

4.4. *Cink kalibrációs oldatok*

4.4.1. Cink törzsoldat (1 000 μg/ml)

1 000 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 0,1 mg pontossággal kimért 1 g cinkport vagy cinklemezkét 25 ml 6 mol/l-es sósavban (4.1.). Miután teljesen feloldódott, töltsük fel a jelig vízzel és gondosan keverjük össze.

4.4.2 Cink munkaoldat (100 μg/ml)

200 ml-es mérőlombikban hígítsunk fel 20 ml törzsoldatot (4.4.1.) 0,5 mol/l-es sósavoldatban (4.2.). Töltsük fel a jelig 0,5 mol/l-es sósavoldattal és gondosan keverjük össze.

5. **Készülék**

Atomabszorpciós spektrométer.

Lásd 10.4. módszer (5.). A műszer legyen felszerelve cinkre jellemző sugarak (213,8 nm) kibocsátására alkalmas fényforrással. A spektrométernek alkalmasnak kell lennie háttérkorrekció elvégzésére.

6. **Az elemzendő oldat elkészítése**

6.1. *Kivont cinkoldat*

Lásd 10.1. és/vagy 10.2., illetve 10.3. módszer.

6.2. *A vizsgálati oldat elkészítése*

Lásd 10.4. módszer (6.2.). A vizsgálati oldat 10 % (v/v) lantánsóoldatot tartalmazzon.

7. **Eljárás**

7.1. *Vakoldat készítése*

Lásd 10.4. módszer (7.1.). A vakoldat 10 % (v/v), a 6.2. pontban alkalmazott lantánsóoldatot tartalmazzon.

▼B

7.2. *A kalibrációs oldatok elkészítése*

Lásd 10.4. módszer (7.2.). A cink 0–5 μg/ml optimális meghatározási tartományának beállításához öntsünk rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml munkaoldatot (4.4.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Szükség esetén a sósav koncentrációját állítsuk be úgy, hogy a lehető legközelebb essen a vizsgálati oldat sósav-koncentrációjához. Adjunk minden egyes mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban használt lantánsóoldatból. Töltsük fel 100 ml-re 0,5 mol/l-es sósavoldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze.

Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, l, 2, 3, 4 és 5 μg/ml cinket tartalmaznak.

7.3. *Meghatározás*

Lásd 10.4. módszer (7.3.). Készítsük elő a spektrométert 213,8 nm hullámhosszon történő mérésre.

8. **Az eredmények kifejezése**

Lásd 10.4. módszer (8.).

A műtrágya százalékban kifejezett cinktartalmát a következő egyenlettel kapjuk meg:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ha a 10.3. módszert használtuk:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

ahol:

Zn a műtrágya százalékban kifejezett cinktartalma,

x_s a vizsgálati oldat koncentrációja, μg/ml-ben,

Xb a vakoldat koncentrációja, μg/ml-ben,

V a 10.1. vagy a 10.2. módszer szerint nyert kivonat oldatának térfogata ml-ben,

D a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője,

M a 10.1. vagy a 10.2. módszer szerint kimért minta tömege (g).

A D hígítási tényező kiszámítása:

Ha (a1), (a2), (a3), … (ai) és (a) egymást követő alikvot részek, míg (v1), (v2), (v3), … (vi) és (100) a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

V. MELLÉKLET

A. **ÚJ TÍPUSÚ MŰTRÁGYÁNAK AZ E RENDELET I. MELLÉKLETÉBE TÖRTÉNŐ FELVÉTELÉHEZ ÖSSZEÁLLÍTANDÓ MŰSZAKI DOKUMENTÁCIÓ ELKÉSZÍTÉSÉHEZ A GYÁRTÓK ÉS KÉPVISELŐIK ÁLTAL TANULMÁNYOZANDÓ DOKUMENTUMOK JEGYZÉKE**

1. Útmutató az „EK-műtrágya” megjelölés iránti kérelemre vonatkozó műszaki dokumentáció elkészítéséhez.

   Az Európai Közösségek Hivatalos Lapja, C 138., 1994.5.20., 4. o.

2. A 88/379/EGK tanácsi irányelv 10. cikke végrehajtásának megfelelően, a veszélyes készítményekre vonatkozó különös információk rendszerével kapcsolatos részletes rendelkezések meghatározásáról és megállapításáról szóló, 1991. március 5-i 91/155/EGK bizottsági irányelv.

   Az Európai Közösségek Hivatalos Lapja, L 76/35., 1991.3.22., 35. o.

3. A 88/379/EGK tanácsi irányelv 10. cikkének végrehajtására kiadott, a Bizottságnak a veszélyes készítményekhez kapcsolódó különös információk rendszerére vonatkozó részletes rendelkezéseinek meghatározásáról és megállapításáról szóló 91/155/EGK irányelvének módosításáról szóló, 1993. december 10-i 93/112/EGK bizottsági irányelv.

   Az Európai Közösségek Hivatalos Lapja, L 314., 1993.12.16., 38. o.

B. **AZ E RENDELET ÉS MELLÉKLETEI KÖVETELMÉNYEINEK VALÓ MEGFELELŐSÉG ELLENŐRZÉSÉHEZ SZÜKSÉGES SZOLGÁLTATÁSOK NYÚJTÁSÁRA ILLETÉKES LABORATÓRIUMOKRA VONATKOZÓ AKKREDITÁCIÓS SZABVÁNYOK**

1. A laboratóriumi szinten alkalmazandó szabvány:

   EN ISO/IEC 17025, Vizsgáló és kalibráló laboratóriumok felkészültségére vonatkozó általános követelmények.

2. Az akkreditáló szervezetek szintjén alkalmazandó szabvány:

   EN 45003, Kalibráló és vizsgáló laboratóriumok akkreditációs rendszere, az általános működésre és elismerésre vonatkozó követelmények.