Šis dokumentas yra skirtas tik informacijai, ir institucijos nėra teisiškai atsakingos už jo turinį

►**B** **EUROPOS PARLAMENTO IR TARYBOS REGLAMENTAS (EB) Nr. 2003/2003**

2003 m. spalio 13 d.

dėl trąšų

(Tekstas svarbus EEE)

(OL L 304, 2003 11 21, p. 1)

iš dalies keičiamas:

		Oficialusis leidinys		
		Nr.	puslapis	data
►**M1**	Tarybos reglamentas (EB) Nr. 885/2004, 2004 m. balandžio 26 d.	L 168	1	2004 5 1
►**M2**	Komisijos reglamentas (EB) Nr. 2076/2004 2004 m. gruodžio 3 d.	L 359	25	2004 12 4
►**M3**	Tarybos reglamentas (EB) Nr. 1791/2006 2006 m. lapkričio 20 d.	L 363	1	2006 12 20
►**M4**	Komisijos reglamentas (EB) Nr. 162/2007 2007 m. vasario 19 d.	L 51	7	2007 2 20
►**M5**	Komisijos reglamentas (EB) Nr. 1107/2008 2008 m. lapkričio 7 d.	L 299	13	2008 11 8

pataisytas:

►**C1** Klaidų ištaisymas, OL L 267, 2007 10 12, p. 23 (2003/2003)

▼B

EUROPOS PARLAMENTO IR TARYBOS REGLAMENTAS (EB) Nr. 2003/2003

2003 m. spalio 13 d.

dėl trąšų

(Tekstas svarbus EEE)

EUROPOS SĄJUNGOS PARLAMENTAS IR TARYBA,

atsižvelgdami į Europos bendrijos steigimo sutartį, ypač į jos 95 straipsnį,

atsižvelgdami į Komisijos pasiūlymą ([1]),

atsižvelgdami į Ekonomikos ir socialinių reikalų komiteto nuomonę ([2]),

laikydamiesi Sutarties 251 straipsnyje nustatytos tvarkos ([3]),

kadangi:

(1) 1975 m. gruodžio 18 d. Tarybos direktyva 76/116/EEB dėl valstybių narių įstatymų, reglamentuojančių trąšas, suderinimo ([4]), 1980 m. liepos 15 d. Tarybos direktyva 80/876/EEB dėl valstybių narių įstatymų, susijusių su paprastosiomis amonio nitrato trąšomis, turinčiomis didelį azoto kiekį, suderinimo ([5]), 1986 m. gruodžio 8 d. Komisijos direktyva 87/94/EEB dėl valstybių narių įstatymų, susijusių su paprastųjų amonio nitrato trąšų, turinčių didelį azoto kiekį, sprogumo savybių, ribinių charakteristikų ir atsparumo jam kontrolės tvarkos, suderinimo ([6]), 1977 m. birželio 22 d. Komisijos direktyva 77/535/EEB dėl valstybių narių įstatymų, reglamentuojančių trąšų mėginių ėmimo ir analizės metodus, suderinimo ([7]) buvo kelis kartus iš esmės pakeistos. Pagal Komisijos pranešimą Europos Parlamentui ir Tarybai „Dėl vidaus rinkos taisės aktų supaprastinimo“ (SLIM) ir Bendros rinkos veiksmų planą tos direktyvos aiškumo dėlei turėtų būti panaikintos ir pakeistos vienu teisiniu dokumentu.

(2) Bendrijos teisės aktų dėl trąšų turinys yra visiškai techninio pobūdžio. Taigi tinkamiausias teisinis dokumentas yra reglamentas, kadangi jis tiesiogiai nustato gamintojams tikslius reikalavimus, kurie turi būti taikomi tuo pat metu ir vienodai visoje Bendrijoje.

(3) Kiekvienoje valstybėje narėje trąšos turi pasižymėti tam tikromis techninėmis charakteristikomis, kurias apibrėžia privalomosios nuostatos. Šios nuostatos, daugiau susijusios su trąšų sudėtimi ir tipų apibrėžimu, šių tipų pavadinimu, identifikavimu ir pakavimu, valstybėse narėse yra skirtingos. Jų neatitikimas trukdo prekybai Bendrijos viduje, todėl jos turi būti suderintos.

(4) Atsižvelgiant į tai, kad pasiūlyto veiksmo tikslo, būtent, trąšų vidaus rinkos užtikrinimo, valstybės narės negali visiškai pasiekti, jei nėra bendrųjų techninių kriterijų, ir į tai, kad šis tikslas dėl veiksmų masto lengviau pasiekiamas Bendrijos lygiu, Bendrija

([1]) OL C 51 E, 2002 2 26, p. 1 ir OL C 227 E, 2002 9 24, p. 503.
([2]) OL C 80, 2002 4 3, p. 6.
([3]) 2002 m. balandžio 10 d. Europos Parlamento nuomonė (OL C 127 E, 2002 5 29, p. 160), 2003 m. balandžio 14 d. Tarybos bendroji nuomonė (OL C 153 E, 2003 7 1, p. 56) ir 2003 m. rugsėjo 2 d. Europos Parlamento sprendimas (dar nepaskelbta Oficialiajame leidinyje).
([4]) OL L 24, 1976 1 30, p. 21. Direktyva su paskutiniais pakeitimais, padarytais Europos Parlamento ir Tarybos direktyva 98/97/EB (OL L 18, 1999 1 23, p. 60).
([5]) OL L 250, 1980 9 23, p. 7. Direktyva su pakeitimais, padarytais Europos Parlamento ir Tarybos direktyva 97/63/EB (OL L 335, 1997 12 6, p. 15).
([6]) OL L 38, 1987 2 7, p. 1. Direktyva su pakeitimais, padarytais Direktyva 88/126/EEB (OL L 63, 1988 3 9, p. 12).
([7]) OL L 213, 1977 8 22, p. 1. Direktyva su paskutiniais pakeitimais, padarytais Direktyva 95/8/EB (OL L 86, 1995 4 20, p. 41).

▼B

gali patvirtinti priemones pagal subsidiarumo principą, kaip nustatyta Sutarties 5 straipsnyje. Pagal proporcingumo principą, kaip nustatyta tame straipsnyje, šis reglamentas neviršija to, kas yra būtina šiam tikslui pasiekti.

(5) Būtina nustatyti Bendrijos lygiu tam tikrų trąšų (EB trąšų) pavadinimą, apibrėžimą ir sudėtį.

(6) Be to, turi būti nustatytos Bendrijos taisyklės dėl EB trąšų identifikavimo, sieties ir ženklinimo ir dėl pakuočių uždarymo.

(7) Bendrijos lygiu turėtų būti nustatyta tvarka, kurios reikėtų laikytis tais atvejais, kai valstybė narė yra tos nuomonės, kad yra būtina riboti EB trąšų pateikimą į rinką.

(8) Trąšų gamybai būdingi įvairaus laipsnio svyravimai dėl gamybos technologijų arba žaliavų. Gali būti ėminių ėmimo ir analizės metodikų variantai. Todėl būtina nustatyti deklaruojamo maistinių medžiagų kiekio leistiną nuokrypį. Atsižvelgiant į vartotojo žemės ūkyje interesus, patartina nustatyti siauras šio leistino nuokrypio ribas.

(9) Oficialią EB trąšų kontrolę dėl atitikimo šio reglamento kokybės ir sudėties reikalavimams turėtų vykdyti valstybių narių patvirtintos laboratorijos, apie kurias pranešama Komisijai.

(10) Amonio nitratas yra svarbus įvairių produktų ingredientas, kurių vieni yra naudojami kaip trąšos, kiti – kaip sprogstamosios medžiagos. Atsižvelgiant į ypatingą amonio nitrato trąšų, turinčių didelį azoto kiekį, prigimtį ir į iš to išplaukiančius visuomenės saugos, sveikatos ir darbuotojų apsaugos reikalavimus, būtina nustatyti papildomas Bendrijos taisykles šio tipo EB trąšoms.

(11) Kai kurie iš tų produktų galėtų būti pavojingi ir tam tikrais atvejais naudojami kitokiu nei buvo numatyta tikslu. Tai galėtų kelti grėsmę žmonių ir turto saugai. Todėl gamintojai turėtų būti įpareigoti imtis atitinkamų veiksmų tokiam naudojimui išvengti, ir visų pirma užtikrinti tokių trąšų sietį.

(12) Siekiant užtikrinti visuomenės saugą, ypač svarbu Bendrijos lygiu nustatyti charakteristikas ir savybes, kurios skiria didelį azoto kiekį turinčias amonio nitrato EB trąšas ir kitas amonio nitrato rūšis gaminti produktams, kurie naudojami kaip sprogstamosios medžiagos.

(13) Didelį azoto kiekį turinčios amonio nitrato EB trąšos turėtų atitikti tam tikras charakteristikas, kurios užtikrintų trąšų nepavojingumą. Gamintojai turėtų užtikrinti, kad prieš pateikiant į rinką visoms didelį azoto kiekį turinčioms amonio nitrato trąšoms būtų daromas atsparumo detonacijai bandymas.

(14) Būtina parengti taisykles dėl uždarųjų šiluminių ciklų metodų, netgi jei šie metodai nebūtinai turėtų modeliuoti visas vežimo ir laikymo sąlygas.

(15) Trąšos gali būti užterštos medžiagomis, kurios gali kelti riziką žmonių ir gyvūnų sveikatai bei aplinkai. Atsižvelgdama į Toksiškumo, ekotoksiškumo ir aplinkos mokslinio komiteto (SCTEE) nuomonę, Komisija ketina spręsti atsitiktinio kadmio buvimo neorganinėse trąšose klausimą ir prireikus parengti pasiūlymą dėl reglamento, kuri ji ruošiasi pateikti Europos Parlamentui ir Tarybai. Prireikus panašios ekspertizės gali būti daromos dėl kitų teršalų.

(16) Tikslinga nustatyti tvarką, kurios turėtų laikytis visi gamintojai arba jų atstovai, norintys įtraukti naujo tipo trąšas į I priedą, kad galėtų naudoti ženklinimą „EB trąšos“.

▼B

(17) Priemonės, būtinos šiam reglamentui įgyvendinti, turėtų būti patvirtintos pagal 1999 m. birželio 28 d. Tarybos sprendimą 1999/468/EB, nustatantį Komisijos naudojimosi jai suteiktais įgyvendinimo įgaliojimais tvarką ([1]).

(18) Valstybės narės turėtų nustatyti sankcijas dėl šio reglamento nuostatų pažeidimų. Jos gali numatyti, kad gamintojas, pažeidęs 27 straipsnį, gali būti nubaustas bauda, atitinkančia dešimteriopą reikalavimų neatitinkančio krovinio rinkos vertę.

(19) Direktyvos 76/116/EEB, 77/535/EEB, 80/876/EEB ir 87/94/EEB turėtų būti panaikintos,

PRIĖMĖ ŠI REGLAMENTĄ:

I ANTRAŠTINĖ DALIS

BENDROSIOS NUOSTATOS

1 SKYRIUS

Taikymo sritis ir apibrėžimai

1 straipsnis

Taikymo sritis

Šis reglamentas taikomas produktams, kurie pateikiami į rinką kaip trąšos, pavadintos „EB trąšomis“.

2 straipsnis

Apibrėžimai

Šiame reglamente taikomi šie apibrėžimai:

a) „trąša“ – medžiaga, kurios pagrindinė funkcija – tiekti augalams maistines medžiagas;

b) „pagrindinė maistinė medžiaga“ – tik azoto, fosforo ir kalio elementai;

c) „antrinė maistinė medžiaga“ – elementai kalcis, magnis, natris ir siera;

d) „mikroelementai“ – elementai boras, kobaltas, varis, geležis, manganas, molibdenas ir cinkas, kurie yra svarbūs augalų augimui tokiais kiekiais, kurie yra maži palyginti su pagrindinėmis ir antrinėmis maistinėmis medžiagomis;

e) „neorganinės trąšos“ – trąšos, kuriose deklaruojamos maistinės medžiagos yra neorganinės medžiagos, gautos ekstrahuojant arba taikant fizikinį ir (arba) cheminį pramoninį procesą. Kalcio cianamidas, karbamidas, jo kondensacijos bei asociacijos produktai, ir trąšos, turinčios chelatinius arba kompleksinius mikroelementus, pagal susitarimą gali būti klasifikuojami kaip neorganinės trąšos;

f) „chelatinis mikroelementas“ – mikroelementas, sudarantis junginį su viena iš organinių molekulių, išvardytų I priedo E.3.1 skyriuje;

g) „kompleksinis mikroelementas“ – mikroelementas, sudarantis junginį su viena iš molekulių, išvardytų I priedo E.3.2 skyriuje;

h) „trąšų tipas“ – trąšos, turinčios bendrą tipo pavadinimą, nurodytą I priede;

([1]) OL L 184, 1999 7 17, p. 23.

▼B

i) „paprastosios trąšos“ – azoto, fosforo arba kalio trąšos, turinčios tik vienos iš pagrindinių maistinių medžiagų deklaruojamą kiekį;

j) „sudėtinės trąšos“ – trąšos, turinčios bent dviejų pagrindinių maistinių medžiagų deklaruojamą kiekį ir gaunamos cheminiu būdu, maišymo būdu arba abiem būdais kartu;

k) „kompleksinės trąšos“ – sudėtinės trąšos, gaunamos kaip cheminės reakcijos produktas tirpalo pavidalu arba kietu pavidalu granuliavimo būdu, ir turinčios bent dviejų pagrindinių maistinių medžiagų deklaruojamą kiekį. Kiekviena kietu pavidalu gautų trąšų granulė turi visų deklaruojamos sudėties maistinių medžiagų;

l) „mišriosios trąšos“ – trąšos, gaunamos sumaišius kelias sausas trąšas, nevykstant cheminei reakcijai;

m) „trąšos tręšimui per lapus“ – trąšos, kuriomis galima tręšti ir kurias įsisavina pasėlių lapai;

n) „skystosios trąšos“ – trąšų suspensija arba tirpalas;

o) „trąšų tirpalas“ – skystosios trąšos, kuriose nėra kietųjų dalelių;

p) „trąšų suspensija“ – dvi fazes sudarančios trąšos, kuriose kietosios dalelės yra suspenduotos skystoje fazėje;

q) „deklaravimas“ – maistinių medžiagų kiekio nurodymas, įskaitant trąšų pavidalą ir tirpumą, užtikrinamas apibrėžto leistino nuokrypio ribose;

r) „deklaruojamas kiekis“ – elemento arba jo oksido kiekis, kuris pagal Bendrijos teisės aktus pateikiamas EB trąšų etiketėje arba atitinkamame pridedame dokumente;

s) „leistinas nuokrypis“ – leidžiamas matuojamo maistinės medžiagos kiekio nuokrypis nuo deklaruojamos vertės;

t) „Europos standartas“ – CEN (Europos standartizacijos komiteto) standartai, kurie buvo oficialiai pripažinti Bendrijoje ir kurių nuoroda buvo paskelbta *Europos Bendrijų oficialiajame leidinyje*;

u) „pakuotė“ – sandari talpykla, kurios talpa ne didesnė kaip 1 000 kg, skirta trąšoms laikyti, apsaugoti, krauti ir prekiauti;

v) „piltinės“ – nesupakuotos trąšos, kaip nurodyta šiame reglamente;

w) „pateikimas į rinką“ – trąšų tiekimas už mokestį arba nemokamai, arba laikymas tiekimo tikslu. Manoma, kad trąšų importas į Europos bendrijos muitinės teritoriją, yra pateikimas į rinką;

x) „gamintojas“ – fizinis arba juridinis asmuo, atsakingas už trąšų pateikimą į rinką, visų pirma, tiekėjas, importuotojas, pakuotojas, dirbantis savo vardu, arba kiekvienas asmuo, keičiantis trąšų charakteristikas, laikomas gamintoju. Tačiau platintojas, kuris nekeičia trąšos charakteristikų, nelaikomas gamintoju.

II SKYRIUS

Pateikimas į rinką

3 straipsnis

EB trąšos

Trąšos, priklausančios trąšų, išvardytų I priede, tipui ir atitinkančios šiame reglamente nurodytas sąlygas, gali būti vadinamos kaip „EB trąšos“.

Pavadinimas „EB trąšos“ neturi būti naudojamos trąšoms, kurios neatitinka šio reglamento.

▼B

4 straipsnis

Įsisteigimas Bendrijoje

Gamintojas turi būti įsisteigęs Bendrijoje ir turi būti atsakingas už „EB trąšų“ atitiktį šio reglamento nuostatoms.

5 straipsnis

Laisvasis judėjimas

1. Nepažeisdamos 15 straipsnio ir kitų Bendrijos teisės aktų, valstybės narės, atsižvelgdamos į sudėtį, identifikavimą, ženklinimą arba pakavimą ir į kitas šio reglamento nuostatas, neturi drausti, riboti arba trukdyti pateikti į rinką trąšas, pažymėtas „EB trąšos“, kurios atitinka šio reglamento nuostatas.

2. Trąšos, pažymėtos „EB trąšos“ pagal šį reglamentą, gali laisvai judėti Bendrijoje.

6 straipsnis

Privalomosios formuluotės

1. Siekdamos vykdyti 9 straipsnio reikalavimus, valstybės narės gali nustatyti, kad žymimas azoto, fosforo ir kalio trąšų, pateiktų į jų rinką, kiekis būtų išreiškiamas taip:

a) azoto tik kaip elemento (N) ir

b) fosforo ir kalio tik kaip elementų (P, K); arba

c) fosforo ir kalio tik kaip oksidų (P_2O_5, K_2O); arba

d) fosforo ir kalio kaip elemento ir kartu kaip oksidų.

Jei pasirenkama galimybė nustatyti, kad fosforo ir kalio kiekis būtų išreikštas kaip elementų kiekis, visos priedų nuorodos į oksidais išreikštus kiekius turi būti suprantamos kaip nuorodos į elementu išreikštą kiekį, o skaitmeninės vertės turi būti perskaičiuotos naudojant šiuos faktorius:

a) fosforas (P) = fosforo pentoksidas (P_2O_5) × 0,436;

b) kalis (K) = kalio oksidas (K_2O) × 0,830.

2. Valstybės narės gali nustatyti, kad kalcio, magnio, natrio ir sieros kiekis antrinėse trąšose ir, jei įvykdomos 17 straipsnio sąlygos, pagrindinėse trąšose, kuriomis prekiaujama jų teritorijoje, būtų išreiškiamas:

a) kaip oksido (CaO, MgO, Na_2O, SO_3) kiekis;

b) kaip cheminio elemento (Ca, Mg, Na, S) kiekis; arba

c) abiem būdais.

Kalcio oksido, magnio oksido, natrio oksido ir sieros trioksido kiekiui perskaičiuoti į kalcio, magnio, natrio ir sieros kiekį taikomos šios formulės:

a) kalcis (Ca) = kalcio oksidas (CaO) × 0,715;

b) magnis (Mg) = magnio oksidas (MgO) × 0,603;

c) natris (Na) = natrio oksidas (Na_2O) × 0,742;

d) siera (S) = sieros trioksidas (SO_3) × 0,400.

Oksido arba elemento deklaruojamą apskaičiuotą kiekį atitinkantis skaičius apvalinamas artimiausios dešimtainės trupmenos tikslumu.

3. Valstybės narės netrukdo pateikti į rinką „EB trąšas“, paženklintas abiem būdais, nurodytais straipsnio 1 ir 2 dalyse.

▼B

4. Vieno arba kelių mikroelementų: boro, kobalto, vario, geležies, mangano, molibdeno arba cinko kiekis EB trąšose, kurios atitinka I priedo A, B, C ir D skyriuose išvardytus tipus, yra deklaruojamas, kai įvykdomos šios sąlygos:

a) dedamų mikroelementų kiekis yra ne mažesnis už nurodytą I priedo E.2.2 ir E.2.3 skirsniuose;

b) EB trąšos ir toliau atitinka I priedo A, B, C ir D skyrių reikalavimus.

5. Jei mikroelementai yra įprasti žaliavų, iš kurių yra gaunamos pagrindines (N, P, K) ir antrinės (Ca, Mg, Na, S) maistinės medžiagos, ingredientai, jie gali būti deklaruojami, jei šių mikroelementų kiekis yra ne mažesnis už nurodytą I priedo E.2.2 ir E.2.3 skirsniuose.

6. Mikroelementų kiekis trąšose deklaruojamas taip:

a) trąšoms, kurios atitinka I priedo E.1 skirsnyje išvardytus tipus, pagal reikalavimus, nustatytus to skyriaus 6 skiltyje;

b) a punkte nurodytų trąšų mišiniams, turintiems bent du skirtingus mikroelementus ir atitinkantiems I priedo E.2.1 skirsnio reikalavimus, ir trąšoms, kurios atitinka I priedo A, B, C ir D skyriuose išvardytus tipus, nurodant:

   i) suminį kiekį, išreikštą trąšų masės procentine dalimi;

   ii) vandenyje tirpios trąšų dalies kiekį, išreikštą trąšų masės procentine dalimi, jei tirpioji dalis sudaro bent pusę suminio kiekio.

Jei mikroelementas yra visiškai tirpus vandenyje, deklaruojamas tik vandenyje tirpios medžiagos kiekis.

Jei mikroelementas yra chemiškai sujungtas su organine molekule, trąšose esančio mikroelemento kiekis, kaip produkto masės procentinė dalis, deklaruojamas iš karto po vandenyje tirpaus kiekio, toliau rašomas vienas iš terminų: „chelatas su“ arba „kompleksas su“, nurodant organinės molekulės pavadinimą, kaip nustatyta I priedo E.3 skyriuje. Organinės molekulės pavadinimas gali būti pakeistas jos pavadinimo pirmosiomis raidėmis.

7 straipsnis

Identifikavimas

1. Gamintojas ženklina EB trąšas, kaip nurodyta 9 straipsnyje.

2. Jei trąšos yra pakuotėje, šis identifikavimo ženklinimas turi būti ant pakuotės arba ant priklijuotų etikečių. Jei tiekiamos piltinės trąšos, šis ženklinimas turi būti pridedamuose dokumentuose.

8 straipsnis

Sietis

Nepažeisdamas 26 straipsnio 3 dalies, gamintojas turi užtikrinti EB trąšų sietį, saugodamas bylas apie trąšų kilmę. Norinčioms tikrinti valstybėms narėms šios bylos yra prieinamos visą trąšos pateikimo į rinką laiką ir dar dvejus metus po to, kai gamintojas nustoja trąšas tiekti.

9 straipsnis

Žymenys

1. Nepažeidžiant kitų Bendrijos taisyklių, ant pakuočių, etikečių ir pridedamuosiuose dokumentuose, nurodytuose 7 straipsnyje, yra tokie žymenys.

a) Privalomasis identifikavimas:

— žodžiai „EB TRĄŠOS“ didžiosiomis raidėmis,

▼B

— trąšų tipo, jei toks yra, pavadinimas, kaip nurodyta I priede,

— mišriosioms trąšoms po tipo pavadinimo nurodoma „mišinys“,

— papildomi žymenys, apibrėžti 19, 21 arba 23 straipsnyje,

— maistinės medžiagos žymimos žodžiais ir atitinkamais cheminiais simboliais, pvz., azotas (N), fosforas (P), fosforo pentoksidas (P_2O_5), kalis (K), kalio oksidas (K_2O), kalcis (Ca), kalcio oksidas (CaO), magnis (Mg), magnio oksidas (MgO), natris (Na), natrio oksidas (Na_2O), siera (S), sieros trioksidas (SO_3), boras (B), varis (Cu), kobaltas (Co), geležis (Fe), manganas (Mn), molibdenas (Mo), cinkas (Zn),

— jei trąšose yra mikroelementų, kurių visas kiekis arba dalis yra sujungta su organine molekule, po mikroelemento pavadinimo nurodoma viena iš šių apibrėžiamųjų sąvokų:

  i) „chelatas su …“ (kompleksono pavadinimas, kaip nustatyta I priedo E.3.1 skyriuje);

  ii) „kompleksas su …“ (ligando pavadinimas, kaip nustatyta I priedo E.3.2 skyriuje);

— trąšose esantys mikroelementai, išvardyti chaminių simbolių abėcėlės tvarka: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn,

— produktams, išvardytiems I priedo E.1 ir E.2 skirsniuose, nurodomos konkrečios naudojimo instrukcijos,

— skystųjų trąšų kiekis, išreikštas masės vienetais. Galima nurodyti skystųjų trąšų kiekį, išreikštą tūrio vienetais arba mase tūrio vienetui (kilogramais hektolitrui arba gramais litrui),

— grynoji arba suminė masė ir, neprivalomai, skystųjų trąšų tūris. Jei nurodoma suminė masė, šalia nurodoma taros masė,

— gamintojo arba firmos pavadinimas ir adresas.

b) Neprivalomasis identifikavimas:

— kaip išvardyta I priede,

— instrukcijos dėl laikymo ir tvarkymo, o trąšoms, neįtrauktoms į I priedo E.1 ir E.2 skirsnius, specifiniai trąšų naudojimo nurodymai,

— duomenys apie dozių dydį ir naudojimo sąlygas, atitinkančias dirvožemio ir pasėlių sąlygas, kuriomis trąšos yra naudojamos,

— gamintojo ženklas ir produkto prekių ženklas.

Nurodymai, pateikti b punkte, turi neprieštarauti a punkto nurodymams ir turi būti aiškiai nuo jų atskirti.

2. Visi žymenys, nurodyti straipsnio 1 dalyje, turi būti aiškiai atskirti nuo visos kitos informacijos ant pakuočių, etikečių ir pridedamuose dokumentuose.

3. Skystosios trąšos gali būti pateikiamos į rinką tik jei gamintojas pateikia atitinkamas papildomas instrukcijas, visų pirma, apie laikymo temperatūrą ir būdus išvengti nelaimingų atsitikimų laikant.

4. Šio straipsnio taikymo išsamios taisyklės patvirtinamos 32 straipsnio 2 dalyje nustatyta tvarka.

10 straipsnis

Etiketės

1. Ant pakuotės spausdinamos etiketės arba žymenys, kuriuose nurodoma 9 straipsnyje minėta informacija, turi būti daromi gerai matomoje vietoje. Etiketės turi būti tvirtinamos prie pakuotės arba prie jai uždaryti

▼B

naudojamos sistemos. Jei šią sistemą sudaro plomba, ant jos turi būti pakuotojo pavadinimas arba ženklas.

2. Straipsnio 1 dalyje minėti žymenys turi būti ir likti neištrinami ir aiškiai įskaitomi.

3. Jei pateikiamos piltinės trąšos, nurodytos 7 straipsnio 2 dalies antrajame sakinyje, prie prekių turi būti pridedama dokumentų su identifikavimo žymenimis kopija, kurią būtų galima gauti darant tikrinimą.

11 straipsnis

Kalbos

Etiketė, žymenys ant pakuotės ir pridedami dokumentai turi būti pateikti bent valstybės narės, kurioje EB trąšos yra parduodamos, nacionaline kalba arba kalbomis.

12 straipsnis

Pakavimas

Pakuotų EB trąšų pakuotė turi būti uždaryta taip arba tokiu įtaisu, kad ją atidarius uždarymas, uždarymo plomba arba pati pakuotė būtų nepataisomai pažeista. Galima naudoti maišus su vožtuvais.

13 straipsnis

Leistinas nuokrypis

1. EB trąšų maistinių medžiagų kiekis turi atitikti II priede nustatytas leistino nuokrypio vertes, kurios skirtos atsižvelgti į gamybos, ėminių ėmimo ir analizės nukrypimus.

2. Gamintojas neturi sistemingai turėti naudos iš II priede nurodytų leistino nuokrypio verčių.

3. I priede apibrėžtiems mažiausiems ir didžiausiems kiekiams leistino nuokrypio nėra.

14 straipsnis

Reikalavimai trąšoms

Trąšų tipas gali būti įtrauktas į I priedą, jei:

a) efektyviu būdu leidžia įsisavinti maistines medžiagas;

b) pateikiami atitinkami ėminių ėmimo, analizės ir prireikus bandymo metodai;

c) esant normalioms naudojimo sąlygoms nedaro neigiamo poveikio žmonių, gyvūnų arba augalų sveikatai arba aplinkai.

15 straipsnis

Apsaugos išlyga

1. Jei valstybė narė pagrįstai mano, kad konkrečios EB trąšos, nors ir atitinka šio reglamento reikalavimus, kelia pavojų žmonių, gyvūnų arba augalų saugai arba sveikatai arba riziką aplinkai, ji gali laikinai uždrausti pateikti į rinką tokias trąšas savo teritorijoje arba taikyti joms specialias sąlygas. Ji nedelsdama informuoja apie tai kitas valstybes nares bei Komisiją, kartu pateikdama tokio sprendimo priežastis.

2. Komisija per 90 dienų nuo informacijos gavimo priima sprendimą tuo klausimu 32 straipsnio 2 dalyje nustatyta tvarka.

▼B

3. Šio reglamento nuostatos netrukdo Komisijai arba valstybei narei imtis visuomenės sauga pagrįstų priemonių uždrausti, apriboti arba trukdyti pateikti į rinką EB trąšas.

II ANTRAŠTINĖ DALIS

NUOSTATOS DĖL KONKREČIŲ TRĄŠŲ TIPŲ

1 SKYRIUS

Neorganinės pagrindinių maistinių medžiagų trąšos

16 straipsnis

Taikymo sritis

Šis skyrius taikomas tik neorganinėms pagrindinių maistinių medžiagų trąšoms, kietosioms arba skystosioms, paprastosioms arba sudėtinėms, įskaitant trąšas, turinčias antrinių maistinių medžiagų ir (arba) mikroelementų, esant mažiausiam maistinių medžiagų kiekiui, nustatytam I priedo A, B, C, E.2.2 arba E.2.3 skirsniuose.

17 straipsnis

Antrinių maistinių medžiagų, esančių pagrindinių maistinių medžiagų trąšose, deklaravimas

Kalcio, magnio, natrio ir sieros kiekis gali būti deklaruojamas kaip antrinių medžiagų kiekis EB trąšose, priklausančiose I priedo A, B ir C skyriuose išvardytų trąšų tipui, jei yra bent šis mažiausias nurodytų elementų kiekis:

a) 2 % kalcio oksido (CaO), t. y. 1,4 % Ca;

b) 2 % magnio oksido (MgO), t. y. 1,2 % Mg;

c) 3 % natrio oksido (Na_2O), t. y. 2,2 % Na;

d) 5 % sieros trioksido (SO_3), t. y. 2 % S.

Tokiu atveju tipo pavadinimas papildomas ženklinimu, apibrėžtu 19 straipsnio 2 dalies ii punkte.

18 straipsnis

Kalcis, magnis, natris ir siera

1. Deklaruojamas magnio, natrio ir sieros kiekis trąšose, išvardytose I priedo A, B ir C skyriuose, išreiškiamas vienu iš šių būdų:

a) suminis kiekis, išreikštas kaip trąšų masės procentinė dalis;

b) suminis kiekis ir vandenyje tirpių trąšų kiekis, išreikštas kaip trąšų masės procentinė dalis, jei tirpiųjų trąšų dalis sudaro bent ketvirtadalį suminio kiekio;

c) jei elemento junginys yra visiškai tirpus vandenyje, deklaruojamas tik vandenyje tirpių trąšų kiekis, išreikštas kaip masės procentinė dalis.

2. Jei I priede nenurodyta kitaip, kalcio kiekis deklaruojamas tik jei junginys yra tirpus vandenyje, ir išreiškiamas kaip trąšų masės procentinė dalis.

▼B

19 straipsnis

Identifikavimas

1. Be privalomųjų identifikavimo žymenų, nurodytų 9 straipsnio 1 dalies a punkte, pateikiami šio straipsnio 2, 3, 4, 5 ir 6 dalyse nurodyti žymenys.

2. Po sudėtinių trąšų tipo pavadinimo nurodoma:

i) po pagrindinių maistinių medžiagų simbolių, deklaruojamų antrinių maistinių medžiagų simboliai skliaustuose;

ii) skaičiai, žymintys pagrindinių maistinių medžiagų kiekį. Deklaruojamų antrinių maistinių medžiagų kiekis nurodomas skliaustuose po pagrindinių maistinių medžiagų kiekio.

3. Po trąšų tipo pavadinimo nurodomi tik skaičiai, žymintys pagrindinių ir antrinių maistinių medžiagų kiekį.

4. Jei deklaruojami mikroelementai, rašomi žodžiai „turi mikroelementų“ arba žodis „turi“, toliau nurodomi esamų mikroelementų pavadinimai ir cheminiai simboliai.

5. Deklaruojamas pagrindinių ir antrinių maistinių medžiagų kiekis nurodomas kaip masės procentinė dalis, sveiku skaičiumi arba, jei būtina, vienu ženklu po kablelio, jei yra atitinkamas analizės metodas.

Jei trąšos turi daugiau kaip vieną deklaruojamą maistinę medžiagą, pagrindinių maistinių medžiagų tvarka: N, P_2O_5 ir (arba) P, K_2O ir (arba) K, antrinių maistinių medžiagų: CaO ir (arba) Ca, MgO ir (arba) Mg, Na_2O ir (arba) Na, SO_3 ir (arba) S.

Deklaruojant mikroelementų kiekį, nurodomas kiekvieno mikroelemento pavadinimas ir simbolis, masės procentinė dalis, kaip apibrėžta I priedo E.2.2 ir E.2.3 skirsniuose, ir tirpumas.

6. Maistinių medžiagų pavidalas ir tirpumas išreiškiamas kaip trąšų masės procentinė dalis, išskyrus kai I priede aiškiai numatytas kitas išraiškos būdas.

Kiekis išreiškiamas vienu ženklu po kablelio tikslumu, išskyrus mikroelementus, kuriems jis išreiškiamas, kaip apibrėžta I priedo E.2.2 ir E.2.3 skirsniuose.

II SKYRIUS

Neorganinės antrinių maistinių medžiagų trąšos

20 straipsnis

Taikymo sritis

Šis skyrius taikomas neorganinėms antrinių maistinių medžiagų trąšoms, kietosioms arba skystosioms, įskaitant trąšas, kuriose būtų mikroelementų, turinčioms mažiausią maistinių medžiagų kiekį, nustatytą I priedo D, E.2.2 ir E.2.3 skirsniuose.

21 straipsnis

Identifikavimas

1. Be privalomųjų identifikavimo žymenų, nurodytų 9 straipsnio 1 dalies a punkte, pateikiami šio straipsnio 2, 3, 4 ir 5 dalyse nurodyti žymenys.

2. Jei deklaruojami mikroelementai, rašomi žodžiai „turi mikroelementų“ arba žodis „turi“, toliau nurodomi esamų mikroelementų pavadinimai ir cheminiai simboliai.

▼B

3. Deklaruojamas antrinių maistinių medžiagų kiekis nurodomas kaip masės procentinė dalis, sveiku skaičiumi arba, jei būtina, vienu ženklu po kablelio, jei yra atitinkamas analizės metodas.

Jei yra daugiau kaip viena antrinė maistinė medžiaga, tvarka turi būti tokia:

CaO ir (arba) Ca, MgO ir (arba) Mg, Na_2O ir (arba) Na, SO_3 ir (arba) S.

Deklaruojant mikroelementų kiekį, nurodomas kiekvieno mikroelemento pavadinimas ir simbolis, masės procentinė dalis, kaip apibrėžta I priedo E.2.2 ir E.2.3 skirsniuose, ir tirpumas.

4. Maistinių medžiagų pavidalas ir tirpumas išreiškiamas kaip trąšų masės procentinė dalis, išskyrus kai I priede aiškiai numatytas kitas išraiškos būdas.

Kiekis išreiškiamas vienu ženklu po kablelio tikslumu, išskyrus mikroelementus, kuriems jis išreiškiamas, kaip apibrėžta I priedo E.2.2 ir E.2.3 skirsniuose.

5. Jei I priede nenurodyta kitaip, kalcio kiekis deklaruojamas tik jei junginys yra tirpus vandenyje ir išreiškiamas kaip trąšų masės procentinė dalis.

III SKYRIUS

Neorganinės mikroelementų trąšos

22 straipsnis

Taikymo sritis

Šis skyrius taikomas neorganinėms mikroelementų trąšoms, kietosioms arba skystosioms, turinčioms mažiausią maistinės medžiagos kiekį, nustatytą I priedo E.1 ir E.2.1 skirsniuose.

23 straipsnis

Identifikavimas

1. Be privalomųjų identifikavimo žymenų, nurodytų 9 straipsnio 1 dalies a punkte, pateikiami šio straipsnio 2, 3, 4 ir 5 dalyse nurodyti žymenys.

2. Jei trąšos turi daugiau kaip vieną mikroelementą, turi būti nurodytas tipo pavadinimas „mikroelementų mišinys“, po kurio būtų įrašyti esamų mikroelementų pavadinimai ir jų cheminiai simboliai.

3. Jei trąšos turi tik vieną mikroelementą (I priedo E.1 skirsnis), deklaruojamas mikroelemento kiekis nurodomas kaip masės procentinė dalis, sveiku skaičiumi arba vienu ženklu po kablelio, jei būtina.

4. Mikroelementų pavidalas ir tirpumas išreiškiamas kaip trąšų masės procentinė dalis, išskyrus kai I priede aiškiai numatytas kitas išraiškos būdas.

Mikroelementų kiekis išreiškiamas naudojant ženklų po kablelio skaičių, nurodytą I priedo E.2.1 skirsnyje.

5. Ant produktų, įtrauktų į I priedo E.1 ir E.2.1 skirsnius, etiketės ir pridedamuose dokumentuose žemiau privalomųjų arba neprivalomųjų žymenų įrašoma:

„Naudoti esant tik pripažintam būtinumui. Neviršyti atitinkamų koncentracijos verčių.“

▼B

24 straipsnis

Pakavimas

EB trąšos, kurioms taikomos šio skyriaus nuostatos, turi būti supakuotos.

IV SKYRIUS

Didelį azoto kiekį turinčios amonio nitrato trąšos

25 straipsnis

Taikymo sritis

Šiame skyriuje nagrinėjamos didelį kiekį turinčios amonio nitrato trąšos, paprastosios arba sudėtinės, yra iš amonio nitrato pagaminti produktai, skirti naudoti kaip trąšos, kurių ne mažiau kaip 28 % masės sudaro amonio nitrato azotas.

Šio tipo trąšos gali turėti neorganinių arba inertinių medžiagų.

Medžiagos, naudojamos gaminti šio tipo trąšas, turi nedidinti trąšų jautrio karščiui arba jų polinkio detonuoti.

26 straipsnis

Saugos priemonės ir tikrinimai

1. Gamintojas užtikrina, kad didelį azoto kiekį turinčios paprastosios amonio nitrato trąšos atitiktų III priedo 1 skyriaus nuostatas.

2. Didelį azoto kiekį turinčių paprastųjų amonio nitrato trąšų tikrinimas, analizė ir bandymai, skirti trąšoms oficialiai kontroliuoti, daromi taikant metodus, aprašytus III priedo 3 skyriuje.

3. Siekiant užtikrinti į rinką pateiktų amonio nitrato EB trąšų, turinčių didelį azoto kiekį, sietį, gamintojas saugoja vietų, kuriose trąšos ir jų pagrindiniai komponentai buvo pagaminti, pavadinimų ir adresų bylas, be to, operatorių pavadinimų ir adresų bylas. Norinčioms tikrinti valstybėms narėms šios bylos yra prieinamos visą trąšos pateikimo į rinką laiką ir dar dvejus metus po to, kai gamintojas nustoja trąšas tiekti.

27 straipsnis

Atsparumo detonacijai bandymas

Nepažeisdamas 26 straipsnyje nurodytų priemonių, gamintojas užtikrina, kad būtų daromas į rinką pateikiamų visų tipų amonio nitrato EB trąšų, turinčių didelį azoto kiekį, atsparumo detonacijai bandymas, aprašytas šio reglamento III priedo 2, 3 (1 metodo 3 punkte) ir 4 skyriuose. Šį bandymą daro viena iš patvirtintų laboratorijų, minimų 30 straipsnio 1 dalyje arba 33 straipsnio 1 dalyje. Gamintojai pateikia bandymo rezultatus atitinkamos valstybės narės kompetentingai institucijai bent 5 dienas prieš tai, kaip trąšos bus pateiktos į rinką arba bent 5 dienas prieš tai, kaip importuojamos trąšos pasiekia Europos bendrijos sienas. Gamintojas ir toliau garantuoja, kad į rinką pateiktos trąšų siuntos galėtų išlaikyti pirmiau minėtą bandymą.

28 straipsnis

Pakavimas

Didelį azoto kiekį turinčios amonio nitrato trąšos pateikiamos galutiniam vartotojui tik supakuotos.

▼B

III ANTRAŠTINĖ DALIS

TRĄŠŲ ATITIKTIES ĮVERTINIMAS

29 straipsnis

Kontrolės priemonės

1. Norėdamos patikrinti, ar trąšos, paženklintos „EB trąšos“, atitinka šį reglamentą, valstybės narės gali taikyti kontrolės priemones.

Valstybės narės gali taikyti mokesčius, kurie būtų ne didesni kaip išlaidos bandymams, reikalingiems vykdyti tokias kontrolės priemones, tačiau tai neįpareigoja gamintojų kartoti bandymus arba apmokėti pakartotinius bandymus, jei pirmasis bandymas buvo daromas laboratorijoje, atitinkančioje 30 straipsnio sąlygas, ir jei bandymas parodė konkrečių trąšų atitiktį.

2. Valstybės narės užtikrina, kad oficialiajai kontrolei numatytų EB trąšų, kurios priklauso I priede išvardytų tipų trąšoms, ėminių ėmimas ir analizė daroma pagal III ir IV prieduose aprašytus metodus.

3. Šio reglamento nuostatų vykdymas dėl atitikties trąšų tipams ir dėl atitikties deklaruojamam maistinių medžiagų kiekiui ir (arba) deklaruojamam kiekiui, išreikštam nurodant tokių maistinių medžiagų pavidalą ir tirpumą, gali būti oficialiai tikrinamas tik taikant ėminių ėmimo ir analizės metodus, nustatytus III ir IV prieduose, ir atsižvelgiant į II priede pateiktas leistino nuokrypio vertes.

4. Matavimo, ėminių ėmimo ir analizės metodai taisomi ir tobulinami 32 straipsnio 2 dalyje nustatyta tvarka, ir, jei įmanoma, naudojant Europos standartus. Ta pati tvarka taikoma nustatant įgyvendinimo taisykles, kurios būtų reikalingos apibrėžiant kontrolės priemones, numatytas šiame straipsnyje ir šio reglamento 8, 26 ir 27 straipsniuose. Visų pirma, tokios taisyklės nagrinėja bandymų kartojimo dažnio klausimą, be to, priemones, kurios būtų skirtos užtikrinti, kad į rinką pateiktos trąšos yra tapačios bandytoms trąšoms.

30 straipsnis

Laboratorijos

1. Valstybės narės praneša sąrašą tų jų teritorijoje patvirtintų laboratorijų, kurios yra kompetentingos tiekti būtinas EB trąšų atitikties šio reglamento reikalavimams tikrinimo paslaugas. Tokios laboratorijos turi atitikti standartus, išvardytus V priedo B skyriuje. Tai turi būti pranešta iki 2004 m. birželio 11 d. ir kiekvieno vėlesnio pakeitimo proga.

2. Patvirtintų laboratorijų sąrašą Komisija skelbia *Europos Sąjungos oficialiajame leidinyje*.

3. Jei valstybė narė turi pagrįstų priežasčių manyti, kad patvirtinta laboratorija neatitinka straipsnio 1 dalyje nurodytų standartų, ji šį klausimą kelia 32 straipsnyje minimame komitete. Jei komitetas sutinka, kad laboratorija neatitinka standartų, Komisija pašalina laboratoriją iš straipsnio 2 dalyje minėto sąrašo.

4. Per 90 dienų nuo informacijos gavimo Komisija šiuo klausimu priima sprendimą 32 straipsnio 2 dalyje nustatyta tvarka.

5. Pataisytą sąrašą Komisija skelbia *Europos Sąjungos oficialiajame leidinyje*.

▼B

IV ANTRAŠTINĖ DALIS

GALUTINĖS NUOSTATOS

I SKYRIUS

Priedų pertvarkymas

31 straipsnis

Naujosios EB trąšos

1. Naujo tipo trąšos į šio reglamento I priedą įtraukiamos 32 straipsnio 2 dalyje nustatyta tvarka.

2. Gamintojas arba jo atstovas, kuris nori pasiūlyti įtraukti naujo tipo trąšas į I priedą, turi parengti techninę bylą ir, tai darydamas, atsižvelgti į techninius dokumentus, nurodytus V priedo A skyriuje.

3. Pakeitimai priedams derinti su technikos pažanga daromi 32 straipsnio 2 dalyje nustatyta tvarka.

32 straipsnis

Komiteto darbo tvarka

1. Komisijai padeda komitetas.

2. Jei nuoroda daroma į šią straipsnio dalį, taikomi Sprendimo 1999/468/EB 5 ir 7 straipsniai, atsižvelgiant į šio sprendimo 8 straipsnio nuostatas.

Nustatomas trijų mėnesių laikotarpis, nurodytas Sprendimo 1999/468/EB 5 straipsnio 6 dalyje.

3. Komitetas patvirtina darbo tvarkos taisykles.

II SKYRIUS

Laikinosios nuostatos

33 straipsnis

Kompetentingos laboratorijos

1. Nepažeisdamos 30 straipsnio 1 dalies nuostatų, pereinamuoju laikotarpiu iki 2007 m. gruodžio 11 d. valstybės narės gali toliau taikyti nacionalines nuostatas, leidžiančias nacionalinėms laboratorijoms tiekti būtinas EB trąšų atitikties šio reglamento reikalavimams tikrinimo paslaugas.

2. Valstybės narės pateikia Komisijai šių laboratorijų sąrašą, nurodydamos leidimų išdavimo schemos detales. Tai turi būti pranešta iki 2004 m. birželio 11 d. ir kiekvieno vėlesnio pakeitimo proga.

34 straipsnis

Pakavimas ir ženklinimas

Nepaisant 35 straipsnio 1 dalies, EB trąšų žymenys, pakuotės, etiketės ir pridedami dokumentai, numatyti ankstesnėse direktyvose, gali būti toliau naudojami iki 2005 m. birželio 11 d.

▼B

III SKYRIUS

Galutinės nuostatos

35 straipsnis

Panaikintos direktyvos

1. Direktyvos 76/116/EEB, 77/535/EEB, 80/876/EEB ir 87/94/EEB šiuo dokumentu panaikinamos.

2. Nuorodos į panaikintas direktyvas turi būti suprantamos kaip nuorodos į šį reglamentą. Konkrečiai, nuostatos, leidžiančios nukrypti nuo Direktyvos 76/116/EEB 7 straipsnio, kurias Komisija leido pagal Sutarties 95 straipsnio 6 dalį, suprantamos kaip nuostatos, leidžiančios nukrypti nuo šio reglamento 5 straipsnio, ir turi būti toliau taikomos neatsižvelgiant į šio reglamento įsigaliojimą. Laukdamos sankcijų priėmimo pagal 36 straipsnį, valstybės narės gali toliau taikyti sankcijas, pažeidus nacionalines taisykles į straipsnio 1 dalyje minimoms direktyvoms įgyvendinti.

36 straipsnis

Sankcijos

Valstybės narės nustato taisykles dėl sankcijų, taikomų pažeidus šio reglamento nuostatas ir imasi visų būtinų priemonių joms įgyvendinti. Numatytos sankcijos turi būti efektyvios, proporcingos ir atgrasančios.

37 straipsnis

Nacionalinės nuostatos

Iki 2005 m. birželio 11 d. valstybės narės praneša Komisijai apie visas nacionalines nuostatas, patvirtintas pagal šio reglamento 6 straipsnio 1 dalį, 6 straipsnio 2 dalį, 29 straipsnio 1 dalį ir 36 straipsnį, ir nedelsdamos praneša apie visus vėlesnius jas liečiančius pakeitimus.

38 straipsnis

Įsigaliojimas

Šis reglamentas įsigalioja dvidešimtą dieną po jo paskelbimo *Europos Sąjungos oficialiajame leidinyje*, išskyrus 8 straipsnį ir 26 straipsnio 3 dalį, kuri įsigalioja 2005 m. birželio 11 d.

Šis reglamentas yra privalomas visas ir tiesiogiai taikomas visose valstybėse narėse.

▼B

TURINYS

I PRIEDAS – *EB trąšų tipų sąrašas*

A. Neorganinės paprastosios pagrindinių maistinių medžiagų trąšos

A.1. Azoto trąšos

A.2. Fosforo trąšos

A.3. Kalio trąšos

B. Neorganinės sudėtinės pagrindinių maistinių medžiagų trąšos

B.1. NPK trąšos

B.2. NP trąšos

B.3. NK trąšos

B.4. PK trąšos

C. Neorganinės skystosios trąšos

C.1. Paprastosios skystosios trąšos

C.2. Sudėtinės skystosios trąšos

D. Neorganinės antrinių maistinių medžiagų trąšos

E. Neorganinės mikroelementų trąšos

E.1. Trąšos, turinčios tik vieną mikroelementą

E.1.1. Boras

E.1.2. Kobaltas

E.1.3. Varis

E.1.4. Geležis

E.1.5. Manganas

E.1.6. Molibdenas

E.1.7. Cinkas

E.2. Mažiausias mikroelementų kiekis, išreikštas trąšų masės procentine dalimi

E.3. Patvirtintų mikroelementų organinių kompleksonų ir ligandų sąrašas

II PRIEDAS – *Leistino nuokrypio vertės*

1. Neorganinių paprastųjų trąšų pagrindinių maistinių medžiagų, išreikštų kaip N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl, masės procentinės dalies absoliučioji vertė

2. Neorganinės sudėtinės pagrindinių maistinių medžiagų trąšos

3. Antrinės maistinės medžiagos trąšose

4. Mikroelementai trąšose

III PRIEDAS – *Techninės nuostatos dėl didelį amonio nitrato kiekį turinčių azoto trąšų*

1. Didelį azoto kiekį turinčių paprastųjų amonio nitrato trąšų charakteristikos ir ribinės vertės

2. Didelį azoto kiekį turinčių amonio nitrato trąšų atsparumo detonacijai bandymo aprašymas

3. Metodai, taikomi tikrinant atitiktį III priedo 1 ir 2 skyriuose nurodytoms ribinėms vertėms

4. Atsparumo detonacijai nustatymas

▼B

IV PRIEDAS – *Ėminių ėmimo ir analizės metodai*

A. Ėminių ėmimo metodas trąšoms kontroliuoti

1. Tikslas ir taikymo sritis

2. Ėminiams imti paskirti darbuotojai

3. Apibrėžimai

4. Aparatūra

5. Kiekybiniai reikalavimai

6. Ėminių ėmimo, ruošimo ir pakavimo instrukcijos

7. Galutinių ėminių pakavimas

8. Ėminio ėmimo protokolas

9. Ėminių siuntimas

B. Trąšų analizės metodai

Bendrosios pastabos

Bendrosios trąšų analizės metodų nuostatos

1 metodas	– Ėminio ruošimas analizei
2 serijos metodai	– Azotas
2.1 metodas	– Amoniakinio azoto nustatymas
2.2 serijos metodai	– Nitratinio ir amoniakinio azoto nustatymas
2.2.1 metodas	– Nitratinio ir amoniakinio azoto nustatymas Ulsch'o metodu
2.2.2 metodas	– Nitratinio ir amoniakinio azoto nustatymas Arnd'o metodu
2.2.3 metodas	– Nitratinio ir amoniakinio azoto nustatymas Devarda metodu
2.3 serijos metodai	– Suminio azoto nustatymas
2.3.1 metodas	– Suminio azoto kiekio nitratų neturinčiame kalcio cianamide nustatymas
2.3.2 metodas	– Suminio azoto kiekio nitratų turinčiame kalcio cianamide nustatymas
2.3.3 metodas	– Suminio azoto kiekio karbamide nustatymas
2.4 metodas	– Cianamidinio azoto nustatymas
2.5 metodas	– Biureto nustatymas karbamide spektrofotometriniu metodu
2.6 serijos metodai	– Įvairių pavidalų azoto nustatymas tame pačiame ėminyje
2.6.1 metodas	– Įvairių azoto pavidalų nustatymas tame pačiame trąšų, turinčių nitratinio, amoniakinio, karbamidinio ir cianamidinio azoto, ėminyje
2.6.2 metodas	– Įvairių azoto pavidalų nustatymas trąšose, turinčiose tik nitratinio, amoniakinio ir karbamidinio azoto
3 serijos metodai	– Fosforas
3.1 serijos metodai	– Ekstrahavimas
3.1.1 metodas	– Neorganinėse rūgštyse tirpaus fosforo ekstrahavimas
3.1.2 metodas	– Fosforo, tirpaus 2 % (20 g/l) skruzdžių rūgštyje, ekstrahavimas
3.1.3 metodas	– Fosforo, tirpaus 2 % (20 g/l) citrinų rūgštyje, ekstrahavimas
3.1.4 metodas	– Fosforo, tirpaus neutraliajame amonio citrate, ekstrahavimas

▼B

3.1.5 serijos metodai	– Ekstrahavimas šarminiu amonio citratu
3.1.5.1 metodas	– Tirpiojo fosforo ekstrahavimas Petermann'o metodu esant 65 °C
3.1.5.2 metodas	– Tirpiojo fosforo ekstrahavimas Petermann'o metodu esant kambario temperatūrai
3.1.5.3 metodas	– Fosforo, tirpaus Joulie šarminiame amonio citrato tirpale, ekstrahavimas
3.1.6 metodas	– Vandenyje tirpaus fosforo ekstrahavimas
3.2 metodas	– Ekstrahuoto fosforo nustatymas (gravimetrinis metodas, naudojant chinolino fosfomolibdatą)
4 metodas	– Kalis
4.1 metodas	– Vandenyje tirpaus kalio kiekio nustatymas
5 metodas	–
6 metodas	– Chloras
6.1 metodas	– Chloridų nustatymas nesant organinių medžiagų
7 serijos metodai	– Malimo smulkumas
7.1 metodas	– Malimo smulkumo nustatymas (sausasis būdas)
7.2 metodas	– Minkštųjų gamtinių fosfatų malimo smulkumo nustatymas
8 serijos metodai	– Antrinės maistinės medžiagos
8.1 metodas	– Viso kalcio, magnio, natrio ir sieros ekstrahavimas sulfatų pavidalu
8.2 metodas	– Visos sieros, esančios įvairiu pavidalu, ekstrahavimas
8.3 metodas	– Tirpiojo kalcio, magnio, natrio ir sieros ekstrahavimas (sulfatų pavidalu)
8.4 metodas	– Įvairių vandenyje tirpių sieros junginių ekstrahavimas
8.5 metodas	– Elementinės sieros ekstrahavimas ir jos grynumo nustatymas
8.6 metodas	– Manganometrinis ekstrahuoto kalcio nustatymas, nusodinus jį oksalato pavidalu
8.7 metodas	– Magnio nustatymas atominės absorbcinės analizės metodu
8.8 metodas	– Magnio nustatymas kompleksonometriniu metodu
8.9 metodas	– Sulfatų nustatymas
8.10 metodas	– Ekstrahuoto natrio nustatymas
9 serijos metodai	– Mikroelementai, kurių koncentracija mažesnė arba lygi 10 %
9.1 metodas	– Visų mikroelementų ekstrahavimas
9.2 metodas	– Tirpių vandenyje mikroelementų ekstrahavimas
9.3 metodas	– Organinių junginių šalinimas iš trąšų ekstraktų
9.4 metodas	– Mikroelementų nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu (bendroji metodika)
9.5 metodas	– Boro nustatymas trąšų ekstraktuose spektrofotometriniu metodu, naudojant azometiną H
9.6 metodas	– Kobalto nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu
9.7 metodas	– Vario nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu
9.8 metodas	– Geležies nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu

▼B

9.9 metodas	– Mangano nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu
9.10 metodas	– Molibdeno nustatymas trąšų ekstraktuose spektrofotometriniu metodu naudojant amonio tiocianatą
9.11 metodas	– Cinko nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu
10 serijos metodai	– Mikroelementai, kurių koncentracija yra didesnė kaip 10 %
10.1 metodas	– Visų mikroelementų ekstrahavimas
10.2 metodas	– Tirpių vandenyje mikroelementų ekstrahavimas
10.3 metodas	– Organinių junginių šalinimas iš trąšų ekstraktų
10.4 metodas	– Mikroelementų nustatymas trąšų ekstraktuose taikant atominės absorbcinės analizės metodą (bendroji metodika)
10.5 metodas	– Boro nustatymas trąšų ekstraktuose acidimetriniu titravimu
10.6 metodas	– Kobalto nustatymas trąšose gravimetriniu metodu nusodinant 1-nitrozo-2-naftoliu
10.7 metodas	– Vario nustatymas trąšų ekstraktuose titrimetriniu būdu
10.8 metodas	– Geležies nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu
10.9 metodas	– Titrimetrinis mangano nustatymas trąšų ekstraktuose
10.10 metodas	– Molibdeno nustatymas trąšų ekstraktuose gravimetriniu metodu naudojant 8-hidroksichinoliną
10.11 metodas	– Cinko nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu

V PRIEDAS

A. Dokumentų, į kuriuos turi atsižvelgti gamintojai arba jų atstovai, norėdami parengti į šio reglamento I priedą įtraukiamų naujo tipo trąšų techninę bylą, sąrašas

B. Laboratorijų, galinčių teikti būtinas paslaugas nustatant EB trąšų atitiktį šiam reglamentui ir jo priedams, akreditavimo standartai

▼B

I PRIEDAS

EB TRĄŠŲ TIPŲ SĄRAŠAS

A. **Neorganinės paprastosios pagrindinių maistinių medžiagų trąšos**

A.1. *Azoto trąšos*

Nr.	Tipo pavadinimas	Duomenys apie gamybos metodą ir pagrindinius ingredientus	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) Maistinių medžiagų kiekio išraiškos duomenys Kiti reikalavimai	Kiti tipo žymėjimo duomenys	Deklaruojamas maistinių medžiagų kiekis Maistinių medžiagų pavidalas ir tirpumas Kiti kriterijai
1	2	3	4	5	6
1a	Kalcio nitratas (kalcio salietra)	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas – kalcio nitratas, gali būti amonio nitrato	15 % N Azotas, išreikštas kaip suminis azotas arba nitratinis ir amoniakinis azotas. Didžiausias amoniakinio azoto kiekis: 1,5 % N.		Suminis azotas Papildomos neprivalomos detalės: nitratinis azotas amoniakinis azotas
1b	Kalcio-magnio nitratas (kalcio-magnio salietra)	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindiniai ingredientai – kalcio nitratas ir magnio nitratas	13 % N Azotas išreikštas kaip nitratinis azotas. Mažiausias magnio, esančio vandenyje tirpių druskų pavidalu, kiekis išreikštas kaip magnio oksidas: 5 % MgO.		Nitratinis azotas Vandenyje tirpus magnio oksidas
1c	Magnio nitratas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas – magnio nitrato heksahidratas	10 % N Azotas, išreikštas kaip nitratinis azotas. 14 % MgO Magnis, išreikštas kaip vandenyje tirpus magnio oksidas.	Pateikiant į rinką kristalinę medžiagą, galima įrašyti pastabą „kristalinis“	Nitratinis azotas Vandenyje tirpus magnio oksidas

▼B

1	2	3	4	5	6
2a	Natrio nitratas (natrio salietra)	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas – natrio nitratas	15 % N Azotas, išreikštas kaip nitratinis azotas.		Nitratinis azotas
2b	Čilės salietra	Produktas gaunamas iš gamtinio natrio nitrato, kurio pagrindinis ingredientas yra natrio nitratas	15 % N Azotas išreikštas kaip nitratinis azotas.		Nitratinis azotas
3a	Kalcio cianamidas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas yra kalcio cianamidas, turi kalcio oksido ir gali turėti nedidelį amonio druskų ir karbamido kiekį	18 % N Azotas, išreikštas kaip suminis azotas, bent 75 % deklaruojamo azoto yra cianamido pavidalu.		Suminis azotas
3b	Nitratinis kalcio cianamidas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas yra kalcio cianamidas, turi kalcio oksido ir gali turėti nedidelį amonio druskų bei karbamido kiekį ir pridėto nitrato	18 % N Azotas, išreikštas kaip suminis azotas, bent 75 % deklaruojamo ne nitratinio azoto yra cianamido pavidalu. Nitratinio azoto kiekis: — mažiausias: 1 % N, — didžiausias: 3 % N.		Suminis azotas Nitratinis azotas
▼M5 4	Amonio sulfatas	Cheminiu būdu pagamintas produktas, kuriame pagrindinė sudedamoji dalis yra amonio sulfatas ir kurio sudėtyje gali būti ne daugiau kaip 15 % kalcio nitrato (kalcio nitrato tetrahidrato).	19,7 % N Azotas, išreikštas kaip suminis azotas. Didžiausias nitratinio azoto kiekis – 2,2 % viso azoto, jei dedama kalcio nitrato (kalcio nitrato tetrahidrato).	Jei prekiaujama amonio sulfato ir kalcio nitrato (kalcio nitrato tetrahidrato) mišiniu, pavadinime turi būti nurodyta „sudėtyje yra ne daugiau kaip 15 % kalcio nitrato (kalcio nitrato tetrahidrato)“.	Amoniakinis azotas Suminis azotas, jei dedama kalcio nitrato (kalcio nitrato tetrahidrato).

▼B

1	2	3	4	5	6
5	Amonio nitratas arba kalcio-amonio nitratas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas yra amonio nitratas ir kuris gali turėti užpildų, pvz., maltų klinčių, kalcio sulfato, malto dolomito, magnio sulfato, kizerito	20 % N Azotas išreikštas kaip nitratinis ir amoniakinis azotas, kiekvienas iš šių dviejų azoto pavidalų sudaro apytikriai pusę esančio azoto kiekio. Prireikus žr. šio reglamento III priedo 1 ir 2 skyrių.	Pavadinimas „kalcio-amonio nitratas“ naudojamas tik trąšoms, kurios be amonio nitrato turi tik kalcio karbonato (pvz., kalkakmenio) ir (arba) magnio ir kalcio karbonatų (pvz., dolomito). Mažiausias šių karbonatų kiekis turi būti 20 %, jų grynumas bent 90 %	Suminis azotas Nitratinis azotas Amoniakinis azotas
6	Amonio sulfatas-nitratas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindiniai ingredientai yra amonio nitratas ir amonio sulfatas	25 % N Azotas, išreikštas kaip amoniakinis ir nitratinis azotas. Mažiausias nitratinio azoto kiekis: 5 %.		Suminis azotas Amoniakinis azotas Nitratinis azotas
7	Magnio sulfatas-nitratas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindiniai ingredientai yra amonio nitratas, amonio sulfatas ir magnio sulfatas	19 % N Azotas, išreikštas kaip amoniakinis ir nitratinis azotas. Mažiausias nitratinio azoto kiekis: 6 % N. 5 % MgO Magnis, esantis tirpių vandenyje druskų pavidalu, išreikštas kaip magnio oksidas.		Suminis azotas Amoniakinis azotas Nitratinis azotas Vandenyje tirpus magnio oksidas
8	Magnio-amonio nitratas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindiniai ingredientai yra amonio nitratas ir magnio sudėtinės druskos (dolomitas, magnio karbonatas ir (arba) magnio sulfatas)	19 % N Azotas, išreikštas kaip amoniakinis ir nitratinis azotas. Mažiausias nitratinio azoto kiekis: 6 % N. 5 % MgO Magnis, išreikštas kaip suminis magnio oksidas.		Suminis azotas Amoniakinis azotas Nitratinis azotas Suminis magnio oksidas ir galbūt vandenyje tirpus magnio oksidas

▼B

1	2	3	4	5	6
9	Karbamidas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas yra karbonildiamidas (karbamidas)	44 % N Suminis karbamidinis azotas (įskaitant biuretą).Didžiausias biureto kiekis: 1,2 %.		Suminis azotas, išreikštas kaip karbamidas
10	Krotonilideno dikarbamidas	Produktas, gaunamas reaguojant karbamidui ir krotono aldehidui Monomerinis junginys	28 % N Azotas, išreikštas kaip suminis azotas. Mažiausiai 25 % N yra krotonilideno dikarbamido azotas. Didžiausias karbamidinio azoto kiekis: 3 %.		Suminis azotas Karbamidinis azotas, jei jis sudaro bent 1 % masės Krotonilideno dikarbamido azotas
11	Izobutilideno dikarbamidas	Produktas gaunamas sureagavus karbamidui su izobutirilaldehidu Monomerinis junginys	28 % N Azotas, išreikštas kaip suminis azotas. Mažiausiai 25 % N yra izobutilideno dikarbamido azotas. Didžiausias karbamidinio azoto kiekis: 3 %.		Suminis azotas Karbamidinis azotas, jei jis sudaro bent 1 % masės Izobutilideno dikarbamido azotas
12	Karbamido formaldehidas	Produktas, gaunamas reaguojant karbamidui ir formaldehidui, kurio pagrindinis ingredientas yra karbamido formaldehido molekulės Polimerinis junginys	36 % N Azotas, išreikštas kaip suminis azotas. Mažiausiai 3/5 deklaruojamo suminio azoto kiekio turi būti karštame vandenyje tirpių junginių pavidalu. Mažiausiai 31 % N yra karbamido formaldehido azotas. Didžiausias karbamidinio azoto kiekis: 5 %.		Suminis azotas Karbamidinis azotas, jei jis sudaro bent 1 % masės Formaldehido karbamido, tirpaus šaltame vandenyje, azotas Formaldehido karbamido, tirpaus tik karštame vandenyje, azotas

▼B

1	2	3	4	5	6
13	Azoto trąšos, turinčios krotonilideno dikarbamido	Cheminiu būdu gautas produktas, turintis krotonilideno dikarbamido ir paprastųjų azoto trąšų (iš A skyriaus 1 dalies sąrašo, išskyrus 3a, 3b ir 5 produktus)	18 % N, išreikšto kaip suminis azotas. Mažiausiai 3 % amoniakinio ir (arba) nitratinio ir (arba) karbamidinio azoto. Mažiausiai 1/3 deklaruojamo suminio azoto kiekio turi būti gauta iš krotonilideno dikarbamido. Didžiausias biureto kiekis: (N karbamido + N krotonilideno dikarbamido) × 0,026.		Suminis azotas Jei kiekis sudaro bent 1 %: — nitratinis azotas — amoniakinis azotas — karbamidinis azotas Krotonilideno dikarbamido azotas
14	Azoto trąšos, turinčios izobutilideno dikarbamido	Cheminiu būdu gautas produktas, turintis izobutilideno dikarbamido ir paprastųjų azoto trąšų (iš A skyriaus 1 dalies sąrašo, išskyrus 3a, 3b ir 5 produktus)	18 % N, išreikšto kaip suminis azotas. Mažiausiai 3 % amoniakinio ir (arba) nitratinio ir (arba) karbamidinio azoto. Mažiausiai 1/3 deklaruojamo suminio azoto kiekio turi būti gauta iš izobutilideno dikarbamido. Didžiausias biureto kiekis: (N karbamido + N izobutilideno dikarbamido) × 0,026.		Suminis azotas Jei kiekis sudaro bent 1 %: — nitratinis azotas — amoniakinis azotas — karbamidinis azotas Izobutilideno dikarbamido azotas

▼B

1	2	3	4	5	6
15	Azoto trąšos, turinčios karbamido formaldehido	Cheminiu būdu gautas produktas, turintis karbamido formaldehido ir paprastųjų azoto trąšų (iš A skyriaus 1 dalies sąrašo, išskyrus 3a, 3b ir 5 produktus)	18 % N, išreikšto kaip suminis azotas. Mažiausiai 3 % amoniakinio ir (arba) nitratinio ir (arba) karbamidinio azoto. Mažiausiai 1/3 deklaruojamo suminio azoto kiekio turi būti gauta iš karbamido formaldehido. Mažiausiai 3/5 karbamido formaldehido azoto turi būti karštame vandenyje tirpaus junginio azotas. Didžiausias biureto kiekis: (N karbamido + N karbamido formaldehido) × 0,026		Suminis azotas Jei kiekis sudaro bent 1 %: — nitratinis azotas — amoniakinis azotas — karbamidinis azotas Karbamido formaldehido azotas Karbamido formaldehido, tirpaus šaltame vandenyje, azotas Karbamido formaldehido, tirpaus tik karštame vandenyje, azotas
▼M5 ———					
▼B ►M5 16 ◄	Karbamido-amonio sulfatas	Produktas, gaunamas cheminiu būdu iš karbamido ir amonio sulfato	30 % N Azotas, išreikštas kaip amoniakinis ir karbamidinis azotas. Mažiausias amoniakinio azoto kiekis: 4 %. Mažiausias sieros kiekis, išreikštas kaip sieros trioksidas: 12 %. Didžiausias biureto kiekis: 0,9 %.		Suminis azotas Amoniakinis azotas Karbamidinis azotas Vandenyje tirpus sieros trioksidas
►M5 ——— ◄					

▼B

A.2. *Fosforo trąšos*

Jei trąšų, parduodamų granulių pavidalu, pagrindiniams komponentams reikalaujama taikyti dalelių dydžio kriterijų (1, 3, 4, 5, 6 ir 7 trąšos), jis bus nustatytas taikant atitinkamą analizės metodą.

Nr.	Tipo pavadinimas	Duomenys apie gamybos metodą ir pagrindinius ingredientus	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) Maistinių medžiagų kiekio išraiškos duomenys Kiti reikalavimai	Kiti tipo žymėjimo duomenys	Deklaruojamas maistinių medžiagų kiekis Maistinių medžiagų pavidalas ir tirpumas Kiti kriterijai
1	2	3	4	5	6
1	Bazinis šlakas: — tomamilčių fosfatai, — tomamilčiai	Produktas, gaunamas lydant plieną iš fosforo turinčių lydalų, kurio pagrindinis ingredientas – kalcio silikatas ir fosfatas	12 % P_2O_5 Fosforas, išreikštas kaip neorganinėse rūgštyse tirpus fosforo pentoksidas, kurio mažiausiai 75 % deklaruojamo kiekio tirpsta 2 % citrinų rūgštyje; arba 10 % P_2O_5 Fosforas, išreikštas kaip fosforo pentoksidas, tirpus 2 % citrinų rūgštyje Dalelių dydis: — mažiausiai 75 % gali praeiti per sietą, kurio akučių dydis – 0,160 mm, — mažiausiai 96 % gali praeiti per sietą, kurio akučių dydis – 0,630 mm		Suminis fosforo pentoksidas (tirpus neorganinėse rūgštyse), kurio 75 % (nurodoma masės dalis %) tirpsta 2 % citrinų rūgštyje (prekybai Prancūzijoje, Italijoje, Ispanijoje, Portugalijoje, Graikijoje ►**M1** , Čekijoje, Estijoje, Kipre, Latvijoje, Lietuvoje, Vengrijoje, Maltoje, Lenkijoje, Slovėnijoje, Slovakijoje, ◄ ►**M3** Bulgarijoje, Rumunijoje ◄) Suminis fosforo pentoksidas (tirpus neorganinėse rūgštyse) ir fosforo pentoksidas, tirpus 2 % citrinų rūgštyje (prekybai Jungtinėje Karalystėje) Fosforo pentoksidas, tirpus 2 % citrinų rūgštyje (prekybai Vokietijoje, Belgijoje, Danijoje, Airijoje, Liuksemburge, Nyderlanduose ir Austrijoje)
2a	Superfosfatas	Produktas, gaunamas maltam neorganiniam fosfatui reaguojant su sieros rūgštimi, pagrindinis ingredientas – kalcio dihidrofosfatas ir kalcio sulfatas	16 % P_2O_5 Fosforas, išreikštas kaip fosforo pentoksidas, tirpus neutraliame amonio citrato tirpale, mažiausiai 93 % deklaruojamo P_2O_5 kiekio tirpsta vandenyje Bandomasis ėminys: 1 g		Fosforo pentoksidas, tirpus neutraliame amonio citrato tirpale Vandenyje tirpus fosforo pentoksidas

▼B

1	2	3	4	5	6
2b	Dvigubasis superfosfatas	Produktas, gaunamas maltam neorganiniam fosfatui reaguojant su sieros ir fosforo rūgštimis, pagrindiniai ingredientai – kalcio dihidrofosfatas bei kalcio sulfatas	25 % P_2O_5 Fosforas, išreikštas kaip fosforo pentoksidas, tirpus neutraliame amonio citrato tirpale, mažiausiai 93 % deklaruojamo P_2O_5 kiekio tirpsta vandenyje Bandomasis ėminys: 1 g		Fosforo pentoksidas, tirpus neutraliame amonio citrato tirpale Vandenyje tirpus fosforo pentoksidas
▼M2 2c	Trigubasis superfosfatas	Produktas, gaunamas maltam neorganiniam fosfatui reaguojant su fosforo rūgštimi, kurio pagrindinis ingredientas – kalcio dihidrofosfatas	38 % P_2O_5 Fosforas, išreikštas kaip fosforo pentoksidas, tirpus neutraliame amonio citrato tirpale, mažiausiai 85 % deklaruojamo P_2O_5 kiekio tirpsta vandenyje Bandomasis ėminys: 3 g		Fosforo pentoksidas, tirpus neutraliame amonio citrato tirpale Vandenyje tirpus fosforo pentoksidas
▼B 3	Iš dalies ištirpintas gamtinis fosfatas	Produktas, gaunamas iš dalies tirpinant maltą gamtinį fosfatą sieros arba fosforo rūgštyje, pagrindiniai ingredientai – kalcio dihidrofosfatas, kalcio fosfatas ir kalcio sulfatas	20 % P_2O_5 Fosforas, išreikštas kaip neorganinėse rūgštyse tirpus P_2O_5, kurio mažiausiai 40 % deklaruojamo kiekio tirpsta vandenyje Dalelių dydis: — mažiausiai 90 % gali praeiti per sietą, kurio akučių dydis – 0,160 mm, — mažiausiai 98 % gali praeiti per sietą, kurio akučių dydis – 0,630 mm		Suminis fosforo pentoksidas (tirpus neorganinėse rūgštyse) Vandenyje tirpus fosforo pentoksidas

▼B

1	2	3	4	5	6
4	Kalcio hidrofosfatas	Produktas, gaunamas nusodinant fosforo rūgštį, tirpiu pavidalu gautą iš neorganinių fosfatų arba kaulų, pagrindinis ingredientas – kalcio hidrofosfato dihidratas	38 % P_2O_5 Fosforas, išreikštas kaip šarminiame amonio citrato tirpale (Petermann'o tirpale) tirpus fosforo pentoksidas Dalelių dydis: — mažiausiai 90 % gali praeiti per sietą, kurio akučių dydis – 0,160 mm, — mažiausiai 98 % gali praeiti per sietą, kurio akučių dydis – 0,630 mm		Fosforo pentoksidas, tirpus šarminiame amonio citrato tirpale
5	Termofosfatas	Produktas, gaunamas sukepinant maltus gamtinius fosfatus su šarminiais junginiais ir silicio rūgštimi, kurio pagrindiniai ingredientai – bazinis kalcio fosfatas ir kalcio silikatas	25 % P_2O_5 Fosforas, išreikštas kaip šarminiame amonio citrato tirpale (Petermann'o tirpale) tirpus fosforo pentoksidas Dalelių dydis: — mažiausiai 75 % gali praeiti per sietą, kurio akučių dydis – 0,160 mm, — mažiausiai 96 % gali praeiti per sietą, kurio akučių dydis – 0,630 mm		Fosforo pentoksidas, tirpus šarminiame amonio citrato tirpale
6	Aliuminio-kalcio fosfatas	Amorfinis produktas, gaunamas kaitinant ir malant, pagrindiniai ingredientai – aliuminio ir kalcio fosfatai	30 % P_2O_5 Fosforas išreikštas kaip neorganinėse rūgštyse tirpus P_2O_5, mažiausiai 75 % deklaruojamo P_2O_5 kiekio tirpsta šarminiame amonio citrato (Joulie) tirpale Dalelių dydis: — mažiausiai 90 % gali praeiti per sietą, kurio akučių dydis – 0,160 mm, — mažiausiai 98 % gali praeiti per sietą, kurio akučių dydis – 0,630 mm		Suminis fosforo pentoksidas (tirpus neorganinėse rūgštyse) Fosforo pentoksidas, tirpus šarminiame amonio citrato tirpale

1	2	3	4	5	6
7	Minkštasis maltas gamtinis fosfatas	Produktas gaunamas malant minkštuosius gamtinius fosfatus pagrindiniai ingredientai – kalcio fosfatas ir kalcio karbonatas	25 % P_2O_5 Fosforas, išreikštas neorganinėse rūgštyse tirpiu fosforo pentoksidu, mažiausiai 55 % deklaruojamo P_2O_5 kiekiotirpsta 2 % skruzdžių rūgštyje Dalelių dydis: — mažiausiai 90 % gali praeiti per sietą, kurio akučių dydis – 0,063 mm, — mažiausiai 99 % gali praeiti per sietą, kurio akučių dydis – 0,125 mm		Suminis fosforo pentoksidas (tirpus neorganinėse rūgštyse) Fosforo pentoksidas, tirpus 2 % skruzdžių rūgštyje Medžiagos, galinčios praeiti per sietą, kurio akučių dydis 0,063 mm, masės procentinė dalis

A.3. *Kalio trąšos*

Nr.	Tipo pavadinimas	Duomenys apie gamybos metodą ir pagrindinius ingredientus	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) Maistinių medžiagų kiekio išraiškos duomenys Kiti reikalavimai	Kiti tipo žymėjimo duomenys	Deklaruojamas maistinių medžiagų kiekis Maistinių medžiagų pavidalas ir tirpumas Kiti kriterijai
1	2	3	4	5	6
1	Kainitas	Produktas, gaunamas iš neapdorotų kalio druskų	10 % K_2O Kalis, išreikštas kaip vandenyje tirpus K_2O 5 % MgO Magnis vandenyje tirpių druskų pavidalų, išreikštas kaip magnio oksidas	Gali būti rašomi įprastiniai prekių pavadinimai	Vandenyje tirpus kalio oksidas Vandenyje tirpus magnio oksidas

▼B

1	2	3	4	5	6
2	Sodrinta kainito druska	Produktas gaunamas iš neapdorotų kalio druskų, sodrintų maišant su kalio chloridu	18 % K_2O Kalis, išreikštas kaip vandenyje tirpus K_2O	Gali būti rašomi įprastiniai prekių pavadinimai	Vandenyje tirpus kalio oksidas Galima nurodyti vandenyje tirpaus magnio oksido kiekį, jei jis didesnis kaip 5 % MgO
3	Kalio chloridas	Produktas, gaunamas iš neapdorotų kalio druskų, pagrindinis ingredientas – kalio chloridas	37 % K_2O Kalis, išreikštas kaip vandenyje tirpus K_2O	Gali būti rašomi įprastiniai prekių pavadinimai	Vandenyje tirpus kalio oksidas
4	Kalio chloridas, turintis magnio druskų	Produktas, gaunamas iš neapdorotų kalio druskų pridedant magnio druskų, jo pagrindiniai ingredientai – kalio chloridas ir magnio druskos	37 % K_2O Kalis, išreikštas kaip vandenyje tirpus K_2O 5 % MgO Magnis vandenyje tirpių druskų pavidalų, išreikštas kaip magnio oksidas		Vandenyje tirpus kalio oksidas Vandenyje tirpus magnio oksidas
5	Kalio sulfatas	Produktas, gaunamas cheminiu būdu iš kalio druskų, jo pagrindinis ingredientas – kalio sulfatas	47 % K_2O Kalis, išreikštas kaip vandenyje tirpus K_2O Didžiausias chlorido kiekis: 3 % Cl		Vandenyje tirpus kalio oksidas Galima nurodyti chlorido kiekį
6	Kalio sulfatas, turintis magnio druskos	Produktas, gaunamas cheminiu būdu iš kalio druskų, galbūt pridedant magnio druskų, jo pagrindiniai ingredientai – kalio sulfatas ir magnio sulfatas	22 % K_2O Kalis, išreikštas kaip vandenyje tirpus K_2O 8 % MgO Magnis vandenyje tirpių druskų pavidalų, išreikštas kaip magnio oksidas Didžiausias chlorido kiekis: 3 % Cl	Gali būti rašomi įprastiniai prekių pavadinimai	Vandenyje tirpus kalio oksidas Vandenyje tirpus magnio oksidas Galima nurodyti chlorido kiekį

▼B

1	2	3	4	5	6
7	Kizeritas ir kalio sulfatas	Produktas, gaunamas iš kizerito pridedant kalio sulfato	8 % MgO Magnis, išreikštas kaip vandenyje tirpus MgO 6 % K_2O Kalis, išreikštas kaip vandenyje tirpus K_2O Suminis MgO + K_2O kiekis: 20 % Didžiausias chlorido kiekis: 3 % Cl	Gali būti rašomi įprastiniai prekių pavadinimai	Vandenyje tirpus magnio oksidas Vandenyje tirpus kalio oksidas Galima nurodyti chlorido kiekį

B. **Neorganinės sudėtinės pagrindinių maistinių medžiagų trąšos**

B.1. *NPK trąšos*

B.1.1	Tipo pavadinimas:	NPK trąšos.
	Duomenys apie gamybos būdą:	Produktas, gaunamas cheminiu arba maišymo būdu, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų.
	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis):	— Suminis kiekis: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O), — Kiekvienos maistinės medžiagos: 3 % N, 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Suminis azotas 2) Nitratinis azotas 3) Amoniakinis azotas 4) Karbamidinis azotas 5) Cianamidinis azotas	1) Vandenyje tirpus P_2O_5 2) P_2O_5, tirpus neutraliame amonio citrate 3) P_2O_5, tirpus neutraliame amonio citrate ir vandenyje 4) P_2O_5, tirpus tik neorganinėse rūgštyse 5) P_2O_5, tirpus šarminiame amonio citrato tirpale (Petermann) 6a) P_2O_5, tirpus neorganinėse rūgštyse, mažiausiai 75 % deklaruojamo P_2O_5 kiekio tirpsta 2 % citrinų rūgštyje 6b) P_2O_5, tirpus 2 % citrinų rūgštyje 7) P_2O_5, tirpus neorganinėse rūgštyse, mažiausiai 75 % deklaruojamo P_2O_5 kiekio tirpsta šarminiame amonio citrato tirpale (Joulie) 8) P_2O_5, tirpus neorganinėse rūgštyse, mažiausiai 55 % deklaruojamo P_2O_5 kiekio tirpsta 2 % skruzdžių rūgštyje	Vandenyje tirpus K_2O	1) Suminis azotas 2) Jei azotas kuriuo nors vienu iš 2–5 azoto pavidalų sudaro bent 1 % masės, jį būtina deklaruoti 3) Jei daugiau kaip 28 %, žr. III priedo 2 dalį	1. NPK trąšos, neturinčios tomamilčių, termofosfatų, aliuminio-kalcio fosfato, iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato ir minkštojo malto gamtinio fosfato, turi būti deklaruojamos pagal 1, 2 arba 3 tirpumą: — kai vandenyje tirpus P_2O_5 sudaro mažiau kaip 2 %, deklaruojamas tik jo tirpumas pagal 2, — kai vandenyje tirpus P_2O_5 sudaro bent 2 %, deklaruojamas tik jo tirpumas pagal 3 ir turi būti nurodomas vandenyje tirpaus P_2O_5 kiekis (tirpumas pagal 1). Tik neorganinėse rūgštyse tirpaus P_2O_5 kiekis neturi būti didesnis kaip 2 %. Šio 1 tipo trąšų tirpumui pagal 2 ir 3 nustatyti imamas 1 g bandomasis ėminys. 2a) NPK trąšos, turinčios minkštojo malto gamtinio fosfato arba iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato, kuriose neturi būti tomamilčių, termofosfato ir aliuminio-kalcio fosfato. Jos turi būti deklaruojamos pagal 1, 3 ir 4 tirpumą: Šios rūšies trąšose turi būti: — mažiausiai 2 % P_2O_5, tirpaus tik neorganinėse rūgštyse (tirpumas pagal 4),	1) Vandenyje tirpus kalio oksidas 2) Nuoroda „Mažas chlorido kiekis“ taikoma ne didesniam kaip 2 % Cl kiekiui 3) Gali būti deklaruojamas chlorido kiekis

1	2	3	4	5	6
				— mažiausiai 5 % P_2O_5, tirpaus vandenyje ir neutraliame amonio citrate (tirpumas pagal 3), — mažiausiai 2,5 % vandenyje tirpaus P_2O_5 (tirpumas pagal 1). Šio tipo trąšos turi būti parduodamos pavadinimu „NPK trąšos, turinčios minkštojo malto gamtinio fosfato“ arba „NPK trąšos, turinčios iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato“. Šio 2a tipo trąšų tirpumui pagal 3 nustatyti imamas 3 g bandomasis ėminys.	
Pagrindinių fosfatinių ingredientų dalelių dydis: Tomamilčiai: mažiausiai 75 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,160 mm Aliuminio-kalcio fosfatas: mažiausiai 90 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,160 mm Termofosfatas: mažiausiai 75 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,160 mm Minkštasis maltas gamtinis fosfatas: mažiausiai 90 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,063 mm Iš dalies ištirpintas gamtinis fosfatas: mažiausiai 90 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,160 mm				2b) NPK trąšos, turinčios aliuminio-kalcio fosfato, neturi būti tomamilčių, termofosfato, minkštojo malto gamtinio fosfato ir iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato. Jos deklaruojamos pagal 1 ir 7 tirpumą, o šis taikomas atėmus tirpumą vandenyje. Šio tipo trąšose turi būti: — mažiausiai 2 % vandenyje tirpaus P_2O_5 (tirpumas pagal 1), — mažiausiai 5 % P_2O_5 tirpaus pagal 7. Šio tipo trąšos turi būti parduodamos pavadinimu „NPK trąšos, turinčios aliuminio-kalcio fosfato“. 3. Jei NPK trąšose yra tik vienas iš šių fosforo trąšų tipų: tomamilčių, termofosfato, aliuminio-kalcio fosfato, minkštojo malto gamtinio fosfato, po tipo pavadinimo turi būti nurodytas fosfato ingredientas.	

1	2	3	4	5	6
				P_2O_5 tirpumas turi būti deklaruojamas pagal šiuos tirpumus: — trąšų, kurių pagrindinis ingredientas yra tomamilčiai: tirpumas pagal 6a (Prancūzija, Italija, Ispanija, Portugalija, Graikija ►M1 , Čekija, Estija, Kipras, Latvija, Lietuva, Vengrija, Malta, Lenkija, Slovėnija, Slovakija, ◄ ►M3 Bulgarija, Rumunija ◄), pagal 6b (Vokietija, Belgija, Danija, Airija, Liuksemburgas, Nyderlandai, Jungtinė Karalystė ir Austrija), — trąšų, kurių pagrindinis ingredientas yra termofosfatas: tirpumas pagal 5, — trąšų, kurių pagrindinis ingredientas yra aliuminio-kalcio fosfatas: tirpumas pagal 7, — trąšų, kurių pagrindinis ingredientas yra minkštasis maltas gamtinis fosfatas: tirpumas pagal 8.	

B.1.2	Tipo pavadinimas:	NPK trąšos, turinčios krotonilideno dikarbamido, izobutilideno dikarbamido, arba karbamido formaldehido (kaip tinka).
	Gamybos metodo duomenys:	Produktas, gaunamas cheminiu būdu, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų, turintis krotonilideno dikarbamido, arba izobutilideno dikarbamido, arba karbamido formaldehido.
	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis):	— Suminis kiekis: 20 % ($N + P_2O_5 + K_2O$), — Kiekvienos maistinės medžiagos: — 5 % N. Mažiausiai ¼ suminio deklaruojamo azoto kiekio turi būti 5, 6 arba 7 pavidalu. Mažiausiai 3/5 azoto kiekio, deklaruojamo 7 pavidalu, turi tirpti karštame vandenyje, — 5 % P_2O_5, — 5 % K_2O.

▼B

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Suminis azotas 2) Nitratinis azotas 3) Amoniakinis azotas 4) Karbamidinis azotas 5) Krotonilideno dikarbamido azotas 6) Izobutilideno dikarbamido azotas 7) Karbamido formaldehido azotas 8) Karbamido formaldehido azotas, tirpus tik karštame vandenyje 9) Karbamido formaldehido azotas, tirpus šaltame vandenyje	1) Vandenyje tirpus P_2O_5 2) P_2O_5, tirpus neutraliame amonio citrate 3) P_2O_5, tirpus neutraliame amonio citrate ir vandenyje	Vandenyje tirpus K_2O	1) Suminis azotas 2) Jei azotas kuriuo nors vienu iš 2–4 pavidalų sudaro bent 1 % masės, jį būtina deklaruoti 3) Vienas iš 5–7 pavidalų (kaip tinka). Azotas 7 pavidalu turi būti deklaruojamas kaip azotas 8 ir 9 pavidalu	NPK trąšos, neturinčios tomamilčių, termofosfato, aliuminio-kalcio fosfato, iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato ir gamtinio fosfato, turi būti deklaruojamos pagal 1, 2 arba 3 tirpumą: — kai vandenyje tirpaus P_2O_5 yra mažiau kaip 2 %, deklaruojamas tik tirpumas pagal 2, — kai vandenyje tirpus P_2O_5 sudaro mažiausiai 2 %, deklaruojamas tirpumas pagal 3, ir turi būti nurodytas vandenyje tirpaus P_2O_5 kiekis (tirpumas pagal 1). Tik neorganinėse rūgštyse tirpaus P_2O_5 kiekis neturi būti didesnis kaip 2 %. Tirpumui pagal 2 ir 3 nustatyti imamas 1 g bandomasis ėminys.	1) Vandenyje tirpus kalio oksidas 2) Nuoroda „Mažas chlorido kiekis“ taikoma ne didesniam kaip 2 % Cl kiekiui 3) Gali būti deklaruojamas chlorido kiekis

B.2. *NP trąšos*

B.2.1	Tipo pavadinimas:	NP trąšos.
	Duomenys apie gamybos būdą:	Produktas, gaunamas cheminiu arba maišymo būdu, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų.
	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis):	— Suminis kiekis: 18 % (N + P_2O_5), — Kiekvienos maistinės medžiagos: 3 % N, 5 % P_2O_5.

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Suminis azotas 2) Nitratinis azotas 3) Amoniakinis azotas 4) Karbamidinis azotas 5) Cianamidinis azotas	1) Vandenyje tirpus P_2O_5 2) P_2O_5, tirpus neutraliame amonio citrate 3) P_2O_5, tirpus neutraliame amonio citrate ir vandenyje 4) P_2O_5, tirpus tik neorganinėse rūgštyse 5) P_2O_5, tirpus šarminiame amonio citrato tirpale (Petermann) 6a) P_2O_5, tirpus neorganinėse rūgštyse, mažiausiai 75 % deklaruojamo P_2O_5 kiekio tirpsta 2 % citrinų rūgštyje 6b) P_2O_5, tirpus 2 % citrinų rūgštyje 7) P_2O_5, tirpus neorganinėse rūgštyse, mažiausiai 75 % deklaruojamo P_2O_5 kiekio tirpsta šarminiame amonio citrato tirpale (Joulie) 8) P_2O_5, tirpus neorganinėse rūgštyse, mažiausiai 55 % deklaruojamo P_2O_5 kiekio tirpsta 2 % skruzdžių rūgštyje		1) Suminis azotas 2) Jei azotas kuriuo nors vienu iš 2–5 pavidalų sudaro bent 1 % masės, jį būtina deklaruoti	1. NP trąšos, neturinčios tomamilčių, termofosfato, aliuminio-kalcio fosfato, iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato ir minkštojo malto gamtinio fosfato, turi būti deklaruojamos pagal 1, 2 arba 3 tirpumą: — kai vandenyje tirpus P_2O_5 sudaro mažiau kaip 2 %, deklaruojamas tik jo tirpumas pagal 2, — kai vandenyje tirpus P_2O_5 sudaro bent 2 %, deklaruojamas tik jo tirpumas pagal 3 ir turi būti nurodomas vandenyje tirpaus P_2O_5 kiekis (tirpumas pagal 1). Tik neorganinėse rūgštyse tirpaus P_2O_5 kiekis neturi būti didesnis kaip 2 %.	

1	2	3	4	5	6
				Šio 1 tipo trąšų tirpumui pagal 2 ir 3 nustatyti imamas 1 g bandomasis ėminys. 2a) NP trąšos, turinčios minkštojo malto gamtinio fosfato arba iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato, kuriose neturi būti tomamilčių, termofosfato ir aliuminio-kalcio fosfato. Jos turi būti deklaruojamos pagal 1, 3 ir 4 tirpumą. Šios rūšies trąšose turi būti: — mažiausiai 2 % P_2O_5, tirpaus tik neorganinėse rūgštyse (tirpumas pagal 4), — mažiausiai 5 % P_2O_5, tirpaus vandenyje ir neutraliame amonio citrate (tirpumas pagal 3), — mažiausiai 2,5 % vandenyje tirpaus P_2O_5 (tirpumas pagal 1). Šio tipo trąšos turi būti parduodamos pavadinimu „NP trąšos, turinčios minkštojo malto gamtinio fosfato“ arba „NP trąšos, turinčios iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato“. Šio 2a tipo trąšų tirpumui pagal 3 nustatyti imamas 3 g bandomasis ėminys.	
Pagrindinių fosfatinių ingredientų dalelių dydis: Tomamilčiai: mažiausiai 75 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,160 mm Aliuminio-kalcio fosfatas: mažiausiai 90 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,160 mm Termofosfatas: mažiausiai 75 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,160 mm				2b) NP trąšos, turinčios aliuminio-kalcio fosfato, neturi būti tomamilčių, termofosfato, minkštojo malto gamtinio fosfato ir iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato. Jos deklaruojamos pagal 1 ir 7 tirpumą, o šis taikomas atėmus tirpumą vandenyje.	

1	2	3	4	5	6
Minkštasis maltas gamtinis fosfatas:	mažiausiai 90 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,063 mm			Šio tipo trąšose turi būti: — mažiausiai 2 % vandenyje tirpaus P_2O_5 (tirpumas pagal 1), — mažiausiai 5 % P_2O_5, tirpaus pagal 7. Šio tipo trąšos turi būti parduodamos pavadinimu „NP trąšos, turinčios aliuminio-kalcio fosfato“. 3. Jei NP trąšose yra tik vienas iš šių fosforo trąšų tipų: tomamilčių, termofosfato, aliuminio-kalcio fosfato, minkštojo malto gamtinio fosfato, po tipo pavadinimo turi būti nurodytas fosfato ingredientas. P_2O_5 tirpumas turi būti deklaruojamas pagal šiuos tirpumus: — trąšų, kurių pagrindinis ingredientas yra tomamilčiai: tirpumas pagal 6a (Prancūzija, Italija, Ispanija, Portugalija, Graikija ►**M1** , Čekija, Estija, Kipras, Latvija, Lietuva, Vengrija, Malta, Lenkija, Slovėnija, Slovakija, ◄ ►**M3** Bulgarija, Rumunija ◄), pagal 6b (Vokietija, Belgija, Danija, Airija, Liuksemburgas, Nyderlandai, Jungtinė Karalystė ir Austrija), — trąšų, kurių pagrindinis ingredientas yra termofosfatas: tirpumas pagal 5, — trąšų, kurių pagrindinis ingredientas yra aliuminio-kalcio fosfatas: tirpumas pagal 7, — trąšų, kurių pagrindinis ingredientas yra minkštasis maltas gamtinis fosfatas: tirpumas pagal 8.	
Iš dalies ištirpintas gamtinis fosfatas:	mažiausiai 90 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,160 mm				

	Tipo pavadinimas:	NP trąšos, turinčios krotonilideno dikarbamido, izobutilideno dikarbamido, arba karbamido formaldehido (kaip tinka).
	Duomenys apie gamybos būdą:	Produktas, gaunamas cheminiu būdu, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų, turintis krotonilideno dikarbamido, arba izobutilideno dikarbamido, arba karbamido formaldehido.
B.2.2	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis):	— Suminis kiekis: 18 % (N + P_2O_5), — Kiekvienos maistinės medžiagos: — 5 % N. Mažiausiai ¼ suminio deklaruojamo azoto kiekio turi būti 5, 6 arba 7 pavidalu. Mažiausiai 3/5 azoto kiekio, deklaruojamo 7 pavidalu, turi tirpti karštame vandenyje, — 5 % P_2O_5.

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Suminis azotas 2) Nitratinis azotas 3) Amoniakinis azotas 4) Karbamidinis azotas 5) Krotonilideno dikarbamido azotas 6) Izobutilideno dikarbamido azotas	1) Vandenyje tirpus P_2O_5 2) P_2O_5, tirpus neutraliame amonio citrate 3) P_2O_5,tirpus neutraliame amonio citrate ir vandenyje		1) Suminis azotas 2) Jei azotas kuriuo nors vienu iš 2–4 pavidalų sudaro bent 1 % masės, jį būtina deklaruoti 3) Vienas iš 5–7 pavidalų (kaip tinka). Azotas 7 pavidalu turi būti deklaruojamas kaip azotas 8 ir 9 pavidalu	1. NP trąšos, neturinčios tomamilčių, termofosfato, aliuminio-kalcio fosfato, iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato ir gamtinio fosfato, turi būti deklaruojamos pagal 1, 2 arba 3 tirpumą: — kai vandenyje tirpus P_2O_5 sudaro mažiau kaip 2 %, deklaruojamas tik jo tirpumas pagal 2, — kai vandenyje tirpus P_2O_5 sudaro bent 2 %, deklaruojamas jo tirpumas pagal 3 ir turi būti nurodomas vandenyje tirpaus P_2O_5 kiekis (tirpumas pagal 1).	

1	2	3	4	5	6
7) Karbamido formaldehido azotas 8) Karbamido formaldehido azotas, tirpus tik karštame vandenyje 9) Karbamido formaldehido azotas, tirpus šaltame vandenyje				Tik neorganinėse rūgštyse tirpaus P_2O_5 kiekis neturi būti didesnis kaip 2 %. Tirpumui pagal 2 ir 3 nustatyti imamas 1 g bandomasis ėminys.	

B.3. *NK trąšos*

B.3.1	Tipo pavadinimas:	NK trąšos.
	Duomenys apie gamybos būdą:	Produktas, gaunamas cheminiu arba maišymo būdu, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų.
	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis):	— Suminis kiekis: 18 % ($N + K_2O$), — Kiekvienos maistinės medžiagos: 3 % N, 5 % K_2O.

▼B

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Suminis azotas 2) Nitratinis azotas 3) Amoniakinis azotas 4) Karbamidinis azotas 5) Cianamidinis azotas		Vandenyje tirpus K_2O	1) Suminis azotas 2) Jei azotas kuriuo nors vienu iš 2–5 pavidalų sudaro bent 1 % masės, jį būtina deklaruoti		1) Vandenyje tirpus kalio oksidas 2) Nuoroda „Mažas chlorido kiekis“ taikoma ne didesniam kaip 2 % Cl kiekiui 3) Gali būti deklaruojamas chlorido kiekis

B.3.2	Tipo pavadinimas:	NK trąšos, turinčios krotonilideno dikarbamido, izobutilideno dikarbamido, arba karbamido formaldehido (kaip tinka).
	Duomenys apie gamybos būdą:	Produktas, gaunamas cheminiu būdu, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų, turintis krotonilideno dikarbamido, arba izobutilideno dikarbamido, arba karbamido formaldehido.
	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis):	— Suminis kiekis: 18 % (N + K_2O), — Kiekvienos maistinės medžiagos: — 5 % N. Mažiausiai ¼ suminio deklaruojamo azoto kiekio turi būti 5, 6 arba 7 pavidalu. Mažiausiai 3/5 azoto kiekio, deklaruojamo 7 pavidalu, turi tirpti karštame vandenyje, — 5 % K_2O.

▼B

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Suminis azotas 2) Nitratinis azotas 3) Amoniakinis azotas 4) Karbamidinis azotas 5) Krotonilideno dikarbamido azotas 6) Izobutilideno dikarbamido azotas 7) Karbamido formaldehido azotas 8) Karbamido formaldehido azotas, tirpus tik karštame vandenyje 9) Karbamido formaldehido azotas, tirpus šaltame vandenyje		Vandenyje tirpus K_2O	1) Suminis azotas 2) Jei azotas kuriuo nors vienu iš 2–4 pavidalų sudaro bent 1 % masės, jį būtina deklaruoti 3) Vienas iš 5–7 pavidalų (kaip tinka). Azotas 7 pavidalu turi būti deklaruojamas kaip azotas 8 ir 9 pavidalu		1) Vandenyje tirpus kalio oksidas 2) Nuoroda „Mažas chlorido kiekis“ taikoma ne didesniam kaip 2 % Cl kiekiui 3) Gali būti deklaruojamas chlorido kiekis

B.4. *PK trąšos*

Tipo pavadinimas:	PK trąšos.
Duomenys apie gamybos būdą:	Produktas, gaunamas cheminiu arba maišymo būdu, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų.
Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis):	— Suminis kiekis: 18 % (P_2O_5 + K_2O), — Kiekvienos maistinės medžiagos: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	1) Vandenyje tirpus P_2O_5 2) P_2O_5, tirpus neutraliame amonio citrate 3) P_2O_5, tirpus neutraliame amonio citrate ir vandenyje 4) P_2O_5, tirpus tik neorganinėse rūgštyse 5) P_2O_5, tirpus šarminiame amonio citrato tirpale (Petermann) 6a) P_2O_5, tirpus neorganinėse rūgštyse, mažiausiai 75 % deklaruojamo P_2O_5 kiekio tirpsta 2 % citrinų rūgštyje 6b) P_2O_5, tirpus 2 % citrinų rūgštyje 7) P_2O_5, tirpus neorganinėse rūgštyse, mažiausiai 75 % deklaruojamo P_2O_5 kiekio tirpsta šarminiame amonio citrato tirpale (Joulie) 8) P_2O_5, tirpus neorganinėse rūgštyse, mažiausiai 55 % deklaruojamo P_2O_5 kiekio tirpsta 2 % skruzdžių rūgštyje	Vandenyje tirpus K_2O		1. PK trąšos, neturinčios tomamilčių, termofosfato, aliuminio-kalcio fosfato, iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato ir minkštojo malto gamtinio fosfato, turi būti deklaruojamos pagal 1, 2 arba 3 tirpumą: — kai vandenyje tirpus P_2O_5 sudaro mažiau kaip 2 %, deklaruojamas tik jo tirpumas pagal 2, — kai vandenyje tirpus P_2O_5 sudaro bent 2 %, deklaruojamas tik jo tirpumas pagal 3 ir turi būti nurodomas vandenyje tirpaus P_2O_5 kiekis (tirpumas pagal 1). Tik neorganinėse rūgštyse tirpaus P_2O_5 kiekis neturi būti didesnis kaip 2 %. Šio 1 tipo trąšų tirpumui pagal 2 ir 3 nustatyti imamas 1 g bandomasis ėminys.	1) Vandenyje tirpus kalio oksidas 2) Nuoroda „Mažas chlorido kiekis“ taikoma ne didesniam kaip 2 % Cl kiekiui 3) Gali būti deklaruojamas chlorido kiekis

1	2	3	4	5	6
				2a) PK trąšos, turinčios minkštojo malto gamtinio fosfato arba iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato, kuriose neturi būti tomamilčių, termofosfato ir aliuminio-kalcio fosfato. Jos turi būti deklaruojamos pagal 1, 3 ir 4 tirpumą. Šios rūšies trąšose turi būti: — mažiausiai 2 % P_2O_5, tirpaus tik neorganinėse rūgštyse (tirpumas pagal 4), — mažiausiai 5 % P_2O_5, tirpaus vandenyje ir neutraliame amonio citrate (tirpumas pagal 3), — mažiausiai 2,5 % vandenyje tirpaus P_2O_5 (tirpumas pagal 1). Šio tipo trąšos turi būti parduodamos pavadinimu „PK trąšos, turinčios minkštojo malto gamtinio fosfato“ arba „PK trąšos, turinčios iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato“. Šio 2a tipo trąšų tirpumui pagal 3 nustatyti imamas 3 g bandomasis ėminys.	
Pagrindinių fosfatinių ingredientų dalelių dydis: Tomamilčiai: mažiausiai 75 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,160 mm Aliuminio-kalcio fosfatas: mažiausiai 90 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,160 mm Termofosfatas: mažiausiai 75 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,160 mm Minkštasis maltas gamtinis fosfatas: mažiausiai 90 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,063 mm				2b) PK trąšos, turinčios aliuminio-kalcio fosfato, neturi būti tomamilčių, termofosfato, minkštojo malto gamtinio fosfato ir iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato. Jos deklaruojamos pagal 1 ir 7 tirpumą, o šis taikomas atėmus tirpumą vandenyje. Šio tipo trąšose turi būti: — mažiausiai 2 % vandenyje tirpaus P_2O_5 (tirpumas pagal 1),	

1	2	3	4	5	6
Iš dalies ištirpintas gamtinis fosfatas:	mažiausiai 90 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,160 mm			— mažiausiai 5 % P_2O_5, tirpaus pagal 7. Šio tipo trąšos turi būti parduodamos pavadinimu „PK trąšos, turinčios aliuminio-kalcio fosfato“. 3. Jei PK trąšose yra tik vienas iš šių fosforo trąšų tipų: tomamilčių, termofosfato, aliuminio-kalcio fosfato, minkštojo malto gamtinio fosfato, po tipo pavadinimo turi būti nurodytas fosfato ingredientas. P_2O_5 tirpumas turi būti deklaruojamas pagal šiuos tirpumus: — trąšų, kurių pagrindinis ingredientas yra tomamilčiai: tirpumas pagal 6a (Prancūzija, Italija, Ispanija, Portugalija, Graikija ►**M1** , Čekija, Estija, Kipras, Latvija, Lietuva, Vengrija, Malta, Lenkija, Slovėnija, Slovakija, ◄ ►**M3** Bulgarija, Rumunija ◄), pagal 6b (Vokietija, Belgija, Danija, Airija, Liuksemburgas, Nyderlandai, Jungtinė Karalystė ir Austrija), — trąšų, kurių pagrindinis ingredientas yra termofosfatas: tirpumas pagal 5, — trąšų, kurių pagrindinis ingredientas yra aliuminio-kalcio fosfatas: tirpumas pagal 7, — trąšų, kurių pagrindinis ingredientas yra minkštasis maltas gamtinis fosfatas: tirpumas pagal 8.	

▼B

C. **Neorganinės skystosios trąšos**

C.1. *Paprastosios skystosios trąšos*

Nr.	Tipo pavadinimas	Duomenys apie gamybos metodą ir pagrindinius ingredientus	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) Maistinių medžiagų kiekio išraiškos duomenys Kiti reikalavimai	Kiti tipo žymėjimo duomenys	Deklaruojamas maistinių medžiagų kiekis Maistinių medžiagų pavidalas ir tirpumas Kiti kriterijai
1	2	3	4	5	6
1	Azoto trąšų tirpalas	Produktas, gaunamas cheminiu būdu ir tirpinant vandenyje, atmosferos slėgiui atspariu pavidalu, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų	15 % N Azotas, išreikštas kaip suminis azotas arba, jei yra tik vienu pavidalu – kaip nitratinis, amoniakinis arba karbamidinis azotas. Didžiausias biureto kiekis: karbamidinis azotas × 0,026		Suminis azotas ir visi azoto pavidalai, kurių kiekis ne mažesnis kaip 1 %, nitratinis, amoniakinis ir (arba) karbamidinis azotas. Jei biureto kiekis mažesnis kaip 0,2 %, galima įrašyti „mažas biureto kiekis“
2	Karbamido ir amonio nitrato trąšų tirpalas	Produktas, gaunamas cheminiu būdu ir tirpinant vandenyje, turintis amonio nitrato ir karbamido	26 % N Azotas, išreikštas kaip suminis azotas, jei karbamidinis azotas nesudaro maždaug pusę kiekio. Didžiausias biureto kiekis: 0,5 %		Suminis azotas Nitratinis, amoniakinis arba karbamidinis azotas. Jei biureto kiekis mažesnis kaip 0,2 %, galima įrašyti „mažas biureto kiekis“
3	Kalcio nitrato tirpalas	Produktas, gaunamas tirpinant vandenyje kalcio nitratą	8 % N Azotas, išreikštas kaip nitratinis azotas, esant ne daugiau kaip 1 % amoniakinio azoto Kalcis, išreikštas kaip vandenyje tirpus CaO	Jei tinka, po trąšos tipo pavadinimo gali būti pateikiama viena iš šių nuorodų: — naudoti lapams, — maistinių medžiagų tirpalams gaminti, — trešti laistymo būdu.	Suminis azotas Vandenyje tirpus kalcio oksidas 5 skiltyje nurodytais naudojimo atvejais Neprivaloma: — nitratinis azotas, — amoniakinis azotas

▼B

1	2	3	4	5	6
4	Magnio nitrato tirpalas	Produktas, gaunamas cheminiu būdu ir tirpinant vandenyje magnio nitratą	6 % N Azotas, išreikštas kaip nitratinis azotas. 9 % MgO Magnis, išreikštas kaip vandenyje tirpus magnio oksidas. Mažiausia pH vertė: 4		Nitratinis azotas Vandenyje tirpus magnio oksidas
5	Kalcio nitrato suspensija	Produktas, gaunamas kalcio nitratą suspenduojant vandenyje	8 % N Azotas, išreikštas kaip suminis azotas arba kaip nitratinis ir amoniakinio azoto kiekis ne didesnis kaip: 1,0 % 14 % CaO Kalcis, išreikštas kaip vandenyje tirpus CaO	Po trąšos tipo pavadinimo gali būti pateikiama viena iš šių nuorodų: — naudoti lapams, — maistinių medžiagų tirpalams ir suspensijoms gaminti, — tręšti laistymo būdu.	Suminis azotas Nitratinis azotas Vandenyje tirpus kalcio oksidas 5 skiltyje nurodytais naudojimo atvejais
6	Azoto trąšų ir karbamido formaldehido tirpalas	Produktas, gaunamas cheminiu būdu arba tirpinant vandenyje karbamido formaldehidą ir azoto trąšas iš A skyriaus 1 dalies sąrašo, išskyrus 3a, 3b ir 5 produktus)	18 % N, išreikštas kaip suminis azotas Bent vienas trečdalis deklaruojamo suminio azoto kiekio turi būti gauta iš karbamido formaldehido Didžiausias biureto kiekis: (karbamidinis N + karbamido formaldehido N) × 0,026		Suminis azotas Visi pavidalai, kurių kiekis ne mažesnis kaip 1 %: — Nitratinis azotas, — Amoniakinis azotas, — Karbamidinis azotas. Karbamido formaldehido azotas
7	Azoto trąšų ir karbamido formaldehido suspensija	Produktas, gaunamas cheminiu būdu arba suspenduojant vandenyje karbamido formaldehidą ir azoto trąšas iš A skyriaus 1 dalies sąrašo, išskyrus 3a, 3b ir 5 produktus	18 % N, išreikštas kaip suminis azotas Bent vienas trečdalis deklaruojamo suminio azoto kiekio turi būti gauta iš karbamido formaldehido, kurio bent trys penktadaliai turi tirpti karštame vandenyje Didžiausias biureto kiekis: (karbamidinis N + karbamido formaldehido N) × 0,026		Suminis azotas Visi pavidalai, kurių kiekis ne mažesnis kaip 1 %: — Nitratinis azotas, — Amoniakinis azotas, — Karbamidinis azotas. Karbamido formaldehido azotas Karbamido formaldehido azotas, tirpus šaltame vandenyje

1	2	3	4	5	6
					Karbamido formaldehido azotas, tirpus tik karštame vandenyje

C.2. *Sudėtinės skystosios trąšos*

C.2.1	Tipo pavadinimas:	NPK trąšų tirpalas.
	Duomenys apie gamybos būdą:	Produktas, gaunamas cheminiu būdu ir tirpinant vandenyje, atmosferos slėgiui atspariu pavidalu, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų.
	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) ir kiti reikalavimai:	— Suminis kiekis: 15 %, ($N + P_2O_5 + K_2O$), — Kiekvienos maistinės medžiagos: 2 % N, 3 % P_2O_5, 3 % K_2O, — Didžiausias biureto kiekis: karbamido N × 0,026.

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Suminis azotas 2) Nitratinis azotas 3) Amoniakinis azotas 4) Karbamidinis azotas	Vandenyje tirpus P_2O_5	Vandenyje tirpus K_2O	1) Suminis azotas 2) Jei azotas kuriuo nors vienu iš 2–4 pavidalų sudaro bent 1 % masės, jį būtina deklaruoti 3) Jei biureto kiekis mažesnis kaip 0,2 %, galima įrašyti žodžius „mažas biureto kiekis“	Vandenyje tirpus P_2O_5	1) Vandenyje tirpus kalio oksidas 2) Nuoroda „Mažas chlorido kiekis“ taikoma ne didesniam kaip 2 % Cl kiekiui 3) Gali būti deklaruojamas chlorido kiekis

C.2.2	Tipo pavadinimas:	NPK trąšų suspensija.
	Duomenys apie gamybos būdą:	Skystasis produktas, kurio maistinės medžiagos gaunamos iš vandeniniame tirpale ir suspensijoje esančių medžiagų, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų.
	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) ir kiti reikalavimai:	— Suminis kiekis: 20 %, (N + P_2O_5 + K_2O), — Kiekvienos maistinės medžiagos: 3 % N, 4 % P_2O_5, 4 % K_2O, — Didžiausias biureto kiekis: karbamidinis N × 0,026.

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Suminis azotas 2) Nitratinis azotas 3) Amoniakinis azotas 4) Karbamidinis azotas	1) Vandenyje tirpus P_2O_5 2) P_2O_5, tirpus neutraliame amonio citrate 3) P_2O_5,tirpus neutraliame amonio citrate ir vandenyje	Vandenyje tirpus K_2O	1) Suminis azotas 2) Jei azotas kuriuo nors vienu iš 2–4 pavidalų sudaro bent 1 % masės, jį būtina deklaruoti 3) Jei biureto kiekis mažesnis kaip 0,2 %, galima įrašyti žodžius „mažas biureto kiekis“	Trąšose neturi būti tomamilčių, aliuminio-kalcio fosfato, termofosfatų, iš dalies ištirpintų gamtinių fosfatų arba gamtinių fosfatų 1) Jei vandenyje tirpaus P_2O_5 yra mažiau kaip 2 %, turi būti nurodomas tik jo tirpumas pagal 2 2) Jei vandenyje tirpaus P_2O_5 yra bent 2 %, turi būti nurodomas jo tirpumas pagal 3 ir vandenyje tirpaus P_2O_5 kiekis	1) Vandenyje tirpus kalio oksidas 2) Nuoroda „Mažas chlorido kiekis“ taikoma ne didesniam kaip 2 % Cl kiekiui 3) Gali būti deklaruojamas chlorido kiekis

C.2.3	Tipo pavadinimas:	NP trąšų tirpalas.
	Duomenys apie gamybos būdą:	Produktas, gaunamas cheminiu būdu ir tirpinant vandenyje, atmosferos slėgiui atspariu pavidalu, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų.
	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) ir kiti reikalavimai:	— Suminis kiekis: 18 %, (N + P_2O_5), — Kiekvienos maistinės medžiagos: 3 % N, 5 % P_2O_5, — Didžiausias biureto kiekis: karbamidinis N × 0,026.

▼B

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Suminis azotas 2) Nitratinis azotas 3) Amoniakinis azotas 4) Karbamidinis azotas	Vandenyje tirpus P_2O_5		1) Suminis azotas 2) Jei azotas kuriuo nors vienu iš 2–4 pavidalų sudaro bent 1 % masės, jį būtina deklaruoti 3) Jei biureto kiekis mažesnis kaip 0,2 %, galima įrašyti žodžius „mažas biureto kiekis“	Vandenyje tirpus P_2O_5	

C.2.4	Tipo pavadinimas:	NP trąšų suspensija.
	Duomenys apie gamybos būdą:	Skystasis produktas, kurio maistinės medžiagos gaunamos iš vandeniniame tirpale ir suspensijoje esančių medžiagų, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų.
	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis):	— Suminis kiekis: 18 %, (N + P_2O_5), — Kiekvienos maistinės medžiagos: 3 % N, 5 % P_2O_5, — Didžiausias biureto kiekis: karbamidinis N × 0,026.

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Suminis azotas 2) Nitratinis azotas 3) Amoniakinis azotas 4) Karbamidinis azotas	1) Vandenyje tirpus P_2O_5 2) P_2O_5, tirpus neutraliame amonio citrate 3) P_2O_5,tirpus neutraliame amonio citrate ir vandenyje		1) Suminis azotas 2) Jei azotas kuriuo nors vienu iš 2–4 pavidalų sudaro bent 1 % masės, jį būtina deklaruoti 3) Jei biureto kiekis mažesnis kaip 0,2 %, galima įrašyti žodžius „mažas biureto kiekis“	1) Jei vandenyje tirpaus P_2O_5 yra mažiau kaip 2 %, turi būti nurodomas tik jo tirpumas pagal 2 2) Jei vandenyje tirpaus P_2O_5 yra bent 2 %, turi būti nurodomas jo tirpumas pagal 3 ir vandenyje tirpaus P_2O_5 kiekis Trąšose neturi būti tomamilčių, aliuminio-kalcio fosfato, termofosfatų, iš dalies ištirpintų gamtinių fosfatų arba gamtinių fosfatų	

C.2.5	Tipo pavadinimas:	NK trąšų tirpalas.
	Duomenys apie gamybos būdą:	Produktas, gaunamas cheminiu būdu ir tirpinant vandenyje, atmosferos slėgiui atspariu pavidalu, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų.
	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis):	— Suminis kiekis: 15 % (N + K_2O), — Kiekvienos maistinės medžiagos: 3 % N, 5 % K_2O, — Didžiausias biureto kiekis: karbamidinis N × 0,026.

▼B

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Suminis azotas 2) Nitratinis azotas 3) Amoniakinis azotas 4) Karbamidinis azotas		Vandenyje tirpus K_2O	1) Suminis azotas 2) Jei azotas kuriuo nors vienu iš 2–4 pavidalų sudaro bent 1 % masės, jį būtina deklaruoti 3) Jei biureto kiekis mažesnis kaip 0,2 %, galima įrašyti žodžius „mažas biureto kiekis“		1) Vandenyje tirpus kalio oksidas 2) Nuoroda „Mažas chlorido kiekis“ taikoma ne didesniam kaip 2 % Cl kiekiui 3) Gali būti deklaruojamas chlorido kiekis

C.2.6	Tipo pavadinimas:	NK trąšų suspensija.
	Duomenys apie gamybos būdą:	Skystasis produktas, kurio maistinės medžiagos gaunamos iš vandeniniame tirpale ir suspensijoje esančių medžiagų, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų.
	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis):	— Suminis kiekis: 18 % (N + K_2O), — Kiekvienos maistinės medžiagos: 3 % N, 5 % K_2O, — Didžiausias biureto kiekis: karbamidinis N × 0,026.

▼B

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Suminis azotas 2) Nitratinis azotas 3) Amoniakinis azotas 4) Karbamidinis azotas		Vandenyje tirpus K_2O	1) Suminis azotas 2) Jei azotas kuriuo nors vienu iš 2–4 pavidalų sudaro bent 1 % masės, jį būtina deklaruoti 3) Jei biureto kiekis mažesnis kaip 0,2 %, galima įrašyti žodžius „mažas biureto kiekis“		1) Vandenyje tirpus kalio oksidas 2) Nuoroda „Mažas chlorido kiekis“ taikoma ne didesniam kaip 2 % Cl kiekiui 3) Gali būti deklaruojamas chlorido kiekis

C.2.7	Tipo pavadinimas:	PK trąšų tirpalas.
	Duomenys apie gamybos būdą:	Produktas, gaunamas cheminiu būdu ir tirpinant vandenyje, atmosferos slėgiui atspariu pavidalu, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų.
	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis):	— Suminis kiekis: 18 % (P_2O_5 + K_2O), — Kiekvienos maistinės medžiagos: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

▼B

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	Vandenyje tirpus P_2O_5	Vandenyje tirpus K_2O		Vandenyje tirpus P_2O_5	1) Vandenyje tirpus kalio oksidas 2) Nuoroda „Mažas chlorido kiekis“ taikoma ne didesniam kaip 2 % Cl kiekiui 3) Gali būti deklaruojamas chlorido kiekis

C.2.8	Tipo pavadinimas:	PK trąšų suspensija.
	Duomenys apie gamybos būdą:	Skystasis produktas, kurio maistinės medžiagos gaunamos iš vandeniniame tirpale ir suspensijoje esančių medžiagų, nepridedant gyvulinės arba augalinės kilmės organinių maistinių medžiagų.
	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis):	— Suminis kiekis: 18 % (P_2O_5 + K_2O), — Kiekvienos maistinės medžiagos: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Deklaruojamas pavidalas, tirpumas ir maistinių medžiagų kiekis, kaip nurodyta 4, 5 ir 6 skiltyse Dalelių dydis			Duomenys trąšoms identifikuoti Kiti reikalavimai		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	1) Vandenyje tirpus P_2O_5 2) P_2O_5, tirpus neutraliame amonio citrate 3) P_2O_5,tirpus neutraliame amonio citrate ir vandenyje	Vandenyje tirpus K_2O		1) Jei vandenyje tirpaus P_2O_5 yra mažiau kaip 2 %, turi būti nurodomas tik jo tirpumas pagal 2 2) Jei vandenyje tirpaus P_2O_5 yra bent 2 %, turi būti nurodomas jo tirpumas pagal 3 ir vandenyje tirpaus P_2O_5 kiekis Trąšose neturi būti tomamilčių, aliuminio-kalcio fosfato, termofosfatų, iš dalies ištirpintų gamtinių fosfatų arba gamtinių fosfatų	1) Vandenyje tirpus kalio oksidas 2) Nuoroda „Mažas chlorido kiekis“ taikoma ne didesniam kaip 2 % Cl kiekiui 3) Gali būti deklaruojamas chlorido kiekis

D. **Neorganinės antrinių maistinių medžiagų trąšos**

Nr.	Tipo pavadinimas	Duomenys apie gamybos metodą ir pagrindinius ingredientus	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) Maistinių medžiagų kiekio išraiškos duomenys Kiti reikalavimai	Kiti tipo žymėjimo duomenys	Deklaruojamas maistinių medžiagų kiekis Maistinių medžiagų pavidalas ir tirpumas Kiti kriterijai
1	2	3	4	5	6
1	Kalcio sulfatas	Gamtinis arba pramoninis produktas, turintis kalcio sulfato, hidratuoto įvairiu laipsniu	25 % CaO 35 % SO_3 Kalcis ir siera, išreikšti kaip CaO + SO_3 suminis kiekis Malimo smulkumas: — bent 80 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 2 mm, — bent 99 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 10 mm.	Gali būti rašomi įprastiniai prekių pavadinimai	Suminis sieros trioksido kiekis Neprivaloma: suminis CaO

▼B

1	2	3	4	5	6
2	Kalcio chlorido tirpalas	Pramoninis kalcio chlorido tirpalas	12 % CaO Kalcis, išreikštas vandenyje tirpiu CaO		Kalcio oksidas Neprivaloma: augalams purkšti
3	Elementinė siera	Palyginti gerai išgrynintas gamtinis arba pramoninis produktas	98 % S (245 %: SO_3) Siera, išreikšta kaip suminis SO_3		Suminis sieros trioksido kiekis
4	Kizeritas	Gamtinis produktas, kurio pagrindinis komponentas – magnio sulfato monohidratas	24 % MgO 45 % SO_3 Magnis ir siera, išreikšti kaip vandenyje tirpus magnio oksidas ir sieros trioksidas	Gali būti rašomi įprastiniai prekių pavadinimai	Vandenyje tirpus magnio oksidas Neprivaloma: vandenyje tirpus sieros trioksidas
5	Magnio sulfatas	Produktas, kurio pagrindinis komponentas – magnio sulfato heptahidratas	15 % MgO 28 % SO_3 Magnis ir siera, išreikšti kaip vandenyje tirpus magnio oksidas ir sieros trioksidas	Gali būti rašomi įprastiniai prekių pavadinimai	Vandenyje tirpus magnio oksidas Neprivaloma: vandenyje tirpus sieros trioksidas
5.1	Magnio sulfato tirpalas	Produktas, gaunamas vandenyje tirpinant pramoninį magnio sulfatą	5 % MgO 10 % SO_3 Magnis ir siera, išreikšti kaip vandenyje tirpus magnio oksidas ir sieros trioksidas	Gali būti rašomi įprastiniai prekių pavadinimai	Vandenyje tirpus magnio oksidas Neprivaloma: vandenyje tirpus sieros trioksidas
5.2	Magnio hidroksidas	Produktas, gaunamas cheminiu būdu, pagrindinis ingredientas – magnio hidroksidas	60 % MgO Dalelių dydis: bent 99 % praeina per sietą, kurio akučių dydis – 0,063 mm		Suminis magnio oksidas
5.3	Magnio hidroksido suspensija	Produktas, gaunamas gaminant 5.2 tipo medžiagos suspensija	24 % MgO		Suminis magnio oksidas

1	2	3	4	5	6
6	Magnio chlorido tirpalas	Produktas, gaminamas tirpinant pramoninį magnio chloridą	13 % MgO Magnis, išreikštas kaip magnio oksidas Didžiausias kalcio kiekis: 3 % CaO		Magnio oksidas

E. **Neorganinės mikroelementų trąšos**

Paaiškinimas: Šios pastabos taikomos visai E.3 skirsnyje.

1 pastaba: Kompleksonas gali būti žymimas jo simboliu, kaip nurodyta E skirsnyje.

2 pastaba: Jei tirpinant produktą nelieka kieto likučio, produktas gali būti aprašytas kaip „tirpinamas“.

3 pastaba: Jei mikroelementai yra chelato pavidalu, turi būti nurodytas pH intervalas, kuriame būtų užtikrintas priimtinas chelatą sudarančios dalies patvarumas.

E.1. *Trąšos, turinčios tik vieną mikroelementą*

E.1.1. *Boras*

Nr.	Tipo pavadinimas	Duomenys apie gamybos metodą ir pagrindinius ingredientus	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) Maistinių medžiagų kiekio išraiškos duomenys Kiti reikalavimai	Kiti tipo žymėjimo duomenys	Deklaruojamas maistinių medžiagų kiekis Maistinių medžiagų pavidalas ir tirpumas Kiti kriterijai
1	2	3	4	5	6
1a	Boro rūgštis	Produktas, gaunamas rūgštimi veikiant boratą	14 % vandenyje tirpaus B	Gali būti rašomi įprastiniai prekių pavadinimai	Vandenyje tirpus boras (B)
1b	Natrio boratas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis komponentas – natrio boratas	10 % vandenyje tirpaus B	Gali būti rašomi įprastiniai prekių pavadinimai	Vandenyje tirpus boras (B)
1c	Kalcio boratas	Produktas, gaunamas iš kolemanito arba pandermito, kurio pagrindiniai ingredientai – kalcio boratai	7 % suminio B Dalelių dydis: mažiausiai 98 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,063 mm	Gali būti rašomi įprastiniai prekių pavadinimai	Suminis boras (B)

▼B

1	2	3	4	5	6
1d	Boro etanolaminas	Produktas, gaunamas reaguojant boro rūgščiai ir 2-aminoetanoliui	8 % vandenyje tirpaus B		Vandenyje tirpus boras (B)
1e	Boro trąšų tirpalas	Produktas, gaunamas tirpinant 1a ir (arba) 1b, ir (arba) 1d tipo boro junginius	2 % vandenyje tirpaus B	Į tipo pavadinimą turi būti įtraukti esančių komponentų pavadinimai	Vandenyje tirpus boras (B)
1f	Boro trąšų suspensija	Produktas, gaunamas vandenyje suspenduojant 1a ir (arba) 1b, ir (arba) 1d tipo boro junginius	2 % vandenyje tirpaus B	Į tipo apibūdinimą turi būti įtraukti esančių komponentų pavadinimai	Vandenyje tirpus boras (B)

E.1.2. *Kobaltas*

Nr.	Tipo pavadinimas	Duomenys apie gamybos metodą ir pagrindinius ingredientus	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) Maistinių medžiagų kiekio išraiškos duomenys Kiti reikalavimai	Kiti tipo žymėjimo duomenys	Deklaruojamas maistinių medžiagų kiekis Maistinių medžiagų pavidalas ir tirpumas Kiti kriterijai
1	2	3	4	5	6
2a	Kobalto druska	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas – kobalto neorganinė druska	19 % vandenyje tirpaus Co	Į tipo pavadinimą turi būti įtrauktas neorganinio anijono pavadinimas	Vandenyje tirpus kobaltas (Co)
2b	Kobalto chelatas	Vandenyje tirpus produktas, gaunamas cheminiu būdu reaguojant kobaltui ir kompleksonui	2 % vandenyje tirpaus Co, kurio mažiausiai 8/10 deklaruojamo kiekio sudaro chelatas	Kompleksono pavadinimas	Vandenyje tirpus kobaltas (Co) Chelatinis kobaltas (Co)
2c	Kobalto trąšų tirpalas	Produktas, gaunamas vandenyje tirpinant 2a tipų ir (arba) vieną iš 2b tipo junginius	2 % vandenyje tirpaus Co	Į tipo pavadinimą turi būti įtraukta: 1) neorganinio (-ų) anijono (-ų) pavadinimas (-ai) 2) visų kompleksonų, jei yra, pavadinimas	Vandenyje tirpus kobaltas (Co) Chelatinis kobaltas (Co), jei yra

▼B

E.1.3. *Varis*

Nr.	Tipo pavadinimas	Duomenys apie gamybos metodą ir pagrindinius ingredientus	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) Maistinių medžiagų kiekio išraiškos duomenys Kiti reikalavimai	Kiti tipo žymėjimo duomenys	Deklaruojamas maistinių medžiagų kiekis Maistinių medžiagų pavidalas ir tirpumas Kiti kriterijai
1	2	3	4	5	6
3a	Vario druska	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas – vario neorganinė druska	20 % vandenyje tirpaus Cu	Į tipo pavadinimą turi būti įtrauktas neorganinio anijono pavadinimas	Vandenyje tirpus varis (Cu)
3b	Vario oksidas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas – vario oksidas	70 % suminio Cu Dalelių dydis: mažiausiai 98 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,063 mm		Suminis varis (Cu)
3c	Vario hidroksidas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas – vario hidroksidas	45 % suminio Cu Dalelių dydis: mažiausiai 98 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,063 mm		Suminis varis (Cu)
3d	Vario chelatas	Vandenyje tirpus produktas, gaunamas cheminiu būdu reaguojant variui ir kompleksonui	9 % vandenyje tirpaus Cu, kurio mažiausiai 8/10 deklaruotojo kiekio sudaro chelatas	Kompleksono pavadinimas	Vandenyje tirpus varis (Cu) Chelatinis varis (Cu), jei yra
3e	Vario trąšos	Produktas, gaunamas maišant 3a ir (arba) 3b, ir (arba) 3c, ir (arba) vieną iš 3d tipo junginių, ir prireikus užpildą, kuris nėra maistinė arba toksiška medžiaga	5 % suminio Cu	Į tipo pavadinimą turi būti įtraukti: a) vario komponentų pavadinimas (-ai); b) visų kompleksonų, jei yra, pavadinimai.	Suminis varis (Cu) Vandenyje tirpus varis (Cu), jei jis sudaro bent ¼ suminio vario Chelatinis varis (Cu), jei yra

▼B

1	2	3	4	5	6
3f	Vario trąšų tirpalas	Produktas, gaunamas vandenyje tirpinant 3a tipo ir (arba) vieną iš 3d tipo junginių	3 % vandenyje tirpaus Cu	Į tipo pavadinimą turi būti įtraukti: a) neorganinio (-ų) anijono (-ų) pavadinimas (-ai); b) visu kompleksonų, jei yra, pavadinimai.	Vandenyje tirpus varis (Cu) Chelatinis varis (Cu), jei yra
3 g	Vario oksichloridas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas – vario oksichloridas [$Cu_2Cl(OH)_3$].	50 % suminio Cu Dalelių dydis: mažiausiai 98 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,063 mm		Suminis varis (Cu)
3h	Vario oksichlorido suspensija	Produktas, gaunamas suspenduojant 3 g tipo medžiagą	17 % suminio Cu		Suminis varis (Cu)

▼M4

E.1.4. *Geležis*

Nr.	Rūšies pavadinimas	Duomenys apie gamybos būdą ir pagrindines sudedamąsias dalis	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (svorio dalis procentais). Maistinių medžiagų išraiška. Kiti reikalavimai	Kiti duomenys apie rūšies pavadinimą	Deklaruojamoji maistinių medžiagų sudėtis. Maistinių medžiagų forma ir tirpumas. Kiti kriterijai
1	2	3	4	5	6
4a	Geležies druska	Cheminiu būdu pagamintas produktas, kuriame pagrindinė sudedamoji dalis yra mineralinė geležies druska	12 % vandenyje tirpios Fe	Turi būti pateikiamas mineralinio anijono pavadinimas	Vandenyje tirpi geležis (Fe)
4b	Geležies kompleksonas	Vandenyje tirpus produktas, susidaręs geležies ir I priedo E.3. skirsnyje pateiktame sąraše nurodyto (-ų) kompleksono (-ų) cheminės reakcijos metu	5 % vandenyje tirpios geležies, kurioje yra ne mažiau kaip 80 % chelatą sudarančios dalies ir ne mažiau kaip 50 % vandenyje tirpios geležies sudaro chelatinius junginius su deklaruotu (-ais) kompleksonu (-ais)	Kiekvieno I priedo E.3.1. skirsnyje nurodyto kompleksono, kuris sudaro chelatinius junginius su ne mažiau kaip 1 % vandenyje tirpios geležies, pavadinimas	Vandenyje tirpi geležis (Fe) Su kiekvienu kompleksonu, deklaruotu rūšies pavadinime, kurį galima nustatyti ir kiekybiškai įvertinti taikant Europos standartą, chelatinius junginius sudaranti geležis (Fe)

▼M4

1	2	3	4	5	6
4c	Geležies trąšų tirpalas	Produktas, susidarantis vandenyje tirpinant 4a ir (arba) 4b rūšis	2 % vandenyje tirpios Fe	Pavadinimą turi sudaryti: 1) mineralinio anijono (-ų) pavadinimas (-ai) 2) kompleksono, jei yra, kuris sudaro chelatinius junginius su ne mažiau kaip 1 % vandenyje tirpios geležies (Fe), pavadinimas	Vandenyje tirpi geležis (Fe) Chelatinė geležis (Fe), jei yra Su kiekvienu kompleksonu, deklaruotu rūšies pavadinime, kurį galima nustatyti ir kiekybiškai įvertinti taikant Europos standartą, chelatinius junginius sudaranti geležis (Fe)

▼B

E.1.5. *Manganas*

Nr.	Tipo pavadinimas	Duomenys apie gamybos metodą ir pagrindinius ingredientus	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) Maistinių medžiagų kiekio išraiškos duomenys Kiti reikalavimai	Kiti tipo žymėjimo duomenys	Deklaruojamas maistinių medžiagų kiekis Maistinių medžiagų pavidalas ir tirpumas Kiti kriterijai
1	2	3	4	5	6
5a	Mangano druska	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas – neorganinė mangano druska (Mn II)	17 % vandenyje tirpaus Mn	►C1 Į tipo pavadinimą turi būti įtrauktas sujungtojo anijono pavadinimas ◄	Vandenyje tirpus manganas (Mn)
5b	Mangano chelatas	Vandenyje tirpus produktas, gaunamas cheminiu būdu reaguojant manganui ir kompleksonui	5 % vandenyje tirpaus Mn, kurio mažiausiai 8/10 deklaruotojo kiekio sudaro chelatas	Kompleksono pavadinimas	Vandenyje tirpus manganas (Mn) Chelatinis manganas (Mn)
5c	Mangano oksidas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindiniai ingredientai – mangano oksidai	40 % suminio Mn Dalelių dydis: mažiausiai 80 % praeina per sietą, kurio akučių dydis 0,063 mm		Suminis manganas (Mn)

▼B

1	2	3	4	5	6
5d	Mangano trąšos	Produktas, gaunamas maišant 5a ir 5c tipo junginius	17 % suminio Mn	Į tipo pavadinimą turi būti įtraukti mangano komponentų pavadinimai	Suminis manganas (Mn) Vandenyje tirpus manganas (Mn), jei jis sudaro bent ¼ suminio mangano
5e	Mangano trąšų tirpalas	Produktas, gaunamas vandenyje tirpinant 5a ir (arba) vieną iš 5b tipo junginių	3 % vandenyje tirpaus Mn	Į tipo pavadinimą turi būti įtraukti: a) neorganinio (-ų) anijono (-ų) pavadinimas (-ai); b) visų kompleksonų, jei yra, pavadinimai	Vandenyje tirpus manganas (Mn) Chelatinis manganas (Mn), jei yra

E.1.6. *Molibdenas*

Nr.	Tipo pavadinimas	Duomenys apie gamybos metodą ir pagrindinius ingredientus	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) Maistinių medžiagų kiekio išraiškos duomenys Kiti reikalavimai	Kiti tipo žymėjimo duomenys	Deklaruojamas maistinių medžiagų kiekis Maistinių medžiagų pavidalas ir tirpumas Kiti kriterijai
1	2	3	4	5	6
6a	Natrio molibdatas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas – natrio molibdatas	35 % vandenyje tirpaus Mo		Vandenyje tirpus molibdenas (Mo)
6b	Amonio molibdatas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas – amonio molibdatas	50 % vandenyje tirpaus Mo		Vandenyje tirpus molibdenas (Mo)
6c	Molibdeno trąšos	Produktas, gaunamas maišant 6a ir 6b tipo junginius	35 % vandenyje tirpaus Mo	Į tipo pavadinimą turi būti įtraukti molibdeno komponentų pavadinimai	Vandenyje tirpus molibdenas (Mo)
6d	Molibdeno trąšų tirpalas	Produktas, gaunamas vandenyje tirpinant 6a ir (arba) vieną iš 6b tipo junginių	3 % vandenyje tirpaus Mo	Į tipo pavadinimą turi būti įtraukti molibdeno komponentų pavadinimas (-ai)	Vandenyje tirpus molibdenas (Mo)

E.1.7. *Cinkas*

Nr.	Tipo pavadinimas	Duomenys apie gamybos metodą ir pagrindinius ingredientus	Mažiausias maistinių medžiagų kiekis (masės procentinė dalis) Maistinių medžiagų kiekio išraiškos duomenys Kiti reikalavimai	Kiti tipo žymėjimo duomenys	Deklaruojamas maistinių medžiagų kiekis Maistinių medžiagų pavidalas ir tirpumas Kiti kriterijai
1	2	3	4	5	6
7a	Cinko druska	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas – neorganinė cinko druska	15 % vandenyje tirpaus Zn	Į tipo pavadinimą turi būti įtrauktas neorganinio anijono pavadinimas	Vandenyje tirpus cinkas (Zn)
7b	Cinko chelatas	Vandenyje tirpus produktas, gaunamas cheminiu būdu reaguojant cinkui ir kompleksonui	5 % vandenyje tirpaus Zn, kurio mažiausiai 8/10 deklaruotojo kiekio sudaro chelatas	Kompleksono pavadinimas	Vandenyje tirpus cinkas (Zn) Chelatinis cinkas (Zn)
7c	Cinko oksidas	Cheminiu būdu gaunamas produktas, kurio pagrindinis ingredientas – cinko oksidas	70 % suminio Zn Dalelių dydis: mažiausiai 80 % praeina per sietą, kurio akučių dydis – 0,063 mm		Suminis cinkas (Zn)
7d	Cinko trąšos	Produktas, gaunamas maišant 7a ir 7c tipo junginius	30 % suminio Zn	Į tipo pavadinimą turi būti įtraukti cinko komponentų pavadinimai	Suminis cinkas (Zn) Vandenyje tirpus cinkas (Zn), jei jis sudaro bent ¼ suminio cinko (Zn)
7e	Cinko trąšų tirpalas	Produktas, gaunamas vandenyje tirpinant 7a ir (arba) vieną iš 7b tipo junginių	3 % vandenyje tirpaus Zn	Į tipo pavadinimą turi būti įtraukti: 1) neorganinio (-ų) anijono (-ų) pavadinimas (-ai); 2) visų kompleksonų, jei yra, pavadinimai.	Vandenyje tirpus cinkas (Zn) Chelatinis cinkas (Zn), jei yra

▼B

E.2. *Mažiausias mikroelementų kiekis, išreikštas trąšų masės procentine dalimi*

E.2.1. *Kietieji arba skystieji mikroelementų mišiniai*

	Jei mikroelementas yra:	
	tik neorganinis	chelatas arba sudaro kompleksą
Mikroelementas:		
Boras (B)	0,2	0,2
Kobaltas (Co)	0,02	0,02
Varis (Cu)	0,5	0,1
Geležis (Fe)	2,0	0,3
Manganas (Mn)	0,5	0,1
Molibdenas (Mo)	0,02	–
Cinkas (Zn)	0,5	0,1

Mažiausias suminis mikroelemento kiekis kietajame mišinyje: 5 % trąšų masės.

Mažiausias suminis mikroelemento kiekis skystajame mišinyje: 2 % trąšų masės.

E.2.2. *EB trąšos, turinčios pagrindinių ir (arba) antrinių maistinių medžiagų su mikroelementais, įterpiamais į dirvožemį*

	Pasėliai arba pievos	Sodininkystė
Boras (B)	0,01	0,01
Kobaltas (Co)	0,002	–
Varis (Cu)	0,01	0,002
Geležis (Fe)	0,5	0,02
Manganas (Mn)	0,1	0,01
Molibdenas (Mo)	0,001	0,001
Cinkas (Zn)	0,01	0,002

E.2.3. *EB trąšos, turinčios pagrindinių ir (arba) antrinių maistinių medžiagų su mikroelementais lapams purkšti*

Boras (B)	0,010
Kobaltas (Co)	0,002
Varis (Cu)	0,002
Geležis (Fe)	0,020
Manganas (Mn)	0,010
Molibdenas (Mo)	0,001
Cinkas (Zn)	0,002

▼M4

E.3. *Patvirtintų organinių kompleksonų ir mikroelementų kompleksodarių sąrašas*

Toliau nurodytos medžiagos yra patvirtintos, jeigu atitinkamas maistinis kompleksonas atitinka Tarybos direktyvos 67/548/EEB reikalavimus ([1]).

E.3.1. *Kompleksonai* ([2])

Rūgštys arba natrio, kalio ir amonio druskos:

			Rūgšties CAS Nr. ([3])
Etilendiamintetraacto rūgštis	EDTA	$C_{10}H_{16}O_8N_2$	60-00-4
2-hidroksietiltilendiamintriacto rūgštis	HEEDTA	$C_{10}H_{18}O_7N_2$	150-39-0
Dietilentriaminpentaacto rūgštis	DTPA	$C_{14}H_{23}O_{10}N_3$	67-43-6
Etilendiamin-N,N-di [(orto-hidroksifenil)acto rūgštis]	[o,o] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	1170-02-1
Etilendiamin-N-[(orto-hidroksifenil)acto rūgštis]N'-[(para-hidroksifenil)acto rūgštis]	[o,p] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	475475-49-1
Etilendiamin-N,N-di [(orto-hidroksi-metilfenil)acto rūgštis]	[o,o] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641632-90-8
Etilendiamin-N-[(orto-hidroksi-metilfenil)acto rūgštis]N'-[(para-hidroks-metilifenil)acto rūgštis]	[o,p] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641633-41-2
Etilendiamin-N,N'-di[(5-karboksi-2-hidroksifenil) acto rūgštis]	EDDCHA	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$	85120-53-2
Etilendiamin-N,N'-di[(2-hidroksi-5-sulfofenil) acto ir jos kondensacijos produktai	EDDHSA	$C_{18}H_{20}O_{12}N_2S_2$ + n* ($C_{12}H_{14}O_8N_2S$)	57368-07-7 ir 642045-40-7

E.3.2. *Kompleksodariai:*

Sąrašas dar turi būti sudarytas.

▼M5

F. **Nitrifikacijos ir ureazės inhibitoriai**

Toliau F.1 ir F.2 lentelėse išvardyti ureazės ir nitrifikacijos inhibitoriai gali būti dedami į I priedo A.1, B.1, B.2, B.3, C.1 ir C.2 skirsniuose išvardytų tipų azoto trąšas, laikantis šių nuostatų:

1) bent 50 % suminio trąšose esančio azoto kiekio sudaro azotas 3 stulpelyje nurodytomis formomis;

2) trąšų tipai nepriklauso 4 stulpelyje nurodytiems trąšų tipams.

Jei į trąšas įdėta F.1 lentelėje nurodyto nitrifikacijos inhibitoriaus, šalia nuorodos apie trąšų tipą rašomi žodžiai „su nitrifikacijos inhibitoriumi ([nitrifikacijos inhibitoriaus tipo pavadinimas])“.

([1]) OL 196, 1967 8 16, p. 1.
([2]) Kompleksonus reikia nustatyti ir kiekybiškai įvertinti taikant Europos standartus, kurie apima minėtus kompleksonus.
([3]) Pateikiama tik susipažinti.

▼**M5**

Jei į trąšas įdėta F.2 lentelėje nurodyto ureazės inhibitoriaus, šalia nuorodos apie trąšų tipą rašomi žodžiai „su ureazės inhibitoriumi ([nurodyti nitrifikacijos inhibitoriaus paskirtį])“.

Už prekybą atsakingas asmuo privalo ant kiekvienos pakuotės arba didmenos siuntos pateikti kuo išsamesnę techninę informaciją. Remdamasis šia informacija naudotojas turi galėti nuspręsti dėl naudojimo normų ir dažnumo auginamų kultūrų atžvilgiu.

Įvertinus techninius dokumentus, pateiktus vadovaujantis šiems junginiams parengtomis gairėmis, F1 ir F2 lentelėse gali būti (atitinkamai) nurodyti nauji nitrifikacijos inhibitoriai arba ureazės inhibitoriai.

F.1. *Nitrifikacijos inhibitoriai*

Nr.	Nitrifikacijos inhibitoriaus tipo pavadinimas ir sudėtis	Mažiausias ir didžiausias inhibitoriaus kiekis, išreikštas procentine suminio azoto – amonio azoto ir karbamido azoto – masės dalimi	EB trąšų tipai, į kurias inhibitorius negali būti dedamas	Nitrifikacijos inhibitorių, su kuriais leidžiami mišiniai, aprašymas Duomenys apie leistiną santykį
1	2	3	4	5
1	Diciandiamidas ELINCS Nr. 207–312–8	Mažiausiai 2,25; Daugiausia 4,5		

F.2. *Ureazės inhibitoriai*

Nr.	Ureazės inhibitoriaus tipo pavadinimas ir sudėtis	Mažiausias ir didžiausias inhibitoriaus kiekis, išreikštas procentine suminio azoto – karbamido azoto – masės dalimi	EB trąšų tipai, į kurias inhibitorius negali būti dedamas	Ureazės inhibitorių, su kuriais leidžiami mišiniai, aprašymas Duomenys apie leistiną santykį
1	2	3	4	5
1	N-(n-butil) tiofosforo triamidas (NBPT) ELINCS Nr. 435–740–7	Mažiausiai 0,09; Daugiausia 0,20		

▼B

II PRIEDAS

LEISTINO NUOKRYPIO VERTĖS

Šiame priede pateiktos leistini nuokrypio vertės yra neigiamos vertės, išreikštos masės procentine dalimi.

Atitinkamo tipo EB trąšose nurodyto maistinių medžiagų kiekio leistino nuokrypio vertės pateikti šioje lentelėje.

1. **Neorganinių paprastųjų trąšų pagrindinių maistinių medžiagų, išreikštų kaip N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl, masės procentinės dalies absoliučioji vertė**

1.1. *Azoto trąšos*

kalcio nitratas	0,4
kalcio-magnio nitratas	0,4
natrio nitratas	0,4
Čilės salietra	0,4
kalcio cianamidas	1,0
kalcio-cianamido nitratas	1,0
amonio sulfatas	0,3
amonio nitratas arba kalcio-amonio nitratas:	
– iki 32 % trąšų masės imtinai	0,8
– daugiau kaip 32 %	0,6
amonio sulfatas-nitratas	0,8
magnio sulfatas-nitratas	0,8
magnio-amonio nitratas	0,8
karbamidas	0,4
kalcio nitrato suspensija	0,4
azoto trąšų ir karbamido formaldehido tirpalas	0,4
azoto trąšų ir karbamido formaldehido suspensija	0,4
karbamido-amonio sulfatas	0,5
azoto trąšų tirpalas	0,6
amonio nitrato ir karbamido tirpalas	0,6

1.2. *Fosforo trąšos*

Tomamilčiai:	
– deklaruojamas kiekis, išreikštas 2 % masės tikslumu	0,0
– deklaruojamas kiekis, išreikštas vienu skaičiumi	1,0

Kitos fosforo trąšos

P_2O_5 tirpumas:	(trąšos numeris I priede)	
– neorganinėje rūgštyje	(3, 6, 7)	0,8
– skruzdžių rūgštyje	(7)	0,8
– neutraliame amonio citrato tirpale	(2a, 2b, 2c)	0,8
– šarminiame amonio citrato tirpale	(4, 5, 6)	0,8
– vandenyje	(2a, 2b, 3)	0,9
	(2c)	1,3

▼B

1.3. *Kalio trąšos*

kainitas	1,5
sodrinta kainito druska	1,0
kalio chloridas:	
– iki 55 % imtinai	1,0
– daugiau kaip 55 %	0,5
kalio chloridas, turintis magnio druskos	1,5
kalio sulfatas	0,5
kalio sulfatas, turintis magnio druskos	1,5

1.4. *Kiti komponentai*

chloridas	0,2

2. **Neorganinės sudėtinės pagrindinių maistinių medžiagų trąšos**

2.1. *Maistiniai elementai*

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

2.2. *Suminis neigiamas deklaruojamos vertės nuokrypis*

dvinarės trąšos	1,5
trinarės trąšos	1,9

3. **Antrinės maistinės medžiagos trąšose**

Deklaruojamo kalcio, magnio, natrio ir sieros kiekio leistino nuokrypio vertės turi būti lygios šio maistinių medžiagų kiekio ketvirtadaliui, bet ne didesnės kaip 0,9 % CaO, MgO, Na_2O ir SO_3 kiekio absoliučiosios vertės, t. y. 0,64 Ca, 0,55 Mg, 0,67 Na ir 0,36 S.

4. **Mikroelementai trąšose**

Deklaruojamo mikroelementų kiekio leistino nuokrypio vertės turi būti:

— 0,4 % absoliučiosios vertės, jei kiekis yra didesnis kaip 2 %,

— viena penktoji deklaruojamos vertės, jei kiekis ne didesnis kaip 2 %.

Deklaruojamo įvairių pavidalų azoto arba deklaruojamo fosforo pentoksido tirpumo verčių leistino nuokrypio vertės yra lygios vienam dešimtadaliui suminio atitinkamos maistinės medžiagos kiekio, bet ne didesnės kaip 2 % masės, jei šios maistinės medžiagos suminis kiekis atitinka I priede nustatytas ribines vertes ir pirmiau nustatytas leistino nuokrypio vertes.

▼B

III PRIEDAS

TECHNINĖS NUOSTATOS DĖL DIDELĮ AZOTO KIEKĮ TURINČIŲ AMONIO NITRATO TRĄŠŲ

1. **Didelį azoto kiekį turinčių paprastųjų amonio nitrato trąšų charakteristikos ir ribinės vertės**

1.1. *Akytumas (alyvos išlaikymas)*

Trąšų, kurios iš pradžių turi patirti du 25–50 °C temperatūros šiluminius ciklus, atitinkančius šio priedo 3 skyriaus 2 dalį, alyvos išlaikymo laipsnis turi neviršyti 4 % masės.

1.2. *Degieji ingredientai*

Degiųjų medžiagų, matuojamų anglies kiekiu, procentinė dalis turi neviršyti 0,2 % masės, jei azoto kiekis trąšose sudaro bent 31,5 % masės, ir turi neviršyti 0,4 % masės, jei azoto kiekis trąšose sudaro bent 28 %, bet ne daugiau 31,5 masės.

1.3. *pH*

10 g trąšų tirpalo 100 ml vandens pH vertė turi būti bent 4,5.

1.4. *Dalelių dydžio analizė*

Trąšų, kurios praeitų per sietą su 1 mm akutėmis, masės dalis neturi būti didesnė kaip 5 %, kurios praeitų per sietą su 0,5 mm akutėmis – neturi būti didesnė kaip 3 % masės.

1.5. *Chloras*

Didžiausias leistinas chloro kiekis – 0,02 % masės.

1.6. *Sunkieji metalai*

Sunkieji metalai neturėtų būti dedami sąmoningai, ir visos atsitiktinės gamybos priemaišos neturėtų viršyti komiteto nustatytos ribinės vertės.

Vario kiekis neturi būti didesnis kaip 10 mg/kg.

2. **Didelį azoto kiekį turinčių amonio nitrato trąšų atsparumo detonacijai bandymo aprašymas**

Bandymas turi būti daromas su tipiniu trąšų ėminiu. Prieš darant atsparumo detonacijai bandymą, visas ėminys penkis kartus turi būti veikiamas šiluminiais ciklais, atitinkančiais šio priedo 3 skyriaus 3 dalies nuostatas.

Trąšų atsparumo detonacijai bandymas turi būti daromas horizontaliame plieniniame vamzdyje esant šioms sąlygoms:

— besiūlis plieninis vamzdis,

— vamzdžio ilgis: bent 1 000 mm,

— vardinis išorinis skersmuo: bent 114 mm,

— vardinis sienelių storis: bent 5 mm,

— tarpinis detonatorius: siekiant nustatyti ėminio jautrumą detonacijos perdavimui, tarpinio detonatoriaus tipas ir masė turėtų būti pasirinkti taip, kad ėminys būtų veikiamas kiek įmanoma didesniu detonaciniu slėgiu,

— bandymo temperatūra: 15–25 °C,

— švino cilindrai detonacijos buvimui patvirtinti: skersmuo – 50 mm, aukštis – 100 mm,

— įtaisyti kas 150 mm ir horizontaliai laiko vamzdį. Bandymas turi būti daromas du kartus. Bandymas laikomas įtikinamu, jei darant abu bandymus vienas arba daugiau laikančių švino cilindrų yra suspaudžiami mažiau kaip 5 %.

▼B

3. **Metodai, taikomi tikrinant atitiktį ribinėms vertėms, nurodytoms III priedo 1 ir 2 skyriuose**

1 metodas

Šiluminių ciklų taikymo metodai

1. **Taikymo tikslas ir sritis**

Šiame dokumente apibrėžiamos metodikos kaip vykdyti šiluminius ciklus, taikomus didelį azoto kiekį turinčioms paprastosioms amonio nitrato trąšoms prieš alyvos išlaikymo bandymą, ir didelį azoto kiekį turinčioms paprastosioms bei sudėtinėms azoto trąšoms prieš detonacijos bandymą.

Laikoma, kad šiame skyriuje aprašyti uždarųjų terminių ciklų metodai pakankamai modeliuoja sąlygas, į kurias reikia atsižvelgti taikant II antraštinės dalies IV skyrių; tačiau šie metodai nebūtinai gali sumodeliuoti visas gabenimo ir laikymo sąlygas.

2. **Šiluminiai ciklai, nurodyti III priedo 1 skyriuje**

2.1. *Taikymo sritis*

Ši metodika skirta šiluminiams ciklams, taikomiems prieš darant alyvos išlaikymo trąšose bandymą.

2.2. *Metodo esmė*

Kambario temperatūros ėminys kaitinamas kūginėje kolboje iki 50 °C ir esant šiai temperatūrai laikomas dvi valandas (50 °C temperatūros tarpsnis). Toliau ėminys atvėsinamas iki 25 °C ir esant šiai temperatūrai laikomas dvi valandas (25 °C temperatūros tarpsnis). Nuoseklių 50 °C ir 25 °C temperatūros tarpsnių derinys sudaro vieną šiluminį ciklą. Po dviejų šiluminių ciklų ėminys laikomas esant 20 (± 3) °C temperatūrai ir nustatoma alyvos išlaikymo vertė.

2.3. *Aparatūra*

Naudojama tipinė laboratorinė įranga, būtent:

— vandens vonios 25 (± 1) °C ir 50 (± 1) °C temperatūrai užtikrinti,

— 150 ml tūrio kūginės kolbos.

2.4. *Darbo eiga*

70 (± 5) g ėminio dedama į kiekvieną kūginę kolbą, kuri sandariai užkemšama kamščiu.

Kas dvi valandas visos kolbos pernešamos iš vonios, kurios temperatūra 50 °C, į 25 °C temperatūros vonią ir atvirkščiai.

Palaikoma pastovi vandens temperatūra kiekvienoje vonioje, o vanduo visą laiką stipriai maišomas, kad jo lygis būtų virš ėminio lygio. Kamščiui nuo vandens kondensacijos apsaugoti uždedamas akytos gumos gaubtas.

3. **Šiluminiai ciklai, taikytini pagal III priedo 2 skyrių**

3.1. *Taikymo sritis*

Ši metodika skirta šiluminiams ciklams, taikomiems prieš darant atsparumo detonacijai bandymą.

3.2. *Metodo esmė*

Kambario temperatūros ėminys kaitinamas sandarioje dėžėje iki 50 °C ir esant šiai temperatūrai laikomas vieną valandą (50 °C temperatūros tarpsnis). Toliau ėminys atvėsinamas iki 25 °C ir esant šiai temperatūrai laikomas vieną valandą (25 °C temperatūros tarpsnis). Nuoseklių 50 °C ir 25 °C temperatūros tarpsnių derinys sudaro vieną šiluminį ciklą. Po reikiamo skaičiaus šiluminių ciklų ėminys laikomas prieš atsparumo detonacijai bandymą esant 20 (± 3) °C temperatūrai.

3.3. *Aparatūra*

— Vandens vonia 20–51 °C temperatūrai palaikyti, kurios kaitinimo ir atvėsimo greitis būtų ne mažesnis kaip 10 °C/h, arba dvi

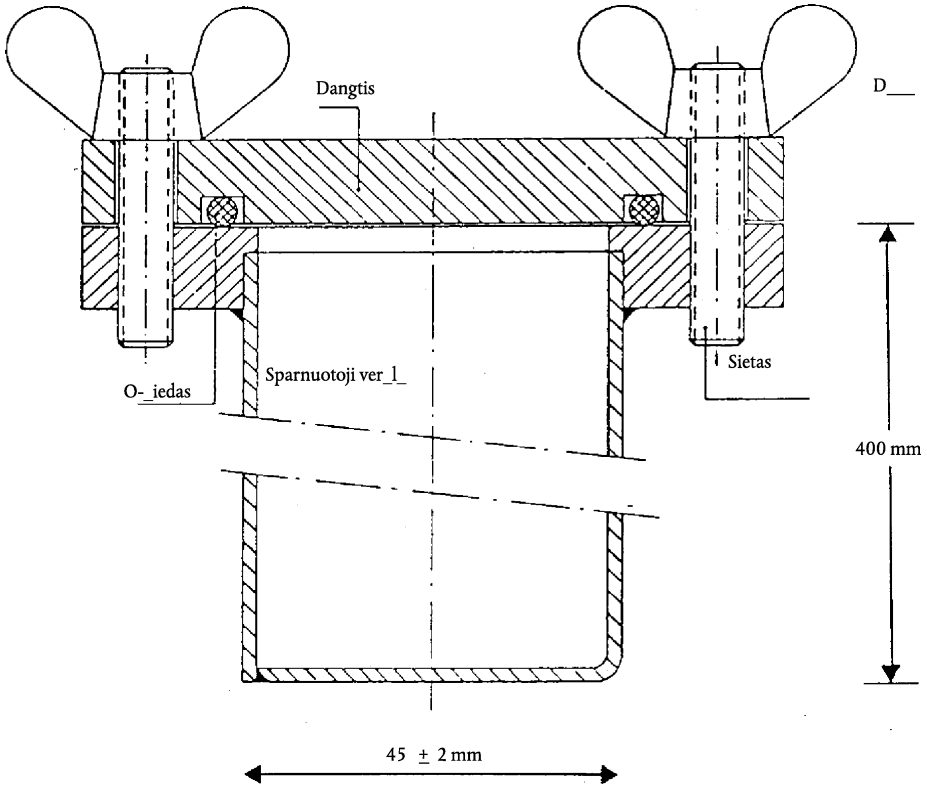
▼B

vandens vonios, kurių vienos temperatūra būtų 20 °C, kitos – 51 °C. Vanduo vonioje (-se) visą laiką maišomas; vonios talpa tūrėtų būti pakankamai didelė gerai vandens cirkuliacijai užtikrinti.

— Sandari dėžė iš nerūdijančio plieno, kurios centre yra įtaisytas termoelementas. Dėžės išorinis plotis – 45 (± 2) mm, sienų storis – 1,5 mm (žr. 1 paveikslą). Dėžės aukštis ir ilgis gali būti pasirinktas pagal vandens vonios matmenis, pvz., ilgis – 600 mm, aukštis – 400 mm.

3.4. *Darbo eiga*

Į dėžę dedama trąšų, kurių pakaktų vienam detonacijos bandymui, dangtis uždaromas. Dėžė statoma į vonią su vandeniu. Vanduo šildomas iki 51 °C, matuojama temperatūra trąšų tūrio centre. Kai temperatūra trąšų tūrio centre pasiekia 50 °C, laikoma vieną valandą ir vanduo atvėsinamas. Kai temperatūra trąšų tūrio centre sumažėja iki 25 °C, laikoma vieną valandą ir vanduo vėl šildomas antrajam ciklui pradėti. Jei naudojamos dvi vandens vonios, po kiekvieno kaitinimo (atvėsinimo) tarpsnio dėžė pernešama į kitą vonią.



1 paveikslas

2 metodas

Alyvos išlaikymo nustatymas

1. **Taikymo tikslas ir sritis**

Šiame dokumente aprašyta metodika, kaip nustatyti alyvos išlaikymą paprastosiose amonio nitrato trąšose, turinčiose didelį azoto kiekį.

Šis metodas tinka priliuotosioms ir granuliuotosioms trąšoms, neturinčioms alyvoje tirpių medžiagų.

2. **Apibrėžimas**

Alyvos išlaikymas trąšose – trąšose likęs alyvos kiekis, nustatytas esant apibrėžtoms bandymo sąlygomis ir išreikštas kaip masės procentinė dalis.

▼B

3. **Metodo esmė**

Ėminys nustatytą laiką laikomas visiškai panardintas į gazolį, vėliau alyvos pertekliui leidžiama nuvarvėti esant apibrėžtoms sąlygoms. Matuojamas ėminio masės padidėjimas.

4. **Reagentas**

Gazolis

Didžiausia klampa: 5 mPas, esant 40 °C.

Tankis: 0,8–0,85 g/ml, esant 20 °C.

Sieros kiekis: ≤ 1,0 % (m/m).

Peleningumas: ≤ 0,1 % (m/m).

5. **Aparatūra**

Tipinė laboratorinė aparatūra ir:

5.1. Svarstyklės, kuriomis galima sverti 0,01 g tikslumu.

5.2. 500 ml talpos cheminės stiklinės.

5.3. Piltuvas iš plastiko; pageidautina, kad jo viršutinė dalis būtų cilindro formos, maždaug 200 mm skersmens.

5.4. Bandymo sietas, akutės – 0,5 mm, įstatomas į piltuvą (5.3).

Pastaba:Piltuvas ir sietas turi būti tokio dydžio, kad tik kelios granulės galėtų būti viena virš kitos ir alyva galėtų lengvai ištekėti.

5.5. Filtravimo popierius, greito filtravimo tipo, krepinis, minkštas, masė – 150 g/m^2.

5.6. Sugeriamasis popierius (laboratorinės kokybės).

6. **Darbo eiga**

6.1. Vienas po kito greitai daromi du atskiri bandymai, naudojant skirtingas to paties ėminio dalis.

6.2. Naudojant sietą (5.4) atskiriamos mažesnės kaip 0,5 mm daleles (5.4). Maždaug 50 gramų ėminio sveriama 0,01 g tikslumu ir dedama į cheminę stiklinę (5.2). Įpilama pakankamai gazolio (4 skirsnis) granulėms visiškai apsemti, ir atsargiai maišoma visų granulių paviršiui visiškai sudrėkinti. Cheminė stiklinė uždengiama laikrodžio stiklu ir laikoma vieną valandą esant 25 (± 2) °C.

6.3. Visas cheminės stiklinės turinys filtruojamas per piltuvą (5.3), kuriame yra bandymo sietas (5.4). Ant sieto sulaikyta ėminio dalis laikoma vieną valandą, kad galėtų nutekėti didesnė alyvos pertekliaus dalis.

6.4. Ant lygaus paviršiaus vienas ant kito dedami du filtravimo popieriaus (5.5) lapai (maždaug 500 × 500 mm). Abiejų filtravimo popieriaus lapų keturi kraštai užlenkiami į viršų maždaug 40 mm, kad granulės negalėtų riedėti. Filtravimo popieriaus centre dedami du sugeriamojo popieriaus (5.6) sluoksniai. Visas sieto (5.4) turinys išpilamas ant sugeriamojo popieriaus ir granules tolygiai paskleidžiamos minkštu, lygiu šepetėliu. Po dviejų minučių vienas sugeriamojo popieriaus kraštas pakeliamas granulėms perpilti ant apačioje esančio filtravimo popieriaus ir granulės tolygiai paskleidžiamos šepetėliu ant filtravimo popieriaus. Ant ėminio uždedamas dar vienas filtravimo popieriaus lapas, kurio kraštai taip pat būtų užlenkti į viršų, ir sukamaisiais judesiais, šiek tiek spaudžiant, granulės ritinėjamos tarp filtravimo popieriaus lapų. Kas kiekvienus aštuonis sukamuosius judesius daroma pertrauka priešingiems filtravimo popieriaus kraštams pakelti, kad nuriedėjusios į pakraščius granulės būtų grąžintos į centrą. Laikomasi šios veiksmų tvarkos: daromi keturi išbaigti sukamieji judesiai iš pradžių pagal laikrodžio rodyklę, vėliau prieš laikrodžio rodyklę. Toliau granulės ridenamos į centrą pirmiau nurodytu būdu. Šis veiksmas kartojamas tris kartus (24 sukamieji judesiai, kraštai

▼B

pakeliami į viršų du kartus). Naujas filtravimo popieriaus lapas atsargiai įdedamas tarp apatinio ir virš jo esančio lapo, ir granulėms leidžiama nuriedėti ant naujo lapo pakeliant viršutinio lapo kraštus. Granulės uždengiamos nauju filtravimo popieriaus lapu ir kartojami pirmiau aprašyti veiksmai. Tuojau pat po ritinėjimo granulės suberiamos į pasvertą lėkštę ir dar kartą sveriamos 0,01 g tikslumu likusio gazolio masei nustatyti.

6.5. *Ritinėjimo ir svėrimo veiksmo kartojimas*

Jei ėminyje lieka daugiau kaip 2 g gazolio, ėminys dedamas ant naujų filtravimo popieriaus lapų ir kartojami ritinėjimo veiksmai, pakeliant kampus pagal 6.4 punktą (du kartus daromi aštuoni sukamieji judesiai, pakėlimas vieną kartą). Ėminys dar kartą sveriamas.

7. **Rezultatų išraiška**

7.1. *Apskaičiavimo metodas ir formulė*

Alyvos išlaikymas po kiekvieno nustatymo (6.1), išreikštas sijoto ėminio masės procentine dalimi, apskaičiuojamas pagal formulę:

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

čia:

m_1 – sijotos ėminio dalies (6.2) masė, g;

m_2 – ėminio masė pagal 6.4 arba 6.5 punktus, kaip paskutiniojo svėrimo rezultatas, g.

Galutinis rezultatas yra dviejų atskirų nustatymų aritmetinis vidurkis.

3 metodas

Degiųjų ingredientų nustatymas

1. **Taikymo tikslas ir sritis**

Šiame dokumente aprašyta metodika, kaip nustatyti degiųjų ingredientų kiekį paprastosiose amonio nitrato trąšose, turinčiose didelį azoto kiekį.

2. **Metodo esmė**

Veikiant rūgštimi iš pradžių šalinamas anglies dioksidas, gaunamas iš neorganinių užpildų. Organiniai junginiai oksiduojami chromo ir sieros rūgščių mišiniu. Susidaręs anglies dioksidas absorbuojamas bario hidroksido tirpalu. Nuosėdos tirpinamos vandenilio chlorido rūgšties tirpale ir jų kiekis nustatomas taikant atvirkštinį titravimą natrio hidroksido tirpalu.

3. **Reagentai**

3.1. Analiziškai grynas chromo (VI) trioksidas CrO_3.

3.2. Sieros rūgštis, 60 % tūrio: į vieno litro cheminę stiklinę įpilama 360 ml vandens ir atsargiai įpilama 640 ml sieros rūgšties (tankis = 1,83 g/ml, esant 20 °C).

3.3. Sidabro nitratas: 0,1 mol/l tirpalas.

3.4. *Bario hidroksidas*

Sveriama 15 gramų bario hidroksido ($Ba(OH)_2 \times 8H_2O$) ir visiškai ištirpinama karštame vandenyje. Atvėsintas tirpalas supilamas į vieno litro kolbą. Skiedžiama iki žymos ir sumaišoma. Filtruojama per kelių sluoksnių filtravimo popierių.

3.5. Vandenilio chlorido rūgštis: 0,1 mol/l etaloninis tirpalas.

▼B

3.6. Natrio hidroksidas: 0,1 mol/l etaloninis tirpalas.

3.7. Bromfenolio mėlynasis: 0,4 g/l vandeninis tirpalas.

3.8. Fenolftaleinas: 2 g/l tirpalas 60 % tūrio etanolyje.

3.9. Natrio kalkės: maždaug 1,0–1,5 mm dalelės.

3.10. Demineralizuotas vanduo: tik ką virintas anglies dioksidui pašalinti.

4. **Aparatūra**

4.1. *Tipinė laboratorinė įranga, būtent:*

— 15 ml talpos Gučo tiglis, plokštelės skersmuo – 20 mm, visas aukštis – 50 mm, akytumas – 4 (akučių skersmuo – 5–15 μm),

— 600 ml talpos cheminė stiklinė.

4.2. Suslėgtasis azotas.

4.3. Aparatas, surinktas iš šių dalių, jei įmanoma, sujungtų rutuline šlifo jungtimi (žr. 2 paveikslą.):

4.3.1. absorbcijos vamzdžio A, maždaug 200 mm ilgio, 30 mm skersmens, užpildytas natrio kalkėmis (3.9), kurias laiko kamščiai iš stiklo vatos.

4.3.2. Apvaliadugnė 500 ml tūrio reakcijos kolba B su šonine atšaka.

4.3.3. Maždaug 150 mm ilgio (C′) *Vigreux* rektifikavimo kolonėlė.

4.3.4. Dvigubo paviršiaus 200 mm ilgio kondensatorius C.

4.3.5. Drekselio indas D, kaip gaudyklė perteklinei distiliuojamai rūgščiai sulaikyti.

4.3.6. Ledo vonia E Drekselio indui vėsinti.

4.3.7. Du 32–35 mm skersmens absorberiai F_1 ir F_2, į kurių dujų skirstytuvą įstatytas 10 mm skersmens mažo akytumo sukepinto stiklo diskas.

4.3.8. Siurblys ir siurbimo reguliavimo įtaisas G, turintis stiklinį trišakį, kurio laisvoji atšaka jungiama su plonu kapiliaru trumpa gumine žarna su spaustuku.

Įspėjimas:Esant sumažintam slėgiui, aparate pavojinga naudoti verdantį chromo rūgšties tirpalą, todėl reikia imtis atitinkamų saugos priemonių.

5. **Darbo eiga**

5.1. *Analizuojamas ėminys*

Maždaug 10 gramų amonio nitrato sveriama 0,001 g tikslumu.

5.2. *Karbonatų šalinimas*

Analizuojamas ėminys supilamas į reakcijos kolbą B. Įpilama 100 ml H_2SO_4 (3.2). Granulės ištirpsta per dešimt minučių, esant kambario temperatūrai. Surenkamas aparatas, kaip nurodyta schemoje: vienas absorbcijos vamzdžio (A) galas jungiamas su azoto šaltiniu (4.2) per hidraulinį uždorį, išlaikantį 5–6 mm gyvsidabrio stulpelio slėgį, o kitas galas – su tiekimo vamzdžiu, kuris įstatomas į reakcijos kolbą. Įstatoma *Vigreux* rektifikavimo kolonėlė (C′) ir vandeniu aušinamas kondensatorius (C). Dujinio azoto srautas reguliuojamas taip, kad per tirpalą tekėtų vidutinis srautas; tirpalas užvirinamas ir dvi minutes virinamas. Pasibaigus šiam laikui, burbuliukai nebeturėtų skirtis. Jei burbuliukai skiriasi, kaitinama dar 30 min. Tirpalas paliekamas atvėsti ne trumpiau kaip 20 min, visą laiką leidžiant per jį azotą.

Aparatas baigiamas surinkti, kaip nurodyta schemoje, kondensatoriaus vamzdį jungiant su Drekselio indu (D), kuris kitų galu jungiamas su absorberiais F_1 ir F_2. Renkant aparatą, azotas turi būti leidžiamas per tirpalą. Į kiekvieną absorberį (F_1 ir F_2) greitai įpilama 50 ml bario hidroksido tirpalo (3.4).

10 min barbotuojamas azotas. Tirpalas absorberiuose turi būti skaidrus. Priešingu atveju būtina pakartoti karbonatų šalinimo procesą.

▼B

5.3. *Oksidacija ir absorbcija*

Ištraukus azoto tiekimo vamzdį, per šoninę reakcijos kolbos (B) atšaką greitai suberiama 20 gramų chromo trioksido (3.1) ir įpilama 6 ml sidabro nitrato tirpalo (3.3). Aparatas jungiamas su siurbliu ir azoto srautas reguliuojamas taip, kad per absorberių (F_1 ir F_2) sukepinamojo stiklo filtrus tekėtų pastovus dujų burbuliukų srautas.

Reakcijos kolba (B) kaitinama skysčiui užvirti ir virinama pusantros valandos ([1]). Gali tekti reguliuoti įsiurbimo reguliavimo vožtuvą (G) azoto srautui nustatyti, kadangi gali atsitikti taip, kad vykstant bandymui nusėdęs bario karbonatas gali užkimšti sukepinto stiklo diskus. Bandymas laikomas patenkinamu, jei bario hidroksido tirpalas F_2 absorberyje lieka skaidrus. Priešingu atveju bandymą būtina kartoti. Nustojama kaitinti, aparatas išardomas. Kiekvieno skirstytuvo vidus ir išorė plaunama vandeniu (3.10) bario hidroksidui pašalinti, plovimo vanduo supilamas į atitinkamą absorberį. Skirstytuvai vienas po kito dedami į 600 ml cheminę stiklinę, kuri vėliau bus naudojama nustatymui.

Iš pradžių vakuumu greitai filtruojamas F_2 absorberio turinys, vėliau – F_1 absorberio turinys, naudojant Gučo tiglį. Nuosėdoms surinkti absorberiai plaunami vandeniu (3.10), tiglis plaunamas 50 ml to paties vandens. Tiglis dedamas į 600 ml cheminę stiklinę ir įpilama maždaug 100 ml virinto vandens (3.10). Į kiekvieną absorberį įpilama 50 ml virinto vandens ir penkias minutes per skirstytuvus leidžiamas azotas. Absorberių plovimo vanduo sujungiamas su vandeniu cheminėje stiklinėje. Plovimas kartojamas siekiant gerai išplauti skirstytuvus.

5.4. *Karbonatų, gautų iš organinių medžiagų, kiekio nustatymas*

Į cheminės stiklinės turinį įlašinami penki lašai fenolftaleino (3.8). Tirpalas nusidažo rausva spalva. Vandenilio chlorido rūgštis (3.5) lašinama tol, kol rausva spalva išnyksta. Tirpalas tiglyje gerai sumaišomas ir patikrinama, ar rausva spalva neatsirado iš naujo. Įlašinami penki lašai bromfenolio mėlynojo (3.7) ir titruojama vandenilio chlorido rūgštimi (3.5) tol, kol tirpalas nusidažys geltonai. Įpilama dar 10 ml vandenilio chlorido rūgšties.

Tirpalas kaitinamas iki virimo ir virinamas ne ilgiau kaip vieną minutę. Kruopščiai tikrinama, ar skystyje nėra nuosėdų.

Tirpalas paliekamas atvėsti ir vykdomas atvirkštinis titravimas natrio hidroksido tirpalu (3.6).

6. **Tuščiasis bandymas**

Daromas tuščiasis bandymas taikant tą pačią metodiką ir naudojant tokius pat visų reagentų kiekius.

7. **Rezultatų išraiška**

Degiųjų ingredientų kiekis (C), išreikštas anglies kiekiu, apskaičiuojamas kaip ėminio masės procentinė dalis pagal formulę:

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

čia:

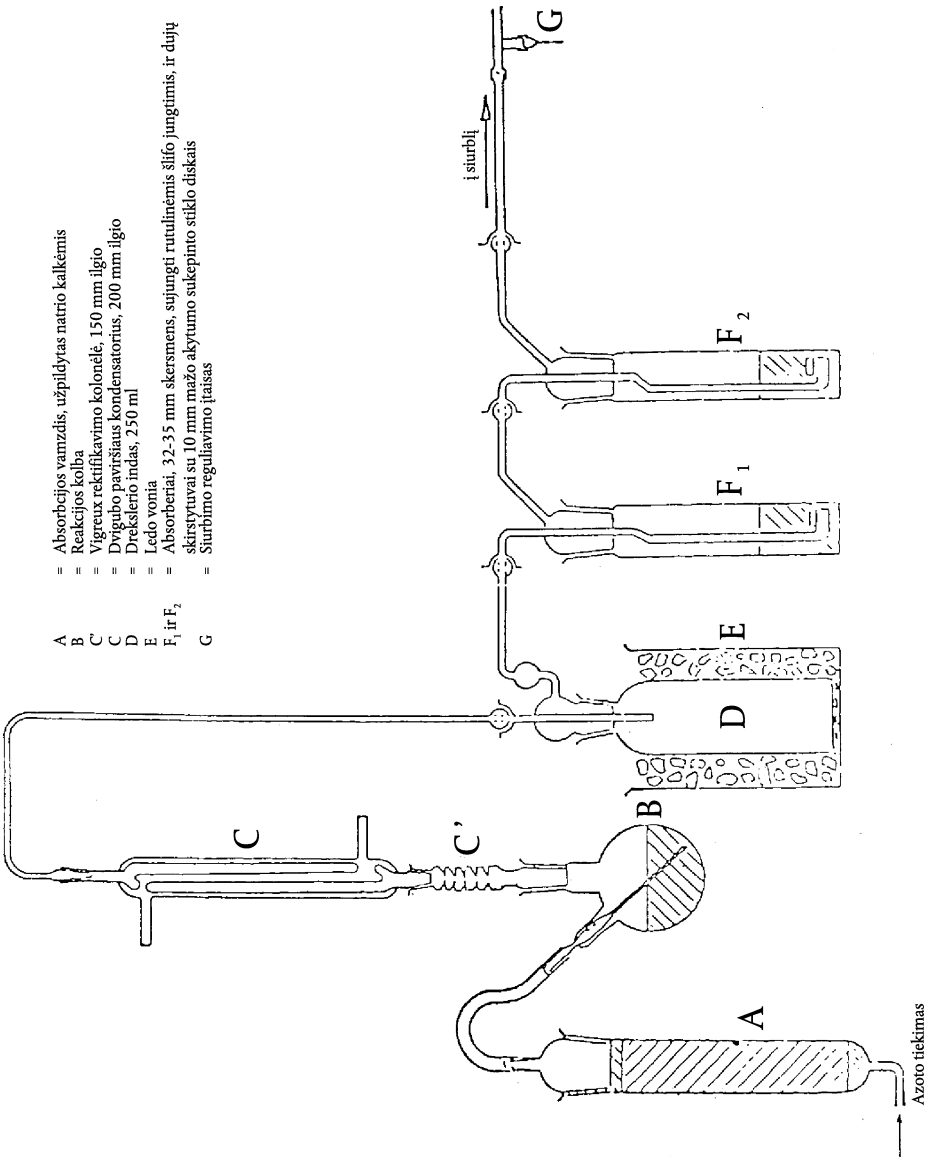
E_1 = ėminio masė, g;

V_1 = 0,1 mol/l vandenilio chlorido rūgšties, įpiltos po fenolftaleino spalvos pasikeitimo, suminis tūris, ml;

V_2 = 0,1 mol/l natrio hidroksido tirpalo, sunaudoto darant atvirkštinį titravimą, tūris, ml.

([1]) Jei naudojamas sidabro nitrato katalizatorius, daugeliui organinių medžiagų sureaguoti pakanka pusantros valandos.

▼B



2 paveikslas

4 metodas

pH vertės nustatymas

1. **Taikymo tikslas ir sritis**

Šiame dokumente aprašyta metodika paprastųjų amonio nitrato trąšų, turinčių didelį azoto kiekį, tirpalo pH nustatyti.

2. **Metodo esmė**

Amonio nitrato tirpalo pH matavimas pH-metru.

3. **Reagentai**

Distiliuotas ir demineralizuotas vanduo, neturintis anglies dioksido.

3.1. *Buferinis tirpalas, pH = 6,88 esant 20 °C*

3,40 (± 0,01) g kalio dihidrofosfato (KH_2PO_4) ištirpinama maždaug 400 ml vandens. Toliau ištirpinama 3,55 (± 0,01) g natrio hidrofosfato (Na_2HPO_4) maždaug 400 ml vandens. Abu tirpalai be nuostolių supilami į 1 000 ml matavimo kolbą, tirpalas skiedžiamas iki žymos ir sumaišomas. Tirpalas laikomas sandariai uždarytame inde.

▼B

3.2. *Buferinis tirpalas, pH = 4,00 esant 20 °C*

10,21 (± 0,01) g kalio hidroftalato ($KHC_8O_4H_4$) ištirpinama vandenyje. Tirpalas be nuostolių supilamas į 1 000 ml matavimo kolbą, skiedžiamas iki žymos ir sumaišomas.

Tirpalas laikomas sandariai uždarytame inde.

3.3. Galima naudoti prekyboje esančius etaloniniais buferinius tirpalus.

4. **Aparatūra**

pH-metras su stiklo ir kalomelio arba lygiaverčiais elektrodais; jautris – 0,05 pH vieneto.

5. **Darbo eiga**

5.1. *pH-metro kalibravimas*

pH-metras (4) kalibruojamas esant 20 (± 1) °C temperatūrai 3.1, 3.2 arba 3.3 buferiniais tirpalais. Prieš matavimą ir matuojant virš tirpalo leidžiamas nedidelis azoto srautas.

5.2. *pH nustatymas*

Į 250 ml cheminę stiklinę su 10 (± 0,01) g ėminio įpilama 100 ml vandens. Netirpios dalelės šalinamos filtruojant, nupilant arba centrifuguojant skystį. Pagal tą pačią metodika, kuri buvo taikoma prietaisui kalibruoti, matuojama skaidraus tirpalo pH vertė esant 20 (± 1) °C temperatūrai.

6. **Rezultatų išraiška**

Rezultatai išreiškiami pH vienetais 0,1 tikslumu, nurodant temperatūrą.

5 metodas

Dalelių dydžio nustatymas

1. **Taikymo tikslas ir sritis**

Šiame dokumente aprašyta didelį azoto kiekį turinčių paprastųjų amonio nitrato trąšų granulometrinės analizės metodika.

2. **Metodo esmė**

Ėminys rankiniu arba mechaniniu būdu sijojamas per trijų sietų komplektą. Užrašoma likučio ant kiekvieno sieto masė ir apskaičiuojama per reikiamus sietus praėjusios medžiagos procentinė dalis.

3. **Aparatūra**

3.1. Tipinio intervalo 200 mm skersmens bandymo sietai iš metalinio tinklo, kurių akučių dydis – 2,0 mm, 1,0 mm ir 0,5 mm. Vienas dangtis ir vienas rinktuvas visiems sietams.

3.2. Svarstyklės, sveriančios 0,01 g tikslumu.

3.3. Mechaninis sieto purtytuvas (jei yra), kuriuo būtų galima vertikaliai ir horizontaliai purtyti ėminį.

4. **Darbo eiga**

4.1. Ėminys dalijamas į tipines maždaug 100 gramų dalis.

4.2. Kiekviena iš šių dalių sveriama 0,1 g tikslumu.

4.3. Sietų komplektas surenkamas akučių didėjimo tvarka: rinktuvas, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm akučių sietas, ir ant viršutinio sieto dedamas pasverta ėminio dalis. Sietų komplektas uždengiamas dangčiu.

4.4. Sietų komplektas purtomas rankiniu arba mechaniniu būdu, darant vertikalius ir horizontalius judesius, kartais patapšnojant. Šis veiksmas tęsiamas dešimt minučių arba tol, kol per kiekvieną sietą praeina mažiau kaip 0,1 g/min medžiagos.

▼B

4.5. Sietai paeiliui išimami iš komplekto ir surenkama ant kiekvieno iš jų sulaikyta medžiaga; prireikus medžiaga švelniai nubraukiama šepetėliu nuo kitos sieto pusės.

4.6. Ant kiekvieno sieto sulaikyta medžiaga sveriama 0,1 g tikslumu, be to, sveriama rinktuve esanti medžiaga.

5. **Rezultatų įvertinimas**

5.1. Frakcijų masės vertės perskaičiuojamos į suminės frakcijų masės (bet ne pradinės masės) procentinę dalį.

Apskaičiuojama rinktuve esančios frakcijos procentinė dalis (t. y. < 0,5 mm): A %.

Apskaičiuojama likučio, sulaikyto ant 0,5 mm akučių sieto, procentinė dalis: B %.

Apskaičiuojama medžiagos, praėjusios per 1,0 mm akučių sietą, procentinė dalis, t. y. (A + B) %.

Frakcijų masės suma neturėtų skirtis nuo pradinės masės daugiau kaip 2 %.

5.2. Būtina padaryti ne mažiau kaip dvi atskiras analizes, ir atskiri A rezultatai neturėtų skirtis daugiau kaip 1,0 % absoliučiąja verte, o B rezultatai – daugiau kaip 1,5 % absoliučiąja verte. Jei taip nėra, bandymą reikia kartoti.

6. **Rezultatų išraiška**

Ataskaitoje pateikiamas kaip dviejų A verčių vidurkis iš vienos pusės ir kaip A + B verčių vidurkis iš kitos pusės.

6 metodas

Chloro kiekio (kaip chlorido jono) nustatymas

1. **Taikymo tikslas ir sritis**

Šiame dokumente apibrėžta chloro kiekio (kaip chlorido jono) paprastosiose amonio nitrato trąšose, turinčiose didelį azoto kiekį, nustatymo metodika.

2. **Metodo esmė**

Vandenyje esantys chlorido nustatomi potenciometriškai titruojant sidabro nitratu rūgštinėje terpėje.

3. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo, neturintis chlorido jonų.

3.1. Acetonas, analiziškai grynas.

3.2. Koncentruota azoto rūgštis (tankis = 1,40 g/ml esant 20 °C).

3.3. Sidabro nitrato 0,1 mol/l etaloninis tirpalas. Šis tirpalas laikomas rudo stiklo butelyje.

3.4. Sidabro nitrato 0,004 mol/l etaloninis tirpalas; šis tirpalas ruošiamas prieš pat naudojimą.

3.5. Kalio chlorido 0,1 mol/l etaloninis tirpalas. 0,1 mg tikslumu sveriama 3,7276 g analiziškai gryno kalio chlorido, kuris prieš tai vieną valandą buvo laikomas džiovinimo spintoje esant 130 °C ir atvėsintas eksikatoriuje iki kambario temperatūros. Ištirpinamas nedideliame vandens kiekyje, visas tirpalas supilamas į 500 ml matavimo kolbą, skiedžiama iki žymos ir sumaišoma.

3.6. Kalio chlorido 0,004 mol/l etaloninis tirpalas. Šis tirpalas ruošiamas prieš pat naudojimą.

4. **Aparatūra**

4.1. Potenciometras su sidabro indikatoriniu elektrodu ir kalomelio palyginamuoju elektrodu; jautris 2 mV, potencialo intervalas nuo – 500 mV iki +500 mV.

▼B

4.2. Sočiojo kalio nitrato tirpalo tiltelis, jungiamas su kalomelio elektrodu (4.1); iš galų užkimštas akytais kamščiais.

4.3. Magnetinė maišyklė ir teflonu dengtas maišiklio strypelis.

4.4. Mikrobiuretė su smailiai ištemptu galu ir 0,01 ml padalomis.

5. **Darbo eiga**

5.1. *Sidabro nitrato tirpalo etalonavimas*

Į dvi žemas tinkamos talpos chemines stiklines (pvz., 250 ml) įpilama 5,00 ml ir 10,00 ml etaloninio kalio chlorido tirpalo (3.6). Kiekvienos stiklinės turinys titruojamas, kaip toliau aprašyta.

Įpilama 5 ml azoto rūgšties tirpalo (3.2), 120 ml acetono (3.1) pakankamas vandens kiekis maždaug 150 ml suminiam tūriui gauti. Į cheminė stiklinė įdedamas maišiklis (4.3), stiklinė statoma ant magnetinės maišyklės ir įjungiamas maišymas. Įmerkiamas sidabro elektrodas (4.1), ir į tirpalą panardinamas laisvasis tiltelio (4.2) galas. Elektrodai jungiami su potenciometru (4.1) ir nustačius prietaiso nulinę padėtį, užrašoma titravimo pradžios potencialo vertė.

Titruojama naudojant mikrobiuretę (4.4), iš pradžių įpylus 4 arba 9 ml sidabro nitrato tirpalo, atsižvelgiant į paimtą etaloninio kalio chlorido tirpalo tūrį. Toliau įpilant dalimis po 0,1 ml 0,004 mol/l tirpalo ir po 0,05 ml 0,1 mol/l tirpalo. Po kiekvieno įpylimo laukiama potencialo nusistovėjimo.

Pirmose dviejose lentelės skiltyse įrašomos įpilto tirpalo tūrių ir atitinkamos potencialo vertės.

Trečioje lentelės skiltyje įrašomos E nuoseklios potencialo didėjimo vertės (Δ_1E). Ketvirtoje skiltyje įrašomos teigiamos arba neigiamos (Δ_1E) potencialo didėjimo skirtumo vertės (Δ_2E). Titravimo pabaigą atitinka 0,1 ml arba 0,05 ml sidabro nitrato tirpalo dalies (V_1) įpylimą, po kurio Δ_1E vertės pokytis yra didžiausias.

Norint apskaičiuoti tikslų sidabro nitrato tirpalo (V_{eq}) tūrį, atitinkantį ekvivalentinį tašką, taikoma formulė:

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

čia:

V_0 – suminis sidabro nitrato tūris, gretimas tūriui, atitinkančiam didžiausią Δ_1E vertę, ml;

V_1 – paskutinės įlašintos sidabro nitrato tirpalo dalies (0,1 arba 0,05 ml) tūris, ml;

b – paskutinė teigiama Δ_2E vertė;

B – paskutinės teigiamos Δ_2E absoliučiosios vertės ir pirmosios neigiamos Δ_2E absoliučiosios vertės suma (žr. pavyzdį 1 lentelėje).

5.2. *Tuščiasis bandymas*

Daromas tuščiasis bandymas, į kurio rezultatą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

Tuščiojo bandymo su reagentais rezultatas V_4 mililitrais gaunamas pagal formulę:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

čia:

V_2 – sidabro nitrato tirpalo tikslus tūris (V_{eq}), atitinkantis 10 ml naudojamo kalio chlorido etaloninio tirpalo titravimą, ml;

V_3 – sidabro nitrato tirpalo tikslus tūris (V_{eq}), atitinkantis 5 ml naudojamo kalio chlorido etaloninio tirpalo titravimą, ml.

5.3. *Kontrolinis bandymas*

Tuščiasis bandymas kartu gali būti prietaiso tinkamo veikimo ir bandymo metodikos taisyklingo taikymo tikrinimas.

▼B

5.4. *Nustatymas*

Imamas 10–20 g ėminys ir sveriamas 0,01 g tikslumu. Kiekybiškai supilama į 250 ml cheminę stiklinę. Įpilama 20 ml vandens, 5 ml azoto rūgšties tirpalo (3.2), 120 ml acetono (3.1) ir skiedžiama vandeniu maždaug iki 150 ml.

Į cheminė stiklinė įdedamas maišiklis (4.3), stiklinė statoma ant magnetinės maišyklės ir įjungiamas maišymas. Į tirpalą panardinamas sidabro elektrodas (4.1) ir laisvasis tiltelio galas (4.2); elektrodai jungiami su potenciometru (4.1) ir, nustačius prietaiso nulinę padėtį, užrašoma titravimo pradžios potencialo vertė.

Titruojama sidabro nitrato tirpalu iš mikrobiuretės (4.4) įpilant po 0,1 ml. Po kiekvieno įpylimo laukiama potencialo nusistovėjimo.

Toliau titruojama, kaip nurodyta 5.1 punkte, pradedant ketvirtąja pastraipa: „Pirmose dviejose lentelės skiltyse įrašomos įpilto tirpalo tūrių ir atitinkamos potencialo vertės …“.

6. **Rezultatų išraiška**

Analizės rezultatas išreiškiamas kaip chloro, esančio analizei pateiktame ėminyje, procentinė dalis. Chloro (Cl) procentinė dalis apskaičiuojama pagal formulę:

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

čia:

T – titravimui naudojamo sidabro nitrato tirpalo koncentracija, mol/l;

V_4 – tuščiojo bandymo (5.2.) rezultatas, ml;

V_5 – V_{eq} vertė, atitinkanti nustatymą (5.4), ml;

m – ėminio masė, g.

1 lentelė: Pavyzdys

Sidabro nitrato tirpalo tūris V (ml)	Potencialas E (mV)	Δ_1E	Δ_2E
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	– 49
5,10	306	23	– 10
5,20	319	13	

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

7 metodas

Vario nustatymas

1. **Taikymo tikslas ir sritis**

Šiame dokumente apibrėžta vario kiekio paprastosiose amonio nitrato trąšose, turinčiose didelį azoto kiekį, nustatymo metodika.

2. **Metodo esmė**

Ėminys tirpinamas praskiestoje vandenilio chlorido rūgštyje ir vario kiekis nustatomas atominės absorbcinės analizės metodu.

▼B

3. **Reagentai**

3.1. Vandenilio chlorido rūgštis (tankis 1,18 g/ml esant 20 °C).

3.2. 6 mol/l vandenilio chlorido rūgšties tirpalas.

3.3. 0,5 mol/l vandenilio chlorido rūgšties tirpalas.

3.4. Amonio nitratas.

3.5. 30 % vandenilio peroksidas.

3.6. Vario tirpalas ([1]) (pradinis): 1 g gryno vario sveriama 0,001 g tikslumu, tirpinama 25 ml 6 mol/l vandenilio chlorido rūgšties tirpale (3.2) dalimis įpilant 5 ml vandenilio peroksido (3.5), ir skiedžiama vandeniu iki 1 l. 1 ml šio tirpalo yra 1 000 μg vario (Cu).

3.6.1. Vario tirpalas (praskiestas): 10 ml pradinio vario tirpalo vandeniu skiedžiama iki 100 ml, o 10 ml gauto tirpalo skiedžiama vandeniu iki 100 ml; 1 ml galutinio tirpalo yra 10 μg vario (Cu).

Šis tirpalas ruošiamas prieš pat naudojimą.

4. **Aparatūra**

Atominės absorbcijos spektrofotometras su vario lempa (324,8 nm).

5. **Darbo eiga**

5.1. *Tirpalo ruošimas analizei*

25 g ėminio sveriama 0,001 g tikslumu, ėminys įdedamas į 400 ml cheminę stiklinę, atsargiai įpilama 20 ml vandenilio chlorido rūgšties (3.1) (gali vykti labai smarki anglies dioksido susidarymo reakcija). Prireikus įpilama dar vandenilio chlorido rūgšties. Kai burbuliukai nustoja skirtis, mišinys garinamas iki sauso likučio ant garų vonios, kartais maišant stikline lazdele. Įpilama 15 ml 6 mol/l vandenilio chlorido rūgšties tirpalo (3.2) ir 120 ml vandens. Maišoma stikline lazdele, kuri turėtų būti palikta cheminėje stiklinėje, stiklinė uždengiama laikrodiniu stiklu. Tirpalas nestipriai virinamas, kad viskas ištirptų, vėliau tirpalas atvėsinamas.

Tirpalas kiekybiškai supilamas į 250 ml matavimo kolbą, cheminė stiklinė plaunama 5 ml vandenilio chlorido rūgšties 6 mol/l tirpalo (3.2) ir dar du kartus plaunama 5 ml verdančio vandens. Skiedžiama iki žymos vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (3.3) ir kruopščiai sumaišoma.

Filtruojama per vario neturintį filtravimo popierių ([2]), pirmieji 50 ml išpilami lauk.

5.2. *Tuščiojo bandymo tirpalas*

Ruošiamas tuščiojo bandymo tirpalas, į kurį neįpilama tik ėminio, ir į gautą rezultatą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

5.3. *Nustatymas*

5.3.1. Ėminio ir tuščiojo bandymo tirpalų ruošimas

Ėminio tirpalas (5.1) ir tuščiojo bandymo tirpalas (5.2) skiedžiamas vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (3.3) optimaliai spektrofotometro matavimo intervalo koncentracijai gauti. Skiesti dažniausiai nereikia.

5.3.2. Kalibravimo tirpalų ruošimas

Skiedžiant etaloninį tirpalą (3.1) vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (3.3) paruošiami bent penki etaloniniai tirpalai, atitinkantys optimalų spektrofotometro matavimo intervalą (0–5,0 μ g/l Cu). Prieš skiedžiant iki žymos į kiekvieną tirpalą įpilama amonio nitrato (3.4) 100 mg/ml koncentracijai gauti.

([1]) Galima naudoti prekyboje esantį etaloninį vario tirpalą.
([2]) Vatmanas 541 arba jo atitikmuo.

▼B

5.4. *Matavimas*

Spektrofotometras (4) nustatomas bangos ilgiui 324,8 nm. Naudojama oksiduojanti oro ir acetileno liepsna. Po tris kartus iš eilės įpurškiami kalibravimo tirpalas (5.3.2), ėminio tirpalas ir tuščiojo bandymo tirpalas (5.3.1), tarp kiekvieno įpurškimo visą prietaisą plaunant distiliuotu vandeniu. Brėžiama kalibravimo kreivė, ordinačių ašyje žymint kiekvieno etaloninio tirpalo vidutinį optinį tankį, abscisių ašyje – atitinkamą vario koncentraciją, išreikštą μg/ml.

Pagal kalibravimo kreivę nustatoma vario koncentracija galutinio ėminio ir tuščiojo bandymo tirpaluose.

6. **Rezultatų išraiška**

Vario kiekis ėminyje apskaičiuojamas atsižvelgiant į ėminio masę, daromus skiedimus ir tuščiojo bandymo rezultatus. Rezultatas išreiškiamas mg Cu/kg.

4. **Atsparumo detonacijai nustatymas**

4.1. *Taikymo tikslas ir sritis*

Šis dokumentas taikomas nustatyti didelį azoto kiekį turinčių paprastųjų amonio nitrato trąšų atsparumą detonacijai.

4.2. *Metodo esmė*

Ėminys uždaromas į plieninį vamzdį ir veikiamas tarpinio detonatoriaus sukeltu detonacijos slėgiu. Detonacijos sklidimas nustatomas pagal švino cilindrų, ant kurių darant bandymą horizontaliai dedamas vamzdis, suspaudimo laipsnį.

4.3. *Medžiagos*

4.3.1. Plastinė sprogstamoji medžiaga, turinti 83–86 % pentrito.

Tankis: 1 500 – 1 600 kg/m^3

Detonavimo greitis: 7 300 – 7 700 m/s

Masė: 500 (± 1) g.

4.3.2. Septyni gabalai lanksčiosios detonavimo virvutės su nemetaliniu apvalkalu

Užpildo masė: 11–13 g/m.

Kiekvienos virvutės ilgis: 400 (± 2) mm.

4.3.3. Supresuota antrinės sprogstamosios medžiagos tabletė su įduba sprogdikliui.

Sprogstamoji medžiaga: heksogenas/vaškas (95/5), tetrilas, arba panaši antrinė sprogstamoji medžiaga, į kurią dedama arba nededama grafito.

Tankis: 1 500 – 1 600 kg/m^3

Skersmuo: 19–21 mm.

Aukštis: 19–23 mm.

Centrinė įduba sprogdikliui: skersmuo 7–7,3 mm, gylis 12 mm.

4.3.4. Besiūlis plieninis vamzdis, apibrėžtas ISO 65:1981; sunkiųjų vamzdžių serija; vardiniai matmenys DN 100 (4″).

Vamzdžio išorinis skersmuo: 113,1–115,0 mm.

Sienelės storis: 5,0–6,5 mm.

Ilgis: 1 005 (± 2) mm.

4.3.5. Pagrindo plokštė

Medžiaga: lengvai suvirinamas plienas.

Plokštės matmenys: 160 × 160 mm.

Storis: 5–6 mm.

▼B

4.3.6. Šeši švininiai cilindrai

Skersmuo: 50 (± 1) mm.

Aukštis: 100–101 mm.

Medžiagos: minkštasis švinas, ne mažesnio kaip 99,5 % grynumo.

4.3.7. Plieninis blokas

Ilgis: bent 1 000 mm.

Plotis: bent 150 mm.

Aukštis: bent 150 mm.

Masė: ne mažesnė kaip 300 kg, jei nėra tvirto pagrindo plieniniam blokui statyti.

4.3.8. Cilindras iš plastiko arba kartono tarpinio detonatoriaus įkrovai

Sienelių storis: 1,5–2,5 mm.

Skersmuo: 92–96 mm.

Aukštis: 64–67 mm.

4.3.9. Sprogdiklis (elektrinis arba neelektrinis), kurio suveikimo jėga 8–10.

4.3.10. Medinis diskas.

Skersmuo: 92–96 mm. Skersmuo turi atitikti cilindro iš plastiko arba kartono (4.3.8) vidinį skersmenį.

Storis: 20 mm.

4.3.11. Medinis strypas, kurio matmenys atitinka sprogdiklio (4.3.9) matmenis.

4.3.12. Siuvimo smeigtukai (didžiausias ilgis 20 mm)

4.4. *Darbo eiga*

4.4.1. Tarpinio detonatoriaus įkrovos ruošimas įdėjimui į plieninį vamzdį

Yra du būdai sukelti tarpinio detonatoriaus įkrovos sprogimą atsižvelgiant į turimą įrangą.

4.4.1.1. Vienalaikis padegimas septyniuose taškuose

Naudoti paruošta tarpinio detonatoriaus įkrova pavaizduota 1 paveiksle.

4.4.1.1.1. Medinio disko (4.3.10) centre ir šešiuose taškuose, simetriškai išdėstytuose 55 mm skersmens koncentriniu apskritimu, gręžiamos disko ašiai lygiagrečios skylės. Skylių skersmuo turi būti 6–7 mm (žr. 1 paveikslo A – B pjūvį) pagal naudojamos detonavimo virvutės skersmenį (4.3.2).

4.4.1.1.2. Atpjaunami septyni 400 mm ilgio lanksčiosios detonavimo virvutės (4.3.2) gabalai, kurių galai, siekiant išvengti bet kokių sprogstamosios medžiagos nuostolių, nupjaunami lygiai ir tuojau pat užklijuojami lipniąja juosta. Visos septynios virvutės prakišamos per septynias medinio disko (4.3.10) skyles, paliekant kelių centimetrų ilgio galus. Toliau į kiekvieną virvutę per 5–6 mm nuo jos galo ir skersai jo austinio apvalkalo įsmeigiamas mažas siuvimo smeigtukas (4.3.12), o virvučių gabalų išorinė pusė šalia smeigtuko apvyniojama 2 cm pločio lipniąja juosta. Galiausiai visos virvutės ištraukiamos už jų ilgųjų galų, kad smeigtukai paliestų medinį diską.

4.4.1.1.3. Plastinei sprogstamajai medžiagai (4.3.1) suteikiama 92–96 mm skersmens cilindro forma, atsižvelgiant į cilindro (4.3.8) skersmenį. Šis cilindras statomas vertikaliai ant lygaus paviršiaus ir įdedama suformuota sprogstamoji medžiaga. Toliau į cilindro viršutinę dalį įstatomas medinis diskas ([1]) su septyniomis detonavimo virvutėmis ir įspaudžiamas į sprogstamąją medžiagą. Cilindro aukštis (64–67 mm) nustatomas taip, kad jo viršutinis kraštas nebūtų aukščiau medinio disko. Galiausiai cilindras tvirtinamas prie medinio disko per visą jo apskritimo ilgį, pvz., sąvaromis arba mažomis vinimis.

([1]) Disko skersmuo visuomet turi atitikti cilindro vidinį skersmenį.

▼B

4.4.1.1.4. Laisvieji septynių detonavimo virvučių galai surenkami apie medinį strypą (4.3.11) taip, kad jie būtų vienodo lygio strypui statmenoje plokštumoje. Lipniąja juosta jie tvirtinami apie strypą ([1]).

4.4.1.2. Centrinis padegimas naudojant supresuotą tabletę

Naudojimui paruošta tarpinio detonatoriaus įkrova parodyta 2 paveiksle.

4.4.1.2.1. Tabletės presavimas

Laikantis būtinųjų saugos priemonių, 10 gramų antrinės sprogstamosios medžiagos (4.3.3) įdedama į liejimo formą, kurios vidinis skersmuo 19–21 mm, ir suspaudžiama reikiamai formai ir tankiui suteikti.

(Skersmens ir aukščio santykis turėtų būti maždaug 1:1).

Liejimo formos dugno centre yra 12 mm aukščio ir 7,0–7,3 mm skersmens kaištis (atsižvelgiant į naudojamo sprogdiklio skersmenį), kuris presuojant tabletę padaro joje cilindro formos įdubą, reikalingą vėliau sprogdikliui įstatyti.

4.4.1.2.2. Tarpinio detonatoriaus įkrovos ruošimas

Plastinė sprogstamoji medžiaga (4.3.1) dedama į cilindrą (4.3.8), vertikaliai pastatytą ant lygaus paviršiaus, ir spaudžiama žemyn mediniu štampu, suteikiant sprogstamajai medžiagai cilindro formą su įduba centre. Suspausta tabletė įdedama į šią įdubą. Cilindro formos sprogstamoji medžiaga su įdėta tablete uždengiama mediniu disku (4.3.10), turinčiu centre 7,0–7,3 mm skersmens skylę sprogdikliui įstatyti. Medinis diskas tvirtinamas prie cilindro kryžiumi klijuojama lipniąja juosta. Mediniu strypu (4.3.11) tikrinama, ar diske išgręžta skylė ir įduba tabletėje yra vienoje ašyje.

4.4.2. Plieninio vamzdžio ruošimas detonacijos bandymui

Viename plieninio vamzdžio (4.3.4) gale per 4 mm nuo krašto gręžiamos dvi diametraliai priešingos ir vamzdžio šoninei sienai statmenos 4 mm skersmens skylės.

Kitame vamzdžio gale privirinama pagrindo plokštė (4.3.5), suvirinimo siūlės metalu visiškai užpildanti statųjį kampą tarp pagrindo plokštės ir vamzdžio sienelės visu jo perimetru.

4.4.3. Plieninio vamzdžio užpildymas ir įkrovos įdėjimas

Žr. 1 ir 2 paveikslus.

4.4.3.1. Ėminys, plieninis vamzdis ir tarpinio detonatoriaus įkrova turi būti kondicionuojami esant 20 (± 5) °C. Dviem detonacijos bandymams reikia 16–18 kg ėminio.

4.4.3.2. Vamzdis statomas vertikaliai, jo apatinei kvadratinei plokštei esant ant tvirto ir lygaus, geriau betoninio, pagrindo. Maždaug trečdalis vamzdžio užpildoma ėminiu ir vamzdis penkis kartus metamas iš 10 cm aukščio ant grindų, kad kiek įmanoma sutankėtų rutuliukai ir granulės. Tankinimui pagreitinti vamzdis tarp metimų verčiamas vibruoti, į jo šoninę sieną 10 kartų suduodant 750–1 000 g masės kūju.

Tokiu pat būdu įdedama kita ėminio dalis. Galiausiai įdedama tokia paskutinė ėminio dalis, kad po jos sutankinimo 10 kartų keliant ir metant vamzdį, be to, iš viso 20 kartų suduodant kūju įkrova būtų 70 mm žemiau vamzdžio angos.

Ėminio užpildymo plieniniame vamzdyje aukštis nustatomas taip, kad vėliau dedamas tarpinis detonatorius (4.4.1.1 arba 4.4.1.2) visu savo paviršiumi gerai liestų ėminį.

4.4.3.3. Tarpinio detonatoriaus įkrova įdedama į vamzdį taip, kad ji liestų ėminį; viršutinis medinio disko paviršius turi būti 6 mm žemiau vamzdžio krašto. Įdedant arba išimant mažus ėminio kiekius užtikrinamas ypač geras sprogstamosios medžiagos ir ėminio sąlytis. Kaip pavaizduota 1 ir 2 paveiksle, į skyles arti atviro vamzdžio krašto įstatomi vielokaiščiai, kurių kojelės atlenkiamos ir prispaudžiamos prie vamzdžio.

([1]) *NB:*

Kai surinkti šeši išoriniai laidai įtempiami, vidurinysis turi būti šiek tiek laisvas.

▼B

4.4.4. Plieninio vamzdžio ir švininių cilindrų padėties nustatymas (žr. 3 paveikslą)

4.4.4.1. Švininių cilindrų (4.3.6) pagrindai numeruojami nuo 1 iki 6. Ant plieninio bloko (4.3.7), paguldyto ant horizontalaus pagrindo, vidurio linijos daromos šešios žymos 150 mm atstumu, pirmosios žymos nuotolis nuo bloko krašto turi būti ne mažesnis kaip 75 mm. Ant kiekvienos tokio žymos vertikaliai statomi švininiai cilindrai, kurių pagrindo centras turi sutapti su žyme.

4.4.4.2. Plieninis vamzdis, paruoštas pagal šio metodo 4.4.3 punkte aprašytą metodiką, dedamas horizontaliai ant švininių cilindrų taip, kad vamzdžio ašis būtų lygiagreti plieninio bloko vidurio linijai, o užvirintas vamzdžio galas būtų išsikišęs per 50 mm už šeštojo švininio cilindro. Siekiant neleisti vamzdžiui riedėti, tarp švininių cilindrų viršaus ir vamzdžio sienelės iš abiejų pusių įstatomi maži mediniai pleištai arba tarp vamzdžio ir plieninio bloko įtaisomas medinis kryžius.

Pastaba:

Būtina užtikrinti, kad vamzdis liestų visus šešis švininius cilindrus; nedidelis vamzdžio paviršiaus kreivis gali būti išlygintas sukant vamzdį apie jo išilginę ašį; jei kuris nors iš švininių cilindrų būtų per aukštas, jis atsargiai plojamas plaktuku tol, kol bus reikiamo ilgio.

4.4.5. Pasiruošimas sprogdinimui

4.4.5.1. Įtaisas, pagamintas pagal 4.4.4 punktą, dedamas į bunkerį arba į tinkamai paruoštą požeminę vietą (pvz., kasyklą arba tunelį). Reikia užtikrinti, kad plieninio vamzdžio temperatūra prieš detonaciją būtų 20 (± 5) °C.

Pastaba:

Jei tokių vietų nebūtų, darbas gali būti daromas betonuotoje duobėje, iš viršaus uždengtoje mediniais rastais. Detonavus medžiagai, gali būti išmetamos plieninės skeveldros, turinčios didelę kinetinę energiją, todėl turi būti dirbama esant atitinkamam atstumui iki gyvenamųjų namų arba kelių.

4.4.5.2. Jei naudojama tarpinio detonatoriaus įkrovą su padegimu septyniuose taškuose, būtina užtikrinti, kad detonavimo virvutės būtų ištrauktos taip, kaip nurodyta 4.4.1.1.4 punkto išnašoje, ir kad jų padėtis būtų kiek įmanoma horizontali.

4.4.5.3. Galiausiai ištraukiamas medinis strypas ir vietoj jo įdedamas sprogdiklis. Prieš padegant būtina patikrinti, ar iš pavojingos zonos yra evakuoti žmonės, o bandymą darantis personalas yra slėptuvėje.

4.4.5.4. Sprogstamoji medžiaga susprogdinama.

4.4.6. Laukiama pakankamai ilgą laiką, kad išsisklaidytų dūmai (dujos ir kartais toksiški skilimo produktai, pvz., azoto oksidai), švininiai cilindrai surenkami ir jų aukštis matuojamas slankmačiu su nonijumi.

Užrašomas kiekvieno sunumeruoto švininio cilindro suspaudimo laipsnis, išreikštas pradinio aukščio (100 mm) procentine dalimi. Jei cilindrai suspaudžiami įstrižai, užrašoma didžiausia ir mažiausia vertės ir apskaičiuojamas jų vidurkis.

4.4.7. Nuolatiniam detonavimo greičio matavimui galima naudoti jutiklį; jutiklis turėtų būti įstatomas išilgai vamzdžio ašies arba išilgai šoninės sienelės.

4.4.8. Su kiekvienu ėminiu daromi du detonacijos bandymai.

4.5. *Bandymo ataskaita*

Ataskaitoje apie kiekvieną detonacijos bandymą būtina pateikti šių parametrų vertes:

— tikrąsias plieninio vamzdžio išorinio skersmens ir sienelės storio vertes,

— plieninio vamzdžio kietumą pagal Brinelį,

— vamzdžio ir ėminio temperatūrą prieš pat padegimą,

— ėminio įkrovos plieniniame vamzdyje tankį (kg/m^3),

▼B

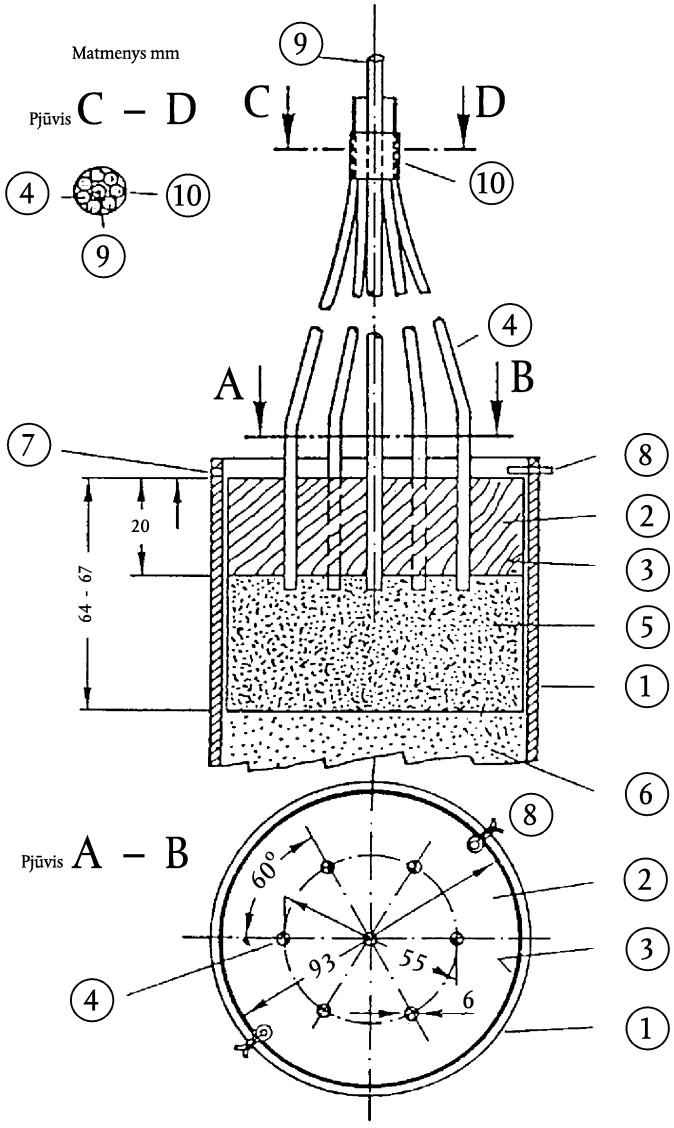
— kiekvieno švininio cilindro aukštį po detonavimo, nurodant atitinkamą cilindro numerį,

— tarpinio detonatoriaus įkrovos padegimo būdą.

4.5.1. Bandymo rezultatų įvertinimas

Jei po kiekvieno padegimo bent vieno cilindro suspaudimas yra mažesnis kaip 5 %, bandymas laikomas galutiniu, o ėminys atitinka III priedo 2 skyriaus reikalavimus.

Tarpinio detonatoriaus įkrova su padegimu septyniuose taškuose



① Plieninis vamzdis

② Medinis diskas su septyniomis skylėmis

③ Cilindras iš plastiko arba kartono

④ Detonavimo virvutės

⑤ Plastinė sprogstamoji medžiaga

⑥ Bandomasis ėminys

⑦ 4 mm skersmens skylė vielokaiščiui ⑧ įstatyti

⑧ Vielokaištis

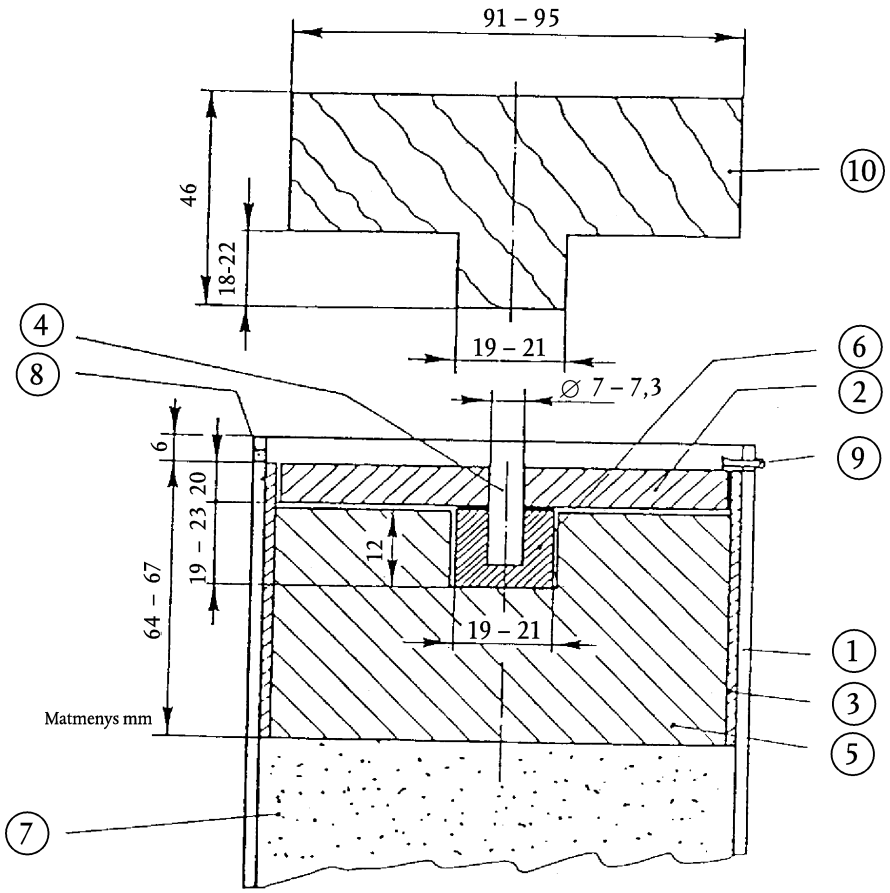
⑨ Medinis strypas, apsuptas ④

⑩ Lipnioji juosta tvirtinti ④ apie ⑨

1 paveikslas

▼B

Tarpinio detonatoriaus įkrova su padegimu centre



① Plieninis vamzdis

② Medinis diskas

③ Cilindras iš plastiko arba kartono

④ Medinis strypas

⑤ Plastinė sprogstamoji medžiaga

⑥ Supresuota tabletė

⑦ Bandomasis ėminys

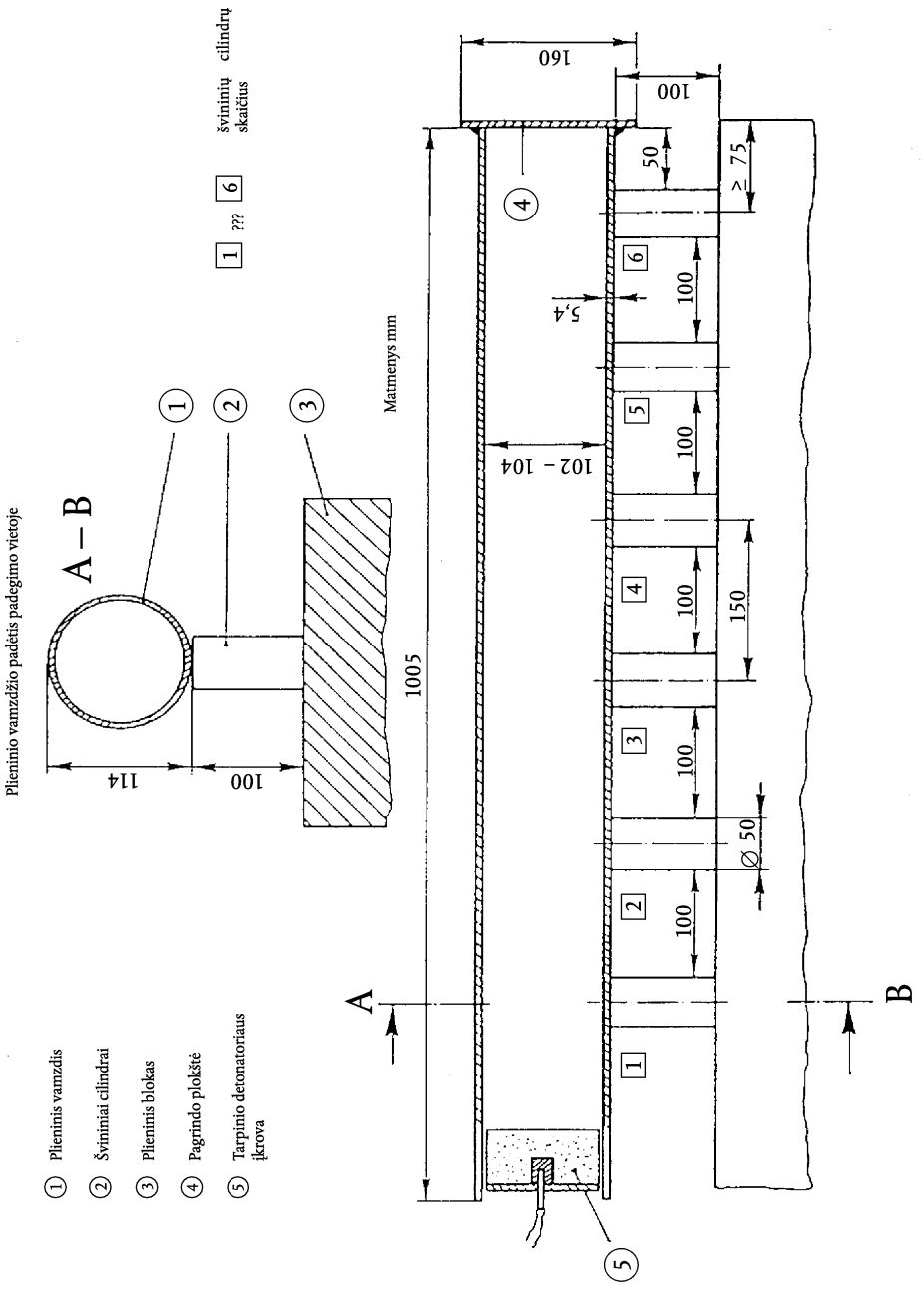
⑧ 4-mm skersmens skylė vielokaiščiui ⑨ įstatyti

⑨ Vielokaištis

⑩ Medinis štampas, skirtas ⑤

2 paveikslas

▼B



3 paveikslas

▼B

IV PRIEDAS

ĖMINIŲ ĖMIMO IR ANALIZĖS METODAI

A. ĖMINIŲ ĖMIMO METODAS TRĄŠOMS KONTROLIUOTI

ĮVADAS

Taisyklingas ėminių ėmimas yra sunkus, didžiausio atidumo reikalaujantis darbas. Taigi neįmanoma persistengti pabrėžiant, kad oficialiam trąšų tikrinimui būtų imamas pakankamai tipinis ėminys.

Toliau aprašytas ėminių ėmimo metodas turi būti taikomas labai tiksliai ir tai turi daryti specialistai, susipažinę su standartine ėminių ėmimo metodika.

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Ėminiai, skirti oficialiai trąšų kokybės ir sudėties kontrolei, turi būti imami taikant toliau aprašomus metodus. Taip gauti ėminiai laikomi tipiniais siuntų ėminiais.

2. **Specialistai ėminiams imti**

Ėminius turi imti specialistai, kuriuos tai daryti įgalioja valstybės narės.

3. **Apibrėžimai**

Siunta:	vienetą sudarantis produkto kiekis, kurio savybės laikomos vienodomis.
Dalinis ėminys:	dalis, paimta iš vienos siuntos vietos.
Bendrasis ėminys:	dalinių ėminių, paimtų iš tos pačios siuntos, visuma.
Sumažintas ėminys:	tipinė bendrojo ėminio dalis, gauta sumažinus pastarąjį.
Galutinis ėminys:	tipinė sumažinto ėminio dalis.

4. **Aparatūra**

4.1. Ėminių ėmimo įtaisas turi būti pagamintas iš medžiagų, kurios negalėtų keisti imamo produkto savybių. Tokį įtaisą gali oficialiai patvirtinti valstybės narės.

4.2. *Įtaisai, rekomenduojami kietosioms trąšoms imti*

4.2.1. Rankinis ėminių ėmimas

4.2.1.1. Plokščiadugnis semtuvas su vertikaliais šonais

4.2.1.2. Zondas su ilgu plyšiu arba skyriais. Zondo matmenys turi būti pritaikyti siuntos matmenims (talpyklos gyliui, maišo matmenims ir t. t.) ir trąšų dalelių dydžiui.

4.2.2. Mechaninis ėminių ėmimas

Judančioms trąšoms imti gali būti naudojamas patvirtintas mechaninis įtaisas.

4.2.3. Dalytuvas

Daliniams ėminiams imti ir sumažintiems bei galutiniams ėminiams ruošti gali būti naudojamas įtaisas, skirtas ėminiui padalyti į lygias dalis.

4.3. *Įtaisai, rekomenduojami skystosioms trąšoms imti*

4.3.1. Rankinis ėminių ėmimas

Atviras vamzdis, zondas, butelis arba kitokia tinkama įranga, kuria būtų galima atsitiktinai paimti ėminius iš siuntos.

4.3.2. Mechaninis ėminių ėmimas

Judančioms skystosioms trąšoms imti gali būti naudojamas patvirtintas mechaninis įtaisas.

▼B

5. **Kiekybiniai reikalavimai**

5.1. *Siunta*

Siunta turi būti tokio dydžio, kad būtų galima paimti ėminį iš kiekvienos jos sudedamosios dalies.

5.2. *Daliniai ėminiai*

5.2.1. Piltinės kietosios arba skystosios trąšos didesnėse kaip 100 kg talpyklose.

5.2.1.1. Siuntos, kurių masė ne didesnė kaip 2,5 tonos:

Mažiausias dalinių ėminių skaičius: eptyni.

5.2.1.2. Siuntos, kurių masė didesnė kaip 2,5 tonos, bet mažesnė kaip 80 tonų:

Mažiausias dalinių ėminių skaičius:

$\sqrt{\text{20 kartų siuntos masė tonomis}}$ (1)

5.2.1.3. Siuntos, kurių masė didesnė kaip 80 tonų:

Mažiausias dalinių ėminių skaičius: 40.

5.2.2. Supakuotos kietosios trąšos arba skystosios trąšos talpyklose (pakuotėse), ne didesnėse kaip 100 kg.

5.2.2.1. Pakuotės, kurių masė didesnė kaip 1 kg.

5.2.2.1.1. Mažesnės kaip penkių pakuočių siuntos:

Mažiausias ėminiui imamų pakuočių skaičius (2):visos pakuotės.

5.2.2.1.2. 5—16 pakuočių siuntos:

Mažiausias ėminiui imamų pakuočių skaičius (2): keturios.

5.2.2.1.3. 17—400 pakuočių siuntos:

Mažiausias ėminiui imamų pakuočių skaičius (2):

$\sqrt{\text{siuntą sudadrančių pakuočių skaičių}}$ (1)

5.2.2.1.4. Didesnės kaip 400 pakuočių siuntos:

Mažiausias ėminiui imamų pakuočių skaičius (2): 20.

5.2.2.2. Pakuotės, kurių masė mažesnė kaip 1 kg:

Mažiausias ėminiui imamų pakuočių skaičius (2): keturios.

5.3. *Bendrasis ėminys*

Siuntai reikia imti vieną bendrąjį ėminį. Suminė dalinių ėminių, sudarančių bendrąjį ėminį, masė turi būti ne mažesnė kaip:

5.3.1. Piltinės kietosios arba skystosios trąšos didesnėse kaip 100 kg talpyklose: 4 kg.

5.3.2. Supakuotos kietosios trąšos arba skystosios trąšos talpyklose (pakuotėse), ne didesnėse kaip 100 kg.

5.3.2.1. Pakuotės, kurių masė didesnė kaip 1 kg: 4 kg.

5.3.2.2. Pakuotės, kurių masė mažesnė kaip 1 kg:keturių pradinių pakuočių turinio masė.

5.3.3. Amonio nitrato trąšų ėminys bandymams pagal III priedo 2 dalį: 75 kg.

5.4. *Galutiniai ėminiai*

Prireikus mažinant bendrąjį ėminį gaunami galutiniai ėminiai. Būtina analizuoti bent vieną galutinį ėminį. Analizuojamo ėminio masė turi būti ne mažesnė kaip 500 g.

(1) Kai gautas skaičius yra trupmena, ji turėtų būti suapvalinta iki artimiausio sveiko skaičiaus.

(2) Pakuotės, kurių turinio masė yra ne didesnė kaip 1 kg, dalinis ėminys turi būti pradinės pakuotės turinys.

▼B

5.4.1. Kietosios ir skystosios trąšos

5.4.2. Bandymams imamas amonio nitrato trąšų ėminys

Prireikus mažinant bendrąjį ėminį gaunami galutiniai ėminiai.

5.4.2.1. Mažiausias amonio nitrato trąšų galutinis ėminys bandymams pagal III priedo 1 skyrių: 1 kg.

5.4.2.2. Mažiausias amonio nitrato trąšų galutinis ėminys bandymams pagal III priedo 2 skyrių: 25 kg.

6. **Ėminių ėmimo, ruošimo ir pakavimo instrukcijos**

6.1. *Bendrosios nuostatos*

Ėminiai turi būti imami ir ruošiami kiek įmanoma greičiau, neužmirštant saugumo priemonių, kurios yra būtinos siekiant užtikrinti, kad ėminiai visą laiką būtų tipiniais analizuojamų trąšų ėminiais. Įrankiai, be to, paviršiai ir indai, skirti ėminiams imti, turi būti švarūs ir sausi.

Analizuojant skystąsias trąšas, siunta prieš imant ėminį turėtų būti sumaišoma, jei tai įmanoma.

6.2. *Daliniai ėminiai*

Daliniai ėminiai turi būti imami visose atsitiktinai pasirinktose siuntos vietose ir turi būti maždaug vienodo dydžio.

6.2.1. Piltinės kietosios arba skystosios trąšos didesnėse kaip 100 kg talpyklose

Siunta turi būti tariamai padalyta į tam tikrą skaičių maždaug lygių dalių. Atsitiktinai pasirenkamas dalių skaičius, atitinkantis 5.2 punkte nustatytų dalinių ėminių skaičių, ir iš kiekvienos dalies imamas bent vienas ėminys. Jei imant piltinių kietųjų arba skystųjų trąšų ėminius iš didesnių kaip 100 kg talpyklų, neįmanoma įvykdyti 5.1 punkto reikalavimus, ėminys turėtų būti imamas tada, kai siunta yra perkeliama (kraunama arba iškraunama). Šiuo atveju ėminiai imami iš atsitiktinai pasirinktų pirmiau nurodytų įsivaizduojamų dalių, kai jos yra perkeliamos.

6.2.2. Kietosios trąšos arba skystosios trąšos, supakuotos talpyklose (pakuotėse), ne didesnėse kaip 100 kg

Pasirinkus ėminiui reikalingų pakuočių skaičių, kaip nurodyta 5.2 punkte, iš kiekvienos pakuotės paimama jos turinio dalis. Prireikus ėminiai imami, atskirai ištuštinus pakuotes.

6.3. *Bendrojo ėminio ruošimas*

Vienam bendrajam ėminiui gauti turi būti sumaišomi daliniai ėminiai.

6.4. *Galutinio ėminio ruošimas*

Bendrojo ėminio medžiaga turi būti kruopščiai sumaišoma ([1]).

Prireikus bendrojo ėminio masė iš pradžių sumažinama bent iki 2 kg (sumažintas ėminys) naudojant mechaninį dalytuvą arba taikant ketvirčiavimo metodą.

Toliau ruošiami bent trys maždaug vienodo dydžio galutiniai ėminiai, atitinkantys 5.4 punkto kiekybinius reikalavimus. Kiekvienas ėminys dedamas į atitinkamą hermetišką indą. Turi būti imtasi visų atsargumo priemonių, kurios leistų išvengti ėminio savybių pasikeitimo.

Bandymams pagal III priedo 1 ir 2 skyrius galutiniai ėminiai turi būti laikomi esant 0–25 °C temperatūrai.

7. **Galutinių ėminių pakavimas**

Indai arba pakuotės plombuojami ir ženklinami (visa etiketė turi būti įdėta į plombuojamą pakuotę) taip, kad jų negalima būtų atidaryti nepažeidus plombos.

([1]) Visi ėminių gabalai sutrupinami (prireikus smulkinami atskirai ir grąžinami į ėminį).

▼B

8. **Ėminio ėmimo protokolas**

Turi būti saugomas kiekvieno ėminio ėmimo protokolas, kuris leistų vienareikšmiškai identifikuoti kiekvieną siuntą.

9. **Ėminių siuntimas**

Bent vienas kiekvienos siuntos galutinis ėminys ir analizei arba bandymams daryti būtina informacija turi būti kiek įmanoma greičiau nusiųsta patvirtintajai analizės laboratorijai.

B. TRĄŠŲ ANALIZĖS METODAI

(Žr. turinį, p. 2)

Bendrosios pastabos

Laboratorinė įranga

Aprašant metodus įprasta laboratorinė įranga tiksliai neapibrėžiama, išskyrus tai, kad nurodomas kolbų ir pipečių tūris. Visais atvejais laboratorinė aparatūra turi būti labai gerai išplauta, visų pirma, kai reikia nustatyti mažus elementų kiekius.

Kontroliniai bandymai

Prieš analizę tikrinama, ar tinkamai veikia aparatūra ir ar taisyklingai taikomas metodas, prireikus naudojant žinomos sudėties cheminius junginius (pvz., amonio sulfatą, kalio dihidrofosfatą ir kt.). Visgi jei nėra griežtai vykdoma analizės metodika, trąšų analizės rezultatai gali rodyti netikslią cheminę sudėtį. Kita vertus, tam tikras nustatymų skaičius yra empiriniai ir siejami su sudėtingos cheminės sudėties produktais. Rekomenduojama laboratorijose naudoti tiksliai žinomos sudėties tipinius etaloninius trąšų pavyzdžius, jei tokius pavyzdžius galima gauti.

Bendrosios trąšų analizės metodų nuostatos

1. Reagentai

Jei analizės metode nenurodyta kitaip, visi reagentai turi būti analiziškai gryni (a. g.). Jei reikia analizuoti mikroelementus, reagentų grynumas turi būti tikrinamas darant tuščiąjį bandymą. Atsižvelgiant į gautus rezultatus, reagentus gali tekti papildomai gryninti.

2. Vanduo

Jei analizės metode tiksliai nenurodyta, kokio tipo tirpiklis arba skiediklis turi būti naudojamas tirpinimo, skiedimo, skalavimo arba plovimo operacijose, laikoma, kad tas tirpiklis yra vanduo. Paprastai vanduo turi būti demineralizuotas arba distiliuotas. Šiais konkrečiais atvejais, kaip nurodyta analizės metoduose, vanduo turi būti gryninamas specialiu gryninimo būdu.

3. Laboratorinė įranga

Atsižvelgiant į įprastą patikros laboratorijose naudojamą įrangą, analizės metodų aprašymuose apsiribojama tik specialiais prietaisais ir aparatais arba specifinius reikalavimus atitinkančia aparatūra. Ši įranga turi būti visiškai švari, ypač jei ji naudojama labai mažiems medžiagų kiekiams nustatyti. Laboratorija turi užtikrinti visų graduotų stiklinių indų tikslumą, jį nustatydama pagal atitinkamus metrologinius etalonus.

1 metodas

Ėminio ruošimas analizei

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta iš galutinio ėminio imamo mėginio ruošimo analizei metodika.

▼B

2. **Metodo esmė**

Laboratorijoje gauto galutinio ėminio ruošimą sudaro keli veiksmai, paprastai sijojimas, malimas ir maišymas, kurie vykdomi taip, kad:

— viena vertus, mažiausias pasvertas kiekis, nustatytas analizės metoduose, atitiktų laboratorinį ėminį,

— antra vertus, ruošiant ėminį trąšos smulkumas negali pasikeisti tiek, kad tai turėtų įtakos trąšos tirpumui įvairiuose ekstrahavimo reagentuose.

3. **Aparatūra**

Ėminio dalytuvas (nebūtinai).

Sietai su 0,2 ir 0,5 mm dydžio akutėmis.

250 ml kolbos su kamščiais.

Porcelianinis grūstuvas ir grūstuvė arba malūnėlis.

4. **Apdorojimo būdo pasirinkimas**

Įžanginė pastaba:

Jei produktas tai leidžia padaryti, reikia palikti tik tipinę galutinio ėminio dalį.

4.1. *Galutiniai ėminiai, kurie neturi būti malami*

Kalcio nitratas, kalcio-magnio nitratas, natrio nitratas, Čilės salietra, kalcio cianamidas, nitratinis kalcio cianamidas, amonio sulfatas, amonio nitratas, turintis daugiau kaip 30 % azoto, karbamidas, tomamilčiai, iš dalies ištirpintas gamtinis fosfatas, nusodintas kalcio fosfato dihidratas, termofosfatas, aliuminio-kalcio fosfatas, minkštasis maltas gamtinis fosfatas.

4.2. *Galutiniai ėminiai, kurie turi būti padalyti ir dalis jų malama*

Tai produktai, kurių vienos analizės daromos iš anksto trąšų nemalant (pvz., malimo smulkumas), o kitos – po malimo. Tai visos sudėtinės trąšos, kuriose yra šių fosforo trąšų ingredientų: tomamilčių, aliuminio-kalcio fosfato, termofosfato, minkštojo malto gamtinio fosfato ir iš dalies ištirpinto gamtinio fosfato. Todėl galutinis ėminys dalijamas į dvi kiek įmanoma vienodas dalis, naudojant dalytuvą arba taikant ketvirčiavimo metodą.

4.3. *Galutiniai ėminiai, kurių visi nustatymai daromi produktą sumalant*

Reikia malti tik tipinę galutinio ėminio dalį. Tai būtų visos kitos sąraše pateiktos trąšos, kurios nenurodytos 4.1 ir 4.2 punktuose.

5. **Metodas**

Galutinio ėminio, nurodyto šio metodo 4.2 ir 4.3 punktuose, dalis greitai sijojama per sietą su 0,5 mm dydžio akutėmis. Likutis stambiai malamas, kad gautas produktas turėtų kiek įmanoma mažiau smulkių dalelių, ir sijojamas. Turi būti malama tokiomis sąlygomis, kad ėminys negalėtų pastebimai sušilti. Veiksmas kartojamas būtiną skaičių kartų tol, kol ant sieto nelieka likučio, malimas turi būti vykdomas kiek įmanoma greičiau siekiant išvengti sudedamųjų dalių nuostolių arba masės padidėjimo (vandens, amoniako). Visas sumaltas ir persijotas ėminys supilamas į švarią kolbą, kurią būtų galima užkimšti.

Prieš sveriant analizei, visas ėminys turi būti labai gerai sumaišomas.

6. **Specialieji atvejai**

a) trąšos, kurias sudaro kelių rūšių kristalų mišinys

Tokiu atveju dažnai vyksta atsiskyrimas. Taigi yra labai svarbu ėminį sumalti ir persijoti per sietą su 0,200 mm dydžio akutėmis. Pvz., amonio fosfato ir kalio nitrato mišiniai. Šių produktų atveju rekomenduojama malti visą galutinį ėminį.

▼B

b) Sunkiai malamas likutis, kuriame nėra maistinių medžiagų

Šis likutis sveriamas ir į jo masę atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

c) Produktai, kurie kaitinami skyla

Malti reikia taip, kad būtų visiškai išvengta produkto įšilimo. Šiuo atveju geriau naudoti grūstuvę. Pvz., sudėtinės trąšos, turinčios kalcio cianamido ir karbamido.

d) Produktai, kurie yra neįprastai drėgni arba malant paversti pasta

Siekiant užtikrinti tam tikrą vienodumą būtina pasirinkti tokį sietą, kurio mažiausios akutės atitiktų ranka arba grūstuvėje sumaltų gabalėlių dydį. Tai gali būti mišiniai, kurių tam tikros sudėtinės dalys turi kristalizacinio vandens.

2 serijos metodai

Azotas

2.1 metodas

Amoniakinio azoto nustatymas

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta amoniakinio azoto nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Visoms azoto trąšoms, įskaitant ir sudėtines trąšas, kuriose azotas yra tik kaip amonio druskos arba kaip amonio druskos ir nitratai.

Metodas netinka trąšoms, turinčioms karbamido, cianamido arba kitų organinių azoto junginių.

3. **Metodo esmė**

Veikiant natrio hidroksido pertekliumi amonio jonas virsta amoniaku, kuris yra distiliuojamas; amoniako išeiga nustatoma sugeriant jį tam tikru etaloninio sieros rūgšties tirpalo tūriu ir rūgšties perteklių titruojant etaloniniu natrio arba kalio hidroksido tirpalu.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo, neturintis anglies dioksido ir jokių azoto junginių.

4.1. Praskiesta vandenilio chlorido rūgštis: vienas tūris HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) ir vienas tūris vandens.

▼M4

4.2.	Sieros rūgštis: 0,05 mol/l	a variantui
4.3.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato: 0,1 mol/l	
4.4.	Sieros rūgštis: 0,1 mol/l	b variantui (žr. 2 pastabą)
4.5.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato: 0,2 mol/l	
4.6.	Sieros rūgštis: 0,25 mol/l	c variantui (žr. 2 pastabą)
4.7.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,5 mol/l	

▼B

4.8. Natrio hidroksidas maždaug 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), be amoniako

▼B

4.9. *Indikatorių tirpalai*

4.9.1. Mišrusis indikatorius

A tirpalas: 1 g metilraudonojo ištirpinama 37 ml 0,1 mol/l natrio hidroksido tirpalo ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

B tirpalas: 1 g metileno mėlynojo ištirpinama vandenyje ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

Sumaišomas vienas tūris A tirpalo su dviem tūriais B tirpalo.

Šio indikatoriaus spalva yra violetinė rūgščiajame, pilka – neutraliame ir žalia – šarminiame tirpale. Naudojama 0,5 ml (10 lašų) šio indikatoriaus tirpalo.

4.9.2. Metilraudonojo indikatoriaus tirpalas

Ištirpinama 0,1 g metilraudonojo 50 ml 95 % etanolio. Skiedžiama vandeniu iki 100 ml ir prireikus filtruojama. Šis indikatorius gali būti naudojamas (4–5 lašai) vietoj pirmiau nurodyto indikatoriaus.

4.10. Pemzos gabaliukai virimui raminti, išplauti vandenilio chlorido rūgštyje ir iškaitinti.

4.11. Amonio sulfatas, analiziškai grynas.

5. **Aparatūra**

5.1. Distiliavimo aparatas, kurį sudaro atitinkamo tūrio apvaliadugnės kolbos, per apsauginį antvožą sujungtos su kondensatoriumi.

1 pastaba:

Šiam nustatymui patvirtinta ir rekomenduota įvairių tipų įranga yra pavaizduota 1, 2, 3 ir 4 paveiksluose, pateikiant visas konstrukcijos detales.

5.2. 10, 20, 25, 50, 100 ir 200 ml pipetės.

5.3. 500 ml matavimo kolba.

5.4. Sukamoji purtyklė (30–40 min^{-1}).

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tirpalo ruošimas*

Daromas ėminio tirpumo vandenyje bandymas esant kambario temperatūrai ir 2 % (m/V) santykiui. 5, 7 arba 10 g paruošto ėminio, kaip nurodyta 1 lentelėje, sveriama 0,001 g tikslumu ir supilama į 500 ml matavimo kolbą. Atsižvelgiant į tirpumo bandymo rezultatą, daroma taip:

a) Produktai, visiškai tirpūs vandenyje

Į kolbą įpilama vandens, kurio pakaktų ėminiui ištirpinti; kolba kratoma, o kai ėminys visiškai ištirpsta, skiedžiama iki žymos ir gerai sumaišoma.

b) Produktai,ne visiškai tirpūs vandenyje

Į kolbą įpilama 50 ml vandens ir 20 ml vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Kratoma. Paliekama stovėti tol, kol nustoja skirtis anglies dioksidas. Įpilama 400 ml vandens ir pusvalandį maišoma ant sukamosios purtyklės (5.4). Skiedžiama iki žymos vandeniu, sumaišoma ir filtruojama į sausą indą per sausą filtrą.

▼B

7.2. *Tirpalo analizė*

Pagal pasirinktą variantą į surinkimo kolbą įpilamas išmatuotas etaloninio sieros rūgšties tirpalo kiekis, nurodytas 1 lentelėje. Įpilamas tam tikras kiekis pasirinkto indikatoriaus (4.9.1 arba 4.9.2) ir prireikus skiedžiama vandeniu bent iki 50 ml tūrio. Kondensatoriaus ilginamojo antgalio galas turi būti įmerktas į tirpalą.

Pagal lentelėje nurodytus duomenis, alikvotinė skaidraus tirpalo dalis ([1]) tikslia pipete įpilama į distiliavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu, kad visas tūris būtų maždaug 350 ml, ir įmetami keli pemzos gabaliukai virimui raminti.

Surenkamas distiliavimo aparatas ir, imantis saugos priemonių, kurios neleistų patirti amoniako nuostolių, į distiliavimo kolbą įpilama 10 ml koncentruoto natrio hidroksido tirpalo (4.8) arba 20 ml reagento, kai ėminiui ištirpinti buvo naudojama 20 ml vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Kolba palaipsniui kaitinama, vengiant smarkaus virimo. Tirpalui užvirus, distiliuojama 100 ml per 10–15 min greičiu; suminis distiliato tūris turėtų būti maždaug 250 ml ([2]). Kai amoniakas nustoja skirtis, surinkimo kolba palenkiama taip, kad kondensatoriaus ilginamasis antgalis atsidurtų virš skysčio paviršiaus.

Toliau gaunamame distiliate atitinkamu reagentu tikrinama, ar visas amoniakas yra nudistiliuotas. Kondensatoriaus ilginamasis antgalis nuplaunamas nedideliu kiekiu vandens, ir rūgšties perteklius titruojamas etaloniniu natrio arba kalio hidroksido tirpalu, nurodytu pasirinktam variantui (žr. 2 pastabą).

2 pastaba:

Atvirkštiniam titravimui gali būti naudojami įvairios koncentracijos etaloniniai tirpalai, jei esant galimybei titravimui suvartoto tirpalo tūris nebūtų didesnis kaip 40–45 ml.

7.3. *Tuščiasis bandymas*

Tokiomis pat sąlygomis daromas tuščiasis bandymas ir į gautą rezultatą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

7.4. *Kontrolinis bandymas*

Prieš darant analizių seriją tikrinama, ar tinkamai veikia aparatūra ir ar taisyklingai taikomas metodas, naudojant šviežiai paruošto amonio sulfato tirpalo (4.11) alikvotinę dalį, turinčią didžiausią pasirinktam variantui nustatytą azoto kiekį.

8. **Rezultatų išraiška**

Analizės rezultatas išreiškiamas kaip amoniakinio azoto kiekio procentinė dalis analizei gautose trąšose.

9. **Priedai**

Kaip nurodyta 5.1 „Aparatūra“ 1 pastaboje, įvairių tipų aparatai ir jų konstrukcijos detalės yra pavaizduotos 1, 2, 3 ir 4 paveiksluose.

1 lentelė

Amoniakinio azoto bei amoniakinio ir nitratinio azoto nustatymas trąšose

Svėrimo, skiedimo ir apskaičiavimo, kuris turi būti daromas pagal metodo a, b, ir c variantus lentelė

([1]) Amoniakinio azoto kiekis alikvotinėje tirpalo dalyje, paimtoje pagal 1 lentelę, yra apytikriai lygus:

— 0,05 g a variantui,

— 0,10 g b variantui,

— 0,20 g c variantui.

▼B

a variantas

Apytikris didžiausias distiliuojamo azoto kiekis: 50 mg.

▼M4

Sieros rūgštį 0,05 mol/l įpilti į kolbą rinktuvą: 50 ml

▼B

Atvirkštinis titravimas 0,1 mol/l NaOH arba 0,1 mol/l KOH.

Deklaravimas (% N)	Sveriamas kiekis (g)	Skiedimas (ml)	Distiliuojamo ėminio tirpalo tūris (ml)	Rezultatų išraiška [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] Skirta naudoti rezultatų išraiškos formulėje:

— 50 arba 35 = etaloninio sieros rūgšties tirpalo, įpilamo į surinkimo kolbą, tūris, ml,

— A = natrio arba kalio hidroksido, sunaudoto atvirkštiniam titravimui, tūris, ml,

— F = faktorius, įvertinti pasvertą kiekį, skiedimą, distiliuoti paimtos tirpalo alikvotinės dalies tūrį ir tūrio ekvivalentą.

b variantas

Apytikris didžiausias distiliuojamo azoto kiekis: 100 mg.

▼M4

Sieros rūgštį 0,1 mol/l įpilti į kolbą rinktuvą: 50 ml

▼B

Atvirkštinis titravimas 0,2 mol/l NaOH arba KOH.

Deklaravimas (% N)	Sveriamas kiekis (g)	Skiedimas (ml)	Distiliuojamo ėminio tirpalo tūris (ml)	Rezultatų išraiška [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] Skirta naudoti rezultatų išraiškos formulėje:

— 50 arba 35 = etaloninio sieros rūgšties tirpalo, įpilamo į surinkimo kolbą, tūris, ml,

— A = natrio arba kalio hidroksido, sunaudoto atvirkštiniam titravimui, tūris, ml,

— F = faktorius, įvertinti pasvertą kiekį, skiedimą, distiliuoti paimtos tirpalo alikvotinės dalies tūrį ir tūrio ekvivalentą.

▼B

c variantas

Apytikris didžiausias distiliuojamo azoto kiekis: 200 mg.

▼M4

Sieros rūgštį 0,25 mol/l įpilti į kolbą rinktuvą: 35 ml

▼B

Atvirkštinis titravimas 0,5 mol/l NaOH arba KOH.

Deklaravimas (% N)	Sveriamas kiekis (g)	Skiedimas (ml)	Distiliuojamo ėminio tirpalo tūris (ml)	Rezultatų išraiška [a] (% N = (50 – A) × F)
0–5	10	500	200	(35 – A) × 0,175
5–10	10	500	100	(35 – A) × 0,350
10–15	7	500	100	(35 – A) × 0,500
15–20	5	500	100	(35 – A) × 0,700
20–40	5	500	50	(35 – A) × 1,400

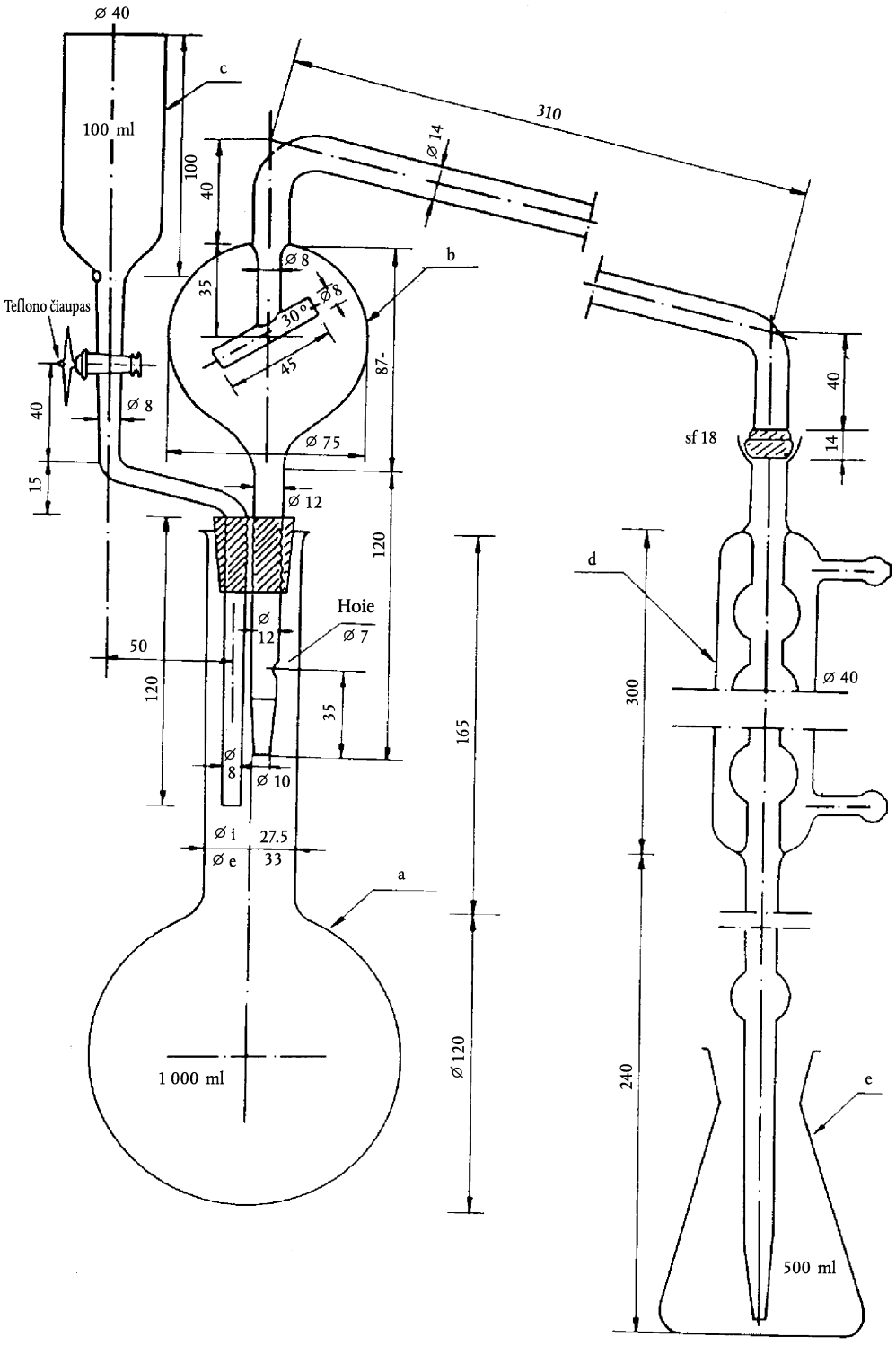
[a] Skirta naudoti rezultatų išraiškos formulėje:

— 50 arba 35 = etaloninio sieros rūgšties tirpalo, įpilamo į surinkimo kolbą, tūris, ml,

— A = natrio arba kalio hidroksido, sunaudoto atvirkštiniam titravimui, tūris, ml,

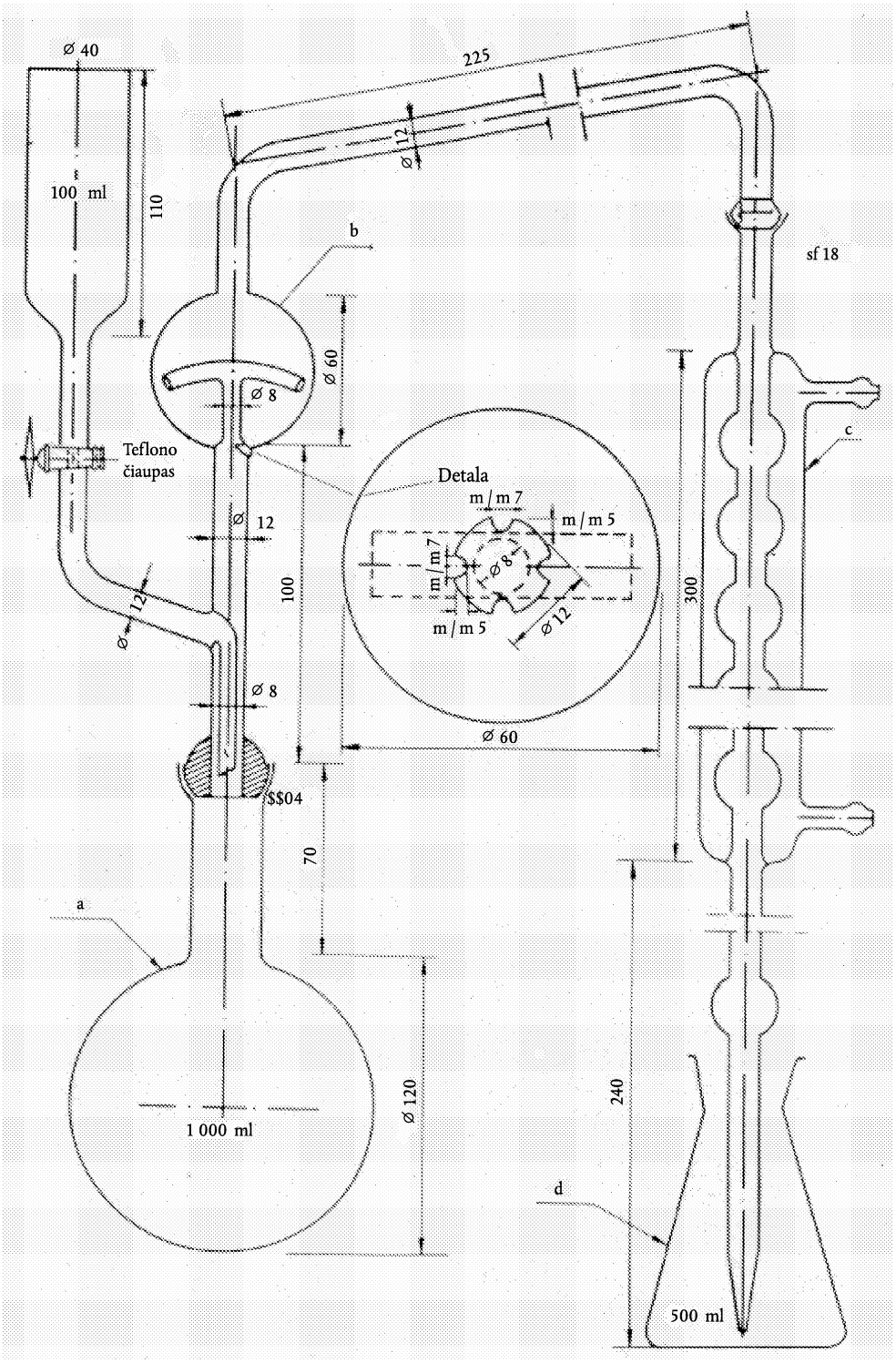
— F = faktorius, įvertinti pasvertą kiekį, skiedimą, distiliuoti paimtos tirpalo alikvotinės dalies tūrį ir tūrio ekvivalentą.

▼B



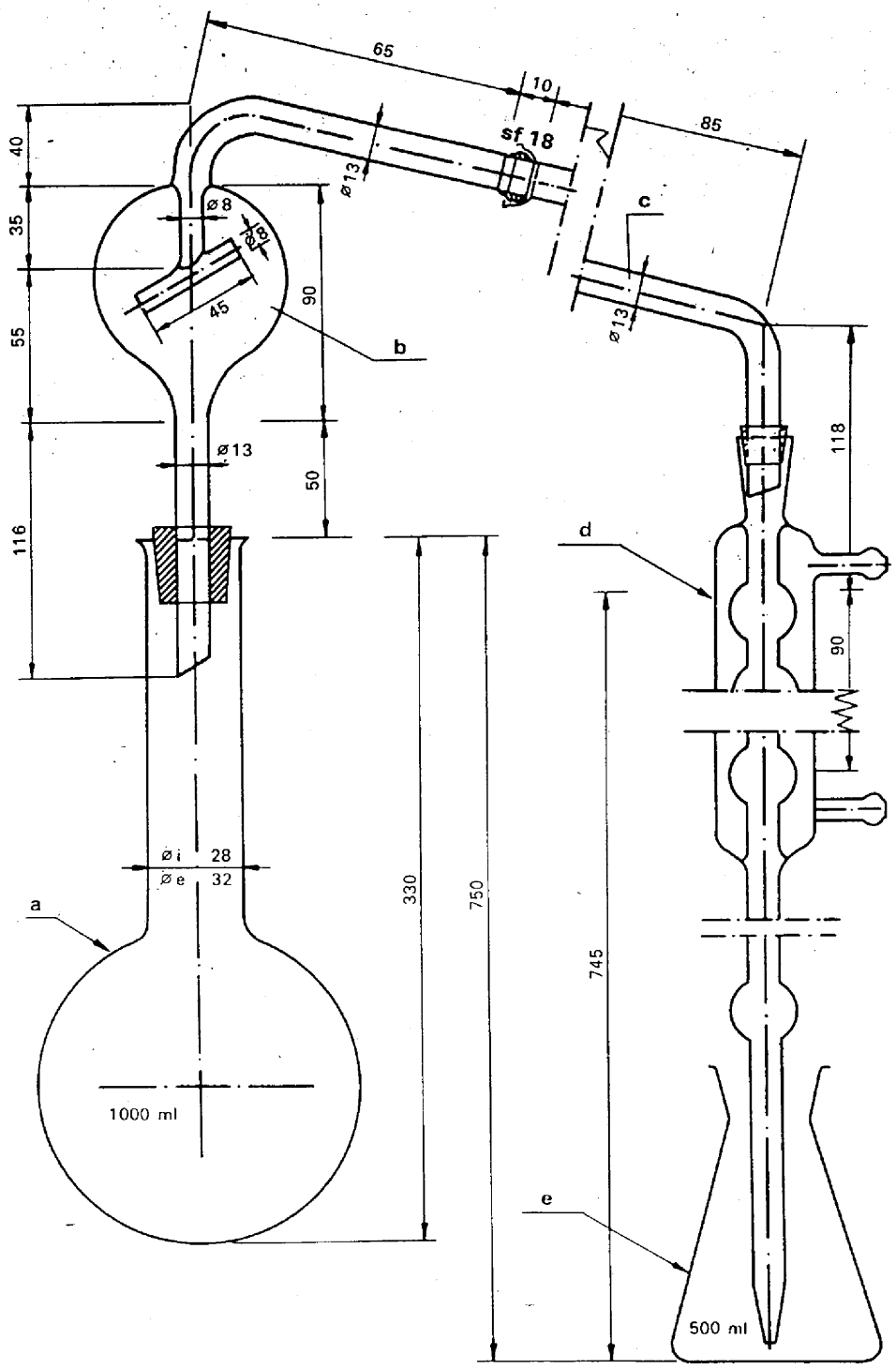
1 paveikslas

▼B



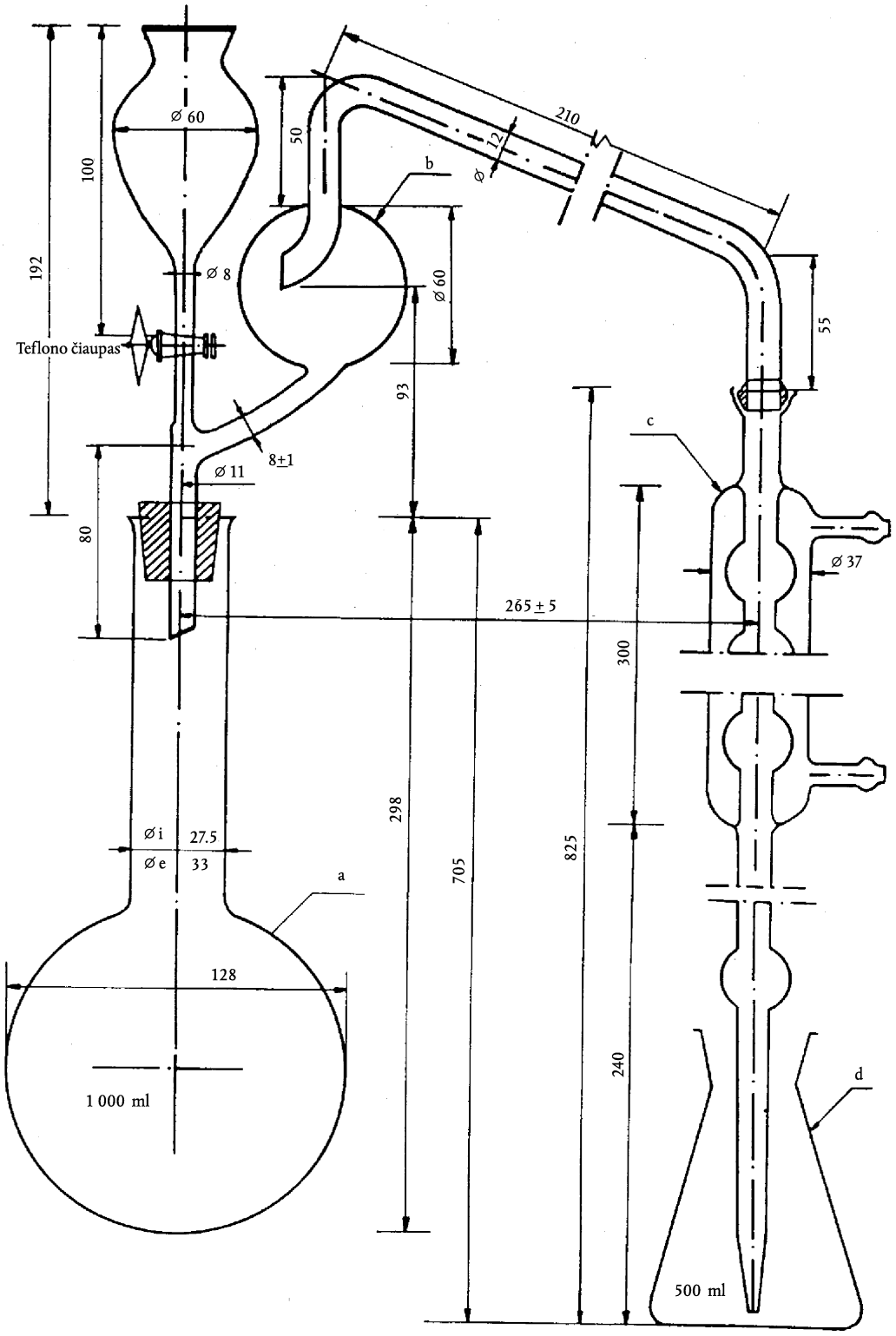
2 paveikslas

▼B



3 paveikslas

▼B



4 paveikslas

▼B

1, 2, 3 ir 4 paveikslų aprašymas

1 paveikslas

a) 1 000 ml talpos apvaliadugnė, ilgakaklė kolba.

b) Jungiamasis vamzdis su apsauginiu antvožu, sujungtas su kondensatoriumi rutuline jungtimi (Nr. 18) (vietoj rutulinės jungties su kondensatoriumi galima naudoti tinkamą guminę jungtį).

c) Lašinamasis piltuvas su čiaupu iš teflono natrio hidroksidui įpilti (čiaupą irgi galima keisti gumine žarna su spaustuku).

d) Šešių burbulų kondensatorius su rutuline jungtimi (Nr. 18) įėjime, trumpa gumine jungtimi sujungtas su stikliniu ilginamuoju antgaliu (kai su jungiamuoju vamzdžiu jungiama gumine žarna, rutulinė jungtis gali būti pakeista tinkamo skersmens guminiu kamščiu).

e) 500 ml tūrio kolba distiliatui rinkti.

Įranga, pagaminta iš borosilikatinio stiklo.

2 paveikslas

a) 1 000 ml talpos apvaliadugnė, trumpakaklė kolba su rutuline jungtimi (Nr. 35).

b) Jungiamasis vamzdis su apsauginiu antvožu ir rutuline jungtimi (Nr. 35) įėjime ir rutuline jungtimi (Nr. 18) išėjime, šonine atšaka sujungtas su lašinamuoju piltuvu natrio hidroksidui įpilti per čiaupą iš teflono.

c) Šešių burbulų kondensatorius su rutuline jungtimi (Nr. 18) įėjime, trumpa gumine žarna sujungtas su stikliniu ilginamuoju antgaliu.

d) 500 ml tūrio kolba distiliatui rinkti.

Įranga, pagaminta iš borosilikatinio stiklo.

3 paveikslas

a) 750 arba 1 000 ml talpos praplatintos angos apvaliadugnė, ilgakaklė kolba.

b) Jungiamasis vamzdis su apsauginiu antvožu ir rutuline jungtimi (Nr. 18) išėjime.

c) Lenktas vamzdis su rutuline jungtimi (Nr. 18) įėjime ir nusklembtu galu (jungimui su jungiamuoju vamzdžiu vietoj rutulinės jungties gali būti naudojamas guminis vamzdis).

d) Šešių burbulų kondensatorius, trumpa gumine žarnele sujungtas su stikliniu ilginamuoju antgaliu.

e) 500 ml tūrio kolba distiliatui rinkti.

Įranga, pagaminta iš borosilikatinio stiklo.

4 paveikslas

a) 1 000 ml talpos praplatintos angos apvaliadugnė, ilgakaklė kolba.

b) Jungiamasis vamzdis su apsauginiu antvožu ir rutuline jungtimi (Nr. 18) išėjime, šonine atšaka sujungtas su lašinamuoju piltuvu natrio hidroksidui įpilti per čiaupą iš teflono (vietoj rutulinės jungties gali būti naudojamas tinkamo skersmens guminis kamštis; čiaupą galima pakeisti gumine žarna su atitinkamu spaustuku).

c) Šešių burbulų kondensatorius su rutuline jungtimi (Nr. 18) įėjime, trumpa gumine žarna sujungtas su stikliniu ilginamuoju antgaliu (kai su jungiamuoju vamzdžiu jungiama gumine žarna, rutulinė jungtis gali būti pakeista tinkamo skersmens guminiu kamščiu).

d) 500 ml tūrio kolba distiliatui rinkti.

Įranga, pagaminta iš borosilikatinio stiklo.

▼B

2.2 serijos metodai

Nitratinio ir amoniakinio azoto nustatymas

2.2.1 metodas

Nitratinio ir amoniakinio azoto nustatymas Ulsch'o metodu

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta nitratinio ir amoniakinio azoto nustatymo metodika, redukuojant Ulsch'o metodu.

2. **Taikymo sitis**

Visoms azoto trąšoms, įskaitant sudėtines trąšas, kuriose azotas yra tik kaip nitratas arba kaip amonio jonas ir nitratas.

3. **Metodo esmė**

Rūgštinėje terpėje nitratai ir nitritai redukuojami metaline geležimi iki amonio jono. Amonio jonas virsta amoniaku, pridedant natrio hidroksido perteklių; amoniakas distiliuojamas ir jo išeiga nustatoma sugeriant jį žinomu etaloninio sieros rūgšties tirpalo tūriu. Rūgšties perteklius titruojamas etaloniniu natrio arba kalio hidroksido tirpalu.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo, neturintis anglies dioksido ir jokių azoto junginių.

4.1. Praskiesta vandenilio chlorido rūgštis: vienas tūris HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) ir vienas tūris vandens.

▼M4

4.2. Sieros rūgštis 0,05 mol/l.

▼B

4.3. Natrio arba kalio hidroksido tirpalas be karbonatų: 0,1 mol/l.

4.4. Sieros rūgšties tirpalas, maždaug 30 % H_2SO_4 (m/V), be amoniako.

4.5. Geležies milteliai, redukuoti vandeniliu (nustatytas geležies kiekis turi redukuoti bent 0,05 g nitratinio azoto).

4.6. Natrio hidroksido tirpalas, maždaug 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), be amoniako.

4.7. *Indikatorių tirpalai*

4.7.1. Mišrusis indikatorius

A tirpalas: 1 g metilraudonojo ištirpinama 37 ml 0,1 mol/l natrio hidroksido tirpalo ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

B tirpalas: 1 g metileno mėlynojo ištirpinama vandenyje ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

Sumaišomas vienas tūris A tirpalo su dviem tūriais B tirpalo.

Šio indikatoriaus spalva yra violetinė rūgščiajame, pilka – neutraliame ir žalia – šarminiame tirpale. Naudojama 0,5 ml (10 lašų).

4.7.2. Indikatoriaus metilraudonojo tirpalas

0,1 g metilraudonojo ištirpinama 50 ml 95 % etanolio. Skiedžiama vandeniu iki 100 ml ir prireikus filtruojama.

Šis indikatorius gali būti naudojamas (4–5 lašai) vietoj pirmiau aprašyto.

4.8. Pemzos gabaliukai virimui raminti, išplauti vandenilio chlorido rūgštyje ir iškaitinti.

4.9. Natrio nitratas, analiziškai grynas.

5. **Aparatūra**

Žr. 2.1 metodą „Amoniakinio azoto nustatymas“.

▼B

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. „Ėminio ruošimas“ 1 metodą.

7. **Analizės metodas**

7.1. *Tirpalo ruošimas*

Žr. 2.1 metodą „Amoniakinio azoto nustatymas“.

7.2. *Darbo eiga*

Į surinkimo kolbą įpilamas 2.1 metodo 1 lentelėje (a variantas) nurodytas tiksliai išmatuotas etaloninio sieros rūgšties tirpalo tūris ir atitinkamas pasirinktojo indikatoriaus tirpalo (4.7.1 arba 4.7.2) kiekis. Kondensatoriaus ilginamojo antgalio galas turi būti šiek tiek įmerktas į surinkimo kolboje esantį etaloninį sieros rūgšties tirpalą.

Alikvotinė skaidraus tirpalo dalis, kaip nurodyta 2.1 metodo 1 lentelėje (a variantas), tikslia pipete supilama į aparato distiliavimo kolbą. Įpilama 350 ml vandens, 20 ml 30 % sieros rūgšties tirpalo (4.4), maišoma ir įdedama 5 g redukuotos geležies (4.5). Kolbos kaklelis plaunamas keliais mililitrais vandens ir į jį įstatomas piltuvas ilgu kotu. Vieną valandą kaitinama verdančio vandens vonioje, po to piltuvo kotas nuplaunamas keliais mililitrais vandens.

Imantis saugos priemonių, kurios neleistų patirti amoniako nuostolių, į distiliavimo kolbą įpilama 50 ml koncentruoto natrio hidroksido tirpalo (4.6) arba 60 ml koncentruoto natrio hidroksido tirpalo (4.6), jei ėminiui ištirpinti buvo naudojama 20 ml vandenilio chlorido rūgšties (1 + 1) (4.1). Surenkamas distiliavimo aparatas. Amoniakas distiliuojamas pagal 2.1 metode pateiktą metodiką.

7.3. *Tuščiasis bandymas*

Tokiomis pat sąlygomis daromas tuščiasis bandymas (be ėminio) ir į gautą rezultatą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

7.4. *Kontrolinis bandymas*

Prieš analizę tikrinama, ar tinkamai veikia aparatūra ir ar taisyklingai taikomas metodas, naudojant šviežiai paruošto natrio nitrato tirpalo (4.9) alikvotinę dalį, turinčią 0,045–0,050 g azoto.

8. **Rezultatų išraiška**

Analizės rezultatas išreiškiamas kaip nitratinio azoto arba amoniakinio ir nitratinio azoto procentinė dalis analizei gautose trąšose.

2.2.2 metodas

Nitratinio ir amoniakinio azoto nustatymas Arnd'o metodu

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta nitratinio ir amoniakinio azoto nustatymo metodika, redukuojant Arnd'o metodu (modifikuotas kiekvienam iš a, b ir c variantų).

2. **Taikymo sritis**

Žr. 2.2.1 metodą.

3. **Metodo esmė**

Neutraliame vandeniniame tirpale nitratai ir nitritai redukuojami iki amoniako metalų lydiniu, kurį sudaro 60 % Cu ir 40 % Mg (Arnd'o lydinys), esant magnio chloridui ($MgCl_2$).

Amoniakas distiliuojamas ir jo išeiga nustatoma amoniaką leidžiant į žinomą etaloninio sieros rūgšties tirpalo tūrį. Sieros rūgšties perteklius titruojamas etaloniniu natrio arba kalio hidroksido tirpalu.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo, neturintis anglies dioksido ir jokių azoto junginių.

▼B

4.1. Praskiesta vandenilio chlorido rūgštis: vienas tūris HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) ir vienas tūris vandens.

▼M4

4.2.	Sieros rūgštis: 0,05 mol/l	a variantui
4.3.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,1 mol/l	
4.4.	Sieros rūgštis: 0,1 mol/l	b variantui (žr. 2.1 metodo 2 pastabą)
4.5.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,2 mol/l	
4.6.	Sieros rūgštis: 0,25 mol/l	c variantui (žr. 2.1 metodo 2 pastabą)
4.7.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,5 mol/l	

▼B

4.8. Natrio hidroksido tirpalas: maždaug 2 mol/l.

4.9. Arnd'o lydinys analizei: milteliai, kurie praeitų per mažesnio kaip 1 mm dydžio akučių sietą.

4.10. *20 % magnio chlorido tirpalas*

1 l tūrio plokščiadugnėje kolboje su maždaug 600–700 ml vandens ištirpinama 200 g magnio chlorido ($MgCl_2 \times 6H_2O$). Putojimui slopinti pridedama 15 g magnio sulfato ($MgSO_4 \times 7H_2O$).

Medžiagai ištirpus, pridedama 2 g magnio oksido, keli gabaliukai pemzos virimui raminti ir virinant suspensija koncentruojama iki 200 ml, taip iš reagentų pašalinami visi amoniako pėdsakai. Atvėsinama, skiedžiama iki 1 l ir filtruojama.

4.11. *Indikatorių tirpalai*

4.11.1. Mišrusis indikatorius

A tirpalas: 1 g metilraudonojo ištirpinama 37 ml 0,1 mol/l natrio hidroksido tirpalo ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

B tirpalas: 1 g metileno mėlynojo ištirpinama vandenyje ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

Sumaišomas vienas tūris A tirpalo su dviem tūriais B tirpalo.

Šio indikatoriaus spalva yra violetinė rūgščiajame, pilka – neutraliame ir žalia – šarminiame tirpale. Naudojama 0,5 ml (10 lašų).

4.11.2. Indikatoriaus metilraudonojo tirpalas

0,1 g metilraudonojo ištirpinama 50 ml 95 % etanolio. Skiedžiama vandeniu iki 100 ml ir prireikus filtruojama. Šis indikatorius gali būti naudojamas (4–5 lašai) vietoj pirmiau aprašyto.

4.11.3. Kongo raudonojo indikatoriaus tirpalas

Viename litre šilto vandens ištirpinama 3 g Kongo raudonojo ir prireikus atvėsintas tirpalas filtruojamas. Šis indikatorius gali būti naudojamas vietoj pirmiau aprašytų dviejų indikatorių rūgštiesiems ekstraktams neutralizuoti prieš distiliavimą, naudojant 0,5 ml 100 ml neutralizuojamo skysčio.

4.12. Pemzos gabaliukai virimui raminti, išplauti vandenilio chlorido rūgštyje ir iškaitinti.

4.13. Natrio nitratas, analiziškai grynas.

5. **Aparatūra**

Žr. 2.1 metodą „Amoniakinio azoto nustatymas“.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

▼B

7. **Analizės metodas**

7.1. *Tirpalo ruošimas analizei*

Žr. 2.1 metodą „Amoniakinio azoto nustatymas“.

7.2. *Tirpalo analizė*

Pagal pasirinktą variantą į surinkimo kolbą įpilamas tiksliai išmatuotas etaloninio sieros rūgšties tirpalo kiekis, nurodytas 2.1 metodo 1 lentelėje. Įpilamas atitinkamas kiekis pasirinkto indikatoriaus (4.11.1 arba 4.11.2) ir skiedžiama vandeniu bent iki 50 ml. Kondensatoriaus ilginamojo antgalio galas turi būti įmerktas į tirpalą.

Skaidraus tirpalo alikvotinė dalis, nurodyta 1 lentelėje, tikslia pipete pilama į distiliavimo kolbą.

Įpilamas pakankamas vandens kiekis maždaug 350 ml tūriui gauti (žr. 1 pastabą), įdedama 10 g Arnd'o lydinio (4.9), įpilama 50 ml magnio chlorido tirpalo (4.10) ir keli pemzos gabaliukai (4.12). Kolba greitai sujungiama su distiliavimo aparatu. Nestipriai kaitinama maždaug 30 min. Tuomet amoniakui distiliuoti pakaitinama stipriau. Distiliavimas trunka maždaug valandą. Pasibaigus šiam laikui, likutis kolboje turėtų būti sirupo pavidalo. Baigus distiliuoti, surinkimo kolboje esantis sieros rūgšties perteklius titruojamas pagal 2.1 metodą.

1 pastaba:

Kai ėminio tirpalas rūgštus (įpilta 20 ml HCl (4.1) ėminiui ištirpinti) analizei paimta jo alikvotinė dalis neutralizuojama taip: į distiliavimo kolbą, kurioje yra paimta alikvotinė tirpalo dalis, įpilama maždaug 250 ml vandens, įlašinamas būtinas kiekis vieno iš indikatorių (4.11.1, 4.11.2, 4.11.3) ir atsargiai sumaišoma.

Neutralizuojama 2 mol/l natrio hidroksido tirpalu (4.8) ir vėl rūgštinama lašu vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Toliau daroma, kaip nurodyta 7.2 (antroje pastraipoje).

7.3. *Tuščiasis bandymas*

Tokiomis pat sąlygomis daromas tuščiasis bandymas (be ėminio) ir į gautą rezultatą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

▼M4

7.4. *Kontrolinis bandymas*

Prieš analizę tikrinama, ar tinkamai veikia aparatūra ir ar taisyklingai taikomas metodas, naudojant šviežiai paruošto natrio nitrato tirpalo (4.13), kurio sudėtyje yra 0,050–0,150 g nitratinio azoto atsižvelgiant į pasirinktą variantą, alikvotinę dalį.

▼B

8. **Rezultatų išraiška**

Žr. 2.2.1 metodą.

2.2.3 metodas

Nitratinio ir amoniakinio azoto nustatymas Devarda metodu

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta nitratinio ir amoniakinio azoto nustatymo metodika, redukuojant Devarda metodu (modifikuotas kiekvienam iš a, b ir c variantų).

2. **Taikymo sritis**

Žr. 2.2.1 metodą.

3. **Metodo esmė**

Stipriai šarminiame tirpale nitratai ir nitritai redukuojami iki amoniako, naudojant metalų lydinį, sudarytą iš 45 % Al, 5 % Zn ir 50 % Cu (Devarda lydinys). Amoniakas distiliuojamas ir jo išeiga nustatoma sugeriant jį žinomu etaloninio sieros rūgšties tirpalo tūriu.

▼B

Rūgšties perteklius titruojamas etaloniniu natrio arba kalio hidroksido tirpalu.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo, neturintis anglies dioksido ir jokių azoto junginių.

4.1. Praskiesta vandenilio chlorido rūgštis: vienas tūris HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) ir vienas tūris vandens.

▼M4

4.2.	Sieros rūgštis: 0,05 mol/l	a variantui
4.3.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,1 mol/l	
4.4.	Sieros rūgštis: 0,1 mol/l	b variantui (žr. 2.1 metodo 2 pastabą)
4.5.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,2 mol/l	
4.6.	Sieros rūgštis: 0,25 mol/l	c variantui (žr. 2.1 metodo 2 pastabą)
4.7.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,5 mol/l	

▼B

4.8. *Devarda lydinys, analiziškai grynas*

Milteliai, kurių 90–100 % praeina per sietą, turintį mažesnes kaip 0,25 mm kvadratine akutes, o 50–75 % praeina per sietą, turinti mažesnes kaip 0,075 mm kvadratines akutes.

Rekomenduojama naudoti miltelius buteliukuose, kuriuose būtų ne daugiau kaip 100 g lydinio.

4.9. Natrio hidroksido tirpalas, maždaug 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), be amoniako.

4.10. *Indikatorių tirpalai*

4.10.1. Mišrusis indikatorius

A tirpalas: 1 g metilraudonojo ištirpinama 37 ml 0,1 mol/l natrio hidroksido tirpalo ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

B tirpalas: 1 g metileno mėlynojo ištirpinama vandenyje ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

Sumaišomas vienas tūris A tirpalo su dviem tūriais B tirpalo.

Šio indikatoriaus spalva yra violetinė rūgščiajame, pilka – neutraliame ir žalia – šarminiame tirpale. Naudojama 0,5 ml (10 lašų).

4.10.2. Indikatoriaus metilraudonojo tirpalas

0,1 g metilraudonojo ištirpinama 50 ml 95 % etanolio. Skiedžiama vandeniu iki 100 ml ir prireikus filtruojama.

Šis indikatorius gali būti naudojamas (4–5 lašai) vietoj pirmiau aprašyto.

4.11. 95–96 % etanolis.

4.12. Natrio nitratas, analiziškai grynas.

5. **Aparatūra**

Žr. 2.1 metodą.

5.1. Distiliavimo aparatas, kurį sudaro tinkamos talpos apvaliadugnė kolba, sujungta su kondensatoriumi jungiamuoju vamzdžiu su apsauginiu antvožu, be to, amoniako nuostoliams išvengti surinkimo kolboje įtaisyta burbuliukų gaudyklė.

Šiam nustatymui patvirtinto tipo aparatas yra pavaizduotas 5 paveiksle, kuriame parodytos visos konstrukcijos detalės.

▼B

5.2. 10, 20, 25, 50, 100 ir 200 ml pipetės.

5.3. 500 ml matavimo kolba.

5.4. Sukamoji purtyklė (35–40 min^{-1}).

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tirpalo ruošimas analizei*

Žr. 2.1 metodą „Amoniakinio azoto nustatymas“.

7.2. *Tirpalo analizė*

Tirpalo alikvotinėje dalyje esantis nitratinio azoto kiekis turi būti mažesnis už 1 lentelėje nurodytą didžiausią kiekį.

Pagal pasirinktą variantą į surinkimo kolbą įpilamas tiksliai išmatuotas etaloninio sieros rūgšties tirpalo tūris, nurodytas 1 lentelėje. Įpilamas atitinkamas kiekis pasirinkto indikatoriaus (4.10.1 arba 4.10.2) ir skiedžiama vandeniu bent iki 50 ml. Kondensatoriaus ilginamojo antgalio galas turi būti įmerktas į tirpalą. Į burbuliukų gaudyklę įpilama distiliuoto vandens.

Tikslia pipete imama ėminio tirpalo alikvotinė dalis, kaip nurodyta 2.1 metodo 1 lentelėje. Tirpalas supilamas į distiliavimo kolbą.

Į distiliavimo kolbą įpilamas pakankamas kiekis vandens 250–300 ml tūriui gauti, įpilama 5 ml etanolio (4.11) ir 4 g Devarda lydinio (4.8). (Žr. 2 pastabą).

Imantis būtinų saugos priemonių, kurios neleistų patirti amoniako nuostolių, į kolbą įpilama maždaug 30 ml 30 % natrio hidroksido tirpalo (4.9) o rūgštyje tirpių ėminių atveju įpilamas papildomas kiekis, kurio pakaktų neutralizuoti vandenilio chlorido rūgščiai (4.1), esančiai analizei paimtoje tirpalo alikvotinėje dalyje. Distiliavimo kolba sujungiama su aparatu, užtikrinant jungčių sandarumą. Kolba atsargiai kratoma jos turiniui sumaišyti.

Nestipriai kaitinama taip, kad vandenilio išsiskyrimas pastebimai sumažėja per pusvalandį ir tirpalas pradeda virti. Toliau distiliuojama stipriau kaitinant, kad maždaug per 30 min būtų nudistiliuota bent 200 ml tirpalo (distiliuoti reikia trumpiau kaip 45 min).

Baigus distiliuoti, surinkimo kolba atjungiama nuo aparato, gerai išplaunamas ilginamasis antgalis ir burbuliukų gaudyklė, plovimo tirpalą supilant į titravimo kolbą. Rūgšties perteklius titruojamas pagal 2.1 metodą.

2 pastaba:

Jei yra kalcio druskų, pvz., kalcio nitrato ir kalcio-amonio nitrato, $Ca(OH)_2$ susidarymuiišvengti prieš distiliavimą būtina įdėti 0,700 g natrio hidrofosfato ($Na_2HPO_4 \times 2H_2O$) vienam alikvotinėje dalyje esančio ėminio gramui.

7.3. *Tuščiasis bandymas*

Tokiomis pat sąlygomis daromas tuščiasis bandymas (be ėminio) ir į gautą rezultatą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

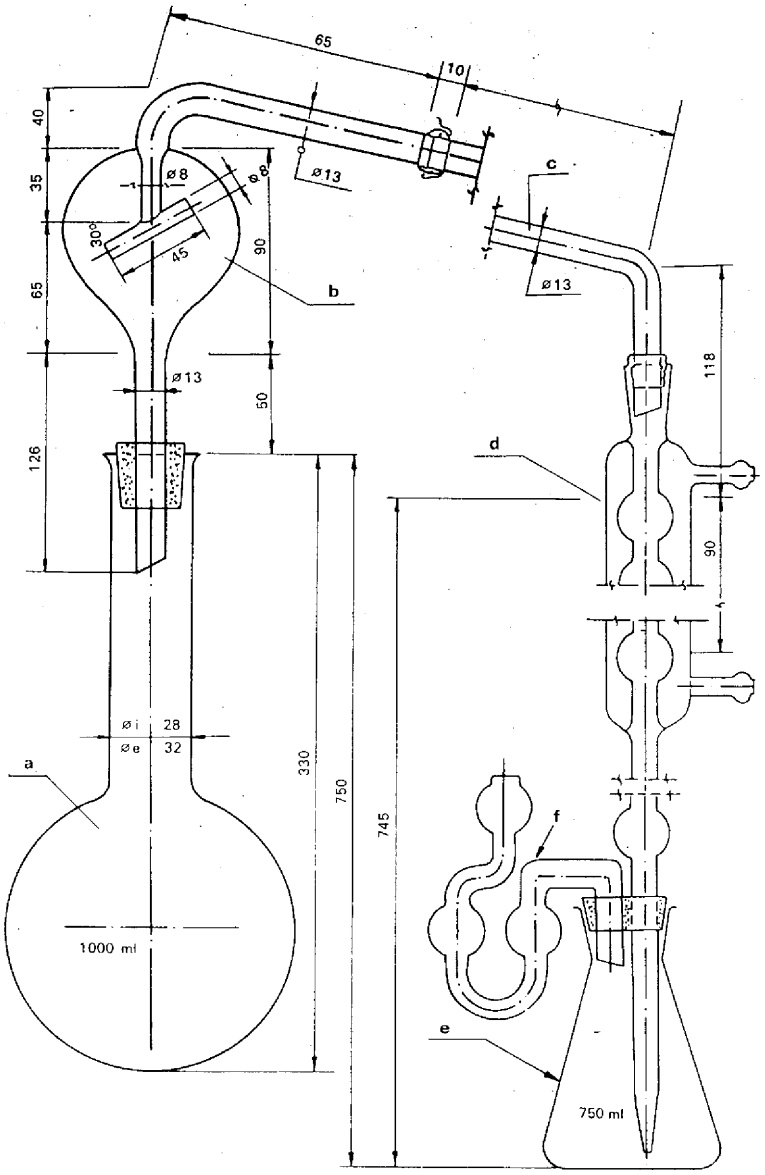
7.4. *Kontrolinis bandymas*

Prieš analizę tikrinama, ar tinkamai veikia aparatūra ir ar taisyklingai taikomas metodas, naudojant šviežiai paruošto natrio nitrato tirpalo (4.12), turinčio 0,050–0,150 g nitratinio azoto atsižvelgiant į pasirinktą variantą.

▼B

8. **Rezultatų išraiška**

Žr. 2.2.1 metodą.



5 paveikslas

5 paveikslo aprašymas

a) 750 ml (1 000 ml) talpos praplatintos angos apvaliadugnė, ilgakaklė kolba.

b) Jungiamasis vamzdis su apsauginiu antvožu ir rutuline jungtimi Nr. 18 išėjime.

c) Lenktas vamzdis su rutuline jungtimi (Nr. 18) įėjime ir nusklembtu galu (jungimui vietoj rutulinės jungties gali būti naudojama tinkama guminė jungtis).

d) Šešių burbulų kondensatorius su ilginamuoju antgaliu, įstatytas į guminį kamštį šalia burbuliukų gaudyklės.

e) 750 ml surinkimo kolba.

f) Burbuliukų gaudyklė amoniako nuostoliams išvengti.

Įranga pagaminta iš borosilikatinio stiklo.

▼B

2.3 serijos metodai

Suminio azoto nustatymas

2.3.1 metodas

Suminio azoto kiekio nustatymas nitratų neturinčiame kalcio cianamide

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta suminio azoto kiekio nitratų neturinčiame kalcio cianamide nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Tik kalcio cianamidui (be nitratų).

3. **Metodo esmė**

Po suardymo Kjeldalio metodu susidaręs amoniakinis azotas distiliuojamas, esant natrio hidroksido pertekliui, sugeriamas etaloniniu sieros rūgšties tirpalu ir nustatomas.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo, neturintis anglies dioksido ir jokių azoto junginių.

4.1. Praskiesta sieros rūgštis (d_{20} = 1,54 g/ml): vienas tūris sieros rūgšties (d_{20} = 1,84 g/ml) ir vienas tūris vandens.

4.2. Kalio sulfatas, analiziškai grynas.

4.3. Vario oksidas (CuO): 0,3–0,4 g kiekvienai analizei arba ekvivalentinis kiekis vario sulfato pentahidrato ($CuSO_4 \times 5H_2O$), 0,95–1,25 g kiekvienai analizei.

4.4. Natrio hidroksido tirpalas, apytikriai 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), be amoniako.

▼M4

4.5.	Sieros rūgštis: 0,05 mol/l	a variantui (žr. 2.1 metodą)
4.6.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,1 mol/l	
4.7.	Sieros rūgštis: 0,1 mol/l	b variantui (žr. 2.1 metodo 2 pastabą)
4.8.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,2 mol/l	
4.9.	Sieros rūgštis: 0,25 mol/l	c variantui (žr. 2.1 metodo 2 pastabą)
4.10.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,5 mol/l	

▼B

4.11. *Indikatorių tirpalai*

4.11.1. Mišrusis indikatorius

A tirpalas: 1 g metilraudonojo ištirpinama 37 ml 0,1 mol/l natrio hidroksido tirpalo ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

B tirpalas: 1 g metileno mėlynojo ištirpinama vandenyje ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

Sumaišomas vienas tūris A tirpalo su dviem tūriais B tirpalo.

Šio indikatoriaus spalva yra violetinė rūgščiajame, pilka – neutraliame ir žalia – šarminiame tirpale. Naudojama 0,5 ml (10 lašų).

▼B

4.11.2. Indikatoriaus metilraudonojo tirpalas

0,1 g metilraudonojo ištirpinama 50 ml 95 % etanolio. Skiedžiama vandeniu iki 100 ml. Prireikus filtruojama. Šis indikatorius gali būti naudojamas (4–5 lašai) vietoj pirmiau aprašyto.

4.12. Pemzos gabaliukai virimui raminti, išplauti vandenilio chlorido rūgštyje ir iškaitinti.

4.13. Kalio tiocianatas, analiziškai grynas.

5. **Aparatūra**

5.1. Distiliavimo aparatas, žr. 2.1 metodą „Amoniakinio azoto nustatymas“.

5.2. Tinkamo tūrio ilgakaklė Kjeldalio kolba.

5.3. 50, 100 ir 200 ml pipetės.

5.4. 250 ml matavimo kolba.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tirpalo ruošimas analizei*

0,001 g tikslumu sveriama 1 g ėminio ir dedama į Kjeldalio kolbą. Įpilama 50 ml praskiestos sieros rūgšties (4.1), 10–15 g kalio sulfato (4.2) ir nurodyto katalizatoriaus (4.3). Nestipriai kaitinama vandeniui išgarinti, atsargiai virinama dvi valandas, paliekama atvėsti ir skiedžiama 100–150 ml vandens. Atvėsinama dar kartą, suspensija kiekybiškai supilama į 250 ml matavimo kolbą, skiedžiama vandeniu iki žymos, purtoma ir filtruojama į sausą kolbą per sausą filtrą.

7.2. *Tirpalo analizė*

Pagal pasirinktą variantą (žr. 2.1 metodą) pipete įpilama 50 ml, 100 ml arba 200 ml taip gauto tirpalo ir amoniakas distiliuojamas, kaip aprašyta 2.1 metode, įdedant pakankamą tūrį NaOH tirpalo (4.4) dideliam NaOH pertekliui užtikrinti.

7.3. *Tuščiasis bandymas*

Tokiomis pat sąlygomis daromas tuščiasis bandymas (be ėminio) ir į gautą rezultatą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

7.4. *Kontrolinis bandymas*

Prieš analizę tikrinama, ar tinkamai veikia aparatūra ir ar taisyklingai taikomas metodas, naudojant alikvotinę dalį etaloninio kalio tiocianato tirpalo (4.13), kuriame azoto kiekis maždaug atitinka ėminio koncentraciją.

8. **Rezultatų išraiška**

Rezultatas išreiškiamas kaip azoto (N), esančio analizei gautose trąšose, procentinė dalis:

a variantas: N % = (50 – A) × 0,7.

b variantas: N % = (50 – A) × 0,7.

c variantas: N % = (35 – A) × 0,875.

2.3.2 metodas

Suminio azoto kiekio nustatymas nitratų turinčiame kalcio cianamide

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta suminio azoto kiekio kalcio cianamide nustatymo metodika.

▼B

2. **Taikymo sritis**

Metodas tinka nitratų turinčiam kalcio cianamidui.

3. **Metodo esmė**

Kjeldalio metodas tiesiogiai negali būti taikomas nitratų turinčiam kalcio cianamidui. Dėl tos priežasties prieš suardant Kjeldalio metodu nitratinis azotas yra redukuojamas į amoniaką metaline geležimi ir alavo (II) chloridu.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo, neturintis anglies dioksido ir jokių azoto junginių.

4.1. Sieros rūgštis (d_{20} = 1,84 g/ml).

4.2. Vandeniliu redukuotos geležies milteliai.

4.3. Kalio sulfatas, smulkūs milteliai, analiziškai grynas.

▼M4

4.4. Sieros rūgštis: 0,05 mol/l

4.5. Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,1 mol/l

} a variantui (žr. 2.1 metodą)

4.6. Sieros rūgštis: 0,1 mol/l

4.7. Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,2 mol/l

} b variantui (žr. 2.1 metodo 2 pastabą)

4.8. Sieros rūgštis: 0,25 mol/l

4.9. Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,5 mol/l

} c variantui (žr. 2.1 metodo 2 pastabą)

▼B

4.10. *Indikatorių tirpalai*

4.10.1. Mišrusis indikatorius

A tirpalas: 1 g metilraudonojo ištirpinama 37 ml 0,1 mol/l natrio hidroksido tirpalo ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

B tirpalas: 1 g metileno mėlynojo ištirpinama vandenyje ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

Sumaišomas vienas tūris A tirpalo su dviem tūriais B tirpalo.

Šio indikatoriaus spalva yra violetinė rūgščiajame, pilka – neutraliame ir žalia – šarminiame tirpale. Naudojama 0,5 ml (10 lašų).

4.10.2. Indikatoriaus metilraudonojo tirpalas

0,1 g metilraudonojo ištirpinama 50 ml 95 % etanolio. Skiedžiama vandeniu iki 100 ml ir prireikus filtruojama. Šis indikatorius gali būti naudojamas (4–5 lašai) vietoj pirmiau aprašyto.

4.11. *Alavo chlorido (II) tirpalas*

120 g $SnCl_2 \times 2H_2O$ ištirpinama 400 ml koncentruotos vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir skiedžiama vandeniu iki 1 l. Tirpalas turi būti visiškai skaidrus ir ruošiamas tik prieš pat naudojimą. Būtina patikrinti alavo (II) chlorido redukcinį aktyvumą.

Pastaba:

0,5 g $SnCl_2 \times 2H_2O$ ištirpinama 2 ml koncentruotos vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir skiedžiama vandeniu iki 50 ml. Įdedama 5 g kalio-natrio tartrato ir pakankamas kiekis analiziškai gryno natrio hidrokarbonato šarminiam tirpalui pagal lakmuso popierių gauti.

▼M5

Titruojama 0,05 mol/l jodo (I_2) tirpalu, kaip indikatorių naudojant krakmolo tirpalą.

▼M5

1 ml jodo (I_2) 0,05 mol/l koncentracijos tirpalo atitinka 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

Taip paruoštame tirpale bent 80 % viso alavo turi būti dvivalentis alavas. Taigi titravimui turi būti sunaudota ne mažiau kaip 35 ml 0,05 mol/l jodo (I_2) tirpalo.

▼B

4.12. Natrio hidroksido tirpalas, maždaug 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), be amoniako.

4.13. *Etaloninis nitrato-amonio tirpalas*

Sveriama 2,5 g analiziškai gryno kalio nitrato, 10,16 g analiziškai gryno amonio sulfato ir supilama į 250 ml matavimo kolbą. Ištirpinama vandenyje ir skiedžiama iki 250 ml. 1 ml šio tirpalo yra 0,01 g azoto.

4.14. Pemzos gabaliukai virimui raminti, išplauti vandenilio chlorido rūgštyje ir iškaitinti.

5. **Aparatūra**

Žr. 2.3.1 metodą.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tirpalo ruošimas*

0,001 g tikslumu sveriama 1 g ėminio ir supilama į Kjeldalio kolbą. Įdedama 0,5 g geležies miltelių (4.2), 50 ml alavo (II) chlorido tirpalo (4.11), sumaišoma ir laikoma pusė valandos. Stovintis tirpalas maišomas praėjus 10 min ir 20 min. Toliau įdedama 10 g kalio sulfato (4.3) ir 30 ml sieros rūgšties (4.1). Užvirinama ir, pasirodžius baltiems dūmams, virinama dar vieną valandą. Paliekama atvėsti ir skiedžiama 100–150 ml vandens. Suspensija kiekybiškai supilama į 250 ml matavimo kolbą, atvėsinama ir skiedžiama vandeniu iki žymos, sumaišoma ir filtruojama į sausą kolbą per sausą filtrą. Suspensija nebūtinai turi būti perpilta į kitą indą, norint taikyti 2.1 metodo a, b, arba c variantus, šiame tirpale esantis amoniakas gali būti distiliuojamas tiesiogiai, įpilant pakankamą natrio hidroksido tirpalo perteklių (4.12).

7.2. *Tirpalo analizė*

Pagal pasirinktą 2.1 metodo variantą pipete paimama 50 ml, 100 ml arba 200 ml gauto tirpalo. Amoniakas distiliuojamas kaip aprašyta 2.1 metode žiūrint, kad į distiliavimo kolbą būtų įpiltas pakankamas natrio hidroksido tirpalo (4.12) kiekis dideliam pertekliui užtikrinti.

7.3. *Tuščiasis bandymas*

Tokiomis pat sąlygomis daromas tuščiasis bandymas (be ėminio) ir į gautą rezultatą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

7.4. *Kontrolinis bandymas*

Prieš analizę tikrinama, ar tinkamai veikia aparatūra ir ar taisyklingai taikomas metodas, naudojant etaloninį tirpalą (4.13), kuriame amoniakinio ir nitratinio azoto kiekis gali būti palyginamas su cianamidinio ir nitratinio azoto kiekiu nitrato turinčiame kalcio cianamide.

Šiam tikslui į Kjeldalio kolbą įpilama 20 ml etaloninio tirpalo (4.13).

Analizė daroma pagal šio 7.1 ir 7.2 aprašytą metodą.

8. **Rezultatų išraiška**

Rezultatas turi būti išreikštas kaip suminio azoto (N), esančio analizei gautose trąšose, procentinė dalis:

a variantas: N % = (50 – A) × 0,7.

b variantas: N % = (50 – A) × 0,7.

c variantas: N % = (35 – A) × 0,875.

▼B

2.3.3 metodas

Suminio azoto kiekio karbamide nustatymas

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta suminio azoto kiekio karbamide nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Šis metodas tinka tik nitratų neturinčioms karbamido trąšoms.

3. **Metodo esmė**

Virinamas su sieros rūgštimi, karbamidas kiekybiškai paverčiamas amoniaku. Taip gautas amoniakas distiliuojamas šarminėje terpėje, distiliatą sugeriant etaloniniu sieros rūgšties tirpalu. Rūgšties perteklius titruojamas etaloniniu šarmų tirpalu.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo, neturintis anglies dioksido ir jokių azoto junginių.

4.1. Sieros rūgštis (d_{20} = 1,84 g/ml).

4.2. Natrio hidroksido tirpalas, maždaug 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), be amoniako.

▼M4

4.3.	Sieros rūgštis: 0,05 mol/l	a variantui (žr. 2.1 metodą)
4.4.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,1 mol/l	
4.5.	Sieros rūgštis: 0,1 mol/l	b variantui (žr. 2.1 metodo 2 pastabą)
4.6.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,2 mol/l	
4.7.	Sieros rūgštis: 0,25 mol/l	c variantui (žr. 2.1 metodo 2 pastabą)
4.8.	Natrio arba kalio hidroksido tirpalas, be karbonato 0,5 mol/l	

▼B

4.9. *Indikatorių tirpalai*

4.9.1. Mišrusis indikatorius

A tirpalas: 1 g metilraudonojo ištirpinama 37 ml 0,1 mol/l natrio hidroksido tirpalo ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

B tirpalas: 1 g metileno mėlynojo ištirpinama vandenyje ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

Sumaišomas vienas tūris A tirpalo su dviem tūriais B tirpalo.

Šio indikatoriaus spalva yra violetinė rūgščiajame, pilka – neutraliame ir žalia – šarminiame tirpale. Naudojama 0,5 ml (10 lašų).

4.9.2. Indikatoriaus metilraudonojo tirpalas

0,1 g metilraudonojo ištirpinama 50 ml 95 % etanolio. Skiedžiama vandeniu iki 100 ml ir prireikus filtruojama. Šis indikatorius gali būti naudojamas (4–5 lašai) vietoj pirmiau aprašyto.

4.10. Pemzos gabaliukai virimui raminti, išplauti vandenilio chlorido rūgštyje ir iškaitinti.

4.11. Karbamidas, analiziškai grynas.

5. **Aparatūra**

5.1. Distiliavimo aparatas, žr. 2.1 metodą „Amoniakinio azoto nustatymas“.

▼B

5.2. 500 ml matavimo kolba.

5.3. 25, 50 ir 100 ml pipetės.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tirpalo ruošimas*

2,5 g paruošto ėminio sveriama 0,001 g tikslumu, supilama į 300 ml Kjeldalio kolbą ir sudrėkinama 20 ml vandens. Maišoma su 20 ml koncentruotos sieros rūgšties (4.1) ir įmetamos keli stiklo karoliukai netolygiam virimui išvengti. Siekiant išvengti taškymo, į kolbos kaklą įstatomas ilgas piltuvas. Iš pradžių kaitinama nestipriai, vėliau stipriai kaitinama tol, kol pasirodo balti dūmai (30–40 min).

Atvėsinama ir skiedžiama 100–150 ml vandens. Tirpalas kiekybiškai supilamas į 500 ml matavimo kolbą, šalinant bet kokias nuosėdas. Paliekama atvėsti iki kambario temperatūros. Skiedžiama vandeniu iki žymos, sumaišoma ir prireikus filtruojama į sausą kolbą per sausą filtrą.

7.2. *Tirpalo analizė*

Pagal pasirinktą variantą (žr. 2.1 metodą) 50 ml, 100 ml arba 200 ml gauto tirpalo tikslia pipete įpilama į distiliavimo kolbą. Amoniakas distiliuojamas, kaip aprašyta 2.1 metode, į distiliavimo kolbą įpilant pakankamai NaOH tirpalo (d_{20} = 1,33 g/ml) dideliam pertekliui užtikrinti.

7.3. *Tuščiasis bandymas*

Tokiomis pat sąlygomis daromas tuščiasis bandymas (be ėminio) ir į gautą rezultatą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

7.4. *Kontrolinis bandymas*

Prieš analizę tikrinama, ar tinkamai veikia aparatūra ir ar taisyklingai taikomas metodas, naudojant alikvotinę dalį šviežiai paruošto karbamido tirpalo (4.11).

8. **Rezultatų išraiška**

Rezultatas išreiškiamas kaip azoto (N), esančio analizei gautose trąšose, procentinė dalis:

a variantas: N % = (50 – A) × 1,12;

b variantas: N % = (50 – A) × 1,12;

c variantas: N % = (35 – A) × 1,40.

2.4 metodas

Cianamidinio azoto nustatymas

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta cianamidinio azoto nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Kalcio cianamido ir kalcio cianamido/nitrato mišiniai.

3. **Metodo esmė**

Cianamidinis azotas nusodinamas kaip sidabro kompleksas ir nustatomas nuosėdose Kjeldalio metodu.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo, neturintis anglies dioksido ir jokių azoto junginių.

4.1. Ledinė acto rūgštis.

▼B

4.2. Amoniako tirpalas, turintis 10 % masės dujinio amoniako (d_{20} = 0,96 g/ml).

4.3. *Sidabro amoniakinis tirpalas pagal Tollens'ą*

Sumaišoma 500 ml 10 % sidabro nitrato ($AgNO_3$) vandeninio tirpalo ir 500 ml 10 % amoniako tirpalo (4.2).

Tirpalas be reikalo neveikiamas šviesa, šiluma arba oru. Paprastai tirpalas tinka kelis metus. Reagentas yra geros kokybės, jei tirpalas vis dar skaidrus.

4.4. Koncentruota sieros rūgštis (d_{20} = 1,84 g/ml).

4.5. Kalio sulfatas, analiziškai grynas.

4.6. Vario oksidas (CuO): 0,3–0,4 g kiekvienai analizei arba ekvivalentinis kiekis vario sulfato pentahidrato ($CuSO_4 \times 5H_2O$), 0,95–1,25 g kiekvienai analizei.

4.7. Natrio hidroksido tirpalas, maždaug 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), be amoniako.

▼M4

4.8. Sieros rūgštis: 0,05 mol/l

▼B

4.9. Natrio arba kalio hidroksido tirpalas: 0,1 mol/l.

4.10. *Indikatorių tirpalai*

4.10.1. Mišrusis indikatorius

A tirpalas: 1 g metilraudonojo ištirpinama 37 ml 0,1 mol/l natrio hidroksido tirpalo ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

B tirpalas: 1 g metileno mėlynojo ištirpinama vandenyje ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

Sumaišomas vienas tūris A tirpalo su dviem tūriais B tirpalo.

Šio indikatoriaus spalva yra violetinė rūgščiajame, pilka – neutraliame ir žalia – šarminiame tirpale. Naudojama 0,5 ml (10 lašų).

4.10.2. Indikatoriaus metilraudonojo tirpalas

0,1 g metilraudonojo ištirpinama 50 ml 95 % etanolio ir skiedžiama vandeniu iki 100 ml. Prireikus filtruojama. Šis indikatorius gali būti naudojamas (4–5 lašai) vietoj pirmiau aprašyto.

4.11. Pemzos gabaliukai virimui raminti, išplauti vandenilio chlorido rūgštyje ir iškaitinti.

4.12. Kalio tiocianatas, analiziškai grynas.

5. **Aparatūra**

5.1. Distiliavimo aparatas, žr. 2.1 metodą „Amoniakinio azoto nustatymas“.

5.2. 500 ml matavimo kolba (pvz., Stohmann'o).

5.3. Atitinkamo tūrio (300–500 ml) ilgakaklė Kjeldalio kolba.

5.4. 50 ml pipetė.

5.5. Sukamoji purtyklė (30–40 min^{-1}).

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Saugos reikalavimai*

Naudojant bet kurį sidabro amoniakinį tirpalą, būtina užsidėti apsauginius akinius. Jei ant skysčio paviršiaus susidaro plona plėvelė, maišant gali įvykti sprogimas, todėl svarbu laikytis ypatingų atsargumo priemonių.

▼B

7.2. *Tirpalo ruošimas analizei*

2,5 g ėminio sveriama 0,001 g tikslumu ir įdedama į mažą stiklinę grūstuvę. Tris kartus ėminys malamas, įpylus vandens, po kiekvieno malimo vanduo nupilamas į 500 ml Stohmann'o matavimo kolbą. Ėminys kiekybiškai supilamas į 500 ml Stohmann'o matavimo kolbą, grūstuvą, grūstuvę ir piltuvą nuplaunant vandeniu. Plovimo vandenys supilami į Stohmann'o matavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu maždaug iki 400 ml. Įpilama 15 ml acto rūgšties (4.1). Dvi valandas maišoma ant sukamosios purtyklės (5.5).

Skiedžiama vandeniu iki 500 ml, sumaišoma ir filtruojama.

Analizė turi būti daroma kiek įmanoma greičiau.

7.3. *Tirpalo analizė*

Į 250 ml cheminę stiklinę įpilama 50 ml filtrato.

Įpilama amoniako tirpalo (4.2) silpnai šarminiam tirpalui gauti ir, norint nusodinti geltoną sidabro cianamido kompleksą, įpilama 30 ml šilto amoniakinio sidabro nitrato tirpalo (4.3).

Paliekama per naktį, filtruojama ir nuosėdos plaunamos šaltu vandeniu tol, kol jose visiškai nebus amoniako.

Filtras su dar drėgnomis nuosėdomis įdedamas į Kjeldalio kolbą, pridedama 10–15 g kalio sulfato (4.5), nurodytas kiekis katalizatoriaus (4.6), įpilama 50 ml vandens ir 25 ml koncentruotos sieros rūgšties (4.4).

Švelniai purtoma kolba lėtai kaitinama tol, kol turinys užverda. Kaitinant stipriau virinama tol, kol mišinio turinys tampa bespalvis arba šviesiai žalias.

Virinama vieną valandą ir atvėsinama.

Skystis iš Kjeldalio kolbos kiekybiškai supilamas į distiliavimo kolbą, įdedamos keli pemzos gabaliukai (4.11) virimui raminti ir įpilama vandens maždaug iki suminio 350 ml tūrio. Sumaišoma ir atšaldoma.

Amoniakas distiliuojamas pagal 2.1 metodo a variantą, įpylus pakankamai NaOH tirpalo (4.7) dideliam šarmo pertekliui užtikrinti.

7.4. *Tuščiasis bandymas*

Tokiomis pat sąlygomis daromas tuščiasis bandymas (be ėminio) ir į gautą rezultatą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

7.5. *Kontrolinis bandymas*

Prieš analizę tikrinama, ar tinkamai veikia aparatūra ir ar taisyklingai taikomas metodas, naudojant alikvotinę dalį etaloninio kalio tiocianato (4.12) tirpalo, atitinkančio 0,05 g azoto.

8. **Rezultatų išraiška**

Rezultatas išreiškiamas kaip cianamidinio azoto, esančio analizei gautose trąšose, procentinė dalis.

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

2.5 **metodas**

Biureto karbamide nustatymas spektrofotometriniu metodu

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta biureto karbamide nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Šis metodas tinka tik karbamidui.

▼B

3. **Metodo esmė**

Esant kalio-natrio tartratui, biuretas ir dvivalentis varis šarminėje terpėje sudaro violetinės spalvos dvivalenčio vario kompleksą. Tirpalo optinis tankis matuojamas bangos ilgiui esant 546 nm (nanometrų).

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo, neturintis anglies dioksido ir jokių azoto junginių. Šio vandens kokybė yra ypač svarbi darant šį nustatymą.

4.1. Metanolis

▼M4

4.2. Sieros rūgšties tirpalas, maždaug 0,05 mol/l

▼B

4.3. Natrio hidroksido tirpalas, maždaug 0,1 mol/l

4.4. *Kalio-natrio tartrato šarminis tirpalas*

40 g natrio hidroksido ištirpinama 500 ml vandens, įpilto į vieno litro matavimo kolbą, ir paliekama atvėsti. Įdedama 50 g kalio-natrio tartrato ($NaKC_4H_4O_6 \times 4H_2O$). Skiedžiama iki žymos. Prieš naudojant laikoma 24 valandas.

4.5. *Vario sulfato tirpalas*

15 g vario sulfato ($CuSO_4 \times H_2O$) ištirpinama 500 ml vandens, esančio vieno litro matavimo kolboje. Skiedžiama iki žymos.

4.6. *Šviežiai paruoštas etaloninis biureto tirpalas*

0,250 g gryno biureto ([1]) ištirpinama vandenyje 250 ml matavimo kolboje. Skiedžiama iki 250 ml. 1 ml šio tirpalo yra 0,001 g biureto.

4.7. *Indikatoriaus tirpalas*

0,1 g metilraudonojo ištirpinama 50 ml 95 % etanolio, esančio 100 ml matavimo kolboje, ir skiedžiama vandeniu iki 100 ml. Filtruojama, jei yra neištirpusių medžiagų.

5. **Aparatūra**

5.1. Spektrofotometras arba fotometras, kurio filtrų jautrumas ir tikslumas būtų toks, kad būtų galima pakartotinai matuoti mažesnes kaip 0,5 % T vertes ([2]).

5.2. 100, 250 ir 1 000 ml matavimo kolbos.

5.3. 2, 5, 10, 20, 25 ir 50 ml matavimo pipetės arba 25 ml biuretė su 0,05 ml padalomis.

5.4. 250 ml cheminė stiklinė.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Kalibravimo kreivės gavimas*

0, 2, 5, 10, 20, 25 ir 50 ml biureto etaloninio tirpalo alikvotinės dalys (4.6) įpilamos į septynių 100 ml matavimo kolbų rinkinį. ►M4 Skiedžiama vandeniu maždaug iki 50 ml, įlašinamas vienas lašas indikatoriaus tirpalo (4.7) ir prireikus neutralizuojama 0,05 mol/l sieros rūgštimi (4.2). ◄ Įpilama 20 ml šarminio tartrato tirpalo (4.4) ir toliau 20 ml vario sulfato tirpalo (4.5).

Pastaba:

Šie tirpalai (4.4 ir 4.5) turi būti matuojami dviem tiksliomis biuretėmis arba, dar geriau, pipetėmis.

([1]) Biuretas gali būti gryninamas iš anksto plaunant amoniako tirpalu (10 %), po to – acetonu ir džiovinant vakuume.

([2]) Žr. „Priedėlio“ 9 punktą.

▼B

Distiliuotu vandeniu skiedžiama iki 100 ml, sumaišoma ir paliekama 15 min esant 30 (± 2) °C temperatūrai.

Kaip palyginamąjį tirpalą naudojant „0“ biureto tirpalą, tinkamo storio kiuvetėse matuojamas kiekvieno tirpalo optinis tankis, esant 546 nm bangos ilgiui.

Brėžiama kalibravimo kreivė, optinio tankio vertę žymint ordinačių ašyje, o atitinkamą biureto kiekį mg abscisių ašyje.

7.2. *Analizuojamo tirpalo ruošimas*

10 g paruošto ėminio sveriama 0,001 g tikslumu. 250 ml matavimo kolboje ėminys tirpinamas 150 ml vandens ir tirpalas skiedžiamas iki žymos. Prireikus filtruojama.

1 pastaba:

Jei analizuojamame ėminyje yra daugiau kaip 0,015 g amoniakinio azoto, jis tirpinamas 250 ml tūrio cheminėje stiklinėje, kurioje būtų 50 ml metanolio (4.1). Garinant tirpalo tūris sumažinamas iki maždaug 25 ml. Tirpalas kiekybiškai supilamas į 250 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu iki žymos. Prireikus filtruojama į sausą indą per sausą rievėtą filtrą.

2 pastaba:

Opalescencijos šalinimas: jei yra koloidinių medžiagų, filtruojant gali būti sunkumų. Tokiu atveju analizuojamas tirpalas ruošiamas taip: analizei paimtas ėminys tirpinamas 150 ml vandens, įpilama 2 ml vandenilio chlorido rūgšties 1 mol/l tirpalo ir filtruojama per Biuchnerio piltuvą su dviem plokščiais labai tankius filtrais į 250 ml matavimo kolbą. Filtrai plaunami vandeniu ir skiedžiama iki žymos. Toliau procesas tęsiamas kaip nurodyta 7.3 punkte „Nustatymas“.

7.3. *Nustatymas*

▼M4

Atsižvelgiant į numanomą biureto kiekį, į 100 ml matavimo kolbą pipete įlašinama 25 ml arba 50 ml 7.2 punkte nurodyto tirpalo ir prireikus neutralizuojama 0,05 mol/l arba 0,1 mol/l reagentų tirpalais (4.2 arba 4.3), naudojant metilraudonąjį kaip indikatorių ir tokiu pat tikslumu, kokiu buvo gauta kalibravimo kreivė, įlašinama 20 ml šarminio kalio-natrio tartrato tirpalo (4.4) ir 20 ml vario tirpalo (4.5). Skiedžiama iki žymos, gerai sumaišoma ir laikoma 15 min esant 30 (± 2) °C temperatūrai.

▼B

Toliau daromi fotometriniai matavimai ir apskaičiuojamas karbamide esantis biureto kiekis.

8. **Rezultatų išraiška**

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

čia:

C – biureto masė mg, gauta pagal kalibravimo kreivę;

V – alikvotinės dalies tūris.

9. **Priedėlis**

J_0 yra monochromatinės šviesos pluošto (nustatyto bangos ilgio) intensyvumas prieš jam praeinant per skaidrų kūną, o „J“ atitinka per skaidrų kūną praėjusios monochromatinės šviesos pluošto intensyvumą:

— praleidimo faktorius: $T = \frac{J}{Jo}$

— neskaidrumas: $O = \frac{Jo}{J}$

— optinis tankis: $E = \log O$

▼B

— optinis tankis optinio kelio vienetui: $k = \frac{E}{s}$

— savitosios absorbcijos koeficientas: $K = \frac{E}{C \times S}$

čia:

s = sluoksnio storis, cm;

C = koncentracija, mg/l;

k = kiekvienai medžiagai būdingas koeficientas pagal Lamberto-Bero dėsnį.

2.6 serijos metodai

Įvairių azoto pavidalų nustatymas tame pačiame ėminyje

2.6.1 metodas

Įvairių azoto pavidalų nustatymas tame pačiame trąšų, turinčių nitratinio, amoniakinio, karbamidinio ir cianamidinio azoto, ėminyje

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta azoto kuriuo nors pavidalu nustatymas kartu esant kitų pavidalų azotui.

2. **Taikymo sritis**

Visos I priede nurodytos trąšos, turinčios azoto įvairiu pavidalu.

3. **Metodo esmė**

3.1. *Suminis tirpusis ir netirpusis azotas*

Pagal tipinių trąšų sąrašą (I priedas) šis nustatymas tinka kalcio cianamido turintiems produktams.

3.1.1. Jei nėra nitratų, bandomasis ėminys mineralizuojamas vykdant tiesioginį suardymą Kjeldalio metodu.

3.1.2. Jei yra nitratų, bandomasis ėminys, redukuotas metaline geležimi ir alavo (II) chloridu, suardomas Kjeldalio metodu.

Abiem atvejais amoniakas nustatomas taikant 2.1 metodą.

pastaba:

Jei analizuojant nustatoma, kad netirpaus azoto kiekis yra didesnis kaip 0,5 %, daroma išvada, kad trąšose yra netirpaus azoto tokiu pavidalu, kuris neįtrauktas į I priedo sąrašą.

3.2. *Azotas tirpiu pavidalu*

Imant skirtingas to paties ėminio tirpalo alikvotines dalis, nustatoma:

3.2.1. suminis tirpusis azotas:

3.2.1.1. jei nėra nitratų, tiesiogiai suardant Kjeldalio metodu;

3.2.1.2. jei yra nitratų, paimta tirpalo alikvotinė dalis, redukuota Ulsch'o metodu, suardoma Kjeldalio metodu, amoniaką abiem atvejais nustatant, kaip aprašyta 2.1 metode;

3.2.2. suminis tirpusis azotas, išskyrus nitratinį azotą, nustatomas suardant Kjeldalio metodu, prieš tai rūgštinėje terpėje pašalinus nitratinį azotą geležies (II) sulfatu, amoniaką nustatant, kaip aprašyta 2.1 metode;

3.2.3. nitratinio azoto kiekis nustatomas iš skirtumo:

3.2.3.1. jei nėra kalcio cianamido, 3.2.1.2 ir 3.2.2 kiekių arba suminio tirpiojo azoto kiekio (3.2.1.2) ir amoniakinio azoto bei karbamidinio organinio azoto kiekių sumos (3.2.4 + 3.2.5);

▼B

3.2.3.2. jei yra kalcio cianamido, 3.2.1.2 ir 3.2.2 kiekių arba 3.2.1.2 kiekio ir 3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6 kiekių sumos;

3.2.4. amoniakinis azotas:

3.2.4.1. jei yra tik amoniakinis azotas ir amoniakinis bei nitratinis azotas, taikant 2.1 metodą;

3.2.4.2. jei yra karbamidinio azoto ir (arba) cianamidinio azoto, vykdant silpnai pašarminto tirpalo šaltą distiliavimą, amoniakas sugeriamas etaloniniu sieros rūgšties tirpalu ir nustatomas 2.1 metodu;

3.2.5. karbamidinis azotas:

3.2.5.1. naudojant ureazę paverčiamas amoniaku, kuris titruojamas etaloniniu vandenilio chlorido rūgšties tirpalu;

arba

3.2.5.2. gravimetriniu metodu nusodinant ksantanoliu: kartu nusodinamas biuretas gali būti skaičiuojamas kartu su karbamidiniu azotu, nedarant didelės paklaidos, kadangi biureto kiekis, imant absoliučiaja verte, sudėtinėse trąšose paprastai būna mažas;

arba

3.2.5.3. iš skirtumo pagal tokią lentelę:

Atvejis	Nitratinis azotas	Amoniakinis azotas	Cianamidinis azotas	Skirtumas
1	Nėra	Yra	Yra	(3.2.1.1) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
2	Yra	Yra	Yra	(3.2.2) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
3	Nėra	Yra	Nėra	(3.2.1.1) – (3.2.4.2)
4	Yra	Yra	Nėra	(3.2.2) – (3.2.4.2)

3.2.6. cianamidinis azotas nusodinamas kaip sidabro junginys, o azoto kiekis nuosėdose įvertinamas Kjeldalio metodu.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo.

4.1. Kalio sulfatas, analiziškai grynas.

4.2. Geležies milteliai, redukuoti vandeniliu (nustatytas geležies kiekis turi redukuoti bent 50 mg nitratinio azoto).

4.3. Kalio tiocianatas, analiziškai grynas.

4.4. Kalio nitratas, analiziškai grynas.

4.5. Amonio sulfatas, analiziškai grynas.

4.6. Karbamidas, analiziškai grynas.

4.7. Praskiesta sieros rūgštis, 1:1 pagal tūrį: vienas tūris sieros rūgšties (d_{20} = 1,84 g/ml) ir vienas tūris vandens.

▼M4

4.8. Etaloninis sieros rūgšties tirpalas: 0,1 mol/l.

▼B

4.9. Koncentruoto natrio hidroksido tirpalas. Vandeninis tirpalas, maždaug 30 % (m/V) NaOH, be amoniako.

4.10. Etaloninis natrio arba kalio hidroksido tirpalas: 0,2 mol/l, be karbonatų.

4.11. *Alavo (II) chlorido tirpalas*

120 g $SnCl_2 \times 2H_2O$ ištirpinama 400 ml koncentruotos vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir skiedžiama vandeniu iki 1 l. Tirpalas turi būti visiškai skaidrus ir ruošiamas tik prieš pat naudojimą.

▼B

pastaba:

Būtina patikrinti alavo (II) chlorido redukcinį aktyvumą. 0,5 g $SnCl_2 \times 2H_2O$ ištirpinama 2 ml koncentruotos vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir skiedžiama vandeniu iki 50 ml. Įdedama 5 g kalio-natrio tartrato ir pakankamas kiekis natrio hidrokarbonato šarminiam tirpalui pagal lakmuso popierių gauti.

▼M5

Titruojama 0,05 mol/l jodo (I_2) tirpalu, kaip indikatorių naudojant krakmolo tirpalą.

1 ml jodo (I_2) 0,05 mol/l koncentracijos tirpalo atitinka 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

Taip paruoštame tirpale bent 80 % viso alavo turi būti dvivalentis alavas. Taigi titravimui turi būti sunaudota ne mažiau kaip 35 ml 0,05 mol/l jodo (I_2) tirpalo.

▼B

4.12. Sieros rūgštis (d_{20} = 1,84 g/ml).

4.13. Praskiesta vandenilio chlorido rūgštis: 1:1 pagal tūrį: vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir vienas tūris vandens.

4.14. Acto rūgštis: 96–100 %.

4.15. Sieros rūgšties tirpalas, koncentracija maždaug 30 % H_2SO_4 (m/V).

4.16. Geležies (II) sulfatas: kristalinis, $FeSO_4 \times 7H_2O$.

▼M4

4.17. Etaloninis sieros rūgšties tirpalas: 0,05 mol/l.

▼B

4.18. Oktilo alkoholis.

4.19. Sotusis kalio karbonato tirpalas.

4.20. Etaloninis natrio arba kalio hidroksido tirpalas: 0,1 mol/l (be karbonatų).

4.21. Sotusis bario hidroksido tirpalas.

4.22. Natrio karbonato tirpalas: 10 % (m/V).

4.23. Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas: 2 mol/l.

4.24. Etaloninis vandenilio chlorido rūgšties tirpalas: 0,1 mol/l.

4.25. *Ureazės tirpalas*

0,5 g aktyviosios ureazės suspenduojama 100 ml distiliuoto vandens. 0,1 mol/l vandenilio chlorido rūgštimi (4.24) tirpalas parūgštinamas iki pH 5,4 vertės, matuojamos pH-metru.

4.26. *Ksantanolis*

5 % tirpalas etanolyje arba metanolyje (4.31) (nenaudotini produktai, kuriuos tirpinant lieka daug neištirpusios medžiagos). Tamsoje ir gerai užkimštame butelyje tirpalas gali būti laikomas tris mėnesius.

4.27. Vario oksidas (CuO): 0,3–0,4 g kiekvienai analizei arba ekvivalentinis kiekis vario sulfato pentahidrato ($CuSO_4 \times 5H_2O$), 0,95–1,25 g kiekvienai analizei.

4.28. Pemzos gabaliukai virimui raminti, išplauti vandenilio chlorido rūgštyje ir iškaitinti.

4.29. *Indikatorių tirpalai*

4.29.1. Mišrusis indikatorius A tirpalas: 1 g metilraudonojo ištirpinama 37 ml 0,1 mol/l natrio hidroksido tirpalo ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

B tirpalas: 1 g metileno mėlynojo ištirpinama vandenyje ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

Sumaišomas vienas tūris A tirpalo su dviem tūriais B tirpalo.

Šio indikatoriaus spalva yra violetinė rūgščiajame, pilka – neutraliame ir žalia – šarminiame tirpale. Naudojama 0,5 ml (10 lašų).

▼B

4.29.2. Indikatoriaus metilraudonojo tirpalas

0,1 g metilraudonojo ištirpinama 50 ml 95 % etanolio. Skiedžiama vandeniu iki 100 ml ir prireikus filtruojama. Šis indikatorius gali būti naudojamas (4–5 lašai) vietoj pirmiau aprašyto.

4.30. *Indikatorinis popierius*

Lakmuso, bromtimolio mėlynojo (arba kitas pH 6–8 terpei jautrus popierius).

4.31. Etanolis arba metanolis: 95 % tirpalas.

5. **Aparatūra**

5.1. *Distiliavimo aparatas*

Žr. 2.1 metodą.

5.2. *Aparatas amoniakiniam azotui įvertinti pagal 7.2.5.3 analizės metodą (žr. 6 paveikslą)*

Aparatą sudaro specialios formos surinkimo indas su šlifuoto stiklo kaklu ir šoniniu kaklu, jungiamasis vamzdis su apsauginiu antvožu ir statmenas vamzdelis orui įleisti. Su surinkimo indu vamzdeliai gali būti jungiami naudojant paprastą guminį kamštį su skylutėmis. Svarbu oro tiekimo vamzdelio galui suteikti tinkamą formą, kadangi oro burbuliukai turi labai gerai pasiskirstyti tirpaluose, esančiuose surinkimo inde ir absorberyje. Geriausią įtaisą sudaro 20 mm išorinio skersmens grybo formos detalė, su šešiomis pagal perimetrą išdėstytomis 1 mm skersmens skylutėmis.

5.3. *Aparatas karbamidiniam azotui nustatyti ureazės metodu (7.2.6.1)*

Jį sudaro 300 ml kūginė kolba, dalijamasis piltuvas ir mažas absorberis (žr. 7 paveikslą).

5.4. Sukamoji purtyklė (35–40 min^{-1}).

5.5. pH-metras.

5.6. Džiovinimo spinta su temperatūros reguliatoriumi.

5.7. *Stikliniai indai:*

2, 5, 10, 20, 25, 50 ir 100 ml pipetės,

300 ir 500 ml ilgakaklės Kjeldalio kolbos,

100, 250, 500 ir 1 000 ml matavimo kolbos,

Gučo tigliai, akytumas 5–15 μm,

grūstuvės.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Analizės metodika**

7.1. *Tirpiojo ir netirpiojo azoto suminis kiekis*

7.1.1. Trąšos, neturinčios nitratų

7.1.1.1. Suardymas

Ėminys, turintis ne daugiau kaip 100 mg azoto, sveriamas 0,001 g tikslumu. Ėminys dedamas į distiliavimo aparato (5.1) kolbą. Įdedama 10–15 g kalio sulfato (4.1), katalizatoriaus (4.27) ir keli pemzos gabaliukai virimui raminti (4.28). Įpilama 50 ml praskiestos sieros rūgšties (4.7) ir gerai sumaišoma. Iš pradžių, kol nustoja putoti, kaitinama nestipriai, retkarčiais maišant. Toliau skystis kaitinamas taip, kad būtų užtikrinamas pastovus virimas, o kai tirpalas pasidaro skaidrus, virinama dar vieną valandą, neleidžiant organinei medžiagai prilipti

▼B

prie kolbos sienelių. Paliekama atvėsti. Maišant atsargiai įpilama 350 ml vandens. Būtina užtikrinti, kad ištirptų kiek įmanoma daugiau medžiagos. Paliekama atvėsti ir kolba sujungiama su distiliavimo aparatu (5.1).

7.1.1.2. Amoniako distiliavimas

►M4 Tikslia pipete į aparato surinkimo kolbą įlašinama 50 ml etaloninio sieros rūgšties 0,1 mol/l tirpalo (4.8). ◄ Įlašinama indikatoriaus tirpalo (4.29.1 arba 4.29.2). Reikia žiūrėti, kad kondensatoriaus galas būtų įmerktas į tirpalą bent į 1 cm gylį.

Imantis būtinų atsargumo priemonių, kurios neleistų patirti amoniako nuostolių, į distiliavimo kolbą įpilamas koncentruoto natrio hidroksido tirpalo (4.9) kiekis, kurio pakaktų stipriai šarminei terpei gauti (paprastai pakanka 120 ml; tikrinama, įlašinus kelis lašus fenolftaleino. Baigus distiliuoti, kolboje esantis tirpalas turi būti neabejotinai šarminis). Kaitinimas reguliuojamas taip, kad per pusvalandį butų nusidistiliuota 150 ml. Indikatoriniu popieriumi (4.30) tikrinama, ar distiliavimas baigtas. Jei taip nėra, distiliuojama dar 50 ml ir tikrinama tol, kol indikatorinis popierius (4.30) rodo neutraliąją papildomai gauto distiliato reakciją. Surinkimo kolba nuleidžiama, distiliuojama dar keliems tirpalo mililitrams gauti ir kondensatoriaus galas praplaunamas. Rūgšties perteklius titruojamas etaloniniu kalio arba natrio hidroksido 0,2 mol/l tirpalu (4.10) tol, kol indikatorius keičia spalvą.

7.1.1.3. Tuščiasis bandymas

Tokiomis pat sąlygomis daromas tuščiasis bandymas (be ėminio) ir į gautą rezultatą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

7.1.1.4. Rezultato išraiška

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

čia:

▼M4

a = etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,2 mol/l tirpalo tūris, ml, sunaudotas tuščiajame bandyme, kuris buvo atliekamas pipete įpylus į aparato (5.1) surinkimo kolbą 50 ml etaloninio sieros rūgšties 0,1 mol/l tirpalo (4.8);

▼B

A = analizei sunaudoto etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,2 mol/l tirpalo tūris, ml;

M = bandomojo ėminio masė, g.

7.1.2. Trąšos, turinčios nitratų

7.1.2.1. Bandomasis ėminys

0,001 g tikslumu sveriamas ėminio kiekis, kuriame būtų ne daugiau kaip 40 mg nitratinio azoto.

7.1.2.2. Nitratų redukavimas

Mažoje grūstuvėje bandomasis ėminys malamas su 50 ml vandens. Naudojant kiek įmanoma mažesnį distiliuoto vandens kiekį, ėminys supilamas į 500 ml Kjeldalio kolbą. Pridedama 5 g redukuotos geležies (4.2) ir 50 ml alavo (II) chlorido tirpalo (4.11). Sumaišoma ir paliekama stovėti pusvalandį. Per tą laiką dar maišoma, praėjus 10 ir 20 min.

7.1.2.3. Suardymas Kjeldalio metodu

Įpilama 30 ml sieros rūgšties (4.12), įdedama 5 g kalio sulfato (4.1), tam tikras kiekis katalizatoriaus (4.27) ir keli pemzos gabaliukai virimui raminti (4.28). Truputį palenkta kolba nestipriai kaitinama. Kaitinimas palaipsniui didinamas ir užtikrinama, kad mišinys visą laiką būtų suspensijos pavidalu, tirpalą dažnai purtant: skystis iš pradžių tamsėja, vėliau skaidrėja ir susidaro gelsvai žalia bevandenio geležies (II) sulfato suspensija. Gautas skaidrus tirpalas virinamas dar vieną valandą. Paliekama atvėsti. Į kolbos turinį atsargiai įpilamas

▼B

nedidelis kiekis vandens ir pamažu įpilama dar 100 ml vandens. Sumaišytas tirpalas iš kolbos supilamas į 500 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu iki žymos. Sumaišoma. Filtruojama į sausą indą per sausą filtrą.

7.1.2.4. Tirpalo analizė

Tirpalo alikvotinė dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 100 mg azoto, pipete įpilama į distiliavimo aparato (5.1) kolbą. Distiliuotu vandeniu skiedžiama iki 350 ml, įdedami keli pemzos gabaliukai virimui raminti (4.28), kolba sujungiama su distiliavimo aparatu ir bandymas tęsiamas, kaip aprašyta 7.1.1.2 punkte.

7.1.2.5. Tuščiasis bandymas

Žr. 7.1.1.3.

7.1.2.6. Rezultato išraiška:

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

čia:

▼M4

a = etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,2 mol/l tirpalo tūris, ml, sunaudotas tuščiajame bandyme, kuris buvo atliekamas pipete įpylus į aparato (5.1) surinkimo kolbą 50 ml etaloninio sieros rūgšties 0,1 mol/l tirpalo (4.8);

▼B

A = analizei sunaudoto etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,2 mol/l tirpalo tūris, ml;

M = ėminio, esančio alikvotinėje dalyje, paimtoje pagal 7.1.2.4 punktą, masė, g.

7.2. *Azotas tirpiu pavidalu*

7.2.1. Analizuojamo tirpalo ruošimas

1 mg tikslumu sveriama 10 g ėminio ir įdedama į 500 ml matavimo kolbą.

7.2.1.1. Trąšos, neturinčios cianamidinio azoto

Į kolbą įpilama 50 ml vandens ir 20 ml praskiestos vandenilio chlorido rūgšties (4.13). Sumaišius laukiama anglies dioksido skyrimosi pabaigos. Įpilama 400 ml vandens ir pusvalandį maišoma ant sukamosios purtyklės (5.4). Skiedžiama vandeniu iki žymos, sumaišoma ir filtruojama į sausą indą per sausą filtrą.

7.2.1.2. Trąšos, turinčios cianamidinio azoto

Į kolbą įpilama 400 ml vandens ir keli lašai metilraudonojo (4.29.2). Prireikus rūgštinama acto rūgštimi (4.14). Įpilama 15 ml acto rūgšties (4.14). Dvi valandas maišoma ant sukamosios purtyklės (5.4). Prireikus maišomas tirpalas dar kartą rūgštinamas acto rūgštimi (4.14). Skiedžiama vandeniu iki žymos, sumaišoma, tuojau pat filtruojama į sausą indą per sausą filtrą ir nedelsiant įvertinamas cianamidinio azoto kiekis.

Abiem nurodytais atvejais tirpaus azoto įvairiu pavidalu kiekis įvertinamas tą pačią dieną, pradedant cianamidiniu azotu ir karbamidiniu azotu, jei tokio azoto yra.

7.2.2. Suminis tirpusis azotas

7.2.2.1. Jei nėra nitratų

Į 300 ml Kjeldalio kolbą pipete įpilama filtrato (7.2.1.1 arba 7.2.1.2) alikvotinė dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 100 mg azoto. Įpilama 15 ml koncentruotos sieros rūgšties (4.12), įdedama 0,4 g vario oksido arba 1,25 g vario sulfato (4.27) ir keli pemzos gabaliukai virimui raminti (4.28). Skaidymui pradėti iš pradžių kaitinama nestipriai, vėliau kaitinama stipriau tol, kol skystis tampa bespalvis arba vos žalsvas ir aiškiai matomi balti dūmai. Tirpalui atvėsus, jis supilamas į distiliavimo kolbą, skiedžiamas vandeniu iki maždaug 500 ml ir įdedami keli pemzos gabaliukai virimui raminti (4.28). Kolba

▼B

jungiama su distiliavimo aparatu (5.1) ir nustatymas tęsiamas, kaip aprašyta 7.1.1.2 punkte.

7.2.2.2. Jei yra nitratų

Į 500 ml tūrio kūginę kolbą tikslia pipete įpilama filtrato (7.2.1.1 arba 7.2.1.2) alikvotinė dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 40 mg nitratinio azoto. Šioje analizės stadijoje suminio azoto kiekis neturi reikšmės. Įpilama 10 ml 30 % sieros rūgšties (4.15), įdedama 5 g redukuotos geležies (4.2) ir kūginė kolba tuojau pat uždengiama laikrodiniu stiklu. Nestipriai kaitinama tol, kol reakcija pradeda vykti vienodu greičiu, bet ne energingai. Šiuo momentu nustojama kaitinti ir kolba laikoma bent tris valandas esant kambario temperatūrai. Naudojant vandenį skystis kiekybiškai supilamas į 250 ml matavimo kolbą, paliekant neištirpusią geležį. Skiedžiama vandeniu iki žymos. Gerai sumaišoma ir alikvotinė dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 100 mg azoto, tikslia pipete supilama į 300 ml Kjeldalio kolbą. Įpilama 15 ml koncentruotos sieros rūgšties (4.12), įdedama 0,4 g vario oksido arba 1,25 g vario sulfato (4.27) ir keli pemzos gabaliukai virimui raminti (4.28). Skaidymui pradėti iš pradžių kaitinama nestipriai, vėliau kaitinama stipriau tol, kol skystis tampa bespalvis arba vos žalsvas ir aiškiai matomi balti dūmai. Tirpalui atvėsus, jis supilamas į distiliavimo kolbą, skiedžiamas vandeniu iki maždaug 500 ml ir įdedami keli pemzos gabaliukai virimui raminti (4.28). Kolba jungiama su distiliavimo aparatu (5.1) ir nustatymas tęsiamas, kaip aprašyta 7.1.1.2 punkte.

7.2.2.3. Tuščiasis bandymas

Žr. 7.1.1.3 punktą.

7.2.2.4. Rezultato išraiška

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

čia:

▼M4

a = etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,2 mol/l tirpalo tūris, ml, sunaudotas tuščiajame bandyme, kuris buvo atliekamas pipete įpylus į aparato (5.1) surinkimo kolbą 50 ml etaloninio sieros rūgšties 0,1 mol/l tirpalo (4.8);

▼B

A = analizei sunaudoto etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,2 mol/l tirpalo tūris, ml;

M = ėminio, esančio alikvotinėje dalyje, paimtoje pagal 7.2.2.1 arba 7.2.2.2 punktą, masė, g.

7.2.3. Suminis tirpusis azotas, išskyrus nitratinį azotą

Į 300 ml tūrio kūginę kolbą tikslia pipete įpilama filtrato (7.2.1.1 arba 7.2.1.2) alikvotinė dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 50 mg nustatomo nitratinio azoto. Skiedžiama vandeniu iki 100 ml, įdedama 5 g geležies (II) sulfato (4.16), įpilama 20 ml koncentruotos sieros rūgšties (4.12) ir įmetami keli pemzos gabaliukai virimui raminti (4.28). Iš pradžių kaitinama nestipriai, paskui temperatūra didinama tol, kol pasirodys balti dūmai. Skaidymas tęsiamas 15 min. Nustojama kaitinti, įdedama vario oksido katalizatoriaus (4.27) ir dar 10–15 min kaitinama esant baltų dūmų susidarymo temperatūrai. Atvėsintas Kjeldalio kolbos turinys kiekybiškai supilamas į aparato (5.1) distiliavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu iki maždaug 500 ml ir įdedami keli pemzos gabaliukai virimui raminti (4.28). Kolba jungiama su distiliavimo aparatu ir nustatymas tęsiamas, kaip aprašyta 7.1.1.2 punkte.

7.2.3.1. Tuščiasis bandymas

Žr. 7.1.1.3 punktą.

▼B

7.2.3.2. Rezultato išraiška

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

čia:

▼M4

a = etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,2 mol/l tirpalo tūris, ml, sunaudotas tuščiajame bandyme, kuris buvo atliekamas pipete įpylus į aparato (5.1) surinkimo kolbą 50 ml etaloninio sieros rūgšties 0,1 mol/l tirpalo (4.8);

▼B

A = analizei sunaudoto etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,2 mol/l tirpalo tūris, ml;

M = ėminio, esančio įvertinimui paimtoje alikvotinėje dalyje, masė, g.

7.2.4. Nitratinis azotas

7.2.4.1. Jei nėra kalcio cianamido

Apskaičiuojamas kaip rezultatų, gautų 7.2.2.4 ir 7.2.3.2, skirtumas ir (arba) kaip rezultato, gauto 7.2.2.4, ir (7.2.5.2 arba 7.2.5.5) ir (7.2.6.3 arba 7.2.6.5, arba 7.2.6.6) gautų rezultatų sumos skirtumas.

7.2.4.2. Jei yra kalcio cianamido

Apskaičiuojamas kaip rezultatų, gautų 7.2.2.4 ir 7.2.3.2, skirtumas ir kaip rezultato, gauto 7.2.2.4, ir (7.2.5.5), (7.2.6.3 arba 7.2.6.5, arba 7.2.6.6) bei (7.2.7) gautų rezultatų sumos skirtumas.

7.2.5. Amoniakinis azotas

7.2.5.1. Tik esant amoniakiniam azotui bei amoniakiniam ir nitratiniam azotui

Į distiliavimo aparato (5.1) kolbą tikslia pipete įpilama filtrato (7.2.1.1) alikvotinė dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 100 mg amoniakinio azoto. Skiedžiama vandeniu iki suminio tūrio maždaug 350 ml ir įmetami keli pemzos gabaliukai virimui raminti (4.28). Kolba jungiama su distiliavimo aparatu, įpilama 20 ml natrio hidroksido tirpalo (4.9) ir distiliuojama, kaip aprašyta 7.1.1.2 punkte.

7.2.5.2. Rezultato išraiška

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

čia:

▼M4

a = etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,2 mol/l tirpalo tūris, ml, sunaudotas tuščiajame bandyme, kuris buvo atliekamas pipete įpylus į aparato (5.1) surinkimo kolbą 50 ml etaloninio sieros rūgšties 0,1 mol/l tirpalo (4.8);

▼B

A = analizei sunaudoto etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,2 mol/l tirpalo tūris, ml;

M = ėminio, esančio įvertinimui paimtoje alikvotinėje dalyje, masė, g.

7.2.5.3. Jei yra karbamidinio ir (arba) cianamidinio azoto

►M4 Į sausą aparato (5.2) kolbą tikslia pipete įlašinama filtrato (7.2.1.1 arba 7.2.1.2) alikvotinė dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 20 mg amoniakinio azoto. Tada aparatas surenkamas. Į 300 ml Erlenmejerio kolbą pipete įlašinama 50 ml etaloninio sieros rūgšties 0,05 mol/l tirpalo (4.17) ir tiek distiliuoto vandens, kad skystis būtų maždaug 5 cm virš išleidžiamojo vamzdelio angos. ◄ Per šonini reakcijos kolbos kaklą įpilama distiliuoto vandens suminiam 50 ml tūriui gauti. Sumaišoma. Siekiant išvengti putojimo vykstant aeravimui, įlašinama keli lašai oktilo alkoholio (4.18). Toliau tirpalas

▼B

šarminamas, įpilant 50 ml sočiojo kalio karbonato tirpalo (4.19), ir tuojau pat pradedamas šalinti šaltoje suspensijoje susidarantis amoniakas. Tam reikia leisti stiprią (maždaug 3 l/min) oro srovę, prieš tai valomą leidžiant orą per plovimo kolbas, vienoje iš kurių įpilta praskiestos sieros rūgšties, o kitoje praskiesto natrio hidroksido. Vietoje suslėgtojo oro bandymą galima daryti naudojant vakuumą (vandens siurblį), jei dujų įleidimo vamzdelis pakankamai sandariai sujungtas su indu amoniakui regeneruoti. Paprastai amoniakas visiškai pašalinamas per tris valandas. Tačiau tai būtų naudinga patikrinti, keičiant surinkimo kolbą. Baigus procesą surinkimo kolba atjungiama nuo aparato, vamzdelio galas ir kolbos sienelės plaunamos nedideliu kiekiu distiliuoto vandens. Rūgšties perteklius titruojamas etaloniniu natrio hidroksido 0,1 mol/l (4.20) tirpalu tol, kol indikatoriaus spalva pasidaro pilka (4.29.1).

7.2.5.4. Tuščiasis bandymas

Žr. 7.1.1.3 punktą.

7.2.5.5. Rezultato išraiška

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

čia:

▼M4

a = etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,1 mol/l tirpalo tūris, ml, sunaudotas tuščiajame bandyme, kuris buvo atliekamas į 300 ml Erlenmejerio kolbą (5.2) įpilant 50 ml etaloninio sieros rūgšties 0,05 mol/l tirpalo (4.17);

▼B

A = analizei suvartoto etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,1 mol/l tirpalo tūris, ml;

M = ėminio, esančio analizei paimtoje alikvotinėje dalyje, masė, g.

7.2.6. Karbamidinis azotas

7.2.6.1. Ureazės metodas

Į 500 ml matavimo kolbą tikslia pipete įpilama filtrato (7.2.1.1 arba 7.2.1.2) alikvotinė dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 250 mg karbamidinio azoto. Fosfatams nusodinti pilamas tam tikras kiekis sočiojo bario hidroksido tirpalo (4.21) tol, kol nustoja kristi nuosėdos. Toliau šalinamas bario jonų (ir jei yra ištirpusių kalcio jonų) perteklius įpilant 10 % natrio karbonato tirpalo (4.22).

Tirpalas paliekamas nusistoti ir tikrinama, ar nusodinimas yra visiškas. Skiedžiama iki žymos, sumaišoma ir filtruojama per rievėtą filtrą. Į aparato (5.3) 300 ml kūginę kolbą pipete įpilama 50 ml filtrato. Filtratas rūgštinamas 2 mol/l vandenilio chlorido rūgštimi (4.23) tol, kol matuojant pH-metru (5.5) gaunama pH vertė 3,0. Tuomet 0,1 mol/l natrio hidroksidu (4.20) pH vertė didinama iki 5,4.

Siekiant išvengti amoniako nuostolių, kai vykdomas skaidymas ureaze, kūginė kolba užkemšama kamščiu, į kurį įstatytas dalijamasis piltuvas ir maža burbuliukų gaudyklė, į kurią įpilta tiksliai 2 ml etaloninio vandenilio chlorido rūgšties 0,1 mol/l tirpalo (4.24). Dalijamuoju piltuvu įpilama 20 ml ureazės tirpalo (4.25), ir paliekama stovėti vieną valandą esant 20–25 °C temperatūrai. Tada pipete į dalijamąjį piltuvą įpilama 25 ml etaloninio vandenilio chlorido rūgšties 0,1 mol/l tirpalo (4.24), jis supilamas į tirpalą, o piltuvas plaunamas nedideliu vandens kiekiu. Tokiu pat būdu į kūginėje kolboje esantį tirpalą kiekybiškai supilamas apsauginėje gaudyklėje esantis tirpalas. Rūgšties perteklius titruojamas etaloniniu natrio hidroksido 0,1 mol/l tirpalu (4.20) iki pH 5,4 vertės, matuojamos pH-metru.

7.2.6.2. Tuščiasis bandymas

Žr. 7.1.1.3 punktą.

▼B

7.2.6.3. Rezultatų išraiška

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

a = etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,1 mol/l tirpalo tūris, ml, sunaudotas analizės sąlygomis darant tuščiąjį bandymą;

A = analizei sunaudotas etaloninio natrio arba kalio hidroksido 0,1 mol/l tirpalo tūris, ml;

M = ėminio, esančio analizei paimtoje alikvotinėje dalyje, masė, g.

Pastabos:

1) nusodinus bario hidroksido ir natrio karbonato tirpalais, skiedžiama iki žymos, ir kiek įmanoma greičiau filtruojama ir neutralizuojama;

2) titravimui dar galima naudoti indikatorių (4.29.2), tačiau taip sunkiau stebėti ekvivalentinį tašką.

7.2.6.4. Gravimetrinis metodas, naudojant ksantanolį

Į 250 ml cheminę stiklinę tikslia pipete įpilama filtrato (7.2.1.1 arba 7.2.1.2) alikvotinė dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 20 mg karbamido. Įpilama 40 ml acto rūgšties (4.14). Vieną minutę maišoma stikline lazdele, paliekama penkioms minutėms visoms nuosėdoms nusėsti. Per plokščią filtrą filtruojama į 100 ml cheminę stiklinę, plaunama keliais mililitrais acto rūgšties (4.14), toliau į filtratą sulašinama 10 ml ksantanolio (4.26) nuolat maišant stikline lazdele. Paliekama tol, kol pradeda kristi nuosėdos ir tuomet vėl maišoma vieną dvi minutes. Paliekama stovėti pusantros valandos. Filtruojama per prieš tai išdžiovintą ir pasvertą stiklinį filtravimo tiglį, šiek tiek sumažinus slėgį; tris kartus plaunama 5 ml etanolio (4.31), nesistengiant pašalinti visos acto rūgšties. Filtravimo tiglis su nuosėdomis dedamas į džiovinimo spintą ir valandą kaitinamas esant 130 °C temperatūrai (bet ne aukštesnei kaip 145 °C). Atvėsinama eksikatoriuje ir sveriama.

7.2.6.5. Rezultatų išraiška

$$\%\ \text{karbamidinio N} + \text{biureto} = \frac{6,67 \times m_1}{M_2}$$

čia:

m_1 = gautų nuosėdų masė, g;

M_2 = ėminio, esančio įvertinimui paimtoje alikvotinėje dalyje, masė, g.

Daroma tuščiojo bandymo pataisa. Biuretas iš esmės gali būti nustatomas kartu su karbamidiniu azotu, nedarant didelės paklaidos, kadangi jo kiekis, imant absoliučiąja verte, sudėtinėse trąšose paprastai būna mažas.

7.2.6.6. Skirtumo apskaičiavimo metodas

Be to, karbamidinis azotas gali būti nustatomas pagal šią lentelę:

Atvejis	Nitratinis N	Amoniakinis N	Cianamidinis N	Karbamidinis N
1	Nėra	Yra	Yra	(7.2.2.4) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
2	Yra	Yra	Yra	(7.2.3.2) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
3	Nėra	Yra	Nėra	(7.2.2.4) – (7.2.5.5)
4	Yra	Yra	Nėra	(7.2.3.2) – (7.2.5.5)

7.2.7. Cianamidinis azotas

Į 250 ml cheminę stiklinę įpilama filtrato (7.2.1.2) alikvotinė dalis, turinti 10–30 mg cianamidinio azoto. Analizė tęsiama pagal 2.4 metodą.

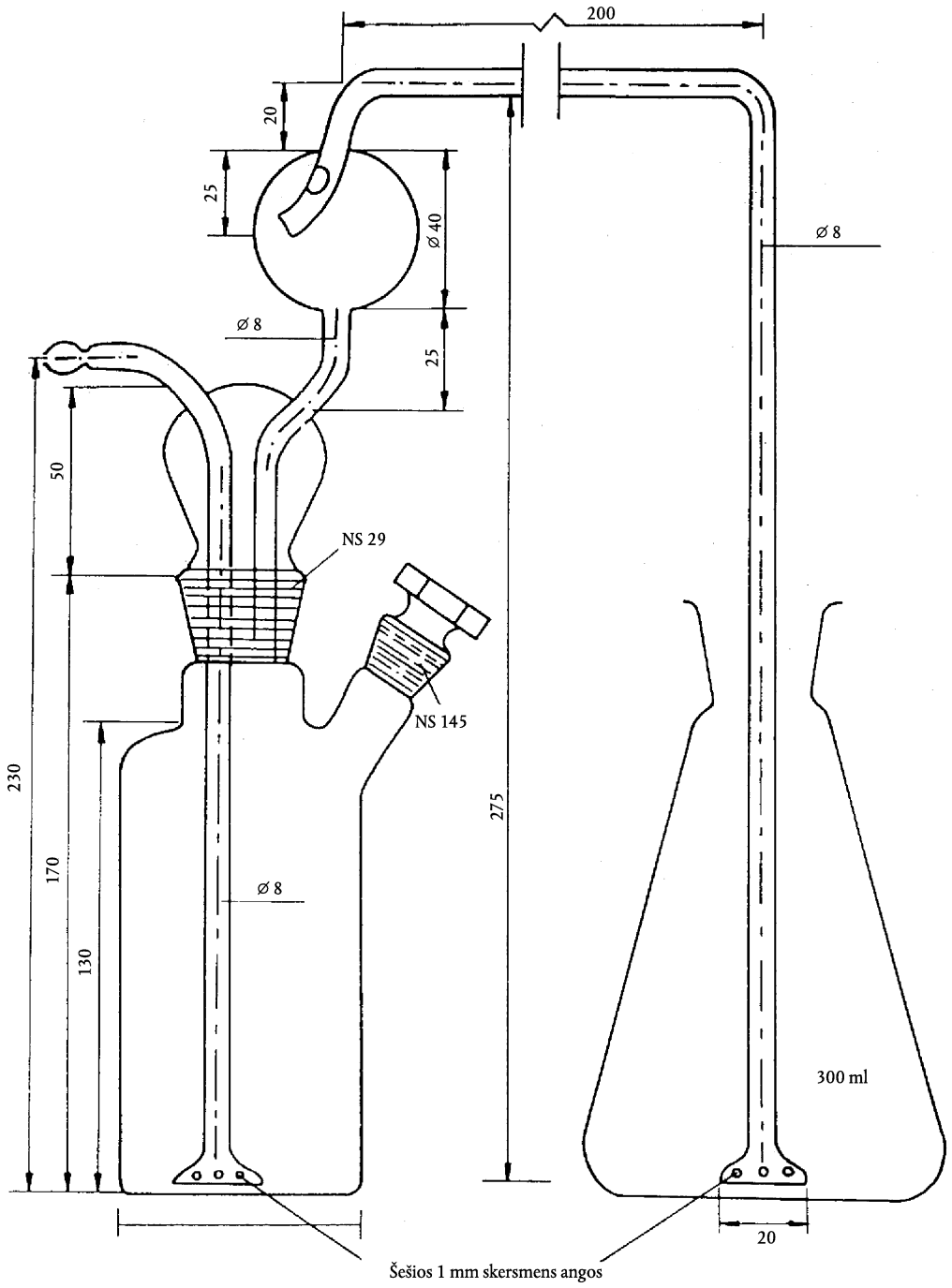
▼B

8. **Rezultatų tikrinimas**

8.1. Tam tikrais atvejais gali skirtis azoto kiekis, tiesiogiai nustatytas pasvertame ėminyje (7.1), ir suminio tirpaus azoto kiekis (7.2.2). Visgi skirtumas neturėtų būti didesnis kaip 0,5 %. Priešingu atveju trąšose yra netirpių azoto junginių, neįtrauktų į I priedo sąrašą.

8.2. Prieš kiekvieną analizę tikrinama, ar tinkamai veikia aparatūra ir ar taisyklingai taikomas metodas naudojant etaloninį tirpalą, kuriame azotas būtų įvairiu pavidalu ir santykis būtų panašus į bandomojo ėminio santykį. Šis etaloninis tirpalas ruošiamas iš kalio tiocianato (4.3), kalio nitrato (4.4), amonio sulfato (4.5) ir karbamido (4.6) etaloninių tirpalų.

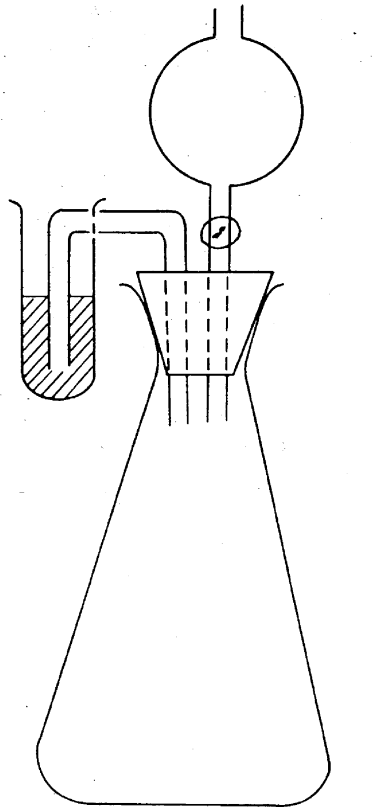
▼B



6 paveikslas

Aparatas amoniakiniam azotui įvertinti (7.2.5.3)

▼B



7 paveikslas

Aparatas karbamidiniam azotui įvertinti (7.2.6.1)

▼B

2.6.2 metodas

Įvairių azoto pavidalų nustatymas trąšose, turinčiose tik nitratinio, amoniakinio ir karbamidinio azoto

1. **Tikslas**

Šio dokumento tikslas – apibrėžti supaprastintą metodą nustatyti įvairiems azoto pavidalams trąšose, turinčiose tik nitratinį, amoniakinį ir karbamidinį azotą.

2. **Taikymo sritis**

Šis metodas tinka visoms I priede nurodytoms trąšoms, kuriose yra tik nitratinio, amoniakinio ir karbamidinio azoto.

3. **Metodo esmė**

To paties ėminio tirpalo skirtingos dalys naudojamos šiems nustatymams daryti:

3.1. *Suminis tirpiojo azoto kiekis:*

3.1.1. jei nėra nitratų, tiesioginis suardymas Kjeldalio metodu;

3.1.2. jei yra nitratų, paimta tirpalo dalis, redukuota Ulsch'o metodu, suardoma Kjeldalio metodu; amoniaką abiem atvejais nustatant, kaip aprašyta 2.1 metode;

3.2. suminis tirpusis azotas, išskyrus nitratinį azotą, nustatomas suardant Kjeldalio metodu, prieš tai rūgštinėje terpėje pašalinus nitratinį azotą geležies (II) sulfatu; amoniakas nustatomas, kaip aprašyta 2.1 metode;

3.3. nitratinis azotas nustatomas kaip 3.1.2 ir 3.2 skirtumas arba kaip suminio tirpiojo azoto (3.1.2) ir amoniakinio azoto bei karbamidinio azoto sumos (3.4 ir 3.5) skirtumas;

3.4. amoniakinis azotas nustatomas, vykdant silpnai pašarminto tirpalo šaltą distiliavimą; amoniakas sugeriamas etaloniniu sieros rūgšties tirpalu ir nustatomas 2.1 metodu;

3.5. *karbamidinis azotas:*

3.5.1. amoniakas, gautas veikiant ureaze, nustatomas titruojant etaloniniu vandenilio chlorido rūgšties tirpalu;

3.5.2. gravimetriniu metodu nusodinant ksantanoliu: kartu nusodinamas biuretas gali būti skaičiuojamas kartu su karbamidiniu azotu, nedarant didelės paklaidos, kadangi biureto kiekis, imant absoliučiaja verte, sudėtinėse trąšose paprastai būna mažas;

3.5.3. arba apskaičiuojant kaip skirtumą pagal šią lentelę:

Atvejis	Nitratinis azotas	Amoniakinis azotas	Skirtumas
1	Nėra	Yra	(3.1.1) – (3.4)
2	Yra	Yra	(3.2) – (3.4)

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo.

4.1. Kalio sulfatas, analiziškai grynas.

4.2. Geležis, redukuota vandeniliu (nurodytas kiekis geležies turi redukuoti bent 50 mg nitratinio azoto), analiziškai gryna.

4.3. Kalio nitratas, analiziškai grynas.

4.4. Amonio sulfatas, analiziškai grynas.

4.5. Karbamidas, analiziškai grynas.

▼M4

4.6. Sieros rūgšties tirpalas 0,1 mol/l.

▼B

4.7. Koncentruotas natrio hidroksido tirpalas: maždaug 30 % (m/V) NaOH vandeninis tirpalas, be amoniako.

4.8. Natrio arba kalio hidroksido tirpalas: 0,2 mol/l, be karbonatų.

4.9. Sieros rūgštis (d_{20} = 1,84 g/ml).

4.10. Praskiesta vandenilio chlorido rūgštis: vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir vienas tūris vandens.

4.11. Acto rūgštis: 96–100 %.

4.12. Sieros rūgšties tirpalas, turintis maždaug 30 % H_2SO_4 (m/V) tirpalas, be amoniako.

4.13. Geležies (II) sulfatas: kristalinis, $FeSO_4 \times 7H_2O$.

▼M4

4.14. Titruotas sieros rūgšties tirpalas: 0,05 mol/l.

▼B

4.15. Oktilo alkoholis.

4.16. Sotusis kalio karbonato tirpalas.

4.17. Natrio arba kalio hidroksido tirpalas: 0,1 mol/l.

4.18. Sotusis bario hidroksido tirpalas.

4.19. Natrio karbonato tirpalas: 10 % (m/V).

4.20. Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas: 2 mol/l.

4.21. Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas: 0,1 mol/l.

4.22. *Ureazės tirpalas*

0,5 g aktyviosios ureazės suspenduojama 100 ml distiliuoto vandens. 0,1 mol/l vandenilio chlorido rūgštimi (4.21) tirpalas parūgštinamas iki pH 5,4 vertės, matuojamos pH-metru.

4.23. *Ksantanolis*

5 % tirpalas etanolyje arba metanolyje (4.28) (nenaudotini produktai, kuriuos tirpinant lieka daug neištirpusios medžiagos). Tamsoje ir gerai užkimštame butelyje tirpalas gali būti laikomas tris mėnesius.

4.24. *Katalizatorius*

Vario oksidas (CuO): 0,3–0,4 g kiekvienai analizei arba ekvivalentinis kiekis vario sulfato pentahidrato ($CuSO_4 \times 5H_2O$), 0,95–1,25 g kiekvienai analizei.

4.25. Pemzos gabaliukai, išplauti vandenilio chlorido rūgštyje ir iškaitinti.

4.26. *Indikatorių tirpalai*

4.26.1. Mišrusis indikatorius

A tirpalas: 1 g metilraudonojo ištirpinama 37 ml 0,1 mol/l natrio hidroksido tirpalo ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

B tirpalas: 1 g metileno mėlynojo ištirpinama vandenyje ir skiedžiama vandeniu iki 1 l.

Sumaišomas vienas tūris A tirpalo su dviem tūriais B tirpalo.

Šio indikatoriaus spalva yra violetinė rūgščiajame, pilka – neutraliame ir žalia – šarminiame tirpale. Naudojama 0,5 ml (10 lašų).

4.26.2. Indikatoriaus metilraudonojo tirpalas

0,1 g metilraudonojo ištirpinama 50 ml 95 % etanolio. Skiedžiama vandeniu iki 100 ml ir prireikus filtruojama. Šis indikatorius gali būti naudojamas (4–5 lašai) vietoj pirmiau aprašyto.

4.27. *Indikatorinis popierius*

Lakmuso, bromtimolio mėlynojo (arba kitas pH 6–8 terpei jautrus popierius).

▼B

4.28. Etanolis arba metanolis: 95 % (m/V) tirpalas.

5. **Aparatūra**

5.1. *Distiliavimo aparatas*

Žr. 2.1 metodą.

5.2. *Aparatas amoniakiniam azotui nustatyti (7.5.1).*

Žr. 2.6.1 metodą ir 6 paveikslą.

5.3. *Aparatas karbamidiniam azotui nustatyti, naudojant ureazę (7.6.1)*

Žr. 2.6.1 metodą ir 7 paveikslą.

5.4. Sukamoji purtyklė (35–40 min^{-1}).

5.5. pH-metras.

5.6. *Stikliniai indai:*

2, 5, 10, 20, 25, 50 ir 100 ml tikslios pipetės,

300 ir 500 ml ilgakaklės Kjeldalio kolbos,

100, 250, 500 ir 1 000 ml matavimo kolbos,

Gučo tigliai, akytumas 5–15 μm,

grūstuvė.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Metodai**

7.1. *Tirpalo ruošimas analizei*

1 mg tikslumu sveriama 10 g ėminio ir supilama į 500 ml matavimo kolbą. Įpilama 50 ml vandens ir 20 ml praskiestos vandenilio chlorido rūgšties (4.10). Sumaišoma. Paliekama stovėti tol, kol nustoja skirtis CO_2. Įpilama 400 ml vandens ir pusvalandį maišoma (5.4); skiedžiama vandeniu iki žymos, sumaišoma ir filtruojama į sausą indą per sausą filtrą.

7.2. *Suminis azotas*

7.2.1. Jei nėra nitratų

Į 300 ml Kjeldalio kolbą pipete įpilama filtrato (7.1) dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 100 mg azoto. Įpilama 15 ml koncentruotos sieros rūgšties (4.9), įdedama 0,4 g vario oksido arba 1,25 g vario sulfato (4.24) ir keli stikliniai karoliukai virimui raminti. Reakcijai pradėti iš pradžių kaitinama nestipriai, vėliau kaitinama stipriau tol, kol skystis tampa bespalvis arba vos žalsvas ir aiškiai matomi balti dūmai. Tirpalui atvėsus, jis supilamas į distiliavimo kolbą, skiedžiamas vandeniu iki maždaug 500 ml ir įdedami keli pemzos gabaliukai virimui raminti (4.25). Kolba jungiama su distiliavimo aparatu (5.1) ir nustatymas tęsiamas, kaip aprašyta 2.6.1 metodo 7.1.1.2 punkte.

7.2.2. Jei yra nitratų

Į 500 ml tūrio kūginę kolbą pipete įpilama filtrato (7.1) dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 40 mg nitratinio azoto. Šioje analizės stadijoje suminio azoto kiekis neturi reikšmės. Įpilama 10 ml 30 % sieros rūgšties (4.12), įdedama 5 g redukuotos geležies (4.2) ir kūginė kolba tuojau pat uždengiama laikrodiniu stiklu. Nestipriai kaitinama tol, kol reakcija pradeda vykti dideliu greičiu, bet ne energingai. Nustojama kaitinti ir kolba laikoma bent tris valandas esant kambario temperatūrai. Skystis kiekybiškai supilamas į 250 ml matavimo kolbą, paliekant neištirpusią geležį. Skiedžiama vandeniu iki žymės. Gerai sumaišoma. Tirpalo dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 100 mg azoto, pipete supilama į 300 ml Kjeldalio kolbą. Įpilama 15 ml koncentruotos sieros rūgšties (4.9), įdedama 0,4 g vario oksido arba 1,25 g vario sulfato (4.24) ir keli stikliniai karoliukai virimui raminti. Skaidymui pradėti iš pradžių kaitinama nestipriai, vėliau kaitinama stipriau tol, kol skystis tampa bespalvis arba vos žalsvas ir aiškiai matomi balti dūmai. Tirpalui atvėsus, jis kiekybiškai supilamas į distiliavimo

▼B

kolbą, skiedžiamas vandeniu iki maždaug 500 ml ir įdedami keli pemzos gabaliukai virimui raminti (4.25). Kolba jungiama su distiliavimo aparatu (5.1) ir nustatymas tęsiamas, kaip aprašyta 2.6.1 metodo 7.1.1.2 punkte.

7.2.3. Tuščiasis bandymas

Tokiomis pat sąlygomis daromas tuščiasis bandymas (be ėminio) ir į gautą rezultatą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

7.2.4. Rezultato išraiška

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

čia:

▼M4

a = titruoto natrio arba kalio hidroksido 0,2 mol/l tirpalo (4.8) tūris, ml, sunaudotas tuščiajame bandyme, kuris buvo atliekamas pipete įpylus į aparato surinkimo kolbą 50 ml titruoto sieros rūgšties 0,1 mol/l tirpalo (4.6);

▼B

A = analizei sunaudoto natrio arba kalio hidroksido titruoto 0,2 mol/l tirpalo (4.8) tūris, ml;

M = analizei paimtoje alikvotinėje dalyje (7.2.1 arba 7.2.2) esančio ėminio masė, g.

7.3. *Suminis azotas, išskyrus nitratinį azotą*

7.3.1. Analizė

Į 300 ml tūrio kūginę kolbą pipete įpilama filtrato (7.1) alikvotinė dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 50 mg nustatomo azoto. Skiedžiama vandeniu iki 100 ml, įdedama 5 g geležies (II) sulfato (4.13), įpilama 20 ml koncentruotos sieros rūgšties (4.9) ir įmetami keli stikliniai karoliukai virimui raminti. Iš pradžių kaitinama nestipriai, paskui temperatūra didinama tol, kol pasirodys balti dūmai. Reakcija tęsiama 15 min. Nustojama kaitinti, įdedama 0,4 vario oksido katalizatoriaus (4.24). Vėl kaitinama ir dar 10–15 min leidžiama susidaryti baltiems dūmams. Atvėsintas Kjeldalio kolbos turinys kiekybiškai supilamas į distiliavimo kolbą (5.1). Skiedžiama vandeniu iki maždaug 500 ml ir įdedami keli pemzos gabaliukai virimui raminti (4.25). Kolba jungiama su distiliavimo aparatu ir nustatymas tęsiamas, kaip aprašyta 2.6.1 metodo 7.1.1.2 punkte.

7.3.2. Tuščiasis bandymas

Žr. 7.2.3 punktą.

7.3.3. Rezultato išraiška

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

čia:

▼M4

a = titruoto natrio arba kalio hidroksido 0,2 mol/l tirpalo (4.8) tūris, ml, sunaudotas tuščiajame bandyme, kuris buvo atliekamas pipete įpylus į aparato surinkimo kolbą 50 ml titruoto sieros rūgšties 0,1 mol/l tirpalo (4.6);

▼B

A = analizei sunaudoto titruoto natrio arba kalio hidroksido 0,2 mol/l tirpalo tūris, ml;

M = nustatymui paimtoje alikvotinėje dalyje esančio ėminio masė, g.

▼B

7.4. *Nitratinis azotas*

Gaunamas kaip skirtumas:

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.3)

arba

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.5),

arba

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.6).

7.5. *Amoniakinis azotas*

7.5.1. Analizė

Į sausą aparato (5.2) kolbą tikslia pipete įpilama filtrato (7.1) dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 20 mg amoniakinio azoto. ►M4 Į 300 ml Erlenmejerio kolbą pipete įlašinama 50 ml titruoto sieros rūgšties 0,05 mol/l tirpalo (4.14) ir tiek distiliuoto vandens, kad skystis būtų maždaug 5 cm virš ėmimo vamzdelio angos. ◄ Per šoninį reakcijos kolbos kaklą įpilama distiliuoto vandens suminiam 50 ml tūriui gauti. Sumaišoma. Siekiant išvengti putojimo leidžiant dujų srautą, įlašinama keli lašai oktilo alkoholio (4.15). Įpilama 50 ml sočiojo kalio karbonato tirpalo (4.16) ir tuojau pat pradedamas šalinti šaltoje suspensijoje susidarantis amoniakas. Tam reikia leisti stiprią oro srovę (maždaug 3 l/min srovę), prieš tai valomą leidžiant orą per plovimo kolbas, turinčias praskiestos sieros rūgšties ir praskiesto natrio hidroksido. Vietoje suslėgto oro bandymą galima daryti naudojant vakuumą (vandens siurblį), jei dujų įleidimo vamzdelis pakankamai sandariai sujungtas su indu amoniakui regeneruoti.

Paprastai amoniakas visiškai pašalinamas per tris valandas.

Tačiau tai būtų naudinga patikrinti, keičiant kūginę kolbą. Baigus procesą, kūginė kolba atjungiama nuo aparato, vamzdelio galas ir kolbos sienelės plaunamos nedideliu kiekiu distiliuoto vandens ir rūgšties perteklius titruojamas etaloniniu natrio hidroksido 0,1 mol/l tirpalu (4.17).

7.5.2. Tuščiasis bandymas

Žr. 7.2.3 punktą.

7.5.3. Rezultatų išraiška

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

čia:

▼M4

a = titruoto natrio arba kalio hidroksido 0,1 mol/l tirpalo (4.17) tūris, ml, sunaudotas tuščiajame bandyme, kuris buvo atliekamas pipete įpylus į aparato (5.2) 300 ml Erlenmejerio kolbą 50 ml titruoto sieros rūgšties 0,05 mol/l tirpalo (4.14);

▼B

A = analizei sunaudoto titruoto natrio arba kalio hidroksido 0,1 mol/l tirpalo (4.17) tūris, ml;

M = nustatymui paimtoje alikvotinėje dalyje esančio ėminio masė, g.

7.6. *Karbamidinis azotas*

7.6.1. Ureazės metodas

Į 500 ml matavimo kolbą pipete įpilama filtrato (7.1) dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 250 mg karbamidinio azoto. Fosfatams nusodinti pilamas tam tikras kiekis sočiojo bario hidroksido tirpalo (4.18) tol, kol toliau pilant nuosėdos nesusidaro. Šalinamas bario jonų (ir jei yra ištirpusių kalcio jonų) perteklius, įpilant 10 % natrio karbonato tirpalo (4.19). Tirpalas paliekamas nusistoti ir tikrinama, ar nusodinimas yra visiškas. Skiedžiama iki žymos, sumaišoma ir filtruojama per sulankstytą filtrą. Į aparato (5.3) 300 ml kūginę kolbą pipete įpilama 50 ml filtrato. Filtratas rūgštinamas 2 mol/l vandenilio chlorido rūgštimi

▼B

(4.20) tol, kol matuojant pH-metru gaunama pH vertė 3,0. Tuomet 0,1 mol/l natrio hidroksidu (4.17) pH vertė didinama iki 5,4. Siekiant išvengti amoniako nuostolių, kai vykdomas skaidymas ureaze, kūginė kolba užkemšama kamščiu, į kurį įstatytas lašinamasis piltuvas ir mažas apsauginis indas, į kurį įpilta tiksliai 2 ml etaloninio vandenilio chlorido rūgšties 0,1 mol/l tirpalo (4.21). Lašinamuoju piltuvu įpilama 20 ml ureazės tirpalo (4.22). Paliekama stovėti vieną valandą esant 20–25 °C temperatūrai. Pipete į lašinamąjį piltuvą įpilama 25 ml etaloninio vandenilio chlorido rūgšties 0,1 mol/l tirpalo (4.21), jis supilamas į tirpalą, o piltuvas plaunamas nedideliu vandens kiekiu. Tokiu pat būdu į kūginėje kolboje esantį tirpalą kiekybiškai supilamas apsauginiame inde esantis tirpalas. Rūgšties perteklius titruojamas etaloniniu natrio hidroksido 0,1 mol/l tirpalu (4.17) iki pH 5,4 vertės, matuojamos pH-metru.

Pastabos:

1. Nusodinus bario hidroksido ir natrio karbonato tirpalais, skiedžiama iki žymos, ir kiek įmanoma greičiau filtruojama ir neutralizuojama.

2. Titravimui dar galima naudoti indikatorių (4.26), tačiau taip sunkiau stebėti ekvivalentinį tašką.

7.6.2. Tuščiasis bandymas

Žr. 7.2.3 punktą.

7.6.3. Rezultato išraiška

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

čia:

a = titruoto natrio arba kalio hidroksido 0,1 mol/l tirpalo (4.17) tūris, ml, sunaudotas tuščiajame bandyme, darytame analizės sąlygomis;

A = analizei sunaudoto titruoto natrio arba kalio hidroksido 0,1 mol/l tirpalo (4.17) tūris, ml;

M = analizei paimtoje alikvotinėje dalyje esančio ėminio masė, g.

7.6.4. Gravimetrinis metodas, naudojant ksantanolį

Į 100 ml cheminę stiklinę tikslia pipete įpilama filtrato (7.1) dalis, kurioje būtų ne daugiau kaip 20 mg karbamido. Įpilama 40 ml acto rūgšties (4.11). Vieną minutę maišoma stikline lazdele, paliekama penkioms minutėms visoms nuosėdoms nusėsti. Filtruojama ir plaunama keliais mililitrais acto rūgšties (4.11). Į filtratą sulašinama 10 ml ksantanolio (4.23) nuolat maišant stikline lazdele. Paliekama stovėti tol, kol pradeda kristi nuosėdos ir tuomet vėl maišoma vieną dvi minutes. Paliekama stovėti pusantros valandos. Filtruojama per prieš tai išdžiovintą ir pasvertą stiklinį filtravimo tiglį, šiek tiek sumažinus slėgį; tris kartus plaunama 5 ml etanolio (4.28), nesistengiant pašalinti visą acto rūgštį. Filtras dedamas į džiovinimo spintą ir valandą kaitinamas esant 130 °C temperatūrai (bet ne aukštesnei kaip 145 °C). Atvėsinama eksikatoriuje ir sveriama.

7.6.5. Rezultato išraiška

$$\%\ \mathrm{N}\ (\text{karbamidinio}) = \frac{6,67 \times m}{M}$$

čia:

m = gautų nuosėdų masė, g;

M = analizei paimtoje alikvotinėje dalyje esančio bandomojo ėminio masė, g.

Daroma tuščiojo bandymo pataisa. Biuretas iš esmės gali būti nustatomas kartu su karbamidiniu azotu, nedarant didelės paklaidos, kadangi jo kiekis, imant absoliučiąja verte, sudėtinėse trąšose paprastai būna mažas.

▼B

7.6.6. Skirtumo apskaičiavimo metodas

Be to, karbamidinis azotas gali būti nustatomas pagal šią lentelę:

Atvejis	Nitratinis N	Amoniakinis N	Karbamidinis N
1	Nėra	Yra	(7.2.4) – (7.5.3)
2	Yra	Yra	(7.3.3) – (7.5.3)

8. **Rezultato tikrinimas**

Prieš kiekvieną analizę tikrinama, ar tinkamai veikia aparatūra ir ar taisyklingai taikomas metodas, naudojant etaloninį tirpalą, kuriame azotas būtų įvairiu pavidalu ir santykis būtų panašus į bandomojo ėminio santykį. Šis etaloninis tirpalas ruošiamas iš kalio nitrato (4.3), amonio sulfato (4.4) ir karbamido (4.5) etaloninių tirpalų.

3 serijos metodai

Fosforas

3.1 serijos metodai

Ekstrahavimas

3.1.1 metodas

Neorganinės rūgštyse tirpaus fosforo ekstrahavimas

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta neorganinėse rūgštyse tirpaus fosforo nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Metodas tinka tik I priede išvardytoms fosforo trąšoms.

3. **Metodo esmė**

Trąšose esančio fosforo ekstrahavimas azoto ir sieros rūgščių mišiniu.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo.

4.1. Sieros rūgštis (d_{20} = 1,84 g/ml).

4.2. Azoto rūgštis (d_{20} = 1,40 g/ml).

5. **Aparatūra**

Tipinė laboratorinė įranga.

5.1. Bent 500 ml tūrio Kjeldalio kolba arba 250 ml apvaliadugnė kolba su stikliniu vamzdeliu kaip grįžtamuoju kondensatoriumi.

5.2. 500 ml tūrio matavimo kolba.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Ėminys*

2,5 g paruošto ėminio sveriama 0,001 g tikslumu ir supilama į sausą Kjeldalio kolbą.

▼B

7.2. *Ekstrahavimas*

Įpilama 15 ml vandens ir maišoma suspensijai gauti. Įpilama 20 ml azoto rūgšties (4.2) ir atsargiai įpilama 30 ml sieros rūgšties (4.1).

Pasibaigus iš pradžių vykstančiai smarkiai reakcijai, kolba lėtai užvirinama ir virinama 30 min. Leidžiama atvėsti ir maišant atsargiai įpilama maždaug 150 ml vandens. Virinama dar 15 min.

Visiškai atvėsintas tirpalas kiekybiškai supilamas į 500 ml matavimo kolbą. Skiedžiama iki žymos, sumaišoma ir filtruojama per sausą rievėtą filtrą, kuriame nebūtų fosfatų, pirmąją filtrato dalį išpilant lauk.

7.3. *Nustatymas*

Fosforo kiekis nustatomas taip gauto tirpalo alikvotinėje dalyje pagal 3.2 metodą.

3.1.2 metodas

Fosforo, tirpaus 2 % (20 g/l) skruzdžių rūgštyje, ekstrahavimas

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta 2 % (20 g/l) skruzdžių rūgštyje tirpaus fosforo nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Tik minkštiesiems gamtiniams fosfatams.

3. **Metodo esmė**

Kietiesiems ir minkštiesiems gamtiniams fosfatams atskirti skruzdžių rūgštyje tirpus fosforas ekstrahuojamas specifinėmis sąlygomis.

4. **Reagentai**

4.1. *2 % (20 g/l) skruzdžių rūgštis*

pastaba:

82 ml skruzdžių rūgšties (koncentracija 98–100 %, d_{20} = 1,22 g/ml) skiedžiama distiliuotu vandeniu iki penkių litrų tūrio.

5. **Aparatūra**

Tipinė laboratorinė įranga.

5.1. 500 ml matavimo kolba (pvz., Stohmann'o).

5.2. Sukamoji purtyklė (35–40 min^{-1}).

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Ėminys*

5 g paruošto ėminio sveriama 0,001 g tikslumu ir supilama į sausą plačiakaklę 500 ml Stohmann'o matavimo kolbą (5.1).

7.2. *Ekstrahavimas*

Visą laiką sukant kolbą ranka, pilama 2 % skruzdžių rūgšties (4.1) esant 20 (± 1) °C, paliekant maždaug 1 cm iki matavimo žymos, ir baigiama skiesti iki žymos. Kolba užkemšama guminiu kamščiu ir maždaug 30 min maišoma ant sukamosios purtyklės (5.2) esant 20 (± 2) °C.

Tirpalas filtruojamas į sausą stiklinį indą per sausą rievėtą filtrą, kuriame nebūtų fosfatų. Pirmoji filtrato dalis išpilama lauk.

7.3. *Nustatymas*

Fosforo kiekis nustatomas taip gauto tirpalo alikvotinėje dalyje pagal 3.2 metodą.

▼B

3.1.3 metodas

Fosforo, tirpaus 2 % (20 g/l) citrinų rūgštyje, ekstrahavimas

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta 2 % (20 g/l) citrinų rūgštyje tirpaus fosforo nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Tinka tik bazinio šlako rūšims (žr. I priedo A skyrių).

3. **Metodo esmė**

Fosforas ekstrahuojamas iš trąšų 2 % (20 g/l) citrinų rūgšties tirpalu esant tam tikroms sąlygoms.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo.

4.1. 2 % (20 g/l) citrinų rūgšties tirpalas paruoštas iš kristalinės citrinų rūgšties ($C_6H_8O_7 \times H_2O$)

pastaba:

Šios citrinų rūgšties tirpalo koncentracija tikrinama 10 ml rūgšties tirpalo titruojant etaloniniu natrio hidroksido 0,1 mol/l tirpalu, kaip indikatorių naudojant fenolftaleiną.

Jei tirpalas paruoštas tiksliai, turėtų būti sunaudojama 28,55 ml etaloninio tirpalo.

5. **Aparatūra**

5.1. Sukamoji purtyklė (35–40 min^{-1}).

6. **Ėminio ruošimas**

Produktas analizuojamas kaip gautas, vienalytiškumui užtikrinti pradinis ėminys gerai sumaišomas. Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Ėminys*

5 g paruošto ėminio sveriama 0,001 g tikslumu ir supilama į sausą 600 ml kolbą, turinčią pakankamai platų kaklą skysčiui gerai sumaišyti.

7.2. *Ekstrahavimas*

Įpilama 500 (± 1) ml citrinų rūgšties esant 20 (± 1) °C. Pilant pirmuosius mililitrus reagento, kolba smarkiai kratoma ranka, kad medžiaga nesušoktų į gabalus ir neliptų prie sienelių. Užkimšus kolbą guminiu kamščiu, maždaug 30 min maišoma ant sukamosios purtyklės (5.1) esant 20 (± 2) °C temperatūrai.

Tirpalas tuojau pat filtruojamas į sausą stiklinį indą per sausą rievėtą filtrą, kuriame nebūtų fosfatų, filtrato pirmuosius 20 ml išpilant lauk. Filtruojama tol, kol gaunamas fosforui nustatyti reikiamas kiekis filtrato.

7.3. *Nustatymas*

Fosforo kiekis ekstrakte nustatomas taip gauto tirpalo alikvotinėje dalyje pagal 3.2 metodą.

3.1.4 metodas

Fosforo, tirpaus neutraliajame amonio citrate, ekstrahavimas

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta neutraliajame amonio citrate tirpaus fosforo nustatymo metodika.

▼B

2. **Taikymo sritis**

Metodas tinka visoms trąšoms, kurios tirpsta neutraliajame amonio citrate (žr. I priedą).

3. **Metodo esmė**

Fosforas ekstrahuojamas neutraliuoju amonio citrato tirpalu (pH 7,0) esant 65 °C temperatūrai ir specifinėms sąlygoms.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo.

4.1. *Neutralusis amonio citrato tirpalas (pH 7,0)*

Viename šio tirpalo litre turi būti 185 g kristalinės citrinų rūgšties; tirpalo savitasis tankis turi būti 1,09, o pH 7,0 esant 20 °C.

Reagentas ruošiamas taip:

370 g kristalinės citrinų rūgšties ($C_6H_8O_7 \times H_2O$) ištirpinama maždaug 1,5 litro vandens ir įpilama 345 ml amoniako tirpalo (28–29 % NH_3) maždaug neutraliam tirpalui gauti. Jei NH_3 koncentracija mažesnė kaip 28 %, įpilamas atitinkamai didesnis amoniako tirpalo tūris, o citrinų rūgštis skiedžiama atitinkamai mažesniu vandens kiekiu.

Tirpalas atvėsinamas ir tiksliai neutralizuojamas, į tirpalą įmerkus pH-metro elektrodus. Amoniako tirpalas, turintis 28–29 % NH_3, nepertraukiamai maišant (mechaniniu maišikliu) lašais lašinamas tiksliai iki pH 7,0 esant 20 °C temperatūrai. Pasiekus šią pH vertę, skiedžiama iki 2 litrų ir vėl matuojama pH vertė. Reagentas laikomas uždarame inde ir reguliariai tikrinama pH vertė.

5. **Aparatūra**

5.1. 2 l tūrio cheminė stiklinė

5.2. pH-metras

5.3. 200 ml arba 250 ml kūginė kolba

5.4. 500 ml matavimo kolbos ir 2 000 ml matavimo kolba

5.5. Vandens vonia, laikoma esant 65 °C, ir turinti tinkamą maišiklį (žr. 8 paveikslą).

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Ėminys*

1 g arba 3 g analizuojamų trąšų (žr. reglamento I priedo A ir B skyrius) supilama į 200 ml arba 250 ml kūginę kolbą, kurioje yra 100 ml amonio citrato tirpalo, prieš tai pašildyto iki 65 °C.

7.2. *Tirpalo analizė*

Kūginė kolba užkemšama ir kratoma, kad trąšos nesuliptų į gabalus. Slėgiui suvienodinti kolba trumpam atkemšama ir vėl užkemšama. Kolba įstatoma į vandens vonią, kuri palaikytų kolbos turinio 65 °C temperatūrą, ir prijungiama prie maišiklio (žr. 8 paveikslą). Kolboje maišomos suspensijos lygis turi visa laiką būti žemiau vonioje esančio vandens lygio ([1]). Mechaninis maišymas reguliuojamas taip, kad mišinys būtų visiškai suspenduotas.

Tiksliai po valandos maišymo kūginė kolba išimama iš vandens vonios.

Kolba atvėsinama vandens srove iki kambario temperatūros ir suspensija iš kūginės kolbos tuojau pat kiekybiškai supilama į 500 ml matavimo kolbą, naudojant vandens srovę (plovyklę). Skiedžiama vandeniu iki žymos. Gerai sumaišoma. Filtruojama į sausą indą per

([1]) Jei nėra mechaninio maišiklio, kolbą galima kratyti ranka kas penkias minutes.

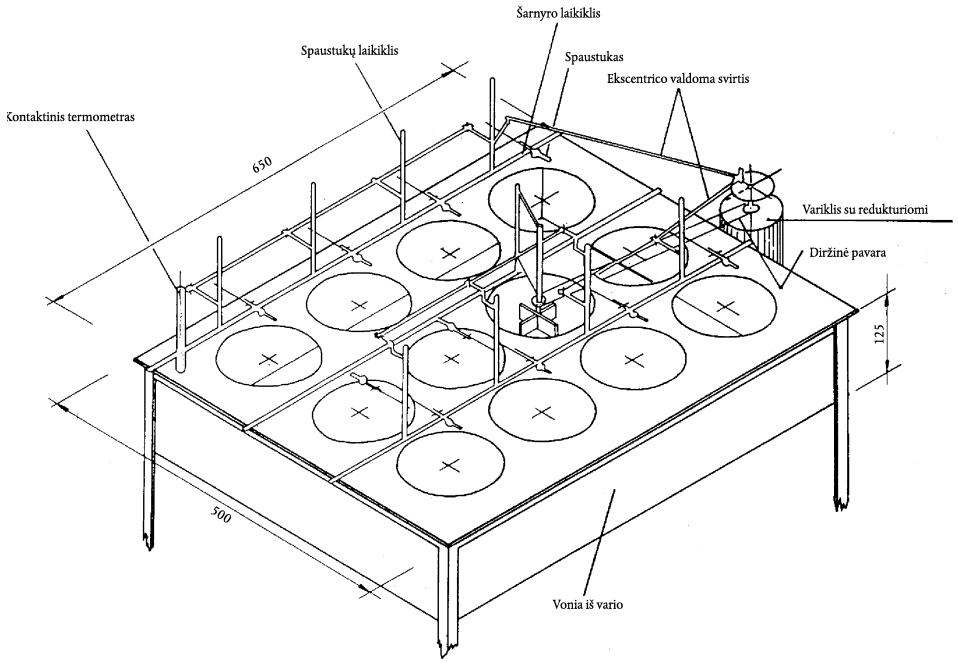
▼B

sausą rievėtą filtrą (vidutiniu greičiu, be fosfatų), pirmąją filtrato dalį (maždaug 50 ml) išpilant lauk.

Taigi surenkama maždaug 100 ml skaidraus filtrato.

7.3. *Nustatymas*

Taip gautame ekstrakte esantis fosforas nustatomas pagal 3.2 metodą.



8 paveikslas

3.1.5 serijos metodai

Ekstrahavimas šarminiu amonio citratu

3.1.5.1 metodas

Tirpiojo fosforo ekstrahavimas Petermann'o metodu esant 65 °C

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta šarminiame amonio citrate tirpaus fosforo nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Tinka tik nusodintam kalcio hidrofosfato dihidratui ($CaHPO_4 \times 2H_2O$).

3. **Metodo esmė**

Esant 65 °C temperatūrai fosforas ekstrahuojamas tam tikromis sąlygomis šarminiu amonio citrato tirpalu (Petermann'o tirpalu).

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo, atitinkantis distiliuoto vandens savybes.

4.1. Petermann'o tirpalas.

▼B

4.2. *Charakteristikos*

▼M4

Citrinų rūgštis ($C_6H_8O_7H_2O$): 173 g litre.

Amoniakas: 42 g/l amoniakinio azoto.

Sieros rūgštis 0,25 mol/l

pH 9,4–9,7.

▼B

Ruošimas iš amonio hidrocitrato

5 000 ml matavimo kolboje, kurioje yra maždaug 3 500 ml vandens, ištirpinama 931 g amonio hidrocitrato (molekulinė masė 226,19). Kolba statoma į tekančio vandens vonią, atvėsinama ir maišant nedideliais kiekiais pilamas amoniakas. Pvz., reikia įpilti 502 ml amoniako tirpalo, kurio d_{20} = 0,906 g/ml, o amoniakinio azoto yra 20,81 % masės. Nustatoma 20 °C temperatūra ir skiedžiama distiliuotu vandeniu iki žymos. Sumaišoma.

Ruošimas iš citrinų rūgšties ir amoniako

5 000 ml tūrio inde, į kurį įpilta maždaug 2 500 ml distiliuoto vandens, ištirpinama 865 g citrinų rūgšties monohidrato. Indas statomas į ledo vonią, ir per piltuvą, kurio galas įmerktas į citrinų rūgšties tirpalą, visą laiką maišant mažais kiekiais supilamas amoniako tirpalas. Pvz., reikia įpilti 1 114 ml amoniako tirpalo, kurio d_{20} = 0,906 g/ml, o amoniakinio azoto yra 20,81 % masės. Nustatoma 20 °C temperatūra, tirpalas supilamas į 5 000 ml matavimo kolbą ir skiedžiamas distiliuotu vandeniu iki žymos. Sumaišoma.

Amoniakinio azoto kiekis tikrinamas taip

25 ml tirpalo įpilama į 250 ml matavimo kolbą ir skiedžiama distiliuotu vandeniu iki žymos. Sumaišoma. Amoniakinio azoto kiekis 25 ml šio tirpalo nustatomas 2.1 metodu. Jei tirpalas yra paruoštas tiksliai, turi būti sunaudota 15 ml 0,5 mol/l H_2SO_4.

Jei amoniakinio azoto koncentracija yra didesnė kaip 42 g/l, NH_3 perteklius gali būti pašalintas inertinių dujų srove arba nestipriai kaitinant tol, kol pH vėl pasiekia 9,7. Daromas dar vienas nustatymas.

Jei amoniakinio azoto koncentracija yra mažesnė kaip 42 g/l, reikia įpilti m g amoniako tirpalo:

$$M = (42 - n \times 2,8) \times \frac{500}{20,81} \text{ g}$$

arba tūris

$$V = \frac{M}{0,906}$$

esant 20 °C.

Jei V mažesnis kaip 25 ml, pilama tiesiai į penkių litrų kolbą, kurioje yra V × 0,173 g citrinų rūgšties miltelių.

Jei V didesnis kaip 25 ml, patogiau būtų gaminti dar vieną litrą reagento tokiu būdu:

sveriama 173 g citrinų rūgšties ir ištirpinama 500 ml vandens. Imantis nurodytų atsargumo priemonių, įpilama ne daugiau kaip 225 + V × 1 206 ml amoniako tirpalo, naudoto penkiems litrams reagento paruošti. Skiedžiama vandeniu iki žymos. Sumaišoma.

Taip paruoštas litras tirpalo maišomas su prieš tai paruoštu 4 975 ml tirpalu.

5. **Aparatūra**

5.1. Vandens vonia 65 (± 1) °C temperatūrai palaikyti.

5.2. 500 ml matavimo kolba (pvz., Stohmann'o).

▼B

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Ėminys*

1 g paruošto ėminio sveriama 0,001 g tikslumu ir supilama į 500 ml matavimo kolbą (5.2).

7.2. *Ekstrahavimas*

Įpilama 200 ml šarminio amonio citrato tirpalo (4.1). Kolba užkemšama ir smarkiai maišoma ranka, neleidžiant susidaryti gabalams ir medžiagai prilipti prie kolbos sienelių.

Kolba įstatoma į vandens vonią, nustatytą 65 °C, ir pirmą pusvalandį maišoma kas penkias minutes. Slėgiui išlyginti po kiekvieno maišymo ištraukiamas kamštis. Vandens lygis vonioje turėtų būti aukščiau tirpalo kolboje lygio. Kolba paliekama vandens vonioje dar valandą esant 65 °C, kas 10 min maišant jos turinį. Kolba atvėsinama iki 20 °C ir tirpalas skiedžiamas vandeniu iki 500 ml žymos. Sumaišoma ir filtruojama per sausą rievėtą filtravimo popierių, kuriame nebūtų fosfatų, išpilant lauk pirmąją filtrato dalį.

7.3. *Nustatymas*

Ekstrahuotas fosforas nustatomas gauto tirpalo alikvotinėje dalyje pagal 3.2 metodą.

3.1.5.2 metodas

Tirpiojo fosforo ekstrahavimas Petermann'o metodu esant kambario temperatūrai

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta šaltame amonio citrate tirpaus fosforo nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Tinka tik maltiems fosfatams.

3. **Metodo esmė**

Fosforas tam tikromis sąlygomis ekstrahuojamas šarminiu amonio citrato tirpalu (Petermann'o tirpalu) esant maždaug 20 °C temperatūrai.

4. **Reagentai**

Žr. 3.1.5.1 metodą.

5. **Aparatūra**

5.1. Tipinė laboratorinė įranga ir 250 ml matavimo kolba (pvz., Stohmann'o).

5.2. Sukamoji purtyklė (35–40 min^{-1}).

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Ėminys*

0,001 g tikslumu sveriama 2,5 g paruošto ėminio ir supilama į 250 ml matavimo kolbą (5.1).

7.2. *Ekstrahavimas*

Įpilamas nedidelis kiekis 20 °C temperatūros Petermann'o tirpalo, smarkiai maišoma, neleidžiant susidaryti gabalams ir medžiagai prilipti prie kolbos sienelių.. Skiedžiama Petermann'o tirpalu iki žymos ir kolba užkemšama guminiu kamščiu.

▼B

Dvi valandas maišoma ant sukamosios purtyklės (5.2). Tuojau pat filtruojama į sausą indą per sausą rievėtą filtrą, kuriame nebūtų fosfatų, išpilant lauk pirmąją filtrato dalį.

7.3. *Nustatymas*

Fosforas nustatomas gauto tirpalo alikvotinėje dalyje pagal 3.2 metodą.

3.1.5.3 metodas

Fosforo, tirpaus Joulie šarminiame amonio citrato tirpale, ekstrahavimas

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta Joulie šarminiame amonio citrato tirpale tirpaus fosforo nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Visos paprastosios ir sudėtinės fosforo trąšos, kuriose fosfatas yra kaip aliuminio ir kalcio junginių pavidalu.

3. **Metodo esmė**

Esant maždaug 20 °C ekstrahuojama nustatytos sudėties šarminiu amonio citrato tirpalu stipriai maišant (prireikus esant oksinui).

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo.

4.1. *Joulie šarminis amonio citrato tirpalas*

Šiame tirpale yra 400 g/l citrinų rūgšties ir 153 g/l NH_3. Laisvojo amoniako yra maždaug 55 g/l. Jis gali būti ruošiamas taikant vieną iš toliau aprašytų metodų.

4.1.1. Vieno litro matavimo kolboje ištirpinama 400 g citrinų rūgšties ($C_6H_8O_7 \times H_2O$) maždaug 600 ml amoniako (d_{20} = 0,925 g/ml, t. y. 200 g NH_3 litre). Citrinų rūgštis dedama dalimis po 50–80 g mažesnei kaip 50 °C temperatūrai užtikrinti. Skiedžiama amoniaku iki vieno litro.

4.1.2. Vieno litro matavimo kolboje, kurioje yra 300 ml vandens, ištirpinama 432 g amonio hidrocitrato ($C_6H_{14}N_2O_7$). Įpilama 440 ml amoniako (d_{20} = 0,925 g/ml). Skiedžiama vandeniu iki vieno litro.

pastaba:

Suminio amoniako kiekio tikrinimas.

Imamas 10 ml citrato tirpalo ėminys ir supilamas į 250 ml kolbą. Skiedžiama iki žymos distiliuotu vandeniu. Amoniakinio azoto kiekis 25 ml šio tirpalo nustatomas pagal 2.1 metodą.

▼M4

1 ml H_2SO_4 0,25 mol/l atitinka 0,008516 g NH_3

▼B

Šiomis sąlygomis laikoma, kad reagentas yra paruoštas tiksliai, jei titruojant gautas mililitrų skaičius yra 17,7–18 ml.

Priešingu atveju įpilama dar po 4,25 ml amoniako (d_{20} = 0,925 g/ml) kiekvienam 0,1 ml, kurių trūksta iki pirmiau nurodytų 18 ml.

4.2. 8-hidroksichinolino (oksino) milteliai

5. **Aparatūra**

5.1. Tipinė laboratorinė įranga ir maža grūstuvė iš stiklo arba porceliano ir grūstuvas.

5.2. 500 ml matavimo kolbos.

5.3. 1 000 ml matavimo kolba.

5.4. Sukamoji purtyklė (35–40 min^{-1}).

▼B

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Ėminys*

1 g paruošto ėminio sveriama 0,0005 g tikslumu ir supilama į mažą grūstuvę. Sudrėkinama maždaug dešimčia lašų citrato (4.1) ir labai gerai sumalama grūstuvu.

7.2. *Ekstrahavimas*

Įpilama 20 ml amonio citrato (4.1) ir maišoma pastai gauti, leidžiama apie minutę nusistovėti.

Nusistovėjęs skystis dekantuojamas į 500 ml matavimo kolbą, filtruojant medžiagos daleles, kurios nebuvo šlapiai sumaltos. Į likutį įpilama 20 ml citrato tirpalo (4.1), malama, kaip nurodyta pirmiau, ir skystis dekantuojamas į matavimo kolbą. Veiksmas kartojamas keturis kartus, taip kad po penkto karto visas produktas galėtų būti supiltas į kolbą. Šiuose procesuose sunaudotas suminis citrato kiekis turi būti maždaug 100 ml.

Grūstuvė ir grūstuvas plaunami virš matavimo kolbos 40 ml distiliuoto vandens.

Užkimšus kolbą tris valandas maišoma ant sukamosios purtyklės (5.4).

Kolba paliekama stovėti 15–16 valandų, vėliau vėl maišoma tokiomis pat sąlygomis tris valandas. Visos proceso metu palaikoma 20 (± 2) °C temperatūra.

Skiedžiama distiliuotu vandeniu iki žymos. Filtruojama per sausą filtrą, pirmoji filtrato dalis išpilama lauk ir skaidrus filtratas surenkamas į sausą kolbą.

7.3. *Nustatymas*

Ekstrahuotas fosforas nustatomas gauto tirpalo alikvotinėje dalyje pagal 3.2 metodą.

8. **Priedėlis**

Jei naudoti oksiną, šis metodas tinka magnio turinčioms trąšoms. Šis naudojimas rekomenduojamas, kai magnio ir fosforo pentoksido santykis yra didesnis kaip 0,03 ($Mg/P_2O_5 > 0,03$). Tokiu atveju į analizuojamą sudrėkintą ėminį pridedama 3 g oksino. Be to, ir nesant magnio, naudojamas oksinas analizei netrukdo. Tačiau jei yra žinoma, kad magnio nėra, oksino galima nenaudoti.

3.1.6 metodas

Vandenyje tirpaus fosforo ekstrahavimas

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta vandenyje tirpaus fosforo nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Visoms trąšoms, įskaitant sudėtines trąšas, kuriose turi būti nustatytas vandenyje tirpus fosforas.

3. **Metodo esmė**

Ekstrahavimas vandeniu maišant nustatytomis sąlygomis.

4. **Reagentas**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo.

5. **Aparatūra**

5.1. 500 ml matavimo kolba (pvz., Stohmann'o).

▼B

5.2. Sukamoji purtyklė (35–40 min^{-1}).

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Ėminys*

5 g paruošto ėminio sveriama 0,001 g tikslumu ir supilama į 500 ml matavimo kolbą (5.1).

7.2. *Ekstrahavimas*

Į matavimo kolbą įpilama 450 ml vandens, kurio temperatūra 20–25 °C.

Maišoma ant sukamosios purtyklės (5.2) 30 min.

Skiedžiama vandeniu iki žymos, gerai sumaišoma kratant ir filtruojama į sausą indą per sausą rievėtą filtrą, kuriame nebūtų fosfato.

7.3. *Nustatymas*

Fosforas nustatomas gauto tirpalo alikvotinėje dalyje pagal 3.2 metodą.

3.2. metodas

Ekstrahuoto fosforo nustatymas

(gravimetrinis metodas naudojant chinolino fosfomolibdatą)

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta fosforo nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

2. **Taikymo sritis**

Metodas tinka įvairiems fosforo junginiams visuose trąšų ekstraktuose ([1]) nustatyti.

3. **Metodo esmė**

Hidrolizavus kitokius nei ortofosfatai fosforo junginius, ortofosfato jonai nusodinami chinolino fosfomolibdato pavidalu rūgštinėje terpėje.

Filtruotos ir išplautos nuosėdos džiovinamos esant 250 °C ir sveriamos.

Junginiai, kurie gali būti tirpale (neorganinės ir organinės rūgštys, amonio jonai, tirpieji silikatai ir t. t.) pirmiau minėtomis sąlygomis netrukdo, jei nusodinimui naudojamas iš natrio arba amonio molibdato paruoštas reagentas.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo.

4.1. Koncentruota azoto rūgštis (d_{20} = 1,40 g/ml).

4.2. *Reagento ruošimas*

4.2.1. Reagento iš natrio molibdato ruošimas

A tirpalas: 100 ml distiliuoto vandens ištirpinama 70 g natrio molibdato dihidrato.

B tirpalas: 100 ml distiliuoto vandens ištirpinama 60 g citrinų rūgšties monohidrato ir įpilama 85 ml koncentruotos azoto rūgšties (4.1).

C tirpalas: C tirpalui gauti A ir B tirpalai sumaišomi.

([1]) Fosforas, tirpus neorganinėse rūgštyse, vandenyje, amonio citrato, 2 % citrinų rūgšties ir 2 % skruzdžių rugšties tirpale.

▼B

D tirpalas: į 50 ml distiliuoto vandens įpilama 35 ml koncentruotos azoto rūgšties (4.1) ir 5 ml šviežiai distiliuoto chinolino. Šis tirpalas supilamas į tirpalą C, gerai sumaišoma ir paliekama per naktį tamsoje. Vėliau skiedžiama distiliuotu vandeniu iki 500 ml, vėl sumaišoma ir filtruojama per sukepinto stiklo piltuvą (5.6).

4.2.2. Reagento iš amonio molibdato ruošimas

A tirpalas: nesmarkiai kaitinant ir kartais pamaišant, 300 ml distiliuoto vandens ištirpinama 100 g amonio molibdato.

B tirpalas: 200 ml distiliuoto vandens ištirpinama 120 g citrinų rūgšties monohidrato, įpilama 170 ml koncentruotos azoto rūgšties (4.1).

C tirpalas: į 70 ml koncentruotos azoto rūgšties (4.1) įpilama 10 ml šviežiai distiliuoto chinolino.

D tirpalas: stipriai maišant tirpalas A lėtai supilamas į tirpalą B. Į gerai sumaišytą mišinį supilamas C tirpalas ir skiedžiama iki vieno litro. Dviem paroms paliekama tamsioje vietoje, vėliau filtruojama per sukepinto stiklo piltuvą (5.6).

Reagentai, pagaminti pagal 4.2.1 ir 4.2.2, gali būti naudojami vienodu būdu; abu turi būti laikomi tamsoje, užkimštuose buteliuose iš polietileno.

5. **Aparatūra**

5.1. Tipinė laboratorinė įranga ir plačiakaklė 500 ml kūginė kolba.

5.2. 10, 25 ir 50 ml graduotos pipetės.

5.3. Filtravimo tiglis, kurio akytumas 5–20 μm.

5.4. Biuchnerio kolba.

5.5. Džiovinimo spinta, nustatyta 250 (± 10) °C temperatūrai.

5.6. Sukepinto stiklo piltuvas, kurio akytumas 5–20 μm.

6. **Darbo eiga**

6.1. *Tirpalo ruošimas analizei*

Trąšų ekstrakto alikvotinė dalis (žr. 2 lentelę), kurioje būtų maždaug 0,01 g P_2O_5, paimama pipete ir supilama į 500 ml kūginę kolbą. Įpilama 15 ml koncentruotos azoto rūgšties ([1]) (4.1) ir skiedžiama vandeniu maždaug iki 100 ml.

2 lentelė

Fosfato tirpalų alikvotinių dalių nustatymas

P_2O_5 (%) kiekis trąšose	P (%) trąšose	Tiriamojo ėminio masė (g)	Skiedimas (iki ml)	Tiriamojo ėminio masė (ml)	Skiedimas (iki ml)	Alikvotinės dalys (ml)	Chinolino fosfomolibdato perskaičiavimo faktorius (F) P_2O_5 (%)	Chinolino fosfomolibdato perskaičiavimo faktorius (F) P (%)
5–10	2,2–4,4	1	500	–	–	50	32,074	13,984
		5	500	–	–	10	32,074	13,984
10–25	4,4–11,0	1	500	–	–	25	64,148	27,968
		5	500	50	500	50	64,148	27,968
+ 25	+ 11	1	500	–	–	10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

([1]) 21 ml kai tirpale, iš kurio reikia nusodinti, yra daugiau kaip 15 ml citrato tirpalo (neutraliojo citrato, Petermann'o arba Joulie šarminio citrato).

▼B

6.2. *Hidrolizė*

Jei galima įtarti, kad tirpale yra metafosfatų, ortodifosfatų arba polimetafosfatų, vykdoma hidrolizė:

Tirpalas kūginėje kolboje lėtai užvirinamas ir virinamas tol, kol pasibaigs hidrolizė (paprastai vieną valandą). Būtina imtis priemonių ir prijungti grįžtamąjį kondensatorių, kad būtų išvengta nuostolių dėl taškymosi ir per didelio garavimo, dėl kurio pradinis tūris galėtų sumažėti daugiau kaip du kartus. Po hidrolizės įpilama distiliuoto vandens pradiniam tūriui pasiekti.

6.3. *Filtravimo tiglio svėrimas*

Filtravimo tiglis (5.3) bent 15 min laikomas džiovinimo spintoje esant 250 (± 10) °C temperatūrai. Tiglis atvėsinamas eksikatoriuje ir sveriamas.

6.4. *Nusodinimas*

Kūginėje kolboje esantis rūgšties tirpalas kaitinamas tol, kol užverda, tuomet vykdomas chinolino fosfomolibdato nusodinimas, kai visą laiką maišant sulašinama 40 ml nusodinimo reagento (4.2.1 arba 4.2.2 reagento) ([1]). Kūginė kolba statoma į garų vonią ir laikoma joje 15 min kartais pamaišant. Tirpalas gali būti filtruojamas iškart arba jam atvėsus.

6.5. *Filtravimas ir plovimas*

Dekantuotas tirpalas filtruojamas vakuumu. Nuosėdos kūginėje kolboje plaunamos 30 ml vandens. Tirpalas dekantuojamas ir filtruojamas. Šis veiksmas kartojamas penkis kartus. Kolboje likusios nuosėdos kiekybiškai nuplaunamos vandeniu į filtravimo tiglį. Plaunama keturis kartus 20 ml vandens, kiekvieną kartą prieš vėl įpilant vandens skysčiui leidžiama ištekėti iš tiglio. Nuosėdos gerai išdžiovinamos.

6.6. *Džiovinimas ir svėrimas*

Tiglio išorinė pusė šluostoma filtravimo popieriumi, tiglis dedamas į džiovinimo spintą esant 250 °C temperatūrai (5.5) ir laikomas iki pastoviosios masės (paprastai 15 min); atvėsinamas eksikatoriuje iki kambario temperatūros ir tuoj pat sveriamas.

6.7. *Tuščiasis bandymas*

Kiekvienai nustatymų serijai daromas tuščiasis bandymas, naudojant tik reagentus ir tirpiklius tokiu santykiu, kokiu jie buvo naudojami ekstrahuojant (citrato tirpalas ir t. t.), ir į tai atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

6.8. *Tikrinimas*

Daroma analizė, naudojant alikvotinę dalį kalio dihidrofosfato tirpalo, turinčio 0,01 g P_2O_5.

7. **Rezultatų išraiška**

Jei naudojami 2 lentelėje nurodyti analizuojami ėminiai ir skiedimo santykiai, taikoma ši formulė:

$$P\ \%\ \text{trąšose} = (A - a)\ F'$$

arba

$$P_2O_5\ \%\ \text{trąšose} = (A - a) \times F,$$

čia:

A = chinolino fosfomolibdato masė, g;

a = darant tuščiąjį bandymą gauto chinolino fosfomolibdato masė, g;

([1]) Norint nusodinti fosfatų tirpalus, turinčius daugiau kaip 15 ml citrato tirpalo (neutralusis, Petermann'o arba Joulie), kuriems parūgštinti sunaudota 21 ml koncentruotos azoto rūgšties (žr. 6.1 punkto išnašą), naudojama 80 ml nusodiklio.

▼B

F ir F′ perskaičiavimo faktoriai, nurodyti paskutinėse dviejose 2 lentelės skiltyse.

Jei analizuojami ėminiai ir skiedimo santykiai, kurie skiriasi nuo nurodytų 2 lentelėje, taikoma ši formulė:

$$\%\ P\ \text{trąšose} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

arba

$$\%\ P_2O_5\ \text{trąšose} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

čia:

f ir f′ = chinolino fosfomolibdato perskaičiavimo į P_2O_5 0,032074 (f) arba į P = 0,013984 (f′) faktoriai;

D = skiedimo faktorius;

M = analizuojamo ėminio masė, g.

4 metodas

Kalis

4.1 metodas

Vandenyje tirpaus kalio kiekio nustatymas

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta vandenyje tirpaus kalio nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Visoms I priede išvardytoms kalio trąšoms.

3. **Metodo esmė**

Analizuojamame ėminyje esantis kalis ištirpinamas vandenyje. Pašalinus arba surišus medžiagas, galinčias trukdyti kiekybiniam nustatymui, kalis nusodinamas silpnai šarminėje terpėje kaip kalio tetrafenilboratas.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo.

4.1. *Formaldehidas*

Skaidrus 25–35 % formaldehido tirpalas.

4.2. Kalio chloridas, analiziškai grynas.

4.3. *Natrio hidroksido tirpalas: 10 mol/l*

Svarbu užtikrinti, kad būtų naudojamas natrio hidroksidas, kuriame nebūtų kalio.

4.4. *Indikatoriaus tirpalas*

90 % etanolyje ištirpinama 0,5 g fenolftaleino ir skiedžiama iki 100 ml.

4.5. *EDTA tirpalas*

100 ml matavimo kolboje vandenyje ištirpinama 4 g etilendiamintetraacto rūgšties dinatrio druskos dihidrato. Skiedžiama iki žymos ir sumaišoma.

Reagentas laikomas inde iš plastiko.

▼B

4.6. *Natrio tetrafenilborato tirpalas (NTFB)*

480 ml vandens ištirpinama 32,5 g natrio tetrafenilborato, įpilama 2 ml natrio hidroksido tirpalo (4.3) ir 20 ml magnio chlorido tirpalo (100 g/l $MgCl_2 \times 6H_2O$).

Maišoma 15 min ir filtruojama per tankų bepelenį filtrą.

Reagentas laikomas inde iš plastiko.

4.7. *Plovimo skystis*

20 ml NTFB tirpalo (4.6) vandeniu atskiedžiama iki 1 000 ml.

4.8. *Bromo vanduo*

Sotusis vandeninis bromo tirpalas.

5. **Aparatūra**

5.1. 1 000 ml matavimo kolbos.

5.2. 250 ml cheminė stiklinė.

5.3. Filtravimo tigliai, kurių akytumas 5–20 μm.

5.4. Džiovinimo spinta, kurios temperatūra 120 ± 10 °C.

5.5. Eksikatorius.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

Jei yra kalio druskų, ėminys turi būti gana smulkiai malamas, kad būtų gautas analizei tinkamas ėminys. Šiems produktams turi būti taikomas 1 metodo 6 skyriaus a punktas.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Ėminys*

10 g paruošto ėminio (5 g, jei kalio druskose yra daugiau kaip 50 % kalio oksido) sveriama 0,001 g tikslumu. Ėminys supilamas į 600 ml cheminę stiklinę, kurioje yra maždaug 400 ml vandens.

Užvirinama ir leidžiama virti 30 min. Atvėsintas tirpalas kiekybiškai supilamas į 1 000 ml matavimo kolbą, skiedžiama iki žymos, sumaišoma ir filtruojama į sausą indą. Pirmoji pradinio filtrato 50 ml dalis išpilama lauk (žr. metodikos 7.6 pastabą).

7.2. *Alikvotinės dalies ruošimas nusodinimui*

Filtrato alikvotinė dalis, kurioje būtų 25–50 mg kalio (žr. 3 lentelę) paimama pipete ir supilama į 250 ml cheminę stiklinę. Prireikus skiedžiama vandeniu iki 50 ml.

Galimiems trukdžiams pašalinti įpilama 10 ml EDTA tirpalo (4.5), keli lašai fenolftaleino tirpalo (4.4) ir po lašą įlašinama natrio hidroksido tirpalo (4.3), kol tirpalo spalva pasidarys raudona, pagaliau įlašinami dar keli lašai natrio hidroksido pertekliui gauti (paprastai ėminiui neutralizuoti ir pertekliui gauti pakanka 1 ml natrio hidroksido).

Didžiajai daliai amoniako pašalinti (žr. metodikos 7.6 b pastabą) nestipriai virinama 15 min.

Prireikus skiedžiama vandeniu iki 60 ml.

Tirpalas užvirinamas, cheminė stiklinė nuimama nuo kaitinimo priemonės ir įpilama 10 ml formaldehido (4.1). Įlašinami keli lašai fenolftaleino ir, prireikus dar kažkiek natrio hidroksido, kol atsiranda aiškiai raudona tirpalo spalva. Uždengus cheminę stiklinę laikrodiniu stiklu, ji 15 min įstatoma į garų vonią.

▼B

7.3. *Tiglio svėrimas*

Filtravimo tiglis džiovinamas (žr. 5 punktą „Aparatūra“) džiovinimo spintoje (5.4) iki pastoviosios masės (maždaug 15 min) esant 120 °C.

Tiglis įdedamas atvėsti į eksikatorių ir sveriamas.

7.4. *Nusodinimas*

Cheminė stiklinė išimama iš garų vonios, įlašinama 10 ml natrio tetrafenilborato tirpalo (4.6). Šis lašinimas trunka apie dvi minutes. Prieš filtravimą bent 10 min laukiama.

7.5. *Filtravimas ir plovimas*

Filtruojama per pasvertą filtravimo tiglį, prijungtą prie vakuumo, cheminė stiklinė plaunama plovimo skysčiu (4.7), tris kartus nuosėdos plaunamos plovimo skysčiu (iš viso 60 ml plovimo skysčio) ir du kartus 5–10 ml vandens.

Nuosėdos visiškai išdžiovinamos.

7.6. *Džiovinimas ir svėrimas*

Tiglis iš išorės nušluostomas filtravimo popieriumi. Tiglis su nuosėdomis dedamas į džiovinimo spintą ir laikomas pusantros valandos esant 120 °C temperatūrai. Eksikatoriuje atvėsinamas iki kambario temperatūros ir tuojau pat sveriamas.

Pastabos apie metodiką:

a) Jei filtratas tamsus, alikvotinė dalis, kurioje yra ne daugiau kaip 100 mg K_2O, pipete įpilama į 100 ml matavimo kolbą, dar įpilama bromo vandens ir virinama bromo pertekliui pašalinti. Atvėsinus skiedžiama iki žymos, filtruojama ir filtrato alikvotinėje dalyje kiekybiškai nustatomas kalis.

b) Jei amoniakinio azoto yra nedaug arba jei jo visai nėra, nėra reikalo virinti 15 min.

7.7. *Imamos ėminių alikvotinės dalys ir perskaičiavimo faktoriai*

3 lentelė

4 metodui

K_2O % trąšose	K % trąšose	Analizuojamas ėminys (g)	Skiedžiamo ekstrakto tirpalo ėminys (ml)	Skiedimas (iki ml)	Alikvotinė dalis, imama nusodinimui (ml)	Perskaičiavimo faktorius (F) $\frac{\%\,K_2O}{g\ TPBK}$	Perskaičiavimo faktorius (F′) $\frac{\%\,K}{g\ TPBK}$
5–10	4,2–8,3	10	-	-	50	26,280	21,812
10–20	8,3–16,6	10	-	-	25	52,560	43,624
20–50	16,6–41,5	10	-		10	131,400	109,060
			arba 50	250	50	131,400	109,060
daugiau kaip 50	daugiau kaip 41,5	5	-	-	10	262,800	218,120
			arba 50	250	50	262,800	218,120

7.8. *Tuščiasis bandymas*

Kiekvienai nustatymų serijai daromas tuščiasis bandymas, naudojant tik reagentus analizei naudotu santykiu ir į tai atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

7.9. *Kontrolinis bandymas*

Norint tikrinti analizės metodą, nustatomas kalio kiekis vandeninio kalio chlorido tirpalo alikvotinėje dalyje, turinčioje ne daugiau kaip 40 mg K_2O.

▼B

8. **Rezultatų išraiška**

Jei analizei naudojami 3 lentelėje nurodyti ėminiai ir praskiedimo santykis, taikoma ši formulė:

$$K_2O\ (\%)\ \text{trąšose} = (A - a)\ F$$

arba

$$K\ (\%)\ \text{trąšose} = (A - a)\ F'$$

čia:

A = ėminio nuosėdų masė, g;

a = tuščiajame bandyme gautų nuosėdų masė, g;

F ir F′ = perskaičiavimo faktoriai (žr. 3 lentelę).

Jei analizei naudojami ėminiai ir skiedimo santykis skiriasi nuo nurodytų 3 lentelėje, taikoma ši formulė:

$$K_2O\ \text{trąšose} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

arba

$$K\ \text{trąšose} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

čia:

f = KTFB (kalio tetrafenilborato) perskaičiavimo į K_2O faktorius = 0,1314;

f' = KTFB perskaičiavimo į K faktorius 0,109;

D = skiedimo faktorius;

M = bandomojo ėminio masė, g.

5 metodas

Nėra.

6 metodas

Chloras

6.1 metodas

Chloridų nustatymas nesant organinių medžiagų

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta chlorido nustatymo nesant organinių medžiagų metodika.

2. **Taikymo sritis**

Visoms trąšoms, kuriose nėra organinių medžiagų.

3. **Metodo esmė**

Vandenyje ištirpinti chloridai nusodinami sidabro nitrato etaloninio tirpalo pertekliumi rūgštinėje terpėje. Perteklius titruojamas amonio tiocianato tirpalu, esant geležies amonio sulfato (Volhard'o metodas).

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo be chloridų.

▼B

4.1. Nitrobenzenas arba dietileteris

4.2. Azoto rūgštis: 10 mol/l

4.3. *Indikatoriaus tirpalas*

Vandenyje ištirpinama 40 g geležies (III) amonio sulfato $Fe_2(SO_4)_3 \times (NH_4)_2SO_4 \times 24H_2O$ ir skiedžiama iki vieno litro.

4.4. *Etaloninis sidabro nitrato tirpalas: 0,1 mol/l*

Ruošimas

Kadangi ši druska yra higroskopinė ir džiovinama gali skilti, patariama jos sverti maždaug 9 g, ištirpinti vandenyje ir praskiesti iki vieno litro. 0,1 mol/l tirpalo koncentracija nustatoma, titruojant 0,1 mol/l $AgNO_3$.

5. **Aparatūra**

5.1. Sukamoji purtyklė (35–40 min^{-1}).

5.2. Biuretės.

5.3. 500 ml matavimo kolba.

5.4. 250 ml kūginė kolba.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Ėminys ir analizuojamo tirpalo ruošimas*

5 g ėminio, pasverto 0,001 g tikslumu, supilama į 500 ml matavimo kolbą ir įpilama 450 ml vandens. Ant sukamosios purtyklės (5.1) maišoma pusvalandį, skiedžiama distiliuotu vandeniu iki 500 ml; sumaišoma ir filtruojama į cheminę stiklinę.

7.2. *Nustatymas*

Imama filtrato alikvotinė dalis, kurioje yra ne daugiau kaip 0,150 g chlorido, pvz., 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) arba 100 ml (1 g). Jei paimtas ėminys yra mažesnis kaip 50 ml, skiedžiama distiliuotu vandeniu iki 50 ml.

Įpilama 5 ml azoto rūgšties 10 mol/l (4.2), 20 ml indikatoriaus tirpalo (4.3) ir du lašai etaloninio amonio tiocianato tirpalo (pastarojo reagento lašinama iš biuretės, šiam tikslui nustatytos ant nulinės padalos).

Iš biuretės pilamas etaloninis sidabro nitrato tirpalas (4.4) ir imamas 2–5 ml perteklius. Įpilama 5 ml nitrobenzeno arba 5 ml dietileterio (4.1) ir gerai pakratoma, kad koaguliuotų nuosėdos. Sidabro nitrato perteklius titruojamas amonio tiocianato 0,1 mol/l tirpalu (4.5), kol atsiranda rausvai ruda tirpalo spalva, kuri nepranyksta kolbą nestipriai kratant.

pastaba:

Nitrobenzenas arba dietileteris (bet labiausiai nitrobenzenas) neleidžia reaguoti sidabro chloridui ir tiocianato jonams. Taigi gaunamas aiškus spalvos pokytis.

7.3. *Tuščiasis bandymas*

Tokiomis pat sąlygomis daromas tuščiasis bandymas (be ėminio) ir į gautą rezultatą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

7.4. *Kontrolinis bandymas*

Prieš darant skaičiavimus tikrinamas metodo tikslumas, naudojant šviežiai paruošto kalio chlorido tirpalo alikvotinę dalį, kurioje būtų žinomas 100 mg eilės chlorido kiekis.

8. **Rezultato išraiška**

Analizuojant nustatyto chlorido kiekis analizei gautame ėminyje išreiškiamas chlorido procentine dalimi.

▼B

Chlorido (Cl) kiekio procentinė dalis apskaičiuojama pagal formulę:

$$\text{chlorido (\%)} = \frac{(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M}$$

čia:

V_z = sidabro nitrato 0,1 mol/l tūris, ml;

V_{cz} = tuščiajam bandymui sunaudoto 0,1 mol/l sidabro nitrato tūris, ml;

V_a = 0,1 mol/l amonio tiocianato tūris, ml;

V_{ca} = tuščiajam bandymui naudoto 0,1 mol/l amonio tiocianato tūris, ml;

M = paimto ėminio (7.2) masė, g.

7 serijos metodai

Malim smulkumas

7.1. metodas

Malimo smulkumo nustatymas

(sausasis būdas)

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta sausojo malimo smulkumo nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Visoms EB trąšoms, kurioms nustatyti malimo smulkumo reikalavimai, naudojant 0,630 mm ir 0,160 mm akučių sietus.

3. **Metodo esmė**

Sijojant mechaniškai purtomu sietu, nustatomas didesnių kaip 0,630 mm produkto granulių ir 0,160–0,630 mm dydžio granulių kiekis ir apskaičiuojama malimo smulkumo procentinė dalis.

4. **Aparatūra**

4.1. Mechaninis sieto purtytuvas

4.2. Tipinio dydžio sietai (20 cm skersmens ir 5 cm aukščio) su 0,160 mm ir 0,630 mm akutėmis.

5. **Darbo eiga**

50 g medžiagos sveriama 0,05 g tikslumu. Ant purtytuvo (4.1) įrengiami du sietai ir rinktuvas, sietą su didesnėmis akutėmis dedant viršuje. Ant viršutinio sieto supilamas analizuojamas ėminys. Sijojama 10 min ir pašalinama rinktuve esanti medžiaga. Aparatas vėl įjungiamas, ir po minutės tikrinama, ar per šį laiką likučio rinktuve masė ne didesnė kaip 250 mg. Procesas kartojamas (kiekvieną kartą po vieną minutę) tol, kol kiekis rinktuve bus mažesnis kaip 250 mg. Atskirai pasveriamas likutis ant kiekvieno sieto.

6. **Rezultato išraiška**

$$\text{Ėminio smulkumo, kurį rodo likutis ant sieto su } 0,630 \text{ mm akutėmis, \%} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\text{Ėminio smulkumo, kurį rodo likutis ant sieto su } 0,160 \text{ mm akutėmis, \%} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

čia:

M_1 = likučio masė ant sieto su 0,630 mm akutėmis, g;

▼B

M_2 = likučio masė ant sieto su 0,160 mm akutėmis, g.

Jau atėmus sijojimo atliekas ant sieto su 0,630 mm akutėmis.

Šių skaičiavimų rezultatai apvalinami iki sveiko skaičiaus.

7.2. metodas

Minkštųjų gamtinių fosfatų malimo smulkumo nustatymas

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta minkštųjų gamtinių fosfatų malimo smulkumo nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Minkštieji gamtiniai fosfatai.

3. **Metodo esmė**

Jei ėminių dalelės yra smulkios, gali vykti jų aglomeravimas ir apsunkinti sausąjį sijojimą. Dėl tos priežasties paprastai naudojamas šlapiasis sijojimas.

4. **Reagentas**

Natrio heksametafosfato tirpalas: 1 %.

5. **Aparatūra**

5.1. Tipinio dydžio sietai (20 cm skersmens ir 5 cm aukščio) su 0,063 ir 0,125 mm akutėmis; rinktuvai.

5.2. Stove įtaisytas 20 cm skersmens stiklinis piltuvas.

5.3. 250 ml cheminės stiklinės.

5.4. Džiovinimo spinta.

6. **Analizės metodas**

6.1. *Ėminio ėmimas*

50 g medžiagos sveriama 0,05 g tikslumu. Abi sieto pusės plaunamos vandeniu ir sietas su 0,125 mm akutėmis dedamas po sietu su 0,063 mm akutėmis.

6.2. *Analizės metodika*

Analizuojamas ėminys supilamas į viršutinį sietą. Sijojama esant silpnai šalto vandens srovei (gali būti naudojamas vanduo iš čiaupo) tol, kol ištekėjęs vanduo pasidaro beveik skaidrus. Reikia imtis priemonių užtikrinti tokią vandens srovę, kad apatiniame siete vandens niekuomet nebūtų iki viršaus.

Kai jau atrodo, kad likutis ant viršutinio sieto beveik nebesikeičia, šis sietas nuimamas ir laikinai padedamas ant rinktuvo.

Dar kelias minutes šlapiai sijojama per apatinį sietą tol, kol ištekėjęs per sietą vanduo pasidaro beveik skaidrus.

Sietas su 0,125 mm akutėmis grąžinamas atgal virš sieto su 0,063 mm akutėmis. Likutis iš rinktuvo supilamas į viršutinį sietą ir vėl pradedama sijoti esant silpnai vandens srovei tol, kol vanduo dar kartą pasidaro beveik skaidrus.

Naudojant piltuvą, kiekvienas iš likučių kiekybiškai supilamas į skirtingas chemines stiklines. Kiekvienas likutis suspenduojamas į cheminės stiklines pripilant vandens. Paliekama stovėti apie vieną minutę, dekantuojama kiek įmanoma daugiau vandens.

Cheminė stiklinė statoma dviem valandoms į džiovinimo spintą esant 150 °C.

Stiklinės paliekamos atvėsti, sausi likučiai atskiriami šepečiu ir sveriami.

▼B

7. **Rezultato išraiška**

Skaičiavimų rezultatai apvalinami iki sveiko skaičiaus.

Smulkumo, kurį rodo likutis ant sieto su 0,125 mm akutėmis, $\% = (50 - M_1) \times 2$

Smulkumo, kurį rodo likutis ant sieto su 0,063 mm akutėmis, $\% = [50 - (M_1 + M_2)]$ í $\times 2$

čia:

M_1 = likučio ant sieto su 0,125 mm akutėmis masė, g;

M_2 = likučio ant sieto su 0,063 mm akutėmis masė, g.

8. **Pastabos**

Jei po sijojimo galima matyti gabalų, analizė turėtų būti dar kartą atliekama taip:

Visą laiką maišant 50 g ėminio po truputį supilama į vieno litro kolbą, kurioje yra 500 ml natrio heksametafosfato tirpalo. Kolba užkemšama ir smarkiai kratoma, kad gabalai subyrėtų. Visa suspensija supilama į viršutinį sietą ir kolba gerai išplaunama. Analizė tęsiama, kaip nurodyta 6.2.

8 serijos metodai

Antrinės maistinės medžiagos

8.1 metodas

Viso kalcio, magnio, natrio ir sieros ekstrahavimas sulfatų pavidalu

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta viso kalcio, magnio, natrio ir sieros ekstrahavimo sulfatų pavidalu metodika, pagal kurią tas pats ekstraktas gali būti naudojamas kiekvienai reikiamai maistinei medžiagai nustatyti.

2. **Taikymo sritis**

Šis metodas tinka EB trąšoms, kurioms pagal šį reglamentą deklaruojamas sulfatų pavidalu esančių kalcio, magnio, natrio ir sieros suminis kiekis.

3. **Metodo esmė**

Tirpinimas verdant praskiestoje vandenilio chlorido rūgštyje.

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiesta vandenilio chlorido rūgštis*

1 tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir 1 tūris vandens.

5. **Aparatūra**

Elektrinė viryklė su temperatūros reguliatoriumi.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Bandomasis ėminys*

Kalcis, magnis, natris ir siera kaip sulfatai ekstrahuojami iš penkių gramų ėminio, pasverto vieno miligramo tikslumu.

▼B

Tačiau, jei sieros (S) trąšose yra daugiau kaip 15 %, t. y. 37,5 % SO_3, o kalcio (Ca) –daugiau kaip 18,8 %, t. y. 26,3 % CaO, siera ir kalcis ekstrahuojami iš vieno gramo ėminio, pasverto vieno miligramo tikslumu. Ėminys supilamas į 600 ml tūrio cheminę stiklinę.

7.2. *Tirpalo ruošimas*

Įpilama maždaug 400 ml vandens ir atsargiai, ypač jei ėminyje daug karbonatų, mažais kiekiais pilama 50 ml praskiestos vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Tirpalas užvirinamas ir virinamas 30 min. Tirpalas paliekamas atvėsti, kartais pamaišant. Kiekybiškai supilamas į 500 ml matavimo kolbą. Skiedžiama iki žymos ir sumaišoma. Filtruojama per sausą filtrą į sausą indą, pirmą filtrato dalį išpilant lauk. Gautas ekstraktas turi būti visiškai skaidrus. Jei filtratas nenaudojamas tuojau pat, indas reikia užkimšti.

8.2 metodas

Visos sieros, esančios įvairiu pavidalu, ekstrahavimas

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta visos trąšose esančios sieros, elementinės ir (arba) sudarančios kitus cheminius junginius, ekstrahavimo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Šis metodas tinka EB trąšoms, kurioms pagal šį reglamentą deklaruojamas sieros, esančios įvairiu pavidalu (elementinės sieros, tiosulfato, sulfito, sulfato), suminis kiekis.

3. **Metodo esmė**

Elementinė siera šarminėje terpėje paverčiama polisulfidais ir tiosulfatu, o šie ir visi galintys būti sulfitai oksiduojami vandenilio peroksidu. Taip įvairūs sieros junginiai paverčiami sulfatu, kuris nustatomas nusodinant bario sulfatą (8.9 metodas).

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiesta vandenilio chlorido rūgštis*

1 tūris vandenilio chlorido rūgšties (d = 1,18 g/ml) ir 1 tūris vandens.

4.2. Natrio hidroksido tirpalas, NaOH, ne mažiau kaip 30 % (d = 1,33 g/ml).

4.3. Vandenilio peroksido tirpalas, 30 % m/m.

4.4. Bario chlorido vandeninis tirpalas $BaC1_2 \times 2H_2O$, 122 g/l.

5. **Aparatūra**

Elektrinė viryklė su temperatūros reguliatoriumi.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Bandomasis ėminys*

1 mg tikslumu sveriamas trąšų kiekis, kuriame būtų 80–350 mg sieros (S) arba 200–875 mg SO_3.

Kaip taisyklė, (jei S < 15 %), sveriama 2,5 g trąšų. Ėminys supilamas į 400 ml cheminę stiklinę.

7.2. *Oksidavimas*

Įpilama 20 ml natrio hidroksido tirpalo (4.2) ir 20 ml vandens. Uždengiama laikrodiniu stiklu. Virinama ant elektrinės viryklės (5.1) penkias minutes. Nuimama nuo elektrinės viryklės. Karšto vandens srove sieros nuosėdos nuplaunamos nuo cheminės stiklinės sienelių ir virinama 20 min. Paliekama atvėsti.

▼B

Vandenilio peroksido (4.3) tirpalas 2 ml dalimis pilamas tol, kol nebus stebima reakcija. Reikės nuo šešių iki aštuonių vandenilio peroksido mililitrų. Oksidavimui leidžiama vykti vieną valandą, toliau pusvalandį lėtai virinama. Paliekama atvėsti.

7.3. *Analizuojamo tirpalo ruošimas*

Į ėminio tirpalą įpilama maždaug 50 ml vandens ir 50 ml vandenilio chlorido rūgšties tirpalo (4.1).

— Jei sieros (S) kiekis yra mažesnis kaip 5 %:

tirpalas filtruojamas į 600 ml tūrio cheminę stiklinę. Nuosėdos ant filtro keletą kartų plaunamos šaltu vandeniu. Po plovimo paskutiniuose filtrato lašuose tikrinama, ar nėra sulfato, naudojant bario chlorido tirpalą (4.4). Filtratas turi būti visiškai skaidrus. Sulfato kiekis visame filtrate nustatomas 8.9 metodu.

— Jei sieros (S) kiekis yra didesnis kaip 5 %:

tirpalas kiekybiškai supilamas į 250 ml matavimo kolbą, skiedžiama vandeniu iki žymos ir sumaišoma. Filtruojama per sausą filtrą į sausą indą. Gautas filtratas turi būti visiškai skaidrus. Jei filtratas nenaudojamas tuojau pat, indas užkemšamas. Nustatomas sulfato kiekis alikvotinėje šio tirpalo dalyje, nusodinant bario sulfatą (8.9 metodas).

8.3 metodas

Tirpiojo kalcio, magnio, natrio ir sieros ekstrahavimas (sulfatų pavidalu)

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta tirpiojo kalcio, magnio, natrio ir sieros ekstrahavimo (sulfatų pavidalu) metodika pagal kurią tas pats ekstraktas gali būti naudojamas kiekvienai reikiamai maistinei medžiagai nustatyti.

2. **Taikymo sritis**

Šis metodas tinka tik trąšoms, kurioms I priede yra numatyta deklaruoti vandenyje tirpaus kalcio, magnio, natrio ir sieros (sulfatų pavidalu) kiekį.

3. **Metodo esmė**

Maistinės medžiagos tirpinamos verdančiame vandenyje.

4. **Reagentai**

Distiliuotas arba lygiavertės kokybės demineralizuotas vanduo.

5. **Aparatūra**

Elektrinė viryklė su temperatūros reguliatoriumi.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Bandomasis ėminys*

a) Jei trąšose sieros nėra arba sieros (S) kiekis jose ne didesnis kaip 3 %, t. y. 7,5 % SO_3, o tuo pat metu kalcio (Ca) – ne didesnis kaip 4 %, t. y. 5,6 % CaO, vieno miligramo tikslumu sveriama penki gramai trąšų.

b) Jei sieros (S) trąšose yra daugiau kaip 3 %, o kalcio (Ca) – daugiau kaip 4 %, vieno miligramo tikslumu sveriamas vienas gramas trąšų.

Ėminys supilamas į 600 ml cheminę stiklinę.

▼B

7.2. *Tirpalo ruošimas*

Į cheminę stiklinę įpilama maždaug 400 ml vandens ir virinama 30 min. Paliekama atvėsti, kartais pamaišant, ir kiekybiškai supilama į 500 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu iki žymos ir sumaišoma.

Filtruojama per sausą filtrą į sausą indą, pirmosios filtrato dalys išpilamos lauk. Gautas filtratas turi būti visiškai skaidrus.

Jei filtratas nenaudojamas tuojau pat, indas užkemšamas.

8.4 metodas

Įvairių vandenyje tirpių sieros junginių ekstrahavimas

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta įvairių vandenyje tirpių sieros junginių ekstrahavimo iš trąšų metodika.

2. **Taikymo sritis**

Šis metodas tinka trąšoms, kurioms I priede numatyta deklaruoti tirpiojo sieros trioksido kiekį.

3. **Metodo esmė**

Sieros junginiai tirpinami šaltame vandenyje ir šarminėje terpėje vandenilio peroksidu oksiduojami iki sulfato.

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiesta vandenilio chlorido rūgštis*

1 tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir 1 tūris vandens.

4.2. Natrio hidroksido tirpalas, bent 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml).

4.3. Vandenilio peroksido tirpalas, 30 % m/m.

5. **Aparatūra**

5.1. 500 ml tūrio Stohmann'o matavimo kolba.

5.2. Sukamoji purtyklė (30–40 min^{-1}).

5.3. Elektrinė viryklė su temperatūros reguliatoriumi.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Bandomasis ėminys*

a) Jei sieros (S) trąšose yra ne daugiau kaip 3 %, t. y. 7,5 % SO_3, o tuo pat metu kalcio (Ca) – ne daugiau kaip 4 %, t. y. 5,6 % CaO, vieno miligramo tikslumu sveriama 5 g trąšų.

b) Jei sieros (S) trąšose yra daugiau kaip 3 %, o kalcio (Ca) daugiau kaip 4 %, vieno miligramo tikslumu sveriamas vienas gramas trąšų.

Ėminys supilamas į 500 ml matavimo kolbą (5.1).

7.2. *Tirpalo ruošimas*

Įpilama maždaug 400 ml vandens. Užkemšama. Maišoma (5.2) 30 min. Vandeniu skiedžiama iki žymos ir sumaišoma. Filtruojama per sausą filtrą į sausą indą. Jei filtratas nenaudojamas tuojau pat, indą užkemšamas.

7.3. *Analizuojamos alikvotinės dalies oksidavimas*

Paimama ne didesnė kaip 50 ml alikvotinė gauto tirpalo dalis, kurioje būtų, jei įmanoma, 20–100 mg sieros (S).

▼B

Prireikus skiedžiama vandeniu iki 50 ml. Įpilama 3 ml natrio hidroksido tirpalo (4.2) ir 2 ml vandenilio peroksido tirpalo (4.3). Uždengiama laikrodiniu stiklu ir vieną valandą nesmarkiai virinama ant elektrinės viryklės (5.3), vis įlašinant po vieną mililitrą vandenilio peroksido tirpalo tol, kol vyksta reakcija (didžiausias kiekis – penki mililitrai).

Paliekama atvėsti. Nuimamas laikrodinis stiklas ir jo apatinės pusės turinys nuplaunamas į cheminę stiklinę. Įpilama maždaug 20 ml praskiestos vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Skiedžiama vandeniu iki maždaug 300 ml.

Sulfatų kiekis oksiduotame tirpale nustatomas 8.9 metodu.

8.5 metodas

Elementinės sieros ekstrahavimas ir jos grynumo nustatymas

Įspėjimas

Šiame analizės metode naudojamas anglies disulfidas (CS_2). Todėl būtina imtis ypatingų atsargumo priemonių, visų pirma, susijusių su:

— CS_2 laikymu,

— darbuotojų apsaugos priemonėmis,

— darbo higiena,

— priešgaisrine apsauga ir apsauga nuo sprogimo,

— reagento šalinimu.

Dirbti šiuo metodu turi aukštos kvalifikacijos darbuotojai ir turi būti tinkamai įrengta laboratorija.

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta trąšose esančios elementinės sieros ekstrahavimo ir nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Šis metodas tinka EB trąšoms, kurioms I priede yra numatyta deklaruoti suminį elementinės sieros kiekį.

3. **Metodo esmė**

Pašalinus tirpius junginius, elementinė siera ekstrahuojama anglies disulfidu ir ekstrahuota siera nustatoma gravimetrinės analizės metodu.

4. **Reagentai**

Anglies disulfidas.

5. **Aparatūra**

5.1. 100 ml tūrio Soksleto ekstraktoriaus kolba su šlifo kamščiu.

5.2. Soksleto ekstraktorius su atitinkamais filtravimo elementais.

5.3. Vakuuminis sukamasis garintuvas.

5.4. Elektrinė džiovinimo spinta su ventiliatoriumi, nustatyta 90 (± 2) °C temperatūrai.

5.5. Porcelianinės Petri lėkštelės, 5–7 cm skersmens, ne aukštesnės kaip 5 cm.

5.6. Elektrinė viryklė su temperatūros reguliatoriumi.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

▼B

7. **Darbo eiga**

7.1. *Bandomasis ėminys*

1 mg tikslumu sveriama 5–10 g ėminio, kuris supilamas į Soksleto aparato (5.2) tūtą.

7.2. *Sieros ekstrahavimas*

Ėminys gerai plaunamas karštu vandeniu visiems tirpiems junginiams pašalinti. Bent vieną valandą laikoma džiovinimo spintoje (5.4) esant 90 °C. Į Soksleto aparatą (5.2) įdedamas filtras.

Į Soksleto ekstraktoriaus kolbą (5.1) įdedama keletas stiklinių rutuliukų, kolba sveriama (P_0), toliau į ją įpilama 50 ml anglies disulfido (4.1).

Aparatas surenkamas ir elementinė siera ekstrahuojama šešias valandas. Kaitinimas išjungiamas ir atvėsusi ekstraktoriaus kolba nuimama. Ji prijungiama prie sukamojo garintuvo (5.3) ir garinama tol, kol kolbos turinys sukietėja iki korėtos masės.

Kolba statoma į džiovinimo spintą (5.4) esant 90 °C temperatūrai ir džiovinama (paprastai vieną valandą) iki pastoviosios masės (P_1).

7.3. *Elementinės sieros grynumo nustatymas*

Kartu su siera anglies disulfidas galėjo išekstrahuoti kitas medžiagas. Elementinės sieros grynumas nustatomas taip:

kolbos turinys kiek įmanoma homogenizuojamas, paimami 2–3 g gautos masės, sveriamos 1 mg tikslumu (n). Dedama į Petri lėkštelę (5.5). Pasveriama lėkštelė ir jos turinys (P_2). Lėkštelė dedama ant elektrinės viryklės (5.6) ir kaitinama, esant ne didesnei kaip 220 °C temperatūrai, kad siera neužsidegtų. Siera sublimuojama 3–4 valandas iki pastoviosios masės (P_3).

pastaba:

Kai kurioms trąšoms sieros grynumo nustatyti nebūtina. Tokiu atveju veiksmus pagal 7.2 galima praleisti.

8. **Rezultatų išraiška**

Elementinės sieros (S) kiekio trąšose procentinė dalis apskaičiuojama taip:

$$\text{Negrynos S (\%) trąšose} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

▼M4

$$\text{Ekstrahuotos sieros grynumas (\%)} = \frac{P_2 - P_3}{n} \times 100$$

▼B

$$\text{Grynoji S(\%) trąšose} = \frac{(P_1 - P_0)(P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100$$

čia:

m = trąšos ėminio masė, g;

P_0 = Soksleto ekstraktoriaus kolbos masė, g;

P_1 = Soksleto ekstraktoriaus kolbos ir negrynos sieros masė išdžiovinus;

n = gryninamos sieros masė, g;

P_2 = Petri lėkštelės masė, g;

P_3 = Petri lėkštelės masė, sublimavus sierą, g.

▼B

8.6 metodas

Manganometrinis ekstrahuoto kalcio nustatymas, nusodinus jį oksalato pavidalu

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta kalcio nustatymo trąšų ekstrakte metodika.

2. **Taikymo sritis**

Šis metodas tinka EB trąšoms, kurioms I priede numatyta deklaruoti suminį ir (arba) tirpaus kalcio kiekį.

▼M4

3. **Metodo esmė**

Alikvotinėje ekstrahuoto tirpalo dalyje esantis kalcis nusodinamas kaip oksalatas, pastarąjį atskyrus ir ištirpinus, titruojant oksalo rūgštimi naudojant kalio permanganatą.

▼B

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiesta vandenilio chlorido rūgštis*

1 tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir 1 tūris vandens.

4.2. *Sieros rūgštis, praskiesta santykiu 1:10*

1 tūris sieros rūgšties (d_{20} = 1,84 g/ml) ir 10 tūrių vandens.

4.3. *Amoniako tirpalas, praskiestas santykiu 1:1*

1 tūris amoniako (d_{20} = 0,88 g/ml) ir 1 tūris vandens.

4.4. Sotusis amonio oksalato [$(NH_4)_2C_2O_4 \times H_2O$] tirpalas esant kambario temperatūrai (maždaug 40 g/l).

4.5. Citrinų rūgšties tirpalas, 30 % (m/V).

4.6. Amonio chlorido tirpalas, 5 % (m/V).

4.7. 0,1 % (m/V) bromtimolio mėlynojo tirpalas 95 % etanolyje.

4.8. 0,04 % (m/V) bromkrezolio žaliojo tirpalas 95 % etanolyje.

4.9. Etaloninis kalio permanganato tirpalas, 0,02 mol/l.

5. **Aparatūra**

5.1. Filtravimo tiglis, kurio sukepinto stiklo akytumas 5–20 μm.

5.2. Karšto vandens vonia.

6. **Alikvotinės dalies ruošimas analizei**

Pipete paimama alikvotinė 8.1 arba 8.3 metodu gauta ekstrahuoto tirpalo dalis, kurioje yra 15–50 mg kalcio (Ca) (21–70 mg CaO). Tarkime, kad alikvotinės dalies tūris – V_2. Tirpalas supilamas į 400 ml tūrio cheminę stiklinę. Prireikus neutralizuojama keliais amoniako tirpalo (4.3) lašais (žalia indikatoriaus (4.7) spalva pasikeičia į mėlyną).

Įpilama 1 ml citrinų rūgšties tirpalo (4.5) ir 5 ml amonio chlorido tirpalo (4.6).

7. **Kalcio oksalato nusodinimas**

Įpilama maždaug 100 ml vandens. Užvirinama, įlašinama 8–10 lašų indikatoriaus tirpalo (4.8) ir lėtai supilama 50 ml karšto amonio oksalato tirpalo (4.4). Jei susidaro nuosėdos, jos ištirpinamos keliais vandenilio chlorido rūgšties (4.1) lašais. Amoniako tirpalu (4.3) labai lėtai neutralizuojama iki pH 4,4–4,6 (t. y. žalia indikatoriaus (4.8) spalva keičiasi į mėlyną), visą laiką maišant. Cheminė stiklinė statoma į verdančio vandens vonią (5.2) maždaug 30 min.

▼B

Cheminė stiklinė išimama iš vonios, paliekama vienai valandai ir jos turinys filtruojamas per filtravimo tiglį (5.1).

8. **Oksalato nuosėdų titravimas**

Cheminė stiklinė ir nuosėdos tiglyje plaunamos tol, kol nelieka amonio oksalato pertekliaus (tai tikrinama pagal chlorido jonų nebuvimą plovimo vandenyje). Filtravimo tiglis su nuosėdomis įdedamas į 400 ml tūrio cheminę stiklinę. Nuosėdos tirpinamos 50 ml karštos sieros rūgšties (4.2). Į cheminę stiklinę įpilama vandens maždaug 100 ml tūriui gauti. Kaitinama iki 70–80 °C ir titruojama, lašinant permanganato tirpalą (4.9) tol, kol rausva spalva tirpale nepranyksta vieną minutę. Tarkime, kad gautas tūris lygus n.

9. **Rezultatų išraiška**

Kalcio (Ca) kiekis trąšose:

$$\text{Ca}\ (\%) = \text{n} \times 0,2004 \times \frac{\text{t}}{0,02} \times \frac{\text{v}_1}{\text{v}_2 \times \text{m}}$$

čia:

n = titruojant sunaudoto permanganato tūris, ml;

m = ėminio masė, g;

V_2 = alikvotinės dalies tūris, ml;

V_1 = ekstrakto tūris, ml;

t = permanganato tirpalo molinė koncentracija, mol/l.

CaO (%) = Ca (%) × 1,400

8.7 metodas

Magnio nustatymas atominės absorbcinės analizės metodu

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta magnio nustatymo trąšų ekstrakte metodika.

2. **Taikymo sritis**

Šis metodas tinka EB trąšoms, kurios ekstrahuojamos 8.1 ir 8.3 metodais ir kurioms turi būti deklaruojamas suminio magnio ir (arba) tirpiojo magnio kiekis, išskyrus šias I priedo D skyriuje išvardytas antrinių maistinių medžiagų trąšas:

— 4 tipo (kizeritas),

— 5 tipo (magnio sulfatas) ir 5.1 tipo (magnio sulfato tirpalas),

— ir išskyrus šias I priedo A 3 skyriuje išvardytas kalio trąšas:

— 7 tipas (kizeritas ir kalio sulfatas),

— kurioms taikomas 8.8. metodas.

Toliau pateiktas metodas tinka visiems trąšų ekstraktams, turintiems tokį elementų kiekį, kuris galėtų trukdyti nustatyti magnį kompleksometriniu metodu.

3. **Metodo esmė**

Magnis nustatomas atominės absorbcijos spektrofotometriniu metodu, prieš tai atitinkamai atskiedus ekstraktą.

4. **Reagentai**

4.1. Vandenilio chlorido rūgšties 1 mol/l tirpalas.

4.2. Vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalas.

▼B

4.3. *Etaloninis magnio tirpalas, 1,00 mg/ml*

4.3.1. 1,013 g magnio sulfato ($MgSO_4 \times 7H_2O$) ištirpinama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpale (4.2).

4.3.2. Sveriama 1,658 g magnio oksido (MgO), prieš tai iškaitinto, kad būtų pašalinti visi karbonizavimo pėdsakai. Supilama į cheminę stiklinę su 100 ml vandens ir 120 ml 1 mol/l vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Kai magnio oksidas ištirpsta, tirpalas kiekybiškai supilamas į 1 000 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu iki žymos ir sumaišoma.

arba

4.3.3. Prekyboje esantis etaloninis tirpalas.

Laboratorija yra atsakinga už tokių tirpalų patikrą.

4.4. *Stroncio chlorido tirpalas*

75 g stroncio chlorido ($SrC1_2 \times 6H_2O$) ištirpinama vandenilio chlorido rūgšties tirpale (4.2) ir skiedžiama ta pačia rūgštimi iki 500 ml.

5. **Aparatūra**

Spektrofotometras atominei absorbcijai matuoti su magnio lempa, nustatyta 285,2 nm.

Oro ir acetileno liepsna.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 8.1 ir 8.3 metodus.

7. **Darbo eiga**

7.1. Jei deklaruojamas magnio (Mg) kiekis trąšose sudaro daugiau kaip 6 % (t. y. 10 % MgO), imama 25 ml (V_1) ekstrakto (6). Jis supilamas į 100 ml matavimo kolbą, skiedžiama vandeniu iki žymos ir sumaišoma. Skiedimo faktorius $D_1 = 100/V_1$.

7.2. Pipete imama 10 ml ekstrakto tirpalo (6) arba tirpalo (7.1). Jis supilamas į 200 ml matavimo kolbą. Skiedžiama iki žymos 0,5 mol/l vandenilio chlorido rūgštimi (4.2) ir sumaišoma. Skiedimo faktorius – 200/10.

7.3. Tirpalas (7.2) skiedžiamas vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) optimaliai spektrometro (5.1) nustatymo intervalo koncentracijai gauti. V_2 yra ėminio tūris 100 ml kolboje. Skiedimo faktorius $D_2 = 100/V_2$.

Galutiniame tirpale turėtų būti 10 % V/V stroncio chlorido tirpalo (4.4).

7.4. *Tuščiojo bandymo tirpalo ruošimas*

Tuščiojo bandymo tirpalas ruošiamas, kartojant nuo ekstrahavimo (8.1 arba 8.3 metodas) visą metodiką be trąšų ėminio.

7.5. *Kalibravimo tirpalų ruošimas*

Skiedžiant etaloninį tirpalą (4.3) vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu, ruošiami bent penki kalibravimo tirpalai, kurių didėjanti koncentracija atitinka optimalų spektrofotometro (5.1) matavimo intervalą.

Gautuose tirpaluose turi būti 10 % V/V stroncio chlorido tirpalo (4.4).

7.6. *Matavimas*

Spektrofotometras (5.1) nustatomas bangos ilgiui 285,2 nm.

Nuosekliai įpurškiami kalibravimo tirpalai (7.5), ėminio tirpalas (7.3) ir tuščiojo bandymo tirpalas (7.4). Prieš kiekvieną įpurškimą reikia gerai plauti prietaisą tirpalu, kuris bus analizuojamas. Matavimas kartojamas tris kartus. Brėžiama kalibravimo kreivė, kiekvieno kalibravimo tirpalo (7.5) vidutinė optinio tankio vertė žymima ordinačių ašyje, o ją atitinkanti magnio koncentracija mg/ml – abscisių ašyje. Pagal kalibravimo kreivę nustatoma magnio koncentracija ėminyje (7.3) - x_s, ir tuščiojo bandymo tirpale (7.4) - x_b.

▼B

8. **Rezultatų išraiška**

Apskaičiuojamas magnio (Mg) arba magnio oksido (MgO) kiekis ėminyje pagal kalibravimo tirpalus ir atsižvelgiant į tuščiojo bandymo tirpalo matavimo duomenis.

Magnio (Mg) kiekio trąšose procentinė dalis:

$$\text{Mg}\ (\%) = \frac{(X_s - X_b)\ D_1\ (200/10)\ D_2\ 500,100}{1000.1000\ M}$$

čia

X_s - analizuojamo tirpalo koncentracija, išreikšta g/ml, nustatyta pagal kalibravimo kreivę;

X_b - tuščiojo bandymo tirpalo koncentracija, mg/ml, nustatyta pagal kalibravimo kreivę;

D_1 - skiedimo faktorius, kai tirpalas skiedžiamas pagal 7.1:

— jis yra lygus keturiems, jei imama 25 ml,

— jis yra lygus vienam, jei tirpalas neskiedžiamas;

— D_2 - skiedimo faktorius pagal 7.3;

— M - ekstrahuojamo ėminio masė.

— MgO (%) = Mg (%)/0,6.

8.8 metodas

Magnio nustatymas kompleksonometriniu metodu

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta magnio nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

2. **Taikymo sritis**

Šis metodas tinka šiems EB trąšų ekstraktams, kuriems numatytas suminio magnio ir (arba) tirpiojo magnio nustatymas:

— I priede išvardytoms trąšoms: paprastosioms azoto trąšoms 1b + 1c tipo (kalcio ir magnio nitratai), 7 tipo (magnio sulfatas ir nitratas), 8 tipo (azoto trąšos su magniu) ir 2 tipo paprastosioms kalio trąšoms (sodrintas kainitas), 4 tipo (magnio turintis kalio chloridas), 6 tipo (kalio sulfatas, turintis magnio druskos),

— trąšoms, išvardytoms I priedo D skyriuje, skirtame antrinėms maistinėms medžiagoms.

3. **Metodo esmė**

Magnis tirpinamas taikant 8.1 ir (arba) 8.3 metodą. Pirmasis titravimas: kalcio ir magnio suminio kiekio nustatymas EDTA esant eriochromo juodojo T indikatoriui. Antrasis titravimas: kalcio titravimas EDTA esant kalceinui arba kalkonkarboksirūgščiai. Magnio kiekis gaunamas kaip skirtumas.

4. **Reagentai**

4.1. *Etaloninis magnio 0,05 mol/l tirpalas*

4.1.1. Ištirpinama 1,232 g magnio sulfato ($MgSO_4 \times 7H_2O$) vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpale (4.11) ir skiedžiama ta pačia rūgštimi iki 100 ml

arba

4.1.2. Sveriama 2,016 g magnio oksido, prieš tai iškaitinto, kad būtų pašalinti visi karbonizavimo pėdsakai. Supilama į cheminę stiklinę, kurioje yra 100 ml vandens.

Maišant įpilama 120 ml maždaug 1 mol/l vandenilio chlorido rūgšties (4.12).

▼B

Medžiagai ištirpus, tirpalas kiekybiškai supilamas į 1 000 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu iki žymos ir sumaišoma.

Viename tokio tirpalo mililitre turėtų būti 1,216 mg Mg (arba 2,016 mg MgO).

Laboratorija yra atsakinga už šio etaloninio tirpalo koncentracijos patikrą.

4.2. *EDTA 0,05 mol/l tirpalas*

Sveriama 18,61 g etilendiamintetracto rūgšties dinatrio druskos dihidrato ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \times 2H_2O$), supilama į 1 000 ml cheminę stiklinę ir ištirpinama 600–800 ml vandens. Tirpalas kiekybiškai supilamas į 1 000 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu iki žymos ir sumaišoma. Gautas tirpalas tikrinamas pagal etaloninį tirpalą (4.1), 20 ml pastarojo titruojant pagal 7.2 aprašytą analizės metodiką.

Vienas EDTA tirpalo mililitras turėtų atitikti 1,216 mg Mg (2,016 mg MgO) ir 2,004 mg Ca (2,804 mg CaO)) (žr. 10.1 ir 10.6 pastabas).

4.3. *Etaloninis kalcio 0,05 mol/l tirpalas*

Sveriama 5,004 g sauso kalcio karbonato. Jis supilamas į cheminę stiklinę su 100 ml vandens. Maišant po truputį įpilama maždaug 120 ml vandenilio chlorido rūgšties 1 mol/l tirpalo (4.12).

Tirpalas virinamas anglies dioksidui pašalinti, atvėsinamas, kiekybiškai supilamas į vieno litro matavimo kolbą, skiedžiamas vandeniu iki žymos ir sumaišomas. Gautas tirpalas tikrinamas pagal EDTA tirpalą (4.2) taikant 7.3 aprašytą analizės metodiką. Viename šio tirpalo mililitre turėtų būti 2,004 mg Ca (2,804 mg CaO), ir jis turėtų atitikti EDTA 0,05 mol/l tirpalo (4.2) vieną mililitrą.

4.4. *Kalceino indikatorius*

Grūstuvėje gerai sumalamas 1 g kalceino ir 100 g natrio chlorido mišinys. Naudojama 10 mg šio mišinio. Indikatorius keičia spalvą iš žalios į oranžinę. Titruoti reikia tol, kol indikatoriaus spalva darosi tik oranžinė be žalių atspalvių.

4.5. *Kalkonkarboksirūgšties indikatorius*

100 ml metanolio ištirpinama 400 mg kalkonkarboksirūgšties. Šį tirpalą galima laikyti tik apie keturias savaites. Naudojami trys šio tirpalo lašai. Indikatorius keičia spalvą iš raudonos į mėlyną. Titruoti reikia tol, kol indikatoriaus spalva darosi tik mėlyna be rausvų atspalvių.

4.6. *Eriochromo juodojo T indikatorius*

300 mg eriochromo juodojo T ištirpinama 25 ml propan-1-olio ir 15 ml trietanolamino mišinyje. Šį tirpalą galima laikyti tik apie keturias savaites. Naudojami trys šio tirpalo lašai. Indikatorius keičia spalvą iš raudonos į mėlyną. Titruoti reikia tol, kol indikatoriaus spalva darosi tik mėlyna be rausvų atspalvių. Šis indikatorius keičia spalvą tik tuomet, kai yra magnio. Prireikus įpilamas 1 ml etaloninio tirpalo (4.1).

Jei medžiagoje yra kalcio ir magnio, EDTA iš pradžių sudaro kompleksus su kalciu, vėliau su magniu. Taip šie elementai nustatomi kartu.

4.7. *Kalio cianido tirpalas*

KCN 2 % vandeninis tirpalas (burna į pipetę nesiurbiama, žr. 10.7).

4.8. *Kalio hidroksido ir kalio cianido tirpalas*

Vandenyje ištirpinama 280 g KOH ir 66 g KCN. Skiedžiama iki vieno litro ir sumaišoma.

4.9. *Buferinis tirpalas; pH 10,5*

500 ml matavimo kolboje su 200 ml vandens ištirpinama 33 g amonio chlorido, įpilama 250 ml amoniako (d_{20} = 0,91 g/ml), skiedžiama vandeniu iki žymos ir sumaišoma. Periodiškai tikrinama tirpalo pH vertė.

4.10. Praskiesta vandenilio chlorido rūgštis: 1 tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir 1 tūris vandens.

▼B

4.11. Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 0,5 mol/l.

4.12. Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 1 mol/l.

4.13. Natrio hidroksido 5 mol/l tirpalas.

5. **Aparatūra**

5.1. Magnetinė arba mechaninė maišyklė.

5.2. pH-metras.

6. **Kontrolinis bandymas**

Analizuojamos tokios tirpalų (4.1 ir 4.3) alikvotinės dalys, kad Ca/Mg santykis būtų apytikriai lygus analizuojamojo tirpalo Ca/Mg santykiui. Tuo tikslu imama a ml Mg etaloninio tirpalo (4.3) ir b – a ml etaloninio tirpalo (4.1). a ir b yra EDTA tirpalo tūris mililitrais, sunaudotas dviejuose analizuojamo tirpalo titravimuose. Ši metodika yra tiksli tik tuo atveju, jei EDTA, kalcio ir magnio tirpalai yra tiksliai ekvivalentiški. Kitaip būtina daryti pataisas.

7. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

Žr. 8.1 ir 8.3 metodus.

8. **Nustatymas**

8.1. *Imamos alikvotinės ėminio dalys*

Jei įmanoma, alikvotinėje dalyje turi būti 9–18 mg Mg (t. y. 15–30 mg MgO).

8.2. *Titravimas esant eriochromo juodojo T indikatoriui*

Alikvotinė (8.1) analizuojamojo tirpalo dalis pipete supilama į 400 ml tūrio cheminę stiklinę. Naudojant pH-metrą, rūgšties perteklius neutralizuojamas natrio hidroksido 5 mol/l tirpalu (4.13). Skiedžiama vandeniu iki maždaug 100 ml. Įpilama 5 ml buferinio tirpalo (4.9). pH-metru išmatuota pH vertų turi būti 10,5 ± 0,1. Įpilama 2 ml kalio cianido tirpalo (4.7) ir trys lašai eriochromo juodojo T indikatoriaus (4.6). Titruojama EDTA tirpalu (4.2). Lėtai maišoma maišykle (5.1) (žr. 10.2, 10.3 ir 10.4). Tarkime, kad titravimui sunaudotas EDTA 0,05 mol/l tirpalo tūris mililitrais yra „b“.

8.3. *Titravimas esant kalceinui arba kalkonkarboksirūgščiai*

Alikvotinė analizuojamojo tirpalo dalis, tokia pati kaip ir darant pirmą titravimą, pipete paimama į 400 ml tūrio cheminę stiklinę. Naudojant pH-metrą, rūgšties perteklius neutralizuojamas natrio hidroksido 5 mol/l tirpalu (4.13). Skiedžiama vandeniu iki 100 ml. Įpilama 10 ml KOH/KCN tirpalo (4.8) ir indikatoriaus tirpalo (4.4 arba 4.5). Lėtai maišant maišykle (5.1), titruojama EDTA tirpalu (4.2) (žr. 10.2, 10.3 ir 10.4). Tarkime, kad titravimui sunaudotas EDTA 0,05 mol/l tirpalo tūris mililitrais yra „a“.

9. **Rezultatų išraiška**

EB trąšų, kurioms tinka šis metodas (5 g trąšų 500 ml ekstrakto), procentinė dalis trąšose sudaro:

$$\text{MgO (\%) trąšose} = \frac{(b - a) \times T}{M}$$

$$\text{Mg (\%) trąšose} = \frac{(b - a) \times T'}{M}$$

čia:

a = EDTA 0,05 mol/l tirpalo, sunaudoto titravimui esant kalceino arba kalkonkarboksirūgšties indikatoriui, tūris, ml;

b = EDTA 0,05 mol/l tirpalo, sunaudoto titravimui esant eriochromo juodojo T indikatoriui, tūris, ml;

M = ėminio masė alikvotinėje dalyje, g;

▼B

T = 0,2016 × mol/l EDTA tirpalo/0,05 (žr. 4.2);

T′ = 0,1216 × mol/l EDTA tirpalo/0,05 (žr. 4.2).

10. **Pastabos**

10.1. Stechiometrinis EDTA ir metalo santykis kompleksonometrinėje analizėje visada bus 1:1, nesvarbu koks metalo valentingumas ir nežiūrint į EDTA keturvalentiškumą. Taigi EDTA titravimo tirpalas ir etaloniniai tirpalai visada bus molinės, o ne molinės ekvivalentų koncentracijos.

10.2. Kompleksonometrinės analizės indikatoriai dažnai yra jautrūs orui. Titruojant tirpalas gali prarasti spalvą. Tokiu atveju papildomai įlašinami vienas arba du indikatoriaus lašai. Toks jautrumas ypač būdingas eriochromo juodojo T ir kalkonkarboksirūgšties indikatoriams.

10.3. Dažnai metalo ir indikatoriaus kompleksiniai junginiai yra palyginti patvarūs, ir kartais spalvos pasikeitimas gali vykti tam tikrą laiką. Taigi paskutiniai EDTA lašai turi būti lašinami lėtai ir siekiant užtikrinti, kad spalva dar nepasikeitė, įlašinamas magnio (4.1) arba kalcio (4.3) 0,05 mol/l tirpalo lašas. Tai ypač teisinga eriochromo ir magnio komplekso atveju.

10.4. Indikatoriaus spalvos pasikeitimas turi būti stebimas ne iš viršaus, o baltame fone iš šono per visą tirpalą esant geram apšvietimui. Be to, spalvos pasikeitimą lengva stebėti, cheminę stiklinę padėjus ant matinio stiklo, iš apačios vos apšviesto (25 vatų lempute).

10.5. Šiai analizei daryti būtina tam tikra patirtis. Ją, *inter alia,* galima įgyti stebint etaloninių tirpalų 4.1 ir 4.3 spalvos kitimą. Rekomenduojama, kad visą laiką analizę darytų tas pats laboratorijos chemikas.

10.6. Jei naudojamas patvirtintos koncentracijos EDTA tirpalas (pvz., *Titrisol*, *Normex*), gali palengvėti 4.1, 4.2 ir 4.3 etaloninių tirpalų ekvivalentiškumo kontrolė.

10.7. Prieš tai kaip išpilti į kriauklę tirpalus su kalio cianidu, cianidas turi būti paverstas nekenksmingu junginiu, pvz., pašarminus oksiduotas natrio hipochloritu.

8.9 metodas

Sulfatų nustatymas

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta sieros, esančios trąšų ekstraktuose sulfatų pavidalu, nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Šis metodas tinka nustatyti sulfatus, esančius ekstraktuose, gautuose taikant 8.1, 8.2, 8.3 ir 8.4 metodus.

3. **Metodo esmė**

Gravimetrinis nustatymas bario sulfato pavidalu.

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiesta vandenilio chlorido rūgštis*

1 tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir 1 tūris vandens.

4.2. Bario chlorido tirpalas $BaCl_2 \times 2H_2O$: 122 g/l.

4.3. Sidabro nitrato tirpalas: 5 g/l.

5. **Aparatūra**

5.1. Porcelianiniai tigliai.

5.2. Karšto vandens vonia.

5.3. Džiovinimo spinta, nustatyta 105 (± 1) °C temperatūrai.

5.4. Elektrinė krosnis, nustatyta 800 (± 50) °C temperatūrai.

▼B

6. **Darbo eiga**

6.1. *Tirpalo ėminio ėmimas*

Pipete paimama vieno iš 2 skyriuje nurodytų tirpalų alikvotinė dalis, kurioje būtų 20–100 mg sieros (S) arba 50–250 mg SO_3.

Ši alikvotinė dalis supilama į tinkamo tūrio cheminę stiklinę, įpilama 20 ml vandenilio chlorido rūgšties tirpalo (4.1). Skiedžiama vandeniu maždaug iki 300 ml.

6.2. *Nuosėdų gavimas*

Tirpalas užvirinamas. Stipriai maišant, įlašinama 20 ml bario chlorido tirpalo (4.2). Virinama keletą minučių.

Laikrodiniu stiklu uždengta cheminė stiklinė vienai valandai įstatoma į verdančio vandens vonią (5.2). Vėliau laikoma karštai (maždaug 60 °C) tol, kol skystis virš nuosėdų tampa visiškai skaidrus. Skaidrus tirpalas filtruojamas per tankų bepelenį filtrą. Cheminėje stiklinėje likusios nuosėdos keletą kartų plaunamos karštu vandeniu. Nuosėdos plaunamos tol, kol filtrate neliks chlorido. Tai galima patikrinti naudojant sidabro nitrato tirpalą (4.3).

6.3. *Nuosėdų iškaitinimas ir svėrimas*

Į porcelianinį tiglį (5.1), prieš tai pasvertą 0,1 mg tikslumu, įdedamas popieriaus filtras su nuosėdomis. Džiovinama džiovinimo spintoje (5.3) ir 30 min iškaitinama elektrinėje krosnyje (5.4) esant 800 °C. Atvėsinama eksikatoriuje ir sveriama 0,1 mg tikslumu.

7. **Rezultatų išraiška**

Vienas bario sulfato miligramas atitinka 0,137 mg S arba 0,343 mg SO_3.

Sieros kiekio trąšose procentinė dalis yra:

$$S\ (\%) = w \times 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3\ (\%) = S(\%) \times 2,5$$

čia:

w = bario sulfato nuosėdų masė, mg;

v_1 = ekstrakto tūris, ml;

v_2 = alikvotinės dalies tūris, ml;

m = ėminio masė, g.

8.10 metodas

Ekstrahuoto natrio nustatymas

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta trąšų ekstraktuose esančio natrio nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Šis metodas tinka EB trąšoms, kurioms I priede yra numatyta deklaruoti natrio kiekį.

3. **Metodo esmė**

Atitinkamai praskiedus 8.1 ir (arba) 8.3 metodu gautus ekstraktus, natrio kiekis tirpale nustatomas taikant liepsnos fotometrijos metodą.

▼B

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiesta vandenilio chlorido rūgštis*

1 tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir 1 tūris vandens.

4.2. Aliuminio nitratas, $Al(NO_3)_3 \times 9H_2O$.

4.3. Cezio chloridas, CsCl.

4.4. Bevandenis natrio chloridas, NaCl.

4.5. *Cezio chlorido ir aliuminio nitrato tirpalas*

Naudojant vandenį, 1 000 ml matavimo kolboje ištirpinama 50 g cezio chlorido (4.3) ir 250 g aliuminio nitrato (4.2). Skiedžiama vandeniu iki žymos ir sumaišoma.

4.6. *Etaloninis natrio tirpalas, 1 mg/ml Na*

Naudojant vandenį, 1 000 ml matavimo kolboje ištirpinama 2,542 natrio chlorido (4.4). Įpilama 10 ml vandenilio chlorido rūgšties tirpalo (4.1). Skiedžiama vandeniu iki žymos ir sumaišoma.

5. **Aparatūra**

Spektrofotometras, parengtas liepsnos emisijai matuoti ir nustatytas 589,3 nm.

6. **Kalibravimo tirpalai**

6.1. 10 ml etaloninio tirpalo (4.6) įpilama į 250 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu iki žymos ir sumaišoma. Gauto tarpinio tirpalo koncentracija: 40 μg/ml Na.

6.2. Į 100 ml matavimo kolbas pilama 0, 5, 10, 15, 20, 25 ml tarpinio tirpalo (6.1). Įpilama po 10 ml (4.5) tirpalo. Skiedžiama vandeniu iki žymos ir sumaišoma. Tirpalų koncentracija: 0, 2, 4, 6, 8, 10 μg/ml Na.

7. **Analizuojamų tirpalų ruošimas**

Pagal numanomą natrio kiekį ekstrakto tirpale, gautame 8.1 arba 8.3 metodu (5 g trąšų 500 ml), skiedžiama pagal šią lentelę:

Na_2O (%)	Na (%)	Tarpinis skiedimas		Galutinis skiedimas		Skiedimo faktorius
		Ėminio tūris (ml) (V_2)	Skiedimas iki (ml) (V_3)	Ėminio tūris (ml) (V_4)	Skiedimas iki ml	
3–5	2,2–3,7	10	50	10	100	50
5–10	3,7–7,4	10	100	10	100	100
10–20	7,4–15	10	100	5	100	200
20–38	15–28	5	100	5	100	400

Tarpiniam skiedimui naudojamas vanduo. Galutiniam skiedimui į 100 ml matavimo kolbą įpilama 10 ml tirpalo (4.5).

Jei trąšų ėminio masė lygi 1 g, galutinio skiedimo ėminio tirpalo tūris (V_4) dauginamas iš penkių.

8. **Nustatymas**

Tirpalų emisija matuojama spektrofotometru (5.1), bangos ilgiui esant 589,3 nm. Prietaisas tikrinamas matuojant kalibravimo tirpalų (6.2) atsaką. Toliau nustatomas toks prietaiso jautris, kad didžiausios koncentracijos kalibravimo tirpalui matuoti būtų panaudota visa prietaiso skalė. Matuojamas analizuojamojo tirpalo (7) atsakas. Matavimas kartojamas tris kartus.

▼B

9. **Rezultatų išraiška**

Brėžiama kalibravimo kreivė, kiekvieno kalibravimo tirpalo atsako verčių vidurkį žymint ordinačių ašyje, o jas atitinkančias koncentracijos vertes mg/ml, abscisių ašyje. Pagal tai nustatoma natrio koncentracija ėminyje. Atsižvelgiant į skiedimo faktorius, pagal etaloninius tirpalus apskaičiuojamas natrio kiekis. Gauti rezultatai išreiškiami ėminio procentine dalimi.

Natrio (Na) kiekio trąšose procentinė dalis:

$$Na\ \% = x \cdot \frac{v_3}{v_4} \frac{v_1}{v_2} \frac{10^{-2}}{m}$$

$$Na_2O\ (\%) = Na\ (\%) \times 1,348$$

čia:

x = į spektrofotometrą įpurkšto tirpalo koncentracija, µg/ml;

v_1 = ekstrahuoto tirpalo tūris, ml;

v_2 = tarpinio skiedimo tirpalo alikvotinės dalies tūris, ml;

v_3 = tarpinio skiedimo tirpalo tūris, ml;

v_4 = galutinio skiedimo (iki 100 ml) tirpalo alikvotinės dalies tūris, ml;

m = ėminio masė, g.

9 serijos metodai

Mikroelementai, kurių koncentracija mažesnė arba lygi 10 %

9.1 metodas

Visų mikroelementų ekstrahavimas

1. **Tikslas**

Šiame metode apibrėžta šių mikroelementų ekstrahavimo metodika: viso boro, kobalto, vario, geležies, mangano, molibdeno ir cinko. Pagrindinis tikslas – daryti kiek įmanoma mažesnį ekstrahavimų skaičių, jei įmanoma, tą patį ekstraktą naudojant kiekvieno iš pirmiau išvardytų mikroelementų suminiam kiekiui nustatyti.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka EB trąšoms, įtrauktoms į I priedo E skyrių ir turinčioms vieno arba kelių iš šių mikroelementų: boro, kobalto, vario, geležies, mangano, molibdeno ir cinko. Ji tinka kiekvienam mikroelementui, kurio deklaruojamas kiekis yra mažesnis arba lygus 10 %.

3. **Metodo esmė**

Tirpinimas verdančioje praskiestoje vandenilio chlorido rūgštyje.

pastaba:

Ekstrahavimas yra empirinis, todėl gali būti arba gali nebūti kiekybinis atsižvelgiant į produktą arba kitas trąšų sudedamąsias dalis. Konkrečiai, tam tikrų mangano oksidų ekstrahuotas kiekis gali būti gerokai mažesnis už suminį produkte esančio mangano kiekį. Trąšų gamintojai turi užtikrinti, kad deklaruojamas kiekis iš tikrųjų atitiktų kiekį, ekstrahuojamą metodo sąlygomis.

▼B

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiestas vandenilio chlorido rūgšties (HCl) tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) maišomas su vienu tūriu vandens.

4.2. Koncentruotas amoniako tirpalas (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml).

5. **Aparatūra**

Elektrinė viryklė su temperatūros reguliatoriumi.

pastaba:

Kai ekstrakte reikia nustatyti borą, negalima naudoti borosilikatinio stiklo indų. Kadangi pagal metodą ekstraktas virinamas, geriau naudoti indus iš teflono arba kvarcinio stiklo. Indus reikia gerai skalauti, jei jie buvo plauti boratų turinčiais plovikliais.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Bandomasis ėminys*

Sveriamas 2–10 g trąšų ėminys, atsižvelgiant į deklaruojamą elemento kiekį produkte. Ši lentelė naudojama ruošti galutiniam tirpalui, kuris atitinkamai praskiestas turi atitikti kiekvieno metodo matavimo ribines vertes. Ėminiai turėtų būti sveriami 1 mg tikslumu.

Deklaruojamas mikroelemento kiekis trąšose (%)	< 0,01	0,01 – <5	≥ 5–10
Tiriamojo ėminio masė (g)	10	5	2
Elemento masė ėminyje (mg)	1	0,5–250	100–200
Ekstrakto tūris V (ml)	250	500	500
Elemento koncentracija ekstrakte (mg/l)	4	1–500	200–400

Ėminys supilamas į 250 ml cheminę stiklinę.

7.2. *Tirpalo ruošimas*

Prireikus ėminys sudrėkinamas nedideliu kieki vandens, mažais kiekiais atsargiai įpilama 10 ml praskiestos vandenilio chlorido rūgšties (4.1) vienam gramui trąšų ir dar 50 ml vandens. Stiklinė uždengiama laikrodiniu stiklu ir turinys sumaišomas. Tirpalas užvirinamas ant elektrinės viryklės ir virinamas 30 min. Tirpalas paliekamas atvėsti retkarčiais maišant. Tirpalas kiekybiškai supilamas į 250 ml arba 500 ml matavimo kolbą (žr. lentelę). Skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma. Filtruojama per sausą filtrą į sausą indą. Pirmoji filtrato dalis išpilama. Ekstraktas turi būti visiškai skaidrus.

Nustatymą rekomenduojama daryti nedelsiant, naudojant alikvotines skaidraus filtrato dalis; jei tai neįmanoma, indai turėtų būti užkimšti.

pastaba:

Ekstraktai, kuriuose turi būti nustatomas boro kiekis: koncentruotu amoniako tirpalu (4.2) nustatoma pH vertė 4–6.

8. **Nustatymas**

Kiekvieno mikroelemento nustatymas turi būti daromas imant alikvotines dalis, kurių dydis nurodytas kiekvieno atskiro mikroelemento metodo aprašyme.

▼B

Prireikus iš ekstrakto alikvotinės dalies pašalinamos organinės medžiagos bei chelatus arba kompleksus sudarančios medžiagos, taikant 9.3 metodą. Nustatant atominės absorbcinės analizės metodu, toks šalinimas paprastai nėra būtinas.

9.2 metodas

Tirpių vandenyje mikroelementų ekstrahavimas

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta mikroelementų boro, kobalto, vario, geležies, magnio, molibdeno ir cinko tirpių vandenyje junginių ekstrahavimo metodika. Pagrindinis tikslas – daryti kiek įmanoma mažesnį ekstrahavimų skaičių, jei įmanoma, tą patį ekstraktą naudojant kiekvieno iš pirmiau išvardytų mikroelementų kiekiui nustatyti.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka į I priedą įtrauktoms EB trąšoms, turinčioms vieno arba kelių iš šių mikroelementų: boro, kobalto, vario, geležies, mangano, molibdeno ir cinko. Ji tinka kiekvienam mikroelementui, kurio deklaruojamas kiekis yra mažesnis arba lygus 10 %.

3. **Metodo esmė**

Mikroelementai ekstrahuojami maišant trąšas 20 (± 2) °C temperatūros vandenyje.

pastaba:

Ekstrahavimas yra empirinis, jis gali būti arba gali nebūti kiekybinis.

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiestas vandenilio chlorido rūgšties (HCl) tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) maišomas su vienu tūriu vandens.

5. **Aparatūra**

5.1. Sukamoji purtyklė, nustatyta maždaug 35–40 min^{-1}.

5.2. pH-metras.

pastaba:

Kai ekstrakte reikia nustatyti borą, negalima naudoti borosilikatinio stiklo indų. Šiam ekstrahavimui geriau naudoti indus iš teflono arba kvarcinio stiklo. Stiklinius indus reikia gerai skalauti, jei jie buvo plauti boratų turinčiais plovikliais.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Bandomasis ėminys*

Sveriamas 2–10 g trąšų ėminys, atsižvelgiant į deklaruojamą elemento kiekį produkte. Ši lentelė naudojama ruošti galutiniam tirpalui, kuris atitinkamai praskiestas turi atitikti visų metodų matavimo ribines vertes. Ėminiai turėtų būti sveriami 1 mg tikslumu.

Deklaruojamas mikroelemento kiekis trąšose (%)	< 0,01	0,01 – <5	≥ 5–10
Tiriamojo ėminio masė (g)	10	5	2
Elemento ėminyje masė (mg)	1	0,5–250	100–200

▼B

Ekstrakto tūris V (ml)	250	500	500
Elemento koncentracija ekstrakte (mg/l)	4	1–500	200–400

Ėminys supilamas į 250 ml arba 500 ml kolbą (pagal lentelę).

7.2. *Tirpalo ruošimas*

Į 250 ml kolbą įpilama maždaug 200 ml vandens arba 400 ml vandens į 500 ml kolbą.

Kolba gerai užkemšama. Ėminiui disperguoti stipriai purtoma ranka, toliau 30 min maišoma ant sukamosios purtyklės.

Skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma.

7.3. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Tirpalas nedelsiant filtruojamas į švarią, sausą kolbą. Kolbą užkemšama. Nustatymas daromas tuoj pat po filtravimo.

pastaba:

Jei filtratas palaipsniui susidrumsčia, V_e tūrio kolboje ruošiamas kitas ekstraktas pagal 7.1. ir 7.2 punktuose aprašytą metodiką. Ekstraktas filtruojamas į W tūrio sausą matavimo kolbą, į kurią prieš tai įpilama 5,00 ml praskiestos vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Filtratas renkamas iki matavimo kolbos žymos. Gerai sumaišoma.

Šiomis sąlygomis rezultatams išreikšti V vertė yra lygi:

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Skiedimai išreiškiant rezultatus yra pagrįsti šia V verte.

8. **Nustatymas**

Kiekvieno mikroelemento nustatymas daromas imant alikvotines dalis, kurių dydis nurodytas kiekvieno atskiro mikroelemento metodo aprašyme.

Prireikus iš ekstrakto alikvotinės dalies pašalinamos organinės medžiagos bei chelatus arba kompleksus sudarančios medžiagos, taikant 9.3 metodą. Nustatant atominės absorbcinės analizės metodu, toks šalinimas paprastai nėra būtinas.

9.3 metodas

Organinių junginių šalinimas iš trąšų ekstraktų

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta organinių junginių šalinimo iš trąšų ekstraktų metodika.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 9.1 ir 9.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti suminį ir (arba) vandenyje tirpaus elemento kiekį.

pastaba:

Nedideli organinių medžiagų kiekiai paprastai neturi įtakos, kai taikomas atominės absorbcinės analizės metodas.

3. **Metodo esmė**

Organiniai junginiai ekstrakto alikvotinėje dalyje oksiduojami vandenilio peroksidu.

▼B

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiestas vandenilio chlorido rūgšties (HCl) tirpalas, maždaug 0,5 mol/l*

Vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) maišomas su 20 tūrių vandens.

4.2. Vandenilio peroksido tirpalas (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), be mikroelementų.

5. **Aparatūra**

Elektrinė viryklė su temperatūros reguliatoriumi.

6. **Darbo eiga**

25 ml ekstrakto tirpalo, gauto 9.1 arba 9.2 metodu, įpilama į 100 ml cheminę stiklinę. Jei taikomas 9.2 metodas, į cheminę stiklinę su ekstrakto tirpalu įpilama 5 ml praskiestos vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Toliau įpilama 5 ml vandenilio peroksido tirpalo (4.2). Uždengiama laikrodiniu stiklu. Paliekama oksiduotis apie valandą esant kambario temperatūrai, vėliau tirpalas pamažu užvirinamas ir pusvalandį virinamas. Prireikus į atvėsusį tirpalą įpilama dar 5 ml vandenilio peroksido. Tuomet vėl virinama vandenilio peroksido pertekliui pašalinti. Paliekama atvėsti, kiekybiškai supilama į 50 ml matavimo kolbą ir skiedžiama iki žymos. Prireikus tirpalas filtruojamas.

Į šį skiedimą reikia atsižvelgti imant alikvotines dalis ir apskaičiuojant mikroelemento procentinę dalį produkte.

9.4 metodas

Mikroelementų nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu

(bendroji metodika)

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta bendroji metodika kai kurių mikroelementų kiekiams trąšų ekstraktuose nustatyti atominės absorbcinės analizės metodu.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 9.1 ir 9.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti suminį ir (arba) vandenyje tirpaus mikroelemento kiekį.

Šios metodikos pritaikymas įvairiems mikroelementams yra detaliai aprašytas specialiuose kiekvieno elemento analizės metodo aprašymuose.

pastaba:

Taikant atominės absorbcinės analizės metodą, nedideli organinių medžiagų kiekiai paprastai neturi įtakos.

3. **Metodo esmė**

Kai ekstraktas prireikus apdorojamas, norint sumažinti arba pašalinti trukdančias chemines medžiagas, jis skiedžiamas taip, kad jo koncentracija atitiktų optimalias spektrometro matavimo ribas esant bangų ilgiui, kuris atitinka nustatomą mikroelementą.

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiestas vandenilio chlorido rūgšties (HCl) tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) maišomas su vienu tūriu vandens.

▼B

4.2. *Praskiestas vandenilio chlorido rūgšties (HCl) tirpalas, maždaug 0,5 mol/l*

Vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) maišomas su 20 tūrių vandens.

4.3. *Lantano druskos tirpalai (10 g/l La)*

Šis reagentas naudojamas kobaltui, geležiai, manganui ir cinkui nustatyti. Jį galima ruošti:

a) tirpinant lantano oksidą vandenilio chlorido rūgštyje (4.1). Į vieno litro matavimo kolbą įpilama 150 ml vandens, įdedama 11,73 g lantano oksido (La_2O_3) ir įpilama 120 ml 6 mol/l vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Medžiagai ištirpus, skiedžiama vandeniu iki 1 litro. Gerai sumaišoma. Gaunamas maždaug 0,5 mol/l tirpalas vandenilio chlorido rūgštyje;

b) naudojant lantano chlorido, sulfato arba nitrato tirpalus. 150 ml vandens ištirpinama 26,7 g lantano chlorido heptahidrato ($LaCL_3 \times 7H_2O$), arba 31,2 g lantano nitrato heksahidrato [$La(NO_3)_3 \times 6H_2O$] arba 26,2 g lantano sulfato nonahidrato ($La_2(SO_4)_3 \times 9H_2O$), įpilama 85 ml 6 mol/l vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Medžiagoms ištirpus, skiedžiama vandeniu iki 1 litro. Gerai sumaišoma. Gaunamas maždaug 0,5 mol/l tirpalas vandenilio chlorido rūgštyje.

4.4. *Kalibravimo tirpalai*

Šių tirpalų ruošimo būdas nurodytas kiekvieno konkretaus mikroelemento analizės metodo aprašyme.

5. **Aparatūra**

Atominės absorbcijos spektrometras, turintis nustatomiems mikroelementams būdingos spinduliuotės šaltinius.

Analitikas turi laikytis gamintojo instrukcijų ir gerai mokėti naudotis prietaisu. Prietaisu turi būti įmanoma daryti fono pataisą, kad juo būtų galima naudotis, kai tai yra būtina (Co ir Zn). Naudojamos dujos yra oras ir acetilenas.

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. *Ekstraktų tirpalų, turinčių nustatomų elementų, ruošimas*

Žr. 9.1 ir (arba) 9.2 metodą, ir, jei tinka – 9.3 metodą.

6.2. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Pagal 9.1, 9.2 arba 9.3 metodą gauto ekstrakto alikvotinė dalis atskiedžiama vandeniu ir (arba) vandenilio chlorido rūgštimi (4.1) arba (4.2) tiek, kad mikroelemento koncentracija galutiniame matavimo tirpale atitiktų kalibravimo tirpalų koncentracijos verčių intervalą (7.2), o vandenilio chlorido rūgšties koncentracija būtų ne mažesnė kaip 0,5 mol/l, bet ne didesnė kaip 2,5 mol/l. Darant šį veiksmą, tirpalą gali tekti nuosekliai skiesti kelis kartus.

Imama galutinio analizuojamo tirpalo, gauto skiedžiant ekstraktą, alikvotinė dalis, kurios tūris, tarkime, a ml, ir supilama į 100 ml matavimo kolbą. Nustatant kobalto, geležies, mangano arba cinko kiekį, įpilama 10 ml lantano druskos tirpalo (4.3). Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) iki žymos ir gerai sumaišoma. Tai yra galutinis matavimo tirpalas. Tarkime, D yra skiedimo faktorius.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tuščiojo bandymo tirpalo ruošimas*

Tuščiojo bandymo tirpalas ruošiamas kartojant visą metodiką, pradedant ekstrahavimu, tačiau nededant trąšų ėminio.

7.2. *Kalibravimo tirpalų ruošimas*

Iš darbinio kalibravimo tirpalo, paruošto pagal kiekvienam mikroelementui nurodytą metodą, 100 ml matavimo kolbose ruošiama eilė ne mažiau kaip penkių didėjančios koncentracijos kalibravimo tirpalų, atitinkančių optimalų spektrometro matavimo intervalą. Prireikus

▼B

vandenilio chlorido rūgšties koncentracija keičiama taip, kad ji kiek įmanoma labiau atitiktų atskiesto analizuojamo tirpalo koncentraciją (6.2). Nustatant kobalto, geležies, mangano arba cinko kiekį, įpilama 10 ml to paties lantano druskos tirpalo (4.3), kuris buvo naudojamas (6.2). Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) iki žymos ir gerai sumaišoma.

7.3. *Nustatymas*

Ruošiamas spektrometras (5) ir nustatomas bangos ilgis, nurodytas konkretaus mikroelemento nustatymo metodo aprašyme.

Tris kartus paeiliui įpurškiami kalibravimo tirpalai (7.2), analizuojamas tirpalas (6.2) ir tuščiojo bandymo tirpalas (7.1), po kiekvieno įpurškimo užrašomas matavimo rezultatas ir prietaisas plaunamas distiliuotu vandeniu.

Braižoma kalibravimo kreivė, kiekvieno kalibravimo tirpalo spektrometro rodmens vidutines vertes (7.2) pažymint ordinačių ašyje, o atitinkamas mikroelemento koncentracijos vertes, išreikštas µg/ml , – abscisių ašyje.

Pagal šią kreivę nustatoma atitinkamo mikroelemento koncentracija bandomajame tirpale x_s (6.2) ir tuščiojo bandymo tirpale x_b (7.1), išreikšta µg/ml.

8. **Rezultatų išraiška**

Mikroelemento kiekis procentais (E) trąšose apskaičiuojamas:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jei taikomas 9.3 metodas:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

čia:

E – nustatyto mikroelemento kiekio trąšose procentinė dalis;

x_s – bandomojo tirpalo (6.2) koncentracija, µg/ml;

x_b – tuščiojo bandymo tirpalo (7.1) koncentracija, µg/ml;

V – 9.1 arba 9.2 metodu gauto ekstrakto tūris, ml;

D – skiedimo faktorius, atitinkantis skiedimą pagal šio metodo 6.2 punktą;

m – bandomojo ėminio, paimto pagal 9.1 arba 9.2 metodą, masė, g.

Jei a_1, a_2, a_3, …, a_i ir a yra alikvotinės dalys, o jos skiedžiamos iki atitinkamo tūrio V_1, V_2, V_3, …, V_i ir 100ml, skiedimo faktorius D apskaičiuojamas:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times . \times . \times .\times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

9.5. metodas

Boro nustatymas trąšų ekstraktuose spektrofotometriniu metodu, naudojant azometiną H

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta boro nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 9.1 ir 9.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedą reikalaujama deklaruoti suminį ir (arba) vandenyje tirpaus boro kiekį.

▼B

3. **Metodo esmė**

Azometino H tirpale borato jonai sudaro geltonos spalvos kompleksą, kurio koncentracija nustatoma molekulinės absorbcinės analizės metodu, bangos ilgiui esant 410 nm. Trukdantys jonai maskuojami EDTA.

4. **Reagentai**

4.1. *EDTA buferinis tirpalas*

Į 500 ml matavimo kolbą su 300 ml vandens įdedama:

— 75 g amonio acetato (NH_4OOCCH_3),

— 10 g etilendiamintetraacto rūgšties dinatrio druskos (Na_2EDTA),

— 40 ml acto rūgšties (CH_3COOH; d_{20} = 1,05 g/ml).

Skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma. Tirpalo pH, tikrinamas stiklo elektrodu, turi būti 4,8 ± 0,1.

4.2. *Azometino H tirpalas*

Į 200 ml matavimo kolbą įdedama:

— 10 ml buferinio tirpalo (4.1),

— 400 mg azometino H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$),

— 2 g askorbo rūgšties ($C_6H_8O_6$),

— skiedžiama ir gerai sumaišoma. Neruošiama didelių šio reagento kiekių, nes jis tinka tik keletą dienų.

4.3. *Boro kalibravimo tirpalai*

4.3.1. Boro pradinis tirpalas (100 μg/ml)

1 000 ml matavimo kolboje ištirpinama vandenyje 0,5719 g boro rūgšties (H_3BO_3). Skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma. Supilama į butelį iš plastiko ir laikoma šaldytuve.

4.3.2. Boro darbinis tirpalas (10 μg/ml)

50 ml pradinio boro tirpalo (4.3.1) įpilama į 500 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma.

5. **Aparatūra**

Spektrofotometras, pritaikytas molekulinei absorbcijai matuoti, bangos ilgiui esant 410 nm, ir kiuvetės, kurių tirpalo sluoksnio storis 10 mm.

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. *Boro tirpalo ruošimas*

Žr. 9.1 ir (arba) 9.2 metodus, ir, jei tinka – 9.3 metodą.

6.2. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Ekstrakto alikvotinė dalis (6.1) skiedžiama tiek, kad boro koncentracija ekstrakte atitiktų nurodytą 7.2. Gali tekti nuosekliai skiesti du kartus. Tarkime, D yra skiedimo faktorius.

6.3. *Pataisos tirpalo ruošimas*

Jei bandomasis tirpalas (6.2) yra spalvotas, ruošiamas atitinkamas pataisos tirpalas, į plastikinę kolbą įpilant 5 ml bandomojo tirpalo (6.2), 5 ml EDTA buferinio tirpalo (4.1), 5 ml vandens ir gerai sumaišant.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tuščiojo bandymo tirpalo ruošimas*

Tuščiojo bandymo tirpalas ruošiamas kartojant visą metodiką, pradedant ekstrahavimu, tačiau nededant trąšų ėminio.

▼B

7.2. *Kalibravimo tirpalų ruošimas*

0, 5, 10, 15, 20 ir 25 ml darbinio tirpalo (4.3.2) įpilama į 100 ml matavimo kolbas. Skiedžiama vandeniu ir gerai sumaišoma. Šiuose tirpaluose yra 0–2,5 μg/ml boro.

7.3. *Spalvos gavimas*

Į eilę kolbų iš plastiko įpilama po 5 ml kalibravimo tirpalų (7.2), bandomųjų tirpalų (6.2) ir tuščiojo bandymo tirpalo (7.1). Įpilama 5 ml EDTA buferinio tirpalo (4.1), 5 ml azometino H tirpalo (4.2).

Gerai sumaišoma ir spalvai gauti laikoma tamsoje 2,5–3 h.

7.4. *Nustatymas*

Matuojamas tirpalų, gautų pagal 7.3 punktą, ir, prireikus, pataisos tirpalo (6.3) optinis tankis pagal vandenį, bangos ilgiui esant 410 nm. Prieš kiekvieno naujo rodmens gavimą kiuvetės plaunamos vandeniu.

8. **Rezultatų išraiška**

Brėžiama kalibravimo kreivė, abscisių ašyje pažymint kalibravimo tirpalų koncentraciją (7.2), o ordinačių ašyje – spektrofotometru išmatuotą optinio tankio vertę (7.4).

Pagal kalibravimo kreivę nustatoma boro tuščiojo bandymo tirpalo (7.1) koncentracija, boro bandomojo tirpalo (6.2) koncentracija ir, jei analizuojamas tirpalas spalvotas, pataisyta bandomojo tirpalo koncentracija. Pastarajai apskaičiuoti iš bandomojo tirpalo (6.2) optinio tankio atimamas pataisos tirpalo (6.3) optinis tankis ir nustatoma pataisyta bandomojo tirpalo koncentracija. Bandomojo tirpalo (6.2) koncentracija, su pataisa arba be jos, pažymima x_s, o tuščiojo bandymo tirpalo – x_b.

Boro procentinė dalis trąšose apskaičiuojama:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jei taikomas 9.3 metodas:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

čia:

B – boro kiekio trąšose procentinė dalis;

x_s – bandomojo tirpalo (6.2) koncentracija, su pataisa arba be jos, μg/ml;

x_b – tuščiojo bandymo tirpalo (7.1) koncentracija, μg/ml;

V – ekstrakto tūris, gautas pagal 9.1 arba 9.2 metodą, ml;

D – skiedimo pagal (6.2) faktorius;

M – ėminio, paimto pagal 9.1 arba 9.2 metodą, masė, g.

Jei a_1 ir a_2 yra viena po kitos paimtos alikvotinės dalys, o jos skiedžiamos iki atitinkamo tūrio V_1 ir V_2 ml, skiedimo faktorius D apskaičiuojamas:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2)$$

9.6. metodas

Kobalto nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta kobalto nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

▼B

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 9.1 ir 9.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti suminį ir (arba) vandenyje tirpaus kobalto kiekį.

3. **Metodo esmė**

Tinkamai apdorojus ir atskiedus ekstraktus, kobalto kiekis nustatomas atominės absorbcinės analizės metodu.

4. **Reagentai**

4.1. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Žr. 9.4 metodą (4.1).

4.2. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 0,5 mol/l*

Žr. 9.4 metodą (4.2).

4.3. *Lantano druskos tirpalai (10 g/l La)*

Žr. 9.4 metodą (4.3).

4.4. *Kobalto kalibravimo tirpalai*

4.4.1. Kobalto pradinis tirpalas (1 000 μg/ml)

Į 250 ml tūrio cheminę stiklinę 0,1 mg tikslumu sveriama 1 g kobalto, įpilama 25 ml 6 mol/l vandenilio chlorido rūgšties (4.1), ir kaitinama ant elektrinės plytelės tol, kol kobaltas visiškai ištirps. Tirpalui atvėsus, jis kiekybiškai supilamas į 1 000 ml matavimo kolbą. Skiedžiamas vandeniu iki žymos ir gerai sumaišomas.

4.4.2. Kobalto darbinis tirpalas (100 μg/ml)

10 ml pradinio tirpalo (4.4.1) įpilama į 100 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) iki žymos ir gerai sumaišoma.

5. **Aparatūra**

Atominės absorbcijos spektrometras, kaip nurodyta 9.4 metodo 5 punkte. Prietaise turi būti kobaltui būdingos spinduliuotės šaltinis (240,7 nm). Spektrometru turi būti įmanoma daryti fono pataisą.

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. *Kobalto ekstrakto tirpalas*

Žr. 9.1 ir (arba) 9.2 metodus, ir, jei tinka – 9.3 metodą.

6.2. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (6.2). Bandomajame tirpale turi būti 10 % (V/V) lantano druskos tirpalo (4.3).

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tuščiojo bandymo tirpalo ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (7.1). Tuščiojo bandymo tirpale turi būti 10 % (V/V) lantano druskos tirpalo, naudojamo 6.2.

7.2. *Kalibravimo tirpalų ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (7.2).

Norint gauti optimalų nustatymo intervalą 0–5 μg/ml kobalto, į 100 ml matavimo kolbas įpilama 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ir 5 ml darbinio tirpalo (4.4.2). Prireikus, vandenilio chlorido rūgšties koncentracija nustatoma taip, kad ji kiek įmanoma labiau atitiktų koncentraciją bandomajame tirpale (6.2). Į kiekvieną kolbą įpilama po 10 ml lantano druskos tirpalo, naudojamo 6.2. Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) iki 100 ml ir gerai sumaišoma. Šiuose tirpaluose yra 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ir 5 μg/ml kobalto.

▼B

7.3. *Nustatymas*

Žr. 9.4 metodą (7.3). Spektrometras (5) ruošiamas matavimui bangos ilgiui esant 240,7 nm.

8. **Rezultatų išraiška**

Žr. 9.4 metodą (8).

Kobalto kiekio trąšose procentinė dalis apskaičiuojama:

$$Co\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jei taikomas 9.3 metodas:

$$Co\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

čia:

Co - kobalto kiekio trąšose procentinė dalis;

x_s - bandomojo tirpalo (6.2) koncentracija, μg/ml;

x_b - tuščiojo bandymo tirpalo (7.1.) koncentracija, μg/ml;

V - pagal 9.1 arba 9.2 metodą gauto ekstrakto tūris, ml;

D – skiedimo faktorius, atitinkantis pagal 6.2 darytą skiedimą;

m - bandomojo ėminio, paimto pagal 9.1 arba 9.2 metodą, masė, g.

Jei a_1, a_2, a_3, …, a_i ir a yra alikvotinės dalys, o jos skiedžiamos iki atitinkamo tūrio V_1, V_2, V_3, …, V_i ir 100 ml, skiedimo faktorius D apskaičiuojamas:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times . \times . \times . \times . \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

9.7 metodas

Vari nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta vario nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 9.1 ir 9.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti suminį ir (arba) vandenyje tirpaus vario kiekį.

3. **Metodo esmė**

Tinkamai apdorojus ir atskiedus ekstraktus, vario kiekis nustatomas atominės absorbcinės analizės metodu.

4. **Reagentai**

4.1. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Žr. 9.4 metodą (4.1).

4.2. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 0,5 mol/l*

Žr. 9.4 metodą (4.2).

4.3. Vandenilio peroksido tirpalas (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), be mikroelementų.

4.4. *Vario kalibravimo tirpalai*

▼B

4.4.1. Vario pradinis tirpalas (1 000 μg/ml)

Į 250 ml cheminę stiklinę 0,1 mg tikslumu sveriama 1 g vario, įpilama 25 ml 6 mol/l vandenilio chlorido rūgšties (4.1), 5 ml vandenilio peroksido tirpalo (4.3) ir kaitinama ant elektrinės viryklės tol, kol varis visiškai ištirps. Tirpalas kiekybiškai supilamas į 1 000 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma.

4.4.2 Vario darbinis tirpalas (100 μg/ml)

20 ml pradinio tirpalo (4.4.1) įpilama į 200 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) iki žymos ir gerai sumaišoma.

5. **Aparatūra**

Atominės absorbcijos spektrometras: žr. 9.4 metodą (5). Prietaise turi būti variui būdingos spinduliuotės šaltinis (324,8 nm).

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. *Vario ekstrakto tirpalas*

Žr. 9.1 ir (arba) 9.2 metodus, ir, jei tinka – 9.3 metodą.

6.2. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (6.2).

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tuščiojo bandymo tirpalo ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (7.1).

7.2. *Kalibravimo tirpalų ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (7.2).

Norint gauti optimalų nustatymo intervalą 0–5 μg/ml vario, į 100 ml matavimo kolbas įpilama 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ir 5 ml darbinio tirpalo (4.4.2). Prireikus, vandenilio chlorido rūgšties koncentracija nustatoma taip, kad ji kiek įmanoma labiau atitiktų koncentraciją bandomajame tirpale (6.2). Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) iki 100 ml ir gerai sumaišoma. Šiuose tirpaluose yra 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ir 5 μg/ml vario.

7.3. *Nustatymas*

Žr. 9.4 metodą (7.3). Spektrometras (5) ruošiamas matavimui bangos ilgiui esant 324,8 nm.

8. **Rezultatų išraiška**

Žr. 9.4 metodą (8).

Vario kiekio trąšose procentinė dalis apskaičiuojama:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jei taikomas 9.3 metodas:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

čia:

Cu - vario kiekio trąšose procentinė dalis;

x_s - bandomojo tirpalo (6.2) koncentracija, μg/ml;

x_b - tuščiojo bandymo tirpalo (7.1) koncentracija, μg/ml;

V - pagal 9.1 arba 9.2 metodą gauto ekstrakto tūris, ml;

D – skiedimo faktorius, atitinkantis pagal 6.2 darytą skiedimą;

M - bandomojo ėminio, paimto pagal 9.1 arba 9.2 metodą, masė, g.

▼B

Jei a_1, a_2, a_3, …, a_i ir a yra alikvotinės dalys, o jos skiedžiamos iki atitinkamo tūrio V_1, V_2, V_3, …, V_i ir 100 ml, skiedimo faktorius D apskaičiuojamas:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times . \times . \times . \times . \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

9.8 metodas

Geležies nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta geležies nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 9.1 ir 9.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti suminį ir (arba) vandenyje tirpios geležies kiekį.

3. **Metodo esmė**

Tinkamai apdorojus ir atskiedus ekstraktą, geležies kiekis nustatomas atominės absorbcinės analizės metodu.

4. **Reagentai**

4.1. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Žr. 9.4 metodą (4.1).

4.2. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 0,5 mol/l*

Žr. 9.4 metodą (4.2).

4.3. Vandenilio peroksido tirpalas (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), be mikroelementų.

4.4. *Lantano druskos tirpalai (10 g/l La)*

Žr. 9.4 metodą (4.3).

4.5. *Geležies kalibravimo tirpalai*

4.5.1. Geležies pradinis tirpalas (1 000 μg/ml)

Į 500 ml cheminę stiklinę 0,1 mg tikslumu sveriama 1 g grynos geležies vielos, įpilama 200 ml vandenilio chlorido rūgšties 6 mol/l tirpalo (4.1) ir 15 ml vandenilio peroksido tirpalo (4.3). Kaitinama ant elektrinės viryklės tol, kol geležis visiškai ištirps. Tirpalui atvėsus, jis kiekybiškai supilamas į 1 000 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma.

4.5.2 Geležies darbinis tirpalas (100 μg/ml)

20 ml pradinio tirpalo (4.5.1) įpilama į 200 ml matavimo kolbą. Skiedžiama iki žymos 0,5 mol/l vandenilio chlorido rūgšties tirpalu (4.2) ir gerai sumaišoma.

5. **Aparatūra**

Atominės absorbcijos spektrometras: žr. 9.4 metodą (5). Prietaise turi būti geležiai būdingos spinduliuotės šaltinis (248,3 nm).

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. *Geležies ekstrakto tirpalas*

Žr. 9.1 ir (arba) 9.2 metodus, jei tinka – 9.3 metodą.

6.2. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (6.2). Bandomajame tirpale turi būti 10 % (V/V) lantano druskos tirpalo.

▼B

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tuščiojo bandymo tirpalo ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (7.1). Tuščiojo bandymo tirpale turi būti 10 % (V/V) lantano druskos tirpalo, kaip nurodyta 6.2 punkte.

7.2. *Kalibravimo tirpalų ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (7.2).

Norint gauti optimalų nustatymo intervalą 0–10 μg/ml geležies, į 100 ml matavimo kolbas įpilama 0, 2, 4, 6, 8, ir 10 ml darbinio tirpalo (4.5.2). Prireikus, vandenilio chlorido rūgšties koncentracija nustatoma taip, kad ji kiek įmanoma labiau atitiktų koncentraciją bandomajame tirpale (6.2). Įpilama 10 ml lantano druskos tirpalo, naudojamo 6.2. Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) iki žymos ir gerai sumaišoma. Šiuose tirpaluose yra 0, 2, 4, 6, 8 ir 10 μg/ml geležies.

7.3. *Nustatymas*

Žr. 9.4 metodą (7.3). Spektrometras (5) ruošiamas matuoti, bangos ilgiui esant 248,3 nm.

8. **Rezultatų išraiška**

Žr. 9.4 metodą (8).

Geležies kiekis trąšose procentais apskaičiuojamas:

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jei taikomas 9.3 metodas:

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

čia:

Fe - geležies kiekio trąšose procentinė dalis;

x_s - bandomojo tirpalo (6.2) koncentracija, μg/ml;

x_b - tuščiojo bandymo tirpalo (7.1) koncentracija, μg/ml;

V - pagal 9.1 arba 9.2 metodą gauto ekstrakto tūris, ml;

D – skiedimo faktorius, atitinkantis pagal 6.2 darytą skiedimą;

M - bandomojo ėminio, paimto pagal 9.1 arba 9.2 metodą, masė, g.

Jei a_1, a_2, a_3, …, a_i ir a yra alikvotinės dalys, o jos skiedžiamos iki atitinkamo tūrio V_1, V_2, V_3, …, V_i ir 100 ml, skiedimo faktorius D apskaičiuojamas:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times .\times .\times .\times .\times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

9.9 metodas

Mangano nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta mangano nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 9.1 ir 9.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti suminį ir (arba) vandenyje tirpaus mangano kiekį.

▼B

3. **Metodo esmė**

Tinkamai apdorojus ir atskiedus ekstraktą, mangano kiekis nustatomas atominės absorbcinės analizės metodu.

4. **Reagentai**

4.1. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Žr. 9.4 metodą (4.1).

4.2. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 0,5 mol/l*

Žr. 9.4 metodą (4.2).

4.3. *Lantano druskos tirpalai (10 g/l La)*

Žr. 9.4 metodą (4.3).

4.4. *Mangano kalibravimo tirpalai*

4.4.1. Mangano pradinis tirpalas (1 000 μg/ml)

Į 250 ml cheminę stiklinę 0,1 mg tikslumu sveriama 1 g mangano, įpilama 25 ml 6 mol/l vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Kaitinama ant elektrinės viryklės tol, kol manganas visiškai ištirps. Tirpalui atvėsus, jis kiekybiškai supilamas į 1 000 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma.

4.4.2 Mangano darbinis tirpalas (100 μg/ml)

Į 200 ml matavimo kolbą įpilama 20 ml pradinio tirpalo (4.4.1), skiedžiama 0,5 mol/l vandenilio chlorido rūgšties tirpalu (4.2) iki žymos ir gerai sumaišoma.

5. **Aparatūra**

Atominės absorbcijos spektrometras, žr. 9.4 metodą (5). Prietaise turi būti manganui būdingos spinduliuotės šaltinis (279,6 nm).

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. *Mangano ekstrakto tirpalas*

Žr. 9.1 ir (arba) 9.2 metodus, ir, jei tinka – 9.3 metodą.

6.2. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (6.2). Bandomajame tirpale turi būti 10 % (V/V) lantano druskos tirpalo (4.3).

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tuščiojo bandymo tirpalo ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (7.1). Tuščiojo bandymo tirpale turi būti 10 % (V/V) lantano druskos tirpalo, naudojamo 6.2.

7.2. *Kalibravimo tirpalų ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (7.2)

Norint gauti optimalų nustatymo intervalą 0–5 μg/ml mangano, į 100 ml matavimo kolbas įpilama 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ir 5 ml darbinio tirpalo (4.4.2). Prireikus, vandenilio chlorido rūgšties koncentracija nustatoma taip, kad ji kiek įmanoma labiau atitiktų koncentraciją bandomajame tirpale (6.2). Į kiekvieną kolbą įpilama 10 ml lantano druskos tirpalo, naudojamo 6.2. Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) iki 100 ml ir gerai sumaišoma. Šiuose tirpaluose yra 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ir 5 μg/ml mangano.

7.3. *Matavimas*

Žr. 9.4 metodą (7.3). Spektrometras (5) ruošiamas matavimui bangos ilgiui esant 279,6 nm.

▼B

8. **Rezultatų išraiška**

Žr. 9.4 metodą (8).

Mangano kiekis trąšose procentais apskaičiuojamas:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jei taikomas 9.3 metodas:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

čia:

Mn - mangano kiekio trąšose procentinė dalis;

x_s - bandomojo tirpalo (6.2) koncentracija, μg/ml;

x_b - tuščiojo bandymo tirpalo (7.1) koncentracija, μg/ml;

V -pagal 9.1 arba 9.2 metodą gauto ekstrakto tūris, ml;

D – skiedimo faktorius, atitinkantis pagal 6.2 darytą skiedimą;

M - bandomojo ėminio, paimto pagal 9.1 arba 9.2 metodą, masė, g.

Jei a_1, a_2, a_3, …, a_i ir a yra alikvotinės dalys, o jos skiedžiamos iki atitinkamo tūrio V_1, V_2, V_3, …, V_i ir 100 ml, skiedimo faktorius D apskaičiuojamas:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times .\times\ .\ \times\ .\ \times .\times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

9.10 metodas

Molibdeno nustatymas trąšų ekstraktuose spektrofotometriniu metodu naudojant amonio tiocianatą

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta molibdeno nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 9.1 ir 9.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti suminį ir (arba) vandenyje tirpaus molibdeno kiekį.

3. **Metodo esmė**

Rūgštinėje terpėje molibdenas (V) su SCN^- jonais sudaro kompleksą $[MoO(SCN)_5]^{2-}$.

Kompleksas ekstrahuojamas n-butilacetatu. Trukdantys jonai, pvz., geležies, lieka vandeninėje fazėje. Geltonai oranžinės spalvos intensyvumas nustatomas molekulinės absorbcinės analizės metodu, bangos ilgiui esant 470 nm.

4. **Reagentai**

4.1. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas (HCl) maždaug 6 mol/l*

Žr. 9.4 metodą (4.1).

4.2. *Vario tirpalas (70 mg/l) 1,5 mol/l vandenilio chlorido rūgštyje*

1 000 ml matavimo kolboje, į kurią įpilta 250 ml vandenilio chlorido rūgšties 6 mol/l, ištirpinama 0,1 mg tikslumu pasverto 275 g vario sulfato ($CuSO_4 \times 5H_2O$). Skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma.

▼B

4.3. *Askorbo rūgšties tirpalas (50 g/l)*

1 000 ml matavimo kolboje ištirpinama 50 g askorbo rūgšties ($C_6H_8O_6$) naudojant vandenį. Skiedžiama vandeniu iki žymos, gerai sumaišoma ir laikoma šaldytuve.

4.4. n-butilacetatas

4.5. *Amonio tiocianato tirpalas, 0,2 mol/l*

1 000 ml matavimo kolboje ištirpinama 15,224 g NH_4SCN naudojant vandenį. Skiedžiama vandeniu iki žymos; gerai sumaišoma ir laikoma tamsiame butelyje.

4.6. *Alavo (II) chlorido tirpalas (50 g/l) 2 mol/l vandenilio chlorido rūgštyje*

Šis tirpalas turi būti visiškai skaidrus ir ruošiamas prieš pat naudojimą. Jis ruošiamas iš labai gryno alavo (II) chlorido, kitaip tirpalas nebus skaidrus.

Norint paruošti 100 ml tirpalo, 5 g ($SnCl_2 \times 2H_2O$) ištirpinama 35 ml vandenilio chlorido rūgšties 6 mol/l tirpalo (4.1). Įpilama 10 ml vario tirpalo (4.2). Skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma.

4.7. *Molibdeno kalibravimo tirpalai*

4.7.1. Molibdeno pradinis tirpalas (500 μg/ml)

1 000 ml matavimo kolboje 6 mol/l vandenilio chlorido rūgštyje (4.1) ištirpinama 0,920 g amonio molibdato [$(NH_4)_6Mo_7O_{24} \times 4H_2O$), pasverto 0,1 mg tikslumu. Skiedžiama tuo pačiu tirpalu iki žymos ir gerai sumaišoma.

4.7.2. Molibdeno tarpinis tirpalas (25 μg/ml)

Į 500 ml matavimo kolbą įpilama 25 ml pradinio tirpalo (4.7.1). Skiedžiama 6 mol/l vandenilio chlorido rūgštimi (4.1) iki žymos ir gerai sumaišoma.

4.7.3 Molibdeno darbinis tirpalas (2,5 μg/ml)

Į 100 ml matavimo kolbą įpilama 10 ml tarpinio tirpalo (4.7.2). Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 6 mol/l tirpalu (4.1) iki žymos ir gerai sumaišoma.

5. **Aparatūra**

5.1. Molekulinės absorbcijos spektrofotometras su kiuvetėmis, kurių tirpalo sluoksnio storis 20 mm, nustatytas matavimo bangos ilgis 470 nm.

5.2. 200 ml arba 250 ml dalijamieji piltuvai.

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. *Molibdeno ekstrakto tirpalas*

Žr. 9.1 ir (arba) 9.2 metodus, ir, jei tinka – 9.3 metodą.

6.2. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Ekstrakto alikvotinė dalis (6.1) skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 6 mol/l tirpalu (4.1) reikiamai molibdeno koncentracijai gauti. Tarkime, D yra skiedimo faktorius.

Į dalijamąjį piltuvą (5.2) įpilama ekstrakto tirpalo alikvotinė dalis, turinti 1–12 μg molibdeno. Skiedžiama iki 50 ml vandenilio chlorido rūgšties 6 mol/l tirpalu (4.1).

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tuščiojo bandymo tirpalo ruošimas*

Tuščiojo bandymo tirpalas ruošiamas kartojant visą metodiką, pradedant ekstrahavimu, nepridedant trąšų ėminio.

▼B

7.2. *Kalibravimo tirpalų ruošimas*

Ruošiami ne mažiau kaip 6 kalibravimo tirpalai, kurių didėjanti koncentracija atitinka spektrofotometro optimalaus atsako intervalą.

Norint gauti 0–12,5 μg molibdeno koncentracijos intervalą, į dalijamuosius piltuvus (5.2) įpilama 0, 1, 2, 3, 4 ir 5 ml darbinio tirpalo (4.7.3). Skiedžiama iki 50 ml vandenilio chlorido rūgšties 6 mol/l tirpalu (4.1). Piltuvuose yra 0, 2,5, 5, 7,5, 10 ir 12,5 μg molibdeno.

7.3. *Komplekso susidarymas ir atskyrimas*

Į kiekvieną dalijamąjį piltuvą (6.2, 7.1 ir 7.2) nurodyta tvarka įpilama:

— 10 ml vario tirpalo (4.2),

— 20 ml askorbo rūgšties tirpalo (4.3).

Gerai sumaišoma ir laukiama dvi arba tris minutes. Tuomet įpilama:

— 10 ml n-butilacetato (4.4), naudojant tikslią pipetę,

— 20 ml tiocianato tirpalo (4.5).

Purtoma vieną minutę kompleksui išekstrahuoti į organinę fazę; fazėms leidžiama atsiskirti, visa vandeninė fazė išleidžiama ir išpilama; o organinė fazė plaunama:

— 10 ml alavo chlorido tirpalu (4.6).

Purtoma vieną minutę. Fazėms leidžiama atsiskirti, visa vandeninė fazė išleidžiama. Organinė fazė supilama į mėgintuvėlį; taip galima surinkti suspenduotus vandens lašus.

7.4. *Matavimas*

Matuojamas 7.3 gautų tirpalų optinis tankis, bangos ilgiui esant 470 nm, palyginamuoju tirpalu naudojant 0 μg/ml molibdeno kalibravimo tirpalą (7.2).

8. **Rezultatų išraiška**

Brėžiama kalibravimo kreivė, abscisių ašyje žymint μg išreikštą molibdeno masę kalibravimo tirpaluose (7.2), o ordinačių ašyje – atitinkamas optinio tankio (7.4) vertes pagal spektrometro rodmenis.

Pagal šią kreivę nustatoma molibdeno masė bandomajame tirpale (6.2) ir tuščiojo bandymo tirpale (7.1). Šios masės atitinkamai pažymimos x_s ir x_b.

Molibdeno kiekis trąšose procentais apskaičiuojamas:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times D]/(M \times 10^4)$$

Jei taikomas 9.3 metodas:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D]/(M \times 10^4)$$

čia:

Mo - molibdeno kiekio trąšose procentinė dalis;

a - alikvotinės dalies, paimtos iš paskutinio skiesto tirpalo (6.2), tūris, ml;

x_s - Mo masė bandomajame tirpale (6.2), μg;

x_b - Mo masė tuščiojo bandymo tirpale (7.1), kurio tūris atitinka bandomojo tirpalo (6.2) alikvotinės dalies a tūrį, μg;

V – pagal 9.1 arba 9.2 metodą gauto ekstrakto, tūris, ml;

D – skiedimo faktorius, atitinkantis pagal 6.2 darytą skiedimą;

M - ėminio, paimto pagal 9.1 arba 9.2 metodą, masė, g.

▼B

Jei a_1 ir a_2 yra viena po kitos paimtos alikvotinės dalys, o jos skiedžiamos iki atitinkamo tūrio V_1 ir V_2,ml, skiedimo faktorius D apskaičiuojamas:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2)$$

9.11 metodas

Cinko nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta cinko nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 9.1 ir 9.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti suminį ir (arba) vandenyje tirpaus cinko kiekį.

3. **Metodo esmė**

Tinkamai paruošus ir atskiedus ekstraktus, cinko kiekis nustatomas atominės absorbcinės analizės metodu.

4. **Reagentai**

4.1. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Žr. 9.4 metodą (4.1).

4.2. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 0,5 mol/l*

Žr. 9.4 metodą (4.2).

4.3. *Lantano druskos tirpalai (10 g/l La)*

Žr. 9.4 metodą (4.3).

4.4. *Cinko kalibravimo tirpalai*

4.4.1. Cinko pradinis tirpalas (1 000 μg/ml)

1 000 ml matavimo kolboje, kurioje yra 25 ml 6 mol/l vandenilio chlorido rūgšties (4.1), ištirpinama 1 g cinko miltelių arba granulių, pasvertų 0,1 mg tikslumu. Cinkui visiškai ištirpus, skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma.

4.4.2 Cinko darbinis tirpalas (100 μg/ml)

Į 200 ml matavimo kolbą įpilama 20 ml pradinio tirpalo (4.4.1). Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) iki žymos ir gerai sumaišoma.

5. **Aparatūra**

Atominės absorbcijos spektrometras, kaip nurodyta 9.4 metodo 5 punkte. Prietaise turi būti cinkui būdingos spinduliuotės šaltinis (213,8 nm). Spektrometru turi būti įmanoma daryti fono pataisą.

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. *Cinko ekstrakto tirpalas*

Žr. 9.1 ir (arba) 9.2 metodus, jei tinka – 9.3 metodą.

6.2. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (6.2). Bandomajame tirpale turi būti 10 % tūrio lantano druskos tirpalo.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tuščiojo bandymo tirpalo ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (7.1). Tuščiojo bandymo tirpale turi būti 10 % tūrio lantano druskos tirpalo, naudojamo 6.2.

▼B

7.2. *Kalibravimo tirpalų ruošimas*

Žr. 9.4 metodą (7.2).

Norint gauti optimalų nustatymo intervalą 0–5 μg/ml cinko, į 100 ml matavimo kolbas įpilama 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ir 5 ml darbinio tirpalo (4.4.2). Prireikus, vandenilio chlorido rūgšties koncentracija nustatoma taip, kad ji kiek įmanoma labiau atitiktų koncentraciją bandomajame tirpale (6.2). Į kiekvieną kolbą įpilama 10 ml lantano druskos tirpalo, naudojamo 6.2. Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) iki 100 ml ir gerai sumaišoma. Šiuose tirpaluose yra 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ir 5 μg/ml cinko.

7.3. *Nustatymas*

Žr. 9.4 metodą (7.3). Spektrometras (5) ruošiamas matuoti, bangos ilgiui esant 213,8 nm.

8. **Rezultatų išraiška**

Žr. 9.4 metodą (8).

Cinko kiekio trąšose procentinė dalis apskaičiuojama:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jei taikomas 9.3 metodas:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

čia:

Zn - cinko kiekio trąšose procentinė dalis;

x_s - bandomojo tirpalo (6.2) koncentracija, μg/ml;

x_b - tuščiojo bandymo tirpalo (7.1) koncentracija, μg/ml;

V - pagal 9.1 arba 9.2 metodą gauto ekstrakto tūris, ml;

D - skiedimo faktorius, atitinkantis pagal 6.2 darytą skiedimą;

M - bandomojo ėminio, paimto pagal 9.1 arba 9.2 metodą, masė, g.

Jei a_1, a_2, a_3, …, a_i ir a yra alikvotinės dalys, o jos skiedžiamos iki atitinkamo tūrio V_1, V_2, V_3, …, V_i ir 100ml, skiedimo faktorius D apskaičiuojamas:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times .\times .\times .\times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

10 serijos metodai

Mikroelementai, kurių koncentracija yra didesnė kaip 10 %

10.1 metodas

Visų mikroelementų ekstrahavimas

1. **Tikslas**

Šiame metode apibrėžta šių mikroelementų ekstrahavimo metodika: viso boro, kobalto, vario, geležies, mangano, molibdeno ir cinko. Pagrindinis tikslas – daryti kiek įmanoma mažesnį ekstrahavimų skaičių, jei įmanoma, tą patį ekstraktą naudojant kiekvieno iš pirmiau išvardytų mikroelementų suminiam kiekiui nustatyti.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka EB trąšoms, įtrauktoms į I priedo E skyrių ir turinčioms vieno arba kelių iš šių mikroelementų: boro, kobalto, vario, geležies, mangano, molibdeno ir cinko. Ji tinka kiekvienam mikroelementui, kurio deklaruojamas kiekis yra didesnis kaip 10 %.

▼B

3. **Metodo esmė**

Tirpinimas verdančioje praskiestoje vandenilio chlorido rūgštyje.

pastaba:

Ekstrahavimas yra empirinis, todėl gali būti arba gali nebūti kiekybinis atsižvelgiant į produktą arba kitas trąšų sudedamąsias dalis. Konkrečiai, tam tikrų mangano oksidų ekstrahuotas kiekis gali būti gerokai mažesnis už suminį produkte esančio mangano kiekį. Trąšų gamintojai turi užtikrinti, kad deklaruojamas kiekis iš tikrųjų atitiktų kiekį, ekstrahuojamą metodo sąlygomis.

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiestas vandenilio chlorido rūgšties (HCl) tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) maišomas su vienu tūriu vandens.

4.2. Koncentruotas amoniako tirpalas (NH_3, d_{20} = 0,9 g/ml).

5. **Aparatūra**

5.1. Elektrinė viryklė su temperatūros reguliatoriumi.

5.2. pH-metras.

pastaba:

Kai ekstrakte reikia nustatyti borą, negalima naudoti borosilikatinio stiklo indų. Kadangi pagal metodą ekstraktas virinamas, geriau naudoti indus iš teflono arba kvarcinio stiklo. Indus reikia gerai skalauti, jei jie buvo plauti boratų turinčiais plovikliais.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Bandomasis ėminys*

Sveriamas 1–2 g trąšų ėminys, atsižvelgiant į deklaruojamą elemento kiekį produkte. Ši lentelė naudojama ruošti galutiniam tirpalui, kuris atitinkamai praskiestas turi atitikti kiekvieno metodo matavimo ribines vertes. Ėminiai turėtų būti sveriami 1 mg tikslumu.

Deklaruojamas mikroelemento kiekis trąšose (%)	> 10 < 25	≥ 25
Ėminio masė (g)	2	1
Elemento masė ėminyje (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Ekstrakto tūris V (ml)	500	500
Elemento koncentracija ekstrakte (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Ėminys supilamas į 250 ml cheminę stiklinę.

7.2. *Tirpalo ruošimas*

Prireikus ėminys sudrėkinamas nedideliu kieki vandens, mažais kiekiais atsargiai įpilama 10 ml praskiestos vandenilio chlorido rūgšties (4.1) vienam gramui trąšų ir dar 50 ml vandens. Stiklinė uždengiama laikrodiniu stiklu ir turinys sumaišomas. Tirpalas užvirinamas ant elektrinės viryklės ir virinamas 30 min. Tirpalas paliekamas atvėsti retkarčiais maišant. Tirpalas kiekybiškai supilamas į 250 ml arba 500 ml matavimo kolbą (žr. lentelę). Skiedžiama vandeniu iki

▼B

žymos ir gerai sumaišoma. Filtruojama per sausą filtrą į sausą indą. Pirmoji filtrato dalis išpilama. Ekstraktas turi būti visiškai skaidrus.

Nustatymą rekomenduojama daryti tuojau pat, naudojant alikvotines skaidraus filtrato dalis; jei tai neįmanoma, indai turėtų būti užkimšti.

pastaba:

Ekstraktai, kuriuose turi būti nustatomas boro kiekis: koncentruotu amoniako tirpalu (4.2) nustatoma pH vertė 4–6.

8. **Nustatymas**

Kiekvieno mikroelemento nustatymas turi būti daromas imant alikvotines dalis, kurių dydis nurodytas kiekvieno atskiro mikroelemento metodo aprašyme.

10.5, 10.6, 10.7, 10.9 ir 10.10 metodų negalima taikyti nustatant elementus, esančius chelatų arba kompleksinių junginių pavidalu. Tokiais atvejais prieš nustatymą būtina taikyti 10.3 metodą.

Nustatant atominės absorbcinės analizės metodu (10.8 ir 10.11 metodai), toks apdorojimas paprastai nėra būtinas.

10.2 metodas

Tirpių vandenyje mikroelementų ekstrahavimas

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta mikroelementų boro, kobalto, vario, geležies, magnio, molibdeno ir cinko tirpių vandenyje junginių ekstrahavimo metodika. Pagrindinis tikslas – daryti kiek įmanoma mažesnį ekstrahavimų skaičių, jei įmanoma, tą patį ekstraktą naudojant kiekvieno iš pirmiau išvardytų mikroelementų kiekiui nustatyti.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka į I priedo E skyrių įtrauktoms EB trąšoms, turinčioms vieno arba kelių iš šių mikroelementų: boro, kobalto, vario, geležies, mangano, molibdeno ir cinko. Ji tinka kiekvienam mikroelementui, kurio deklaruojamas kiekis yra didesnis kaip 10 %.

3. **Metodo esmė**

Mikroelementai ekstrahuojami maišant trąšas 20 (± 2)°C temperatūros vandenyje.

pastaba:

Ekstrahavimas yra empirinis, jis gali būti arba gali nebūti kiekybinis.

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiestas vandenilio chlorido rūgšties (HCl) tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Maišomas vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir vienas tūris vandens.

5. **Aparatūra**

5.1. Sukamoji purtyklė, nustatyta 35–40 min^{-1}.

pastaba:

Kai ekstrakte reikia nustatyti borą, negalima naudoti borosilikatinio stiklo indų. Šiam ekstrahavimui geriau naudoti indus iš teflono arba kvarcinio stiklo. Stiklinius indus reikia gerai skalauti, jei jie buvo plauti boratų turinčiais plovikliais.

6. **Ėminio ruošimas**

Žr. 1 metodą.

▼B

7. **Darbo eiga**

7.1. *Bandomasis ėminys*

Sveriamas 1–2 g trąšų ėminys, atsižvelgiant į deklaruojamą elemento kiekį produkte. Ši lentelė naudojama ruošti galutiniam tirpalui, kuris atitinkamai praskiestas turi atitikti kiekvieno metodo matavimo ribines vertes. Ėminiai turėtų būti sveriami 1 mg tikslumu.

Deklaruojamas mikroelemento kiekis trąšose (%)	> 10 < 25	≥ 25
Ėminio masė (g)	2	1
Elemento masė ėminyje (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Ekstrakto tūris V (ml)	500	500
Elemento koncentracija ekstrakte (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Ėminys supilamas į 500 ml kolbą.

7.2. *Tirpalo ruošimas*

Įpilama maždaug 400 ml vandens.

Kolba gerai užkemšama. Ėminiui disperguoti stipriai purtoma ranka, toliau 30 min maišoma ant sukamosios purtyklės.

Skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma.

7.3. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Tirpalas nedelsiant filtruojamas į švarią, sausą kolbą. Kolbą užkemšama. Nustatymas daromas tojau pat po filtravimo.

pastaba:

Jei filtratas palaipsniui susidrumsčia, V_e tūrio kolboje ruošiamas kitas ekstraktas pagal 7.1 ir 7.2 punktuose aprašytą metodiką. Ekstraktas filtruojamas į W tūrio sausą matavimo kolbą, į kurią prieš tai įpilama 5 ml praskiestos vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Filtravimas sustabdomas, kai pasiekiama matavimo kolbos žymė. Gerai sumaišoma.

Šiomis sąlygomis rezultatams išreikšti V vertė yra lygi:

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Skiedimai išreiškiant rezultatus yra pagrįsti šia V verte.

8. **Nustatymas**

Kiekvieno mikroelemento nustatymas daromas imant alikvotines dalis, kurių dydis nurodytas kiekvieno atskiro mikroelemento metodo aprašyme.

Negalima taikyti 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 ir 10.10 metodų nustatant elementus, esančius chelatų arba kompleksinių junginių pavidalu. Tokiais atvejais prieš nustatymą reikia taikyti 10.3 metodą.

Nustatant atominės absorbcinės analizės metodu (10.8 ir 10.11 metodai), toks apdorojimas paprastai nėra būtinas.

10.3 metodas

Organinių junginių šalinimas iš trąšų ekstraktų

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta organinių junginių šalinimo iš trąšų ekstraktų metodika.

▼B

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 10.1 ir 10.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti suminį ir (arba) vandenyje tirpaus elemento kiekį.

pastaba:

Nedideli organinių medžiagų kiekiai paprastai neturi įtakos, kai taikomas atominės absorbcinės analizės metodas.

3. **Metodo esmė**

Organiniai junginiai alikvotinėje ekstrakto dalyje oksiduojami vandenilio peroksidu.

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiestas vandenilio chlorido rūgšties (HCl) tirpalas, maždaug 0,5 mol/l*

Maišomas vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir 20 tūrių vandens.

4.2. Vandenilio peroksido tirpalas (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), be mikroelementų.

5. **Aparatūra**

Elektrinė viryklė su temperatūros reguliatoriumi.

6. **Darbo eiga**

25 ml ekstrakto tirpalo, gauto 10.1 arba 10.2 metodu, įpilama į 100 ml cheminę stiklinę. Jei taikomas 10.2 metodas, į cheminę stiklinę su ekstrakto tirpalu įpilama 5 ml praskiestos vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Toliau įpilama 5 ml vandenilio peroksido tirpalo (4.2). Uždengiama laikrodiniu stiklu. Paliekama oksiduotis apie valandą esant kambario temperatūrai, vėliau tirpalas pamažu užvirinamas ir pusvalandį virinamas. Prireikus į atvėsusį tirpalą įpilama dar 5 ml vandenilio peroksido. Tuomet vėl virinama vandenilio peroksido pertekliui pašalinti. Paliekama atvėsti, kiekybiškai supilama į 50 ml matavimo kolbą ir skiedžiama iki žymos. Prireikus tirpalas filtruojamas.

Į šį skiedimą reikia atsižvelgti imant alikvotines dalis ir apskaičiuojant mikroelemento procentinę dalį produkte.

10.4 metodas

Mikroelementų nustatymas trąšų ekstraktuose taikant atominės absorbcinės analizės metodą

(bendroji metodika)

1. **Tikslas**

Šiame dokumente apibrėžta bendroji metodika geležies ir cinko kiekiui trąšų ekstraktuose nustatyti atominės absorbcinės analizės metodu.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 10.1 ir 10.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti suminį ir (arba) vandenyje tirpios geležies arba cinko kiekį.

Šios metodikos pritaikymas įvairiems mikroelementams detaliai aprašytas specialiuose kiekvienam elementui skirtuose analizės metoduose.

pastaba:

Taikant atominės absorbcinės analizės metodą, nedideli organinių medžiagų kiekiai paprastai neturi įtakos.

▼B

3. **Metodo esmė**

Prireikus ekstraktas apdorojamas trukdančių cheminių medžiagų kiekiui sumažinti arba joms pašalinti, ir skiedžiamas tiek, kad jo koncentracija atitiktų optimalų spektrometro matavimo intervalą, esant nustatomą mikroelementą atitinkančiam bangos ilgiui.

4. **Reagentai**

4.1. *Praskiestas vandenilio chlorido rūgšties (HCl) tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Maišomas vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir vienas tūris vandens.

4.2. *Praskiestas vandenilio chlorido rūgšties (HCl) tirpalas, maždaug 0,5 mol/l*

Maišomas vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir 20 tūrių vandens.

4.3. *Lantano druskos tirpalai (10 g/l La)*

Šis reagentas naudojamas geležiai ir cinkui nustatyti. Jį galima ruošti:

a) tirpinant lantano oksidą vandenilio chlorido rūgštyje (4.1). Į vieno litro matavimo kolbą įpilama 150 ml vandens, įdedama 11,73 g lantano oksido (La_2O_3) ir įpilama 120 ml 6 mol/l vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Medžiagai ištirpus, skiedžiama vandeniu iki 1 litro ir gerai sumaišoma. Šis tirpalas yra maždaug 0,5 mol/l tirpalas vandenilio chlorido rūgštyje, arba

b) naudojant lantano chlorido, sulfato arba nitrato tirpalus. 26,7 g lantano chlorido heptahidrato ($LaCl_3 \times 7H_2O$), arba 31,2 g lantano nitrato heksahidrato ($La(NO_3)_3 \times 6H_2O$), arba 26,2 g lantano sulfato nonahidrato ($La_2(SO_4)_3 \times 9H_2O$) ištirpinama 150 ml vandens, įpilama 85 ml 6 mol/l vandenilio chlorido rūgšties (4.1). Paliekama ištirpti ir skiedžiama iki 1 litro. Gerai sumaišoma. Šis tirpalas yra maždaug 0,5 mol/l tirpalas vandenilio chlorido rūgštyje.

4.4. *Kalibravimo tirpalai*

Šių tirpalų ruošimas pateiktas kiekvieno mikroelemento atskiro analizės metodo aprašyme.

5. **Aparatūra**

Atominės absorbcijos spektrometras, turintis šaltinius, kurių spinduliavimo charakteristikos atitinka nustatomus mikroelementus.

Analitikas turi laikytis gamintojo instrukcijų ir gerai mokėti naudotis prietaisu. Prietaisu turi būti įmanoma daryti fono pataisą, kad juo būtų galima naudotis, kai tai yra būtina (pvz., Zn). Naudojamos dujos yra oras ir acetilenas.

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. *Ekstraktų tirpalų, turinčių nustatomus elementus, ruošimas*

Žr. 10.1 ir (arba) 10.2 metodą ir, jei tinka, 10.3 metodą.

6.2. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Alikvotinė 10.1, 10.2 arba 10.3 metodais gauto ekstrakto dalis skiedžiama vandeniu ir (arba) vandenilio chlorido rūgštimi (4.1) arba (4.2) tiek, kad galutiniame matavimui skirtame tirpale nustatomo elemento koncentracija atitiktų kalibravimo tirpalų koncentracijos verčių intervalą (7.2), o vandenilio chlorido rūgšties koncentracija būtų ne mažesnė kaip 0,5 mol/l, bet ne didesnė kaip 2,5 mol/l. Darant šį veiksmą, tirpalą gali tekti nuosekliai skiesti kelis kartus.

Galutinis tirpalas gaunamas praskiesto ekstrakto alikvotinę dalį įpilant į 100 ml matavimo kolbą. Tarkim, kad šios alikvotinės dalies tūris yra a ml. Įpilama 10 ml lantano druskos tirpalo (4.3). Skiedžiama 0,5 mol/l vandenilio chlorido rūgšties tirpalu (4.2) ir gerai sumaišoma. Tarkim, kad skiedimo faktorius yra D.

▼B

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tuščiojo bandymo tirpalo ruošimas*

Tuščiojo bandymo tirpalas ruošiamas kartojant visus veiksmus, pradedant ekstrahavimu, tačiau be trąšų ėminio.

7.2. *Kalibravimo tirpalų ruošimas*

Iš darbinio kalibravimo tirpalo, paruošto pagal kiekvienam mikroelementui nurodytą metodą, 100 ml matavimo kolbose paruošiama eilė ne mažiau kaip penkių didėjančios koncentracijos kalibravimo tirpalų, atitinkančių optimalų spektrometro matavimo intervalą. Prireikus vandenilio chlorido rūgšties koncentracija keičiama taip, kad ji kiek įmanoma labiau atitiktų atskiesto analizuojamo tirpalo koncentraciją (6.2). Nustatant geležies arba cinko kiekį, įpilama 10 ml to paties lantano druskos tirpalo (4.3), naudoto (6.2). Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) iki žymos ir gerai sumaišoma.

7.3. *Nustatymas*

Spektrometras (5) ruošiamas matavimui ir nustatomas bangos ilgis, nurodytas konkretaus mikroelemento analizės metode.

Tris kartus iš eilės įpurškiami kalibravimo tirpalai (7.2), bandomasis tirpalas (6.2) bei tuščiojo bandymo tirpalas (7.1), užrašant kiekvieno matavimo rezultatą ir tarp įpurškimų plaunant prietaisą distiliuotu vandeniu.

Gaunama kalibravimo kreivė, ordinatėje pažymint kiekvieno kalibravimo tirpalo (7.2) spektrometro rodmenų vidurkį, o abscisėje – atitinkamą elemento koncentraciją, išreikštą μg/ml.

Pagal šią kreivę nustatoma atitinkamo mikroelemento koncentracija bandomajame tirpale x_s (6.2) ir tuščiojo bandymo tirpale x_b (7.1), šias koncentracijas išreiškiant μg/ml.

8. **Rezultatų išraiška**

Mikroelemento kiekio procentinė dalis (E) trąšose apskaičiuojama:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jei taikomas 10.3 metodas:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

čia:

E - nustatytas mikroelemento kiekis, išreikštas trąšų procentine dalimi;

x_s - bandomojo tirpalo (6.2) koncentracija, μg/ml;

x_b - tuščiojo bandymo tirpalo (7.1) koncentracija, μg/ml;

V - 10.1 arba 10.2 metodu gauto ekstrakto tūris, ml;

D - skiedimo faktorius, atitinkantis pagal 6.2 darytą skiedimą;

M - ėminio, paimto pagal 10.1 arba 10.2 metodą, masė, g.

Skiedimo faktoriaus D apskaičiavimas:

Jei a_1, a_2, a_3, …, a_i ir a yra alikvotinės dalys, o jos skiedžiamos iki atitinkamo tūrio V_1, V_2, V_3, …, V_i ir 100 ml, skiedimo faktorius D apskaičiuojamas:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times .\times .\times .\times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

▼B

10.5 metodas

Boro nustatymas trąšų ekstraktuose acidimetriniu titravimu

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta boro kiekio trąšų ekstraktuose nustatymo metodika.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 10.1 ir 10.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti suminį ir (arba) vandenyje tirpaus boro kiekį.

3. **Metodo esmė**

Vykstant borato ir manitolio reakcijai susidaro kompleksas:

$$C_6H_8(OH)_6 + H_3BO_3C_6H_{15}O_8B + H_2O$$

Kompleksas titruojamas natrio hidroksido tirpalu iki pH 6,3.

4. **Reagentai**

4.1. *Metilraudonojo indikatoriaus tirpalas*

100 ml tūrio matavimo kolboje ištirpinama 0,1 g metilraudonojo ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) 50 ml etanolio (95 %). Vandeniu skiedžiama iki 100 ml žymos. Gerai sumaišoma.

4.2. *Praskiestas vandenilio chlorido rūgšties (HCl) tirpalas, maždaug 0,5 mol/l*

Maišomas vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir 20 tūrių vandens.

4.3. *Natrio hidroksido tirpalas, maždaug 0,5 mol/l*

Jame turi nebūti anglies dioksido. 1 litro matavimo kolboje, kurioje yra maždaug 800 ml virinto vandens, ištirpinama 20 g granulių pavidalo natrio hidroksido (NaOH). Tirpalui atvėsus, skiedžiama virintu vandeniu iki 1 000 ml ir gerai sumaišoma.

4.4. *Etaloninis natrio hidroksido tirpalas, maždaug 0,025 mol/l*

Jame turi nebūti anglies dioksido. 0,5 mol/l natrio hidroksido tirpalas (4.3) 20 kartų skiedžiamas virintu vandeniu ir gerai sumaišomas. Turi būti nustatyta tirpalo vertė, išreikšta kaip boro vertė (žr. 9 punktą).

4.5. *Boro kalibravimo tirpalas (100 μg/ml B)*

Naudojant vandenį 1 000 ml matavimo kolboje ištirpinama 0,5719 g boro rūgšties (H_3BO_3), pasvertos 0,1 mg tikslumu. Skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma. Supilama į butelį iš plastiko laikymui šaldytuve.

4.6. D-manitolio ($C_6H_{14}O_6$) milteliai.

4.7. Natrio chloridas (NaCl).

5. **Aparatūra**

5.1. pH-metras ir stiklinis elektrodas.

5.2. Magnetinė maišyklė.

5.3. 400 ml cheminė stiklinė ir tefloninė lazdelė.

6. **Analizuojamojo tirpalo ruošimas**

6.1. *Boro tirpalo ruošimas*

Žr. 10.1 ir 10.2 metodus ir, jei tinka, 10.3 metodą.

▼B

7. **Darbo eiga**

7.1. *Bandymas*

Į 400 ml talpos cheminę stiklinę (5.3) įpilama alikvotinė dalis a ekstrakto (6.1), kurioje būtų nuo 2 mg iki 4 mg B. Įpilama 150 ml vandens.

Įlašinami keli lašai metilraudonojo indikatoriaus tirpalo (4.1).

Jei ekstrahuojama 10.2 metodu, rūgštinama 0,5 mol/l vandenilio chlorido rūgštimi (4.2) iki indikatoriaus tirpalo spalvos pasikeitimo, tuomet įpilama dar 0,5 ml 0,5 mo/l vandenilio chlorido rūgšties (4.2).

Pridėjus 3 g natrio chlorido (4.7), tirpalas virinamas anglies dioksidui pašalinti. Paliekama atvėsti. Cheminė stiklinė statoma ant magnetinės maišyklės (5.2) ir įstatomi iš anksto kalibruoti elektrodai pH matuoti (5.1).

Tiksliai nustatoma pH vertė 6,3, iš pradžių 0,5 mol/l (4.3), vėliau 0,025 mol/l natrio hidroksido tirpalu (4.4).

Pridedama 20 g D-manitolio (4.6), ištirpinama ir gerai sumaišoma. Titruojama 0,025 mol/l natrio hidroksido tirpalu (4.4) iki pH 6,3 (nesikeičia bent vieną minutę). Tarkime, kad titruojant sunaudoto tirpalo tūris yra X_1.

8. **Tuščiojo bandymo tirpalas**

Tuščiojo bandymo tirpalas ruošiamas, kartojant visus veiksmus, pradedant ekstrahavimu, nepridedant trąšų. Tarkime, kad titruojant sunaudoto tirpalo tūris yra X_0.

9. **Natrio hidroksido tirpalo (4.4) boro (B) vertė**

Į 400 ml cheminę stiklinę pipete įlašinama 20 ml (2,0 mg B) kalibravimo tirpalo ir įlašinami keli lašai metilraudonojo indikatoriaus tirpalo (4.1). Įdedama 3 g natrio chlorido (4.7) ir lašinama vandenilio chlorido rūgšties tirpalo (4.2) iki indikatoriaus tirpalo spalvos pasikeitimo (4.1).

Skiedžiama iki maždaug 150 ml ir pamažu užvirinama anglies dioksidui pašalinti. Paliekama atvėsti. Cheminė stiklinė statoma ant magnetinės maišyklės (5.2) ir įstatomi iš anksto kalibruoti elektrodai pH matuoti (5.1). Tiksliai nustatoma pH vertė 6,3, iš pradžių 0,5 mol/l (4.3), vėliau 0,025 mol/l natrio hidroksido tirpalu (4.4).

Pridedama 20 g D-manitolio (4.6), ištirpinama ir gerai sumaišoma. Titruojama 0,025 mol/l natrio hidroksido tirpalu (4.4) iki pH 6,3 (nesikeičia bent 1 min). Tarkime, kad titravimui reikalingas tūris yra V_1.

Tuščiojo bandymo tirpalas ruošiamas tuo pačiu būdu, vietoj kalibravimo tirpalo įpilant 20 ml vandens. Tarkime, kad titravimui reikalingas tūris yra V_0.

Etaloninio NaOH tirpalo (4.4) boro vertė (F), išreikšta mg/ml, lygi:

$$F\ (\text{in mg/ml}) = 2/(V_1 - V_0)$$

Tiksliai 1 ml 0,025 mol/l natrio hidroksido tirpalo atitinka 0,27025 mg B.

10. **Rezultatų išraiška**

Boro kiekio trąšose procentinė dalis apskaičiuojama taip:

$$B\ (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

čia:

B (%) - boro kiekio trąšose procentinė dalis;

X_1 - 0,025 mol/l natrio hidroksido tirpalo (4.4) tūris, ml;

X_0 - 0,025 mol/l natrio hidroksido tirpalo (4.4) tūris, sunaudotas tuščiojo bandymo tirpalui, ml;

▼B

F – 0,025 mol/l natrio hidroksido tirpalo (4.4) boro (B) vertė, mg/ml;

V - ekstrakto, gauto 10.1 arba 10.2 metodu, tūris, ml;

a - alikvotinės dalies (7.1), paimtos iš ekstrakto tirpalo (6.1), tūris, ml;

M - ėminio, paimto pagal 10.1 arba 10.2 metodą, masė, g.

10.6 metodas

Kobalto nustatymas trąšose gravimetriniu metodu nusodinant 1-nitrozo-2-naftoliu

1. **Tikslas**

Šiame dokumente aprašyta kobalto kiekio nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 10.1 arba 10.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti kobalto kiekį.

3. **Metodo esmė**

Kobaltui (III) reaguojant su 1-nitrozo-2-naftoliu susidaro raudonos nuosėdos $Co(C_{10}H_6ONO)_3 \times 2H_2O$. Kai ekstrakte esantis kobaltas paverčiamas kobaltu (III), kobaltas nusodinamas acto rūgšties terpėje 1-nitrozo-2-naftolio tirpalu. Nufiltravus, nuosėdos plaunamos, džiovinamos iki pastoviosios masės ir sveriamos kaip $Co(C_{10}H_6ONO)_3 \times 2H_2O$.

4. **Reagentai**

4.1. Vandenilio peroksido tirpalas (H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml) 30 %.

4.2. *Natrio hidroksido tirpalas, maždaug 2 mol/l*

8 g natrio hidroksido granulių ištirpinama 100 ml vandens.

4.3. *Praskiestas vandenilio chlorido rūgšties (HCl) tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Maišomas vienas tūris vandenilio chlorido rūgšties (d_{20} = 1,18 g/ml) ir vienas tūris vandens.

4.4. Acto rūgštis (99,7 % CH_3CO_2H) (d_{20} = 1,05 g/ml).

4.5. *Acto rūgšties tirpalas (1:2), maždaug 6 mol/l*

Vienas tūris acto rūgšties (4.4) sumaišomas su 2 tūriais vandens.

4.6. 1-nitrozo-2-naftolio tirpalas 100 ml acto rūgšties (4.4). Įpilama 100 ml drungno vandens. Gerai sumaišoma. Tuojau pat filtruojama. Gautas tirpalas turi būti tuojau pat sunaudotas.

5. **Aparatūra**

5.1. Filtravimo tiglis P 16/ISO 4 793, akytumas 4, talpa 30 ml arba 50 ml.

5.2. 130 ± 2 °C temperatūros džiovinimo spinta.

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. *Kobalto tirpalo ruošimas*

Žr. 10.1 ir 10.2 metodus.

6.2. *Analizuojamo tirpalo ruošimas*

Į 400 ml cheminę stiklinę įpilama alikvotinė dalis ekstrakto, kuriame yra ne daugiau kaip 20 mg Co. Jei ekstraktas pagamintas taikant 10.2 metodą, jis parūgštinamas penkiais vandenilio chlorido rūgšties lašais (4.3). Įpilama maždaug 10 ml vandenilio peroksido tirpalo (4.1). Leidžiama oksiduoti šaltą tirpalą 15 min, tuomet skiedžiama vandeniu iki 100 ml. Cheminė stiklinė uždengiama laikrodiniu stiklu. Užvirinus tirpalą, virinama 10min. Atvėsinama. Šarminama natrio hidroksido

▼B

tirpalu (4.2), lašinant lašais tol, kol pradeda kristi juodos kobalto hidroksido nuosėdos.

7. **Darbo eiga**

Įpilama 10 ml acto rūgšties (4.4) ir skiedžiama vandeniu iki maždaug 200 ml. Kaitinama iki virimo. Naudojant biuretę, lašais įlašinama 20 ml 1-nitrozo-2-naftolio tirpalo (4.6), visą laiką maišant. Sulašinus tirpalą, nuosėdoms koaguliuoti stipriai maišoma.

Filtruojama per iš anksto pasvertą filtravimo tiglį (5.1) vengiant užkimšti tiglį. Tai žinant reikia žiūrėti, kad filtruojant virš nuosėdų visą laiką būtų skysčio.

Visoms nuosėdoms pašalinti cheminė stiklinė plaunama praskiesta acto rūgštimi (4.5) ir ta pačia rūgštimi (4.5) plaunamos ant filtro surinktos nuosėdos, vėliau jos tris kartus plaunamos karštu vandeniu.

Džiovinimo spintoje (5.2) džiovinama iki pastoviosios masės esant 130 ± 2 °C temperatūrai.

8. **Rezultatų išraiška**

1 mg $Co(C_{10}H_6ONO)_3 \times 2H_2O$ nuosėdų atitinka 0,096381 mg Co.

Kobalto (Co) kiekis trąšose procentais apskaičiuojamas taip:

$$Co\ (\%) = X \times 0,0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

čia:

X - nuosėdų masė, mg;

V - ekstrakto tirpalo, gauto 10.1 arba 10.2 metodu, tūris, ml;

a - paskutinio skiedimo alikvotinės dalies tūris, ml;

D - šios alikvotinės ėminio dalies skiedimo faktorius;

M - ėminio masė, g.

10.7 metodas

Vario nustatymas trąšų ekstraktuose titrimetriniu būdu

1. **Tikslas**

Šiame dokumente apibūdinama vario kiekio nustatymo trąšų ekstraktuose procedūra.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 10.1 arba 10.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti vario kiekį.

3. **Metodo esmė**

Vario jonai rūgštinėje terpėje redukuojami kalio jodidu:

$$2Cu^{++} + 4I^- \rightarrow 2CuI + I_2$$

Taip susidaręs jodas titruojamas etaloniniu natrio tiosulfato tirpalu esant krakmolo indikatoriui, pagal lygtį:

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

4. **Reagentai**

4.1. Azoto rūgštis (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml).

4.2. Karbamidas [$(NH_2)_2C = 0$].

▼B

4.3. *Amonio hidrofluorido (NH_4HF_2) tirpalas 10 % m/V*

Tirpalas laikomas plastikiniame inde.

4.4 *Amoniako tirpalas (1 + 1)*

1 tūris amoniako (NH_3, d_{20} = 0,9 g/ml) sumaišomas su 1 tūriu vandens.

4.5. *Natrio tiosulfato etaloninis tirpalas*

1 litro matavimo kolboje naudojant vandenį ištirpinama 7,812 g natrio tiosulfato pentahidrato ($Na_2S_2O_3 \times 5H_2O$). Šis tirpalas turi būti paruoštas taip, kad 1 ml atitiktų 2 mg Cu. Stabilizavimui įlašinami keli lašai chloroformo. Tirpalas turi būti laikomas stikliniame inde ir saugomas nuo tiesioginės šviesos.

4.6. Kalio jodidas (KI).

4.7. *Kalio tiocianato (KSCN) tirpalas (25 % m/V)*

Šis tirpalas laikomas kolboje iš plastiko.

4.8. *Krakmolo tirpalas (maždaug 0,5 %)*

2,5 g krakmolo įdedama į 600 ml cheminę stiklinę. Įpilama maždaug 500 ml vandens. Virinama maišant. Atvėsinama iki kambario temperatūros. Tirpalas tinkamas naudoti tik trumpą laiką. Laikymo trukmę galima padidinti, 10 mg gyvsidabrio jodido.

5. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

Vario tirpalo ruošimas

Žr. 10.1 ir 10.2 metodus.

6. **Darbo eiga**

6.1. *Titruojamo tirpalo ruošimas*

Tirpalo, turinčio ne mažiau kaip 20–40 mg Cu, alikvotinė dalis įpilama į 500 ml kūginę kolbą.

Tirpalas trumpai virinamas deguonies pertekliui pašalinti. Skiedžiama iki 100 ml vandeniu. Pridedama 5 ml azoto rūgšties (4.1), užvirinama ir virinama apie pusę minutės.

Kūginė kolba nukeliama nuo kaitinimo priemonės, įdedama maždaug 3 g karbamido (4.2) ir dar virinama apie pusę minutės.

Kolba nukeliama nuo kaitinimo priemonės ir įpilama 200 ml šalto vandens. Jei reikia, kūginės kolbos turinys atvėsinamas iki kambario temperatūros.

Amoniako tirpalas (4.4) pamažu pilamas tol, kol atsiranda mėlyna spalva, ir dar įpilamas 1 ml perteklius.

Įpilama 50 ml amonio hidrofluorido tirpalo (4.3) ir sumaišoma.

Įdedama ir ištirpinama 10 g kalio jodido (4.6).

6.2. *Tirpalo titravimas*

Kūginė kolba statoma ant magnetinės maišyklės. Į kūginę kolbą įdedamas maišymo strypelis ir nustatomas norimas maišyklės greitis.

Iš biuretės pilamas etaloninis natrio tiosulfato tirpalas (4.5) tol, kol pašviesėja jodu nudažyto tirpalo spalva.

Įpilama 10 ml krakmolo tirpalo (4.8).

Titravimas natrio tiosulfato tirpalu (4.5) tęsiamas tol, kol beveik išnyksta violetinė spalva.

Įpylus 20 ml kalio tiocianato tirpalo (4.7), titravimas tęsiamas tol, kol visiškai išnyksta melsvai violetinė spalva.

Užrašomas filtravimui sunaudoto tiosulfato tirpalo tūris.

▼B

7. **Rezultatų išraiška**

1 ml etaloninio natrio tiosulfato tirpalo (4.5) atitinka 2 mg Cu.

Vario kiekio trąšose procentinė dalis apskaičiuojama taip:

$$\text{Cu (\%)} = X\frac{V}{a \times M \times 5}$$

čia:

X - sunaudoto natrio tiosulfato tūris, ml;

V - ekstrakto tirpalo, gauto 10.1 ir 10.2 metodais, tūris, ml;

a - alikvotinės dalies tūris, ml;

M - ėminio, apdoroto pagal 10.1 arba 10.2 metodus, masė, g.

10.8 metodas

Geležies nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta geležies nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 10.1 ir 10.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti suminį ir (arba) vandenyje tirpios geležies kiekį.

3. **Metodo esmė**

Tinkamai apdorojus ir atskiedus ekstraktą geležies kiekis nustatomas atominės absorbcinės analizės metodu.

4. **Reagentai**

4.1. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Žr. 10.4 metodą (4.1).

4.2. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 0,5 mol/l*

Žr. 10.4 metodą (4.2).

4.3. Vandenilio peroksido tirpalas (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), be mikroelementų.

4.4. *Lantano druskos tirpalai (10 g/l La)*

Žr. 10.4 metodą (4.3).

4.5. *Geležies kalibravimo tirpalas*

4.5.1. Geležies pradinis tirpalas (1 000 μg/ml).

Į 500 ml cheminę stiklinę 0,1 mg tikslumu sveriama 1 g grynos geležies vielos, įpilama 200 ml vandenilio chlorido rūgšties 6 mol/l tirpalo (4.1) ir 15 ml vandenilio peroksido tirpalo (4.3). Kaitinama ant elektrinės viryklės tol, kol geležis visiškai ištirps. Tirpalui atvėsus, jis kiekybiškai supilamas į 1 000 ml matavimo kolbą. Skiedžiama vandeniu iki žymos ir gerai sumaišoma.

4.5.2 Geležies darbinis tirpalas (100 μg/ml)

20 ml pradinio tirpalo (4.5.1) įpilama į 200 ml matavimo kolbą. Skiedžiama iki žymos 0,5 mol/l vandenilio chlorido rūgšties tirpalu (4.2) ir gerai sumaišoma.

5. **Aparatūra**

Atominės absorbcijos spektrometras: žr. 10.4 metodo 5 punktą. Prietaise turi būti geležiai būdingos spinduliuotės šaltinis (248,3 nm).

▼B

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. *Geležies ekstrakto tirpalas*

Žr. 10.1 ir (arba) 10.2 metodus, ir, jei tinka, 10.3 metodą.

6.2. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Žr. 10.4 metodą (6.2). Bandomajame tirpale turi būti 10 % (V/V) lantano druskos tirpalo.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tuščiojo bandymo tirpalo ruošimas*

Žr. 10.4 metodą (7.1). Tuščiojo bandymo tirpale turi būti 10 % (V/V) lantano druskos tirpalo, naudojamo 6.2.

7.2. *Kalibravimo tirpalų ruošimas*

Žr. 10.4 metodą (7.2).

Norint gauti optimalų nustatymo intervalą 0–10 μg/ml geležies, į 100 ml matavimo kolbas įpilama 0, 2, 4, 6, 8, ir 10 ml darbinio tirpalo (4.5.2). Prireikus vandenilio chlorido rūgšties koncentracija nustatoma taip, kad ji kiek įmanoma labiau atitiktų koncentraciją bandomajame tirpale (6.2). Įpilama 10 ml lantano druskos tirpalo, naudojamo 6.2. Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) iki žymos ir gerai sumaišoma. Šiuose tirpaluose yra 0, 2, 4, 6, 8 ir 10 μg/ml geležies.

7.3. *Nustatymas*

Žr. 10.4 metodą (7.3). Spektrometras (5) ruošiamas matavimui bangos ilgiui esant 248,3 nm.

8. **Rezultatų išraiška**

Žr. 10.4 metodą (8).

Geležies kiekio trąšose procentinė dalis apskaičiuojama taip:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jei taikomas 10.3 metodas:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

čia:

Fe - geležies kiekis trąšose, procentais;

x_s - bandomojo tirpalo (6.2) koncentracija, μg/ml;

x_b - tuščiojo bandymo tirpalo (7.1) koncentracija, μg/ml;

V - ekstrakto, gauto 10.1 arba 10.2 metodu, tūris, ml;

D - skiedimo, daryto pagal 6.2, faktorius;

M - bandomojo ėminio, paimto 10.1 arba 10.2 metodu, masė, g.

Jei a_1, a_2, a_3, …, a_i ir a yra alikvotinės dalys, o jos skiedžiamos iki atitinkamo tūrio V_1, V_2, V_3, …, V_i ir 100ml, skiedimo faktorius D apskaičiuojamas:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times . \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

10.9 metodas

Titrimetrinis mangano nustatymas trąšų ekstraktuose

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta mangano nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

▼B

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 10.1 ir 10.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti mangano kiekį.

3. **Metodo esmė**

Jei ekstrakte yra chlorido jonų, jie šalinami virinant ekstraktą su sieros rūgštimi. Manganas oksiduojamas azoto rūgšties terpėje natrio bismutatu. Susidaręs permanganatas redukuojamas geležies (II) sulfato pertekliumi. Šis perteklius titruojamas kalio permanganato tirpalu.

4. **Reagentai**

4.1. Koncentruota sieros rūgštis (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml).

4.2. *Sieros rūgštis, maždaug 9 mol/l*

Vienas tūris koncentruotos sieros rūgšties (4.1) atsargiai sumaišomas su 1 tūriu vandens.

4.3. *Azoto rūgštis, 6 mol/l*

3 tūriai azoto rūgšties (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml) sumaišomi su 4 tūriais vandens.

4.4. *Azoto rūgštis, 0,3 mol/l*

Vienas tūris 6 mol/l azoto rūgšties sumaišomas su 19 tūrių vandens.

4.5. Natrio bismutatas ($NaBiO_3$) (85 %).

4.6. Diatomitas.

4.7. Fosforo rūgštis, 15 mol/l (H_3PO_4, d_{20} = 1,71 g/ml).

4.8. *Geležies (II) sulfato tirpalas, 0,15 mol/l*

41,6 g geležies (II) sulfato heptahidrato ($FeSO_4 \times 7H_2O$) ištirpinama vieno litro matavimo kolboje.

Įpilama 25 ml koncentruotos sieros rūgšties (4.1) ir 25 ml fosforo rūgšties (4.7). Skiedžiama iki 1 000 ml ir sumaišoma.

4.9. *Kalio permanganato tirpalas, 0,020 mol/l*

3,160 g kalio permanganato ($KMnO_4$) sveriama 0,1 mg tikslumu. Ištirpinama ir skiedžiama vandeniu iki 1 000 ml.

4.10. *Sidabro nitrato tirpalas, 0,1 mol/l*

1,7 g sidabro nitrato ($AgNO_3$) ištirpinama vandenyje ir skiedžiama iki 100 ml.

5. **Aparatūra**

5.1. Filtravimo tiglis P16/ISO 4 793, akytumas 4, talpa 50 ml, įstatytas į 500 ml filtravimo kolbą.

5.2. Magnetinė maišyklė.

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. *Mangano ekstrakto tirpalas*

Žr. 10.1 ir 10.2 metodus. Jei nežinoma, ar yra chlorido jonų, tikrinama vienu sidabro nitrato tirpalo (4.10) lašu.

6.2. Jei chlorido jonų nėra, ekstrakto alikvotinė dalis, kurioje būtų 10–20 mg mangano, įpilama į aukštą 400 ml cheminę stiklinę. Gaunamas maždaug 25 ml tūris skiedžiant vandeniu arba garinant. Įpilami 2 ml koncentruotos sieros rūgšties (4.1).

6.3. *Jei chlorido jonų yra, būtina juos šalinti taip:*

Ekstrakto ėminio alikvotinė dalis, kurioje būtų 10–20 mg mangano, įpilama į aukštą 400 ml tūrio cheminę stiklinę. Įpilama 5 ml 9 mol/l sieros rūgšties (4.2). Užvirinama traukos spintoje ant elektrinės

▼B

viryklės ir leidžiama virti tol, kol pradeda gausiai susidaryti balti dūmai. Virinama tol, kol tūris sumažėja iki 2 ml (ant stiklinės dugno susidaro plona lipnaus skysčio plėvelė). Leidžiama atvėsti iki kambario temperatūros.

Atsargiai įpilama 25 ml vandens ir dar kartą tikrinama vienu sidabro nitrato tirpalo lašu (4.10), ar nėra chloridų. Jei chloridų vis dar lieka, veiksmai kartojami, įpylus 5 ml 9 mol/l sieros rūgšties (4.2).

7. **Darbo eiga**

Į 400 ml tūrio cheminę stiklinę, kurioje yra bandomasis tirpalas, įpilama 25 ml 6 mol/l azoto rūgšties (4.3) ir 2,5 g natrio bismutato (4.5). Stipriai maišoma 3 min magnetine maišykle (5.2).

Įpilama 50 ml 0,3 mol/l azoto rūgšties (4.4) ir vėl maišoma. Filtruojama vakuumu per filtravimo tiglį (5.1), kurio dugnas padengtas diatomitu (4.6). Tiglis keletą kartų plaunamas 0,3 mol/l azoto rūgštimi (4.4) tol, kol gaunamas bespalvis filtratas.

Filtratas ir plovimo tirpalas supilami į 500 ml tūrio cheminę stiklinę. Sumaišoma ir įpilama 25 ml 0,15 mol/l geležies (II) sulfato tirpalo (4.8). Jei pridėjus geležies (II) sulfato, filtratas geltonuoja, įpilkite 3 ml 15 mol/l fosforo rūgšties (4.7).

Geležies (II) sulfato perteklius titruojamas iš biuretės lašinamu kalio permanganato 0,02 mol/l tirpalu (4.9) tol, kol mišinio spalva tampa rožine ir nesikeičia vieną minutę. Tuščiasis bandymas daromas tomis pačiomis sąlygomis tik be bandomojo ėminio.

pastaba:

Oksiduotas tirpalas neturi liestis su guma.

8. **Rezultatų išraiška**

1 ml 0,02 kalio permanganato tirpalo atitinka 1,099 mg mangano (Mn). Mangano kiekio trąšose procentinė dalis apskaičiuojama taip:

$$\text{Mn (\%) where} = (x_b - x_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

čia:

x_b – tuščiojo bandymo tirpalo titravimui sunaudoto permanganato tūris, ml;

x_s – bandomojo ėminio titravimui sunaudoto permanganato tūris, ml;

V – ekstrakto tirpalo, gauto 10.1 arba 10.2 metodu, tūris, ml;

a – ekstrakto alikvotinės dalies tūris, ml;

M – ėminio masė, g.

10.10 metodas

Molibdeno nustatymas trąšų ekstraktuose gravimetriniu metodu naudojant 8-hidroksichinoliną

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta molibdeno nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 10.1 ir 10.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti molibdeno kiekį.

3. **Metodo esmė**

Molibdeno kiekis nustatomas, tam tikromis sąlygomis nusodinus molibdeniloksinatą.

▼B

4. **Reagentai**

4.1. *Sieros rūgšties tirpalas, maždaug 1 mol/l*

55 ml sieros rūgšties (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml) atsargiai supilama į vieno litro talpos matavimo kolbą, kurioje yra 800 ml vandens. Sumaišoma. Atvėsinus skiedžiama iki vieno litro. Sumaišoma.

4.2. *Praskiestas amoniako tirpalas (1:3)*

1 tūris koncentruoto amoniako tirpalo (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) maišomas su 3 tūriais vandens.

4.3. *Acto rūgšties tirpalas (1:3)*

1 tūris koncentruotos acto rūgšties (99,7 % CH_3COOH, d_{20} = 1,049 g/ml) maišomas su 3 tūriais vandens.

4.4. *Etilendiamintetraacto rūgšties (EDTA) natrio druskos tirpalas*

Naudojant vandenį 100 ml matavimo kolboje ištirpinama 5 g Na_2EDTA. Skiedžiama iki žymos ir sumaišoma.

4.5. *Buferinis tirpalas*

Naudojant vandenį 100 ml matavimo kolboje ištirpinama 15 ml koncentruotos acto rūgšties ir 30 g amonio acetato. Skiedžiama iki 100 ml.

4.6. *8-hidroksichinolino (oksino) tirpalas*

100 ml matavimo kolboje ištirpinama 3 g 8-hidroksichinolino, naudojant 5 ml koncentruotos acto rūgšties. Įpilama 80 ml vandens. Lašinamas amoniako tirpalas (4.2) tol, kol tirpalas susidrumsčia, tuomet įpilama tiek acto rūgšties (4.3), kad tirpalas vėl pasidaro skaidrus.

Skiedžiama iki 100 ml vandeniu.

5. **Aparatūra**

5.1. Filtravimo tiglis P16/ISO 4 793, akytumas 4, talpa 30 ml.

5.2. pH-metras ir stiklinis elektrodas.

5.3. Džiovinimo spinta, kurioje nustatoma 130–135 °C temperatūra.

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. Molibdeno tirpalo ruošimas. Žr. 10.1 ir 10.2 metodą.

7. **Darbo eiga**

7.1. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Alikvotinė tirpalo dalis, kurioje būtų 25–100 mg Mo, įpilama į 250 ml cheminę stiklinę. Skiedžiama vandeniu iki 50 ml.

Tirpalas rūgštinamas iki pH 5, lašinant sieros rūgšties tirpalą (4.1). Įpilama 15 ml EDTA tirpalo (4.4) ir 5 ml buferinio tirpalo (4.5). Skiedžiama vandeniu iki 80 ml.

7.2. *Nusodinimas ir nuosėdų plovimas*

Nuosėdų gavimas

Tirpalas truputį pakaitinamas. Visą laiką maišant įpilama oksino tirpalo (4.6). Nusodinimas tęsiamas tol, kol nustoja susidaryti nuosėdos. Papildomai įpilama tiek reagento, kad tirpalas virš nuosėdų pasidaro vos geltonas. Paprastai turėtų pakakti 20 ml. Toliau nestipriai kaitinama dar dvi arba tris minutes.

Filtravimas ir plovimas

Filtruojama per tiglį (5.1). Keletą kartų plaunama 20 ml karšto vandens. Plovimo vanduo palaipsniui darosi bespalvis, ir tai rodo, kad oksino jau nėra.

7.3. *Nuosėdų svėrimas*

Nuosėdos džiovinamos iki pastoviosios masės (bent vieną valandą) esant 130–135 °C temperatūrai.

▼B

Nuosėdos paliekamos atvėsti džiovinimo spintoje ir sveriamos.

8. **Rezultatų išraiška**

1 mg molibdeniloksinato, MoO_2 $(C_9H_6ON)_2$, atitinka 0,2305 mg Mo.

Molibdeno kiekio trąšose procentinė dalis apskaičiuojama taip:

$$Mo\ (\%) = X \times 0,02305 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

čia:

X - molibdeniloksinato nuosėdų masė, mg;

V - ekstrakto tirpalo, gauto 10.1 ir 10.2 metodais, tūris, ml;

a - po paskutinio skiedimo paimtos alikvotinės dalies tūris, ml;

D - alikvotinės dalies skiedimo faktorius;

M - ėminio masė, g.

10.11 metodas

Cinko nustatymas trąšų ekstraktuose atominės absorbcinės analizės metodu

1. **Tikslas**

Šiame metode aprašyta cinko nustatymo trąšų ekstraktuose metodika.

2. **Taikymo sritis**

Ši metodika tinka analizuoti trąšoms, kurių ėminiai ekstrahuojami taikant 10.1 ir 10.2 metodus ir kurioms pagal šio reglamento I priedo E skyrių reikalaujama deklaruoti cinko kiekį.

3. **Metodo esmė**

Tinkamai apdorojus ir atskiedus ekstraktus, cinko kiekis nustatomas atominės absorbcinės analizės metodu.

4. **Reagentai**

4.1. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 6 mol/l*

Žr. 10.4 metodą (4.1).

4.2. *Vandenilio chlorido rūgšties tirpalas, maždaug 0,5 mol/l*

Žr. 10.4 metodą (4.2).

4.3. *Lantano druskos tirpalai (10 g/l La)*

Žr. 10.4 metodą (4.3).

4.4. *Cinko kalibravimo tirpalai*

4.4.1. Cinko pradinis tirpalas (1 000 μg/ml).

1 000 ml talpos matavimo kolboje, į kurią įpilta 25 ml 6 mol/l vandenilio chlorido rūgšties (4.1), ištirpinama 1 g cinko miltelių arba granulių, pasvertų 0,1 mg tikslumu. Cinkui ištirpus, tirpalas skiedžiamas vandeniu iki žymos ir gerai sumaišomas.

4.4.2. Cinko darbinis tirpalas (100 μg/ml)

200 ml matavimo kolboje skiedžiama 20 ml pradinio tirpalo (4.4.1) 0,5 mol/l vandenilio chlorido rūgšties tirpalu (4.2) ir gerai sumaišoma.

5. **Aparatūra**

Atominės absorbcijos spektrometras.

Žr. 10.4 metodą (5). Prietaise turi būti cinkui būdingos spinduliuotės šaltinis (213,8 nm). Spektrometru turi būti įmanoma daryti fono pataisą.

▼B

6. **Analizuojamo tirpalo ruošimas**

6.1. *Cinko ekstrakto tirpalas*

Žr. 10.1 ir (arba) 10.2 metodą.

6.2. *Bandomojo tirpalo ruošimas*

Žr. 10.4 metodą (6.2). Bandomajame tirpale turi būti 10 % V/V lantano druskos tirpalo (4.3).

7. **Darbo eiga**

7.1. *Tuščiojo bandymo tirpalo ruošimas*

Žr. 10.4 metodą (7.1). Tuščiojo bandymo tirpale turi būti 10 % V/V lantano druskos tirpalo (6.2).

7.2. *Kalibravimo tirpalo ruošimas*

Žr. 10.4 metodą (7.2). Norint gauti optimalų nustatymo intervalą 0–5 μg/ml cinko, į 100 ml matavimo kolbas įpilama 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ir 5 ml darbinio tirpalo (4.4.2). Prireikus, vandenilio chlorido rūgšties koncentracija nustatoma taip, kad ji kiek įmanoma labiau atitiktų koncentraciją bandomajame tirpale (6.2). Į kiekvieną kolbą įpilama 10 ml lantano druskos tirpalo, naudojamo (6.2). Skiedžiama vandenilio chlorido rūgšties 0,5 mol/l tirpalu (4.2) iki 100 ml ir gerai sumaišoma.

Šiuose tirpaluose yra 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ir 5 μg/ml cinko.

7.3. *Nustatymo metodika*

Žr. 10.4 metodą (7.3). Spektrometras (5) ruošiamas matuoti, bangos ilgiui esant 213,8 nm.

8. **Rezultatų išraiška**

Žr. 10.4 metodą (8).

Cinko kiekio trąšose procentinė dalis apskaičiuojama:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jei taikomas 10.3 metodas:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

čia:

Zn - cinko kiekio trąšose procentinė dalis;

X_s - bandomojo tirpalo koncentracija, μg/ml;

X_b - tuščiojo bandymo tirpalo koncentracija, μg/ml;

V - ekstrakto tirpalo, gauto 10.1 arba 10.2 metodu, tūris, ml;

D - skiedimo, daryto pagal (6.2), faktorius;

M - ėminio, paimto 10.1 arba 10.2 metodu, masė, g.

Skiedimo faktoriaus D apskaičiavimas:

jei a_1, a_2, a_3, …, a_i ir a yra alikvotinės dalys, o jos skiedžiamos iki atitinkamo tūrio V_1, V_2, V_3, …, V_i ir 100 ml, skiedimo faktorius D apskaičiuojamas:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \ldots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

▼B

V PRIEDAS

A. **DOKUMENTŲ, Į KURIUOS TURI ATSIŽVELGTI GAMINTOJAI ARBA JŲ ATSTOVAI, NORĖDAMI PARENGTI Į ŠIO REGLAMENTO I PRIEDĄ ĮTRAUKIAMŲ NAUJO TIPO TRĄŠŲ TECHNINĘ BYLĄ, SĄRAŠAS**

1. Vadovas techninei bylai prie paraiškos dėl „EB trąšos“ pavadinimo suteikimo parengti.

   Europos Bendrijų oficialusis leidinys, C 138, 1994 5 20, p. 4.

2. 1991 m. kovo 5 d. Komisijos direktyva 91/155/EEB, apibrėžianti ir nustatanti išsamias priemones dėl specifinės informacijos, susijusios su pavojingais preparatais, sistemos įgyvendinant Direktyvos 88/379/EEB 10 straipsnį.

   Europos Bendrijų oficialusis leidinys, L 76/35, 1991 3 22, p. 35.

3. 1993 m. gruodžio 10 d. Komisijos direktyva 93/112/EB, iš dalies keičianti Komisijos direktyvą 91/155/EEB, kurioje apibrėžiamos ir nustatomos išsamios priemonės dėl specifinės informacijos, susijusios su pavojingais preparatais, sistemos įgyvendinant Direktyvos 88/379/EEB 10 straipsnį.

   Europos Bendrijų oficialusis leidinys, L 314, 1993 12 16, p. 38.

B. **LABORATORIJŲ, GALINČIŲ TEIKTI BŪTINAS PASLAUGAS NUSTATANT EB TRĄŠŲ ATITIKTĮ ŠIAM REGLAMENTUI IR JO PRIEDAMS, AKREDITAVIMO STANDARTAI**

1. Standartas, taikytinas laboratorijų lygiu:

   EN ISO/IEB 17025, Bendrieji reikalavimai tyrimo ir kalibravimo laboratorijoms.

2. Standartas, taikytinas akreditavimo institucijų lygiu:

   EN 45003, K

   alibravimo ir tyrimo laboratorijų akreditavimo sistema, bendrieji darbo ir pripažinimo reikalavimai.