Šis dokuments ir izveidots vienīgi dokumentācijas nolūkos, un iestādes neuzņemas nekādu atbildību par tā saturu

►**B**

EIROPAS PARLAMENTA UN PADOMES REGULA (EK) Nr. 2003/2003

(2003. gada 13. oktobris)

par mēslošanas līdzekļiem

(Dokuments attiecas uz EEZ)

(OV L 304, 21.11.2003., 1. lpp.)

Grozīta ar:

		Oficiālais Vēstnesis		
		Nr.	Lappuse	Datums
►**M1**	Padomes Regula (EK) Nr. 885/2004 (2004. gada 26. aprīlis)	L 168	1	1.5.2004.
►**M2**	Komisijas Regula (EK) Nr. 2076/2004 (2004. gada 3. decembris)	L 359	25	4.12.2004.
►**M3**	Padomes Regula (EK) Nr. 1791/2006 (2006. gada 20. novembrī)	L 363	1	20.12.2006.
►**M4**	Komisijas Regula (EK) Nr. 162/2007 (2007. gada 19. februāris)	L 51	7	20.2.2007.
►**M5**	Komisijas Regula (EK) Nr. 1107/2008 (2008. gada 7. novembris)	L 299	13	8.11.2008.

▼B

EIROPAS PARLAMENTA UN PADOMES REGULA (EK) Nr. 2003/2003

(2003. gada 13. oktobris)

par mēslošanas līdzekļiem

(Dokuments attiecas uz EEZ)

EIROPAS PARLAMENTS UN EIROPAS SAVIENĪBAS PADOME,

ņemot vērā Eiropas Kopienas dibināšanas līgumu, jo īpaši tā 95. pantu,

ņemot vērā Komisijas priekšlikumu ([1]),

ņemot vērā Eiropas Ekonomikas un sociālo lietu komitejas atzinumu ([2]),

rīkojoties saskaņā ar Līguma 251. pantā noteikto procedūru ([3]),

tā kā:

(1) Padomes Direktīva 76/116/EEK (1975. gada 18. decembris) par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz mēslojumiem ([4]), Padomes Direktīva 80/876/EEK (1980. gada 15. jūlijs) par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz vienkāršiem amonija nitrāta mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu ([5]), Komisijas Direktīva 87/94/EEK (1986. gada 8. decembris) par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu saistībā ar vienkāršo amonija nitrāta minerālmēslu ar augstu slāpekļa saturu detonācijas raksturlielumu, robežu un detonētspējas kontroles kārtību ([6]), Komisijas Direktīva 77/535/EEK (1977. gada 22. jūnijs) par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz mēslošanas līdzekļu paraugu ņemšanu un analīzi ([7]) ir vairākkārt būtiski grozītas. Saskaņā ar Komisijas paziņojumu Eiropas Parlamentam un Padomei "Iekšējā tirgus noteikumu vienkāršošana" un Rīcības plānu vienotajam tirgum minētās direktīvas jāatceļ un skaidrības labad jāaizstāj ar vienotu tiesību aktu.

(2) Kopienas tiesību akti par mēslošanas līdzekļiem satura ziņā ir ļoti tehniski. Regula tādēļ ir atbilstošākais juridiskais akts, jo tā tieši ražotājiem nosaka konkrētas prasības, kas vienlaikus un vienā un tajā pašā veidā jāizpilda visā Kopienā.

(3) Katrā dalībvalstī uz mēslošanas līdzekļiem jānorāda obligātajos noteikumos noteiktie tehniskie parametri. Šie noteikumi, kas vairāk attiecas uz mēslošanas līdzekļu sastāvu un tipu definīcijām, šo tipu apzīmējumiem, identifikāciju un iepakojumu, dažādās dalībvalstīs atšķiras. Šo atšķirību dēļ tiek traucēta tirdzniecība Kopienā, un šie noteikumi tādēļ jāsaskaņo.

(4) Piedāvātās rīcības mērķus, jo īpaši iekšējā tirgus nodrošināšanu ar mēslošanas līdzekļiem, dalībvalstis nevar pietiekami labi sasniegt, ja nav vienotu tehnisko kritēriju, tādēļ veicamo pasākumu mēroga ziņā tos var labāk sasniegt Kopienas līmenī un Kopiena var veikt pasākumus saskaņā ar Līguma 5. pantā noteikto subsidiaritātes principu. Saskaņā ar minētajā pantā noteikto proporcionalitātes principu šī regula neparedz neko, kas nav vajadzīgs šā mērķa sasniegšanai.

([1]) OV C 51 E, 26.2.2002., 1. lpp. un OV C 227 E, 24.9.2002., 503. lpp.

([2]) OV C 80, 3.4.2002., 6. lpp.

([3]) Eiropas Parlamenta 2002. gada 10. aprīļa atzinums (OV C 127 E, 29.5.2002., 160. lpp.), Padomes 2003. gada 14. aprīļa kopējā nostāja (OV C 153 E, 1.7.2003., 56. lpp.) un Eiropas Parlamenta 2003. gada 2. septembra lēmums (Oficiālajā Vēstnesī vēl nav publicēts).

([4]) OV L 24, 30.1.1976., 21. lpp. Direktīvā jaunākie grozījumi izdarīti ar Eiropas Parlamenta un Padomes Direktīvu 98/97/EK (OV L 18, 23.1.1999., 60. lpp.).

([5]) OV L 250, 23.9.1980., 7. lpp. Direktīva grozīta ar Eiropas Parlamenta un Padomes Direktīvu 97/63/EK (OV L 335, 6.12.1997., 15. lpp.).

([6]) OV L 38, 7.2.1987., 1. lpp. Direktīva grozīta ar Direktīvu 88/126/EEK (OV L 63, 9.3.1988., 12. lpp.).

([7]) OV L 213, 22.8.1977., 1. lpp. Direktīvā jaunākie grozījumi izdarīti ar Direktīvu 95/8/EK (OV L 86, 20.4.1995., 41. lpp.).

▼B

(5) Kopienas līmenī jānosaka zināmu mēslošanas līdzekļu (EK mēslošanas līdzekļi) nosaukums, definīcija un sastāvs.

(6) Jānosaka arī Kopienas noteikumi par EK mēslošanas līdzekļu identifikāciju, izsekojamību, marķēšanu un iepakojumu noslēgšanu.

(7) Kopienas līmenī jānosaka procedūra, saskaņā ar kuru jārīkojas gadījumos, kad dalībvalsts uzskata par vajadzīgu ierobežot EK mēslošanas līdzekļu laišanu tirgū.

(8) Mēslošanas līdzekļu ražošana var dažādi svārstīties atkarībā no ražošanas paņēmieniem un pamatmateriāliem. Svārstību pamatā var būt arī paraugu ņemšanas un analītiskās procedūras. Tādēļ jāatļauj pielaides attiecībā uz deklarējamo barības vielu saturu. Lauksaimnieciskā lietotāja interesēs ir ieteicams ļoti ierobežot šo pielaižu robežas.

(9) Oficiālo kontroli par EK mēslošanas līdzekļu atbilstību šīs regulas prasībām attiecībā uz kvalitāti un sastāvu veic laboratorijas, ko atzinušas dalībvalstis un par ko paziņots Komisijai.

(10) Amonija nitrāts ir galvenā sastāvdaļa dažādos produktos, kas var būt gan mēslošanas līdzekļi, gan sprāgstvielas. Ņemot vērā raksturīgās īpašības, kādas piemīt amonija nitrāta mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu, un attiecīgās prasības par sabiedrības drošību, darba ņēmēju veselību un aizsardzību, ir jānosaka Kopienas papildu noteikumi par šā tipa EK mēslošanas līdzekļiem.

(11) Daži no šiem līdzekļiem var būt bīstami, un dažos gadījumos tos var izmantot citiem mērķiem — ne tiem, kam tie domāti. Tas varētu apdraudēt personu un īpašuma drošību. Ražotājiem tādēļ attiecīgi jārīkojas, lai nepieļautu šādu izmantošanu un nodrošinātu šādu mēslošanas līdzekļu izsekojamību.

(12) Sabiedrības drošības interesēs ir īpaši svarīgi noteikt Kopienas līmenī pazīmes un īpašības, kas atšķir amonija nitrāta EK mēslošanas līdzekļus ar augstu slāpekļa saturu no cita amonija nitrāta pielietojuma — sprāgstvielu ražošanas.

(13) Amonija nitrāta EK mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu jāatbilst zināmām pazīmēm, lai nodrošinātu to nekaitīgumu. Ražotājiem jānodrošina, lai amonija nitrāta mēslošanas līdzekļus ar augstu slāpekļa saturu pirms laišanas tirgū pārbaudītu ar detonācijas testu.

(14) Jāizstrādā noteikumi par noslēgta siltuma cikla metodēm, pat ja šīs metodes nevar attiecīgi imitēt visus transportēšanas un uzglabāšanas apstākļus.

(15) Mēslošanas līdzekļiem var būt piemaisījumi, kas var potenciāli apdraudēt cilvēku un dzīvnieku veselību un vidi. Pēc Toksikoloģijas, ekotoksikoloģijas un vides zinātniskās komitejas (*SCTEE*) atzinuma saņemšanas Komisija izskata jautājumu par nejaušu kadmija saturu minerālmēslos un gatavo priekšlikumu regulai, ko tā grib iesniegt Eiropas parlamentam un Padomei. Pēc vajadzības līdzīgu pārskatu gatavo par citiem piemaisījumiem.

(16) Jānosaka procedūra, kas jāievēro ražotājam vai tā pārstāvim, kurš vēlas iekļaut jaunu mēslošanas līdzekļa tipu I pielikumā, lai varētu lietot marķējumu "EK mēslošanas līdzeklis".

(17) Pasākumus, kas vajadzīgi šīs regulas īstenošanai, pieņem saskaņā ar Padomes Lēmumu 1999/468/EK (1999. gada 28. jūnijs), ar ko nosaka Komisijai piešķirto ieviešanas pilnvaru īstenošanas kārtību ([1]).

([1]) OV L 184, 17.7.1999., 23. lpp.

▼B

(18) Dalībvalstīm jānosaka sankcijas par šīs regulas noteikumu pārkāpumiem. Dalībvalstis var noteikt, ka ražotājam, kas pārkāpj 27. pantu, uzliek soda naudu desmitkārtīgā apmērā no minētajam pantam neatbilstošas kravas tirgus vērtības.

(19) Direktīvas 76/116/EEK, 77/535/EEK, 80/876/EEK un 87/94/EEK ir jāatceļ,

IR PIEŅĒMUSI ŠO REGULU.

I SADAĻA

VISPĀRĪGI NOTEIKUMI

I NODAĻA

Darbības joma un definīcijas

1. pants

Darbības joma

Šī regula attiecas uz produktiem, ko laiž tirgū kā mēslošanas līdzekļus ar apzīmējumu "EK mēslošanas līdzeklis".

2. pants

Definīcijas

Regulā ir spēkā šādas definīcijas.

a) "Mēslošanas līdzeklis" nozīmē materiālu, kura galvenā funkcija ir apgādāt augus ar barības vielām.

b) "Primārā barības viela" nozīmē tikai slāpekli, fosforu un kāliju.

c) "Sekundārā barības viela" nozīmē kalciju, magniju, nātriju un sēru.

d) "Mikroelementi" nozīmē boru, kobaltu, varu, dzelzi, mangānu, molibdēnu un cinku, kas daudzumos, kuri ir nelieli, salīdzinot ar primārajām un sekundārajām barības vielām, ir svarīgi augu augšanai.

e) "Neorganisks mēslošanas līdzeklis" nozīmē mēslošanas līdzekli, kurā minētās barības vielas ir kā minerālvielas, ko iegūst ekstrahējot vai fizikālā un/vai ķīmiskā rūpniecības procesā. Kalcija ciānamīdu, urīnvielu un tās kondensācijas un molekulu asociācijas produktus, kas satur mikroelementus helātu vai kompleksu formā, pēc tradīcijas klasificē kā neorganiskus mēslošanas līdzekļus.

f) "Mikroelements helāta formā" nozīmē mikroelementu, kas saistīts ar kādu no I pielikuma E.3.1. iedaļā minētajām organisko vielu molekulām.

g) "Mikroelements kompleksa formā" nozīmē mikroelementu, kas saistīts ar kādu no I pielikuma E.3.2. iedaļā minētajām molekulām.

h) "Mēslošanas līdzekļa tips" nozīmē mēslošanas līdzekļus ar I pielikumā noradīto kopējo tipa apzīmējumu.

i) "Vienkāršs mēslošanas līdzeklis" nozīmē slāpekļa, fosfāta vai kālija mēslošanas līdzekli, kam deklarē tikai vienu primāro barības vielu.

j) "Kombinēts mēslošanas līdzeklis" nozīmē mēslošanas līdzekli, kam deklarē vismaz divas primārās barības vielas un ko iegūst ķīmiski vai samaisot, vai arī kombinējot abus paņēmienus.

k) "Komplekss mēslošanas līdzeklis" nozīmē saliktu mēslošanas līdzekli, ko iegūst ķīmiskā reakcijā, izšķīdušā vai cietā stāvoklī granu-

▼B

lējot un kam deklarē vismaz divas primārās barības vielas. Cietā stāvoklī katra granula satur visas sastāvā uzrādītās barības vielas.

l) "Jaukts mēslošanas līdzeklis" nozīmē mēslošanas līdzekli, ko iegūst, samaisot vairākus mēslošanas līdzekļus sausā veidā, bez ķīmiskas reakcijas.

m) "Lapu mēslošanas līdzeklis" nozīmē mēslošanas līdzekli, kas piemērots lietošanai auga lapām un no kā barības vielu augs uzņem ar lapām.

n) "Šķidrs mēslošanas līdzeklis" nozīmē mēslošanas līdzekļa suspensiju vai šķīdumu.

o) "Mēslošanas līdzekļa šķīdums" nozīmē šķidru mēslošanas līdzekli, kurā nav cietu daļiņu.

p) "Mēslošanas līdzekļa suspensija" nozīmē divfāžu mēslošanas līdzekli, kurā cietās daļiņas suspendētas šķidrajā fāzē.

q) "Deklarācija" nozīmē barības vielu daudzuma norādi, kurā ietverta arī to forma un šķīdība, kas garantēta ar norādītajām pielaidēm.

r) "Deklarētais saturs" nozīmē kāda elementa vai tā oksīda saturu, ko saskaņā ar Kopienas tiesību aktiem uzrāda uz EK mēslošanas līdzekļa etiķetes vai attiecīgajā pavaddokumentā.

s) "Pielaide" nozīmē atļauto barības vielas satura mērījuma novirzi no deklarētā lieluma.

t) "Eiropas standarts" nozīmē Eiropas Standartizācijas komitejas standartus, ko oficiāli atzinusi Kopiena un par ko atsauce publicēta *Eiropas Kopienu Oficiālajā Vēstnesī*.

u) "Iepakojums" nozīmē noslēdzamu tvertni, kurā uzglabā, aizsargā, iekrauj un izkrauj, un izplata mēslošanas līdzekļus un kuru svars nepārsniedz 1 000 kg.

v) "Neiesaiņots mēslošanas līdzeklis" nozīmē mēslošanas līdzekli, kas nav iepakots šajā regulā paredzētajā veidā.

w) "Laišana tirgū" nozīmē mēslošanas līdzekļa piegādi vai nu par maksu, vai par velti vai uzglabāšanu piegādes mērķiem. Mēslošanas līdzekļa ievešana Eiropas Kopienas muitas teritorijā uzskatāma par laišanu tirgū.

x) "Ražotājs" nozīmē fizisku vai juridisku personu, kas ir atbildīga par mēslošanas līdzekļa laišanu tirgū; par ražotāju jo īpaši uzskatāms ražotājs, ievedējs, iepakotājs, kas strādā uz sava rēķina, vai persona, kura maina mēslošanas līdzekļa īpašības. Par ražotāju tomēr nav uzskatāms izplatītājs, kas nemaina mēslošanas līdzekļa īpašības.

II NODAĻA

Laišana tirgū

3. pants

EK mēslošanas līdzeklis

Par "EK mēslošanas līdzekli" var apzīmēt mēslošanas līdzekli, kas pieder pie I pielikumā uzskaitīto mēslošanas līdzekļu tipa un atbilst šīs regulas noteikumiem.

Apzīmējumu "EK mēslošanas līdzeklis" nevar attiecināt uz mēslošanas līdzekli, kas neatbilst šīs regulas noteikumiem.

▼B

4. pants

Ražotāja statuss Kopienā

Ražotājs veic uzņēmējdarbību Kopienā, un viņš atbild par "EK mēslošanas līdzekļa" atbilstību šīs regulas noteikumiem.

5. pants

Brīva apgrozība

1. Neierobežojot 15. pantu un citus Kopienas tiesību aktus, dalībvalstis sastāva, identifikācijas, marķējuma vai iepakojuma dēļ un pamatojoties uz citiem šīs regulas noteikumiem, nedrīkst aizliegt, ierobežot vai traucēt mēslošanas līdzekļu laišanu tirgū, ja tiem ir "EK mēslošanas līdzekļa" marķējums un ja tie atbilst šīs regulas noteikumiem.

2. Mēslošanas līdzekļus, kas marķēti kā "EK mēslošanas līdzekļi", ir brīvā apgrozībā Kopienā.

6. pants

Obligātie norādījumi

1. Lai izpildītu 9. panta prasības, dalībvalstis var noteikt, ka norādes par slāpekļa, fosfora un kālija saturu tirgū laistajos mēslošanas līdzekļos izsakāmas šādi:

a) slāpeklis tikai elementārformā (N); un/vai

b) fosfors un kālijs tikai elementārformā (P, K); vai

c) fosfors un kālijs tikai oksīda formā (P_2O_5, K_2O); vai

d) fosfors un kālijs gan elementārā, gan oksīda formā.

Ja izvēlas fosfora un kālija saturu izteikt elementu formā, tad visas atsauces pielikumos uz oksīda formu ir lasāmas kā elementārformā un skaitliskās vērtības pārrēķina ar šādiem koeficientiem:

a) fosfors (P) = fosfora pentoksīds (P_2O_5) × 0,436;

b) kālijs (K) = kālija oksīds (K_2O) × 0,830.

2. Dalībvalstis var noteikt, ka kalcija, magnija, nātrija un sēra saturu tirgū laistajos mēslošanas līdzekļos ar sekundārajām barības vielām un, ja izpildīti 17. panta nosacījumi, mēslošanas līdzekļos ar primārajām barības vielām izsaka šādi:

a) oksīda formā (CaO, MgO, Na_2O, SO_3); vai

b) elementārā formā (Ca, Mg, Na, S); vai

c) abās šajās formās.

Lai pārrēķinātu kalcija oksīda, magnija oksīda, nātrija oksīda un sēra trioksīda saturu par kalcija, magnija, nātrija un sēra saturu, izmanto šādus koeficientus:

a) kalcijs (Ca) = kalcija oksīds (CaO) × 0,715;

b) magnijs (Mg) = magnija oksīds (MgO) × 0,603;

c) nātrijs (Na) = nātrija oksīds (Na_2O) × 0,742;

d) sērs (S) = sēra trioksīds (SO_3) × 0,400.

Aprēķinātajam saturam oksīda vai elementa formā deklarēto skaitli noapaļo līdz tuvākajai zīmei aiz komata.

3. Dalībvalstis nedrīkst kavēt laist tirgū marķētu "EK mēslošanas līdzekli", kas ir kādā no 1. un 2. punktā minētajām formām.

4. Viena vai vairāku mikroelementu — bora, kobalta, vara, dzelzs, mangāna, molibdēna vai cinka — saturu EK mēslošanas līdzekļos, kas

▼B

pieder pie I pielikuma A, B, C un D iedaļā minētajiem mēslošanas līdzekļu tipiem, deklarē, ja izpildīti šādi nosacījumi:

a) mikroelementi ir pievienoti vismaz I pielikuma E.2.2. un E.2.3. iedaļā noteiktajos minimālajos daudzumos;

b) EK mēslošanas līdzeklis joprojām atbilst I pielikuma A, B, C un D iedaļas prasībām.

5. Ja mikroelementi ir parastas sastāvdaļas izejmateriāliem, kas paredzēti primāro (N, P, K) un sekundāro (Ca, Mg, Na, S) barības vielu nodrošināšanai, tos var deklarēt, ja šo mikroelementu minimālie daudzumi ir vismaz tādi, kā noteikts I pielikuma E.2.2. un E.2.3. iedaļā.

6. Mikroelementu saturu deklarē šādi:

a) mēslošanas līdzekļiem, kas pieder pie I pielikuma E.1. iedaļā uzskaitītajiem mēslošanas līdzekļu tipiem — saskaņā ar minētās iedaļas 6. slejas prasībām;

b) mēslošanas līdzekļu maisījumiem, kas minēti a) apakšpunktā un satur vismaz divus atšķirīgus mikroelementus un atbilst I pielikuma E.2.1. iedaļas prasībām, un mēslošanas līdzekļiem, kas pieder pie I pielikuma A, B, C un D iedaļā uzskaitītajiem mēslošanas līdzekļu tipiem:

   i) kopējo saturu, ko izsaka kā mēslošanas līdzekļa masas procentus;

   ii) ūdenī šķīstošo saturu, ko izsaka kā mēslošanas līdzekļa masas procentus, ja šķīstošais saturs ir vismaz puse no kopējā satura.

Ja mikroelements pilnībā šķīst ūdenī, deklarē tikai ūdenī šķīstošo saturu.

Ja mikroelements ir ķīmiski saistīts ar kādu organiskas vielas molekulu, tad mikroelementa saturu deklarē tūlīt pēc ūdenī šķīstošā satura kā produkta masas procentus, pēc tam pievienojot vārdus "helatēts ar" vai "kompleksēts ar", norādot I pielikuma E.3. iedaļā norādīto organiskās vielas molekulu. Organiskās vielas molekulas nosaukumu var aizstāt ar saīsinājumu.

7. pants

Identifikācija

1. Ražotājs EK mēslošanas līdzekļiem nodrošina 9. pantā minēto identifikācijas marķējumu.

2. Ja mēslošanas līdzekļi ir iepakoti, identifikācijas marķējums ir uz iepakojuma vai etiķetēm. Ja mēslošanas līdzekļi nav iesaiņoti, marķējumam jābūt norādītam pavaddokumentos.

8. pants

Izsekojamība

Neierobežojot 26. panta 3. punktu, ražotājs nodrošina EK mēslošanas līdzekļu izsekojamību un veic uzskaiti par mēslošanas līdzekļu izcelsmi. Šī uzskaite ir pieejama dalībvalstu inspekcijai, kamēr mēslošanas līdzekli piegādā tirgū, un turpmākos divus gadus no brīža, kad ražotājs ir pārtraucis piegādi.

9. pants

Marķējumi

1. Neierobežojot citus Kopienas tiesību aktus, uz 7. pantā minētajiem iepakojumiem, etiķetēm un pavaddokumentos ir šādi marķējumi:

a) obligātā identifikācija:

   — vārdi "EK MĒSLOŠANAS LĪDZEKLIS" ar lielajiem burtiem,

▼B

— šīs regulas I pielikumā noteiktais mēslošanas līdzekļa tipa apzīmējums, ja tāds ir,

— jauktajiem mēslošanas līdzekļiem pēc tipa apzīmējuma ir marķējums "maisījums",

— šīs regulas 19., 21. un 23. pantā noteiktais papildmarķējums,

— barības vielas norāda gan ar vārdiem, gan ar attiecīgajiem ķīmiskajiem simboliem, piemēram, slāpeklis (N), fosfors (P), fosfora pentoksīds (P_2O_5), kālijs (K), kālija oksīds (K_2O), kalcijs (Ca), kalcija oksīds (CaO), magnijs (Mg), magnija oksīds (MgO), nātrijs (Na), nātrija oksīds (Na_2O), sērs (S), sēra trioksīds (SO_3), bors (B), varš (Cu), kobalts (Co), dzelzs (Fe), mangāns (Mn), molibdēns (Mo), cinks (Zn),

— ja mēslošanas līdzeklis satur mikroelementus, no kuriem visi vai daļa saistīti ar organiskas vielas molekulu, pēc mikroelementa nosaukuma iekļauj vienu no šādiem raksturojumiem:

  i) "helatēts ar …" (I pielikuma E.3.1. iedaļā noteiktais helātus veidojošā aģenta nosaukums vai saīsinājums);

  ii) "kompleksēts ar …" (I pielikuma E.3.2. iedaļā noteiktais kompleksus veidojošā aģenta nosaukums),

— mikroelementi, ko satur mēslošanas līdzeklis, uzskaitot ķīmiskos simbolus alfabētiskā secībā: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn,

— šīs regulas I pielikuma E.1. un E.2. iedaļā minētajiem produktiem — īpaši norādījumi par lietošanu,

— šķidro mēslošanas līdzekļu daudzumus, izteikts ar masu. Šķidro mēslošanas līdzekļu daudzums ar tilpumu vai masas un tilpuma attiecību (kilogrami uz hektolitru vai grami uz litru) nav jāizsaka obligāti,

— neto vai bruto masa un, pēc izvēles, šķidro mēslošanas līdzekļu tilpums. Norādot bruto masu, līdzās jānorāda taras masa,

— ražotāja nosaukums vai tirdzniecības nosaukums un adrese;

b) neobligātā identifikācija:

— kā minēts I pielikumā,

— norādījumi par uzglabāšanu un apiešanos, un attiecībā uz I pielikuma E.1. un E.2. iedaļā neminētiem mēslošanas līdzekļiem — īpaši norādījumi par mēslošanas līdzekļa lietošanu,

— norādījumi par devām un lietošanas nosacījumiem attiecībā uz lietošanu augsnē un uz augiem,

— ražotāja zīme un produkta komercapraksts.

Norādes, kas minētas b) apakšpunktā, nedrīkst būt pretrunā a) apakšpunktā minētajām, un tām ir jābūt skaidri nodalītām.

2. Visi 1. punktā minētie marķējumi skaidri jānodala no visas citas informācijas uz iepakojuma, etiķetes vai pavaddokumentos.

3. Šķidros mēslošanas līdzekļus var laist tirgū tikai tad, ja ražotājs nodrošina piemērotas papildinstrukcijas par uzglabāšanas temperatūru un negadījumu profilaksi uzglabāšanas laikā.

4. Sīki izstrādātus šā panta piemērošanas noteikumus pieņem saskaņā ar 32. panta 2. punktā noteikto procedūru.

10. pants

Marķēšana

1. Etiķetēm un marķējumiem uz iepakojuma ar 9. pantā minētajiem norādījumiem jābūt labi redzamā vietā. Etiķetes jāpiestiprina uz iepako-

▼B

juma vai pie jebkuras sistēmas, ko izmanto noslēgšanai. Ja sistēmu veido plomba, tajā noteikti jābūt iepakotāja nosaukumam vai zīmei.

2. Šā panta 1. punktā minētajiem marķējumiem jābūt neizdzēšamiem un skaidri salasāmiem.

3. Attiecībā uz 7. panta 2. punkta otrajā teikumā minētajiem neiesaiņotajiem mēslošanas līdzekļiem precēm klāt ir dokumentu eksemplārs, kurā iekļauts identifikācijas marķējums un kurš ir pieejams inspekcijai.

11. pants

Valodas

Etiķetei, marķējumam uz iepakojuma un pavaddokumentos jābūt vismaz tās valsts valodā vai to dalībvalstu valodās, kurās EK mēslošanas līdzekli realizē.

12. pants

Iepakojums

Iepakotu EK mēslošanas līdzekļu iepakojumam jābūt aizdarītam tā vai ar tādu ierīci, lai atverot tiktu pilnīgā sabojāta aizdare, aizdares plomba vai pats iepakojums. Var izmantot maisus ar ventili.

13. pants

Pielaides

1. EK mēslošanas līdzekļu barības vielas saturam jāatbilst pielaidēm, kas noteiktas II pielikumā un paredz novirzes ražošanā, paraugu ņemšanā un analīzēs.

2. Ražotājs nedrīkst sistemātiski izmantot savā labā II pielikumā norādītās pielaides.

3. Pielaides nav atļautas attiecībā uz I pielikumā noteikto minimālo un maksimālo saturu.

14. pants

Prasības attiecībā uz mēslošanas līdzekļiem

Mēslošanas līdzekļa tipu var iekļaut I pielikumā, tikai ja:

a) tas efektīvi nodrošina ar barības vielām;

b) ir nodrošinātas attiecīgas paraugu ņemšanas, analīzes un testa metodes;

c) normālos lietošanas apstākļos nelabvēlīgi neietekmē cilvēku, dzīvnieku un augu veselību vai vidi.

15. pants

Drošības klauzula

1. Ja dalībvalstij ir iemesls uzskatīt, ka kāds īpašs EK mēslošanas līdzeklis, kas gan atbilst šīs regulas prasībām, var radīt risku cilvēka, dzīvnieku vai augu veselībai vai videi, tā var uz laiku aizliegt tās teritorijā laist tirgū attiecīgo mēslošanas līdzekli vai tam piemērot īpašus nosacījumus. Šī valsts par to tūlīt informē pārējās dalībvalstis un Komisiju, sniedzot sava lēmuma pamatojumu.

2. Komisija 90 dienās no informācijas saņemšanas par šo jautājumu pieņem lēmumu saskaņā ar 32. panta 2. punktā minēto procedūru.

▼B

3. Šīs regulas noteikumi neierobežo Komisiju vai dalībvalstis veikt pasākumus, lai sabiedrības drošības apsvērumu dēļ aizliegtu, ierobežotu vai aizkavētu EK mēslošanas līdzekļu laišanu tirgū.

II SADAĻA

NOTEIKUMI PAR ĪPAŠIEM MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU TIPIEM

I NODAĻA

Neorganiskie primāro barības vielu mēslošanas līdzekļi

16. pants

Darbības joma

Šī nodaļa attiecas uz cietiem vai šķidriem, vienkāršiem vai saliktiem neorganiskiem primāro barības vielu mēslošanas līdzekļiem, arī tādiem mēslošanas līdzekļiem, kas satur sekundārās barības vielas un/vai mikroelementus un kam minimālais barības vielu saturs it tāds, kāds noteikts I pielikuma A, B, C, E.2.2. vai E.2.3. iedaļā.

17. pants

Sekundāro barības vielu deklarēšana primāro barības vielu mēslošanas līdzekļos

Kalcija, magnija, nātrija un sēra saturu var deklarēt kā sekundāro barības vielu saturu EK mēslošanas līdzekļos, kas pieder pie I pielikuma A, B un C iedaļā uzskaitītajiem mēslošanas līdzekļu tipiem, ja šo elementu minimālais daudzums ir vismaz šāds:

a) 2 % kalcija oksīda (CaO), t. i., 1,4 % Ca;

b) 2 % magnija oksīda (MgO), t. i., 1,2 % Mg;

c) 3 % nātrija oksīda (Na_2O), t. i., 2,2 % Na;

d) 5 % sēra trioksīda (SO_3), t. i., 2 % S.

Šādā gadījumā tipa apzīmējumam jāpievieno 19. panta 2. punkta ii) apakšpunktā noteiktie papildmarķējumi.

18. pants

Kalcijs, magnijs, nātrijs un sērs

1. Deklarāciju par magnija, nātrija un sēra saturu mēslošanas līdzekļos, kas minēti I pielikuma A, B un C daļā, izsaka vienā no šiem veidiem:

a) kopējais saturs, ko izsaka kā mēslošanas līdzekļa masas procentus;

b) kopējais saturs un ūdenī šķīstošais saturs, ko izsaka kā mēslošanas līdzekļa masas procentus, ja šķīstošais saturs ir vismaz ceturtdaļa no kopējā satura;

c) ja kāds no elementiem pilnībā šķīst ūdenī, tad kā masas procentus deklarē tikai ūdenī šķīstošo saturu.

2. Ja I pielikumā nav noteikts citādi, kalcija saturu deklarē tikai tad, ja tas šķīst ūdenī, un izsaka kā mēslošanas līdzekļa masas procentus.

▼B

19. pants

Identifikācija

1. Papildus obligātajiem identifikācijas marķējumiem, kas minēti 9. panta 1. punkta a) apakšpunktā, vajadzīgi šā panta 2., 3., 4., 5. un 6. punktā noteiktie marķējumi.

2. Pēc kombinēto mēslošanas līdzekļu tipa apzīmējuma norāda šādu informāciju:

i) deklarēto sekundāro barības vielu ķīmiskie simboli iekavās pēc primāro barības vielu simboliem;

ii) skaitļi, kas norāda primāro barības vielu saturu. Deklarēto sekundāro barības vielu saturu norāda iekavās pēc primāro barības vielu satura.

3. Pēc mēslošanas līdzekļa tipa apzīmējuma norāda tikai skaitļus, kas parāda primāro un sekundāro barības vielu saturu.

4. Ja deklarē mikroelementus, pēc vārdiem "ar mikroelementiem" vai "ar" norāda mikroelementa(-u) nosaukumu vai nosaukumus un ķīmiskos simbolus.

5. Deklarēto primāro un sekundāro barības vielu saturu uzrāda kā masas procentus, kā veselus skaitļus, vai, ja pastāv attiecīga analīzes metode, līdz pirmajai zīmei aiz komata.

Mēslošanas līdzekļos, kas satur vairāk par vienu deklarēto barības vielu, primārās barības vielas uzrāda šādā secībā — N, P_2O_5 un/vai P, K_2O, un/vai K — un sekundārās barības vielas: CaO un/vai Ca, MgO, un/vai Mg, Na_2O, un/vai Na, SO_3, un/vai S.

Deklarējot mikroelementu saturu, norāda katra mikroelementa nosaukumu un simbolu, norādot masas procentus, kā noteikts I pielikuma E.2.2. un E.2.3. iedaļā un atbilstīgi šķīdībai.

6. Barības vielu formu un šķīdību izsaka arī kā mēslošanas līdzekļa masas procentus, izņemot gadījumus, kad I pielikums nepārprotami nosaka, ka šis saturs jāizsaka citādi.

Skaitli raksta līdz pirmajai zīmei aiz komata, izņemot mikroelementus, attiecībā uz tiem rīkojas, kā noteikts I pielikuma E.2.2. un E.2.3. iedaļā.

II NODAĻA

Neorganiskie primāro barības vielu mēslošanas līdzekļi

20. pants

Darbības joma

Šī nodaļa attiecas uz cietiem vai šķidriem neorganiskajiem sekundāro barības vielu mēslošanas līdzekļiem, arī tādiem mēslošanas līdzekļiem, kuru minimālais barības vielu saturs ir tāds, kāds noteikts I pielikuma D, E.2.2. un E.2.3. iedaļā.

21. pants

Identifikācija

1. Papildus obligātajiem identifikācijas marķējumiem, kas minēti 9. panta 1. punkta a) apakšpunktā, vajadzīgi šā panta 2., 3., 4. un 5. punktā noteiktie marķējumi.

2. Ja deklarē mikroelementus, pēc vārdiem "ar mikroelementiem" vai "ar" norāda mikroelementa(-u) nosaukumu vai nosaukumus un ķīmiskos simbolus.

▼B

3. Deklarēto primāro un sekundāro barības vielu saturu uzrāda kā masas procentus, kā veselus skaitļus, vai, ja pastāv attiecīga analīzes metode, līdz pirmajai zīmei aiz komata.

Ja mēslošanas līdzeklī ir vairāk par vienu sekundāro barības vielu, secība ir šāda:

CaO un/vai Ca, MgO, un/vai Mg, Na_2O, un/vai Na, SO_3, un/vai S.

Deklarējot mikroelementu saturu, norāda katra mikroelementa nosaukumu un simbolu, norādot masas procentus, kā noteikts I pielikuma E.2.2. un E.2.3. iedaļā un atbilstīgi šķīdībai.

4. Barības vielu formu un šķīdību izsaka arī kā mēslošanas līdzekļa masas procentus, izņemot gadījumus, kad I pielikums nepārprotami nosaka, ka šis saturs jāizsaka citādi.

Skaitli raksta līdz pirmajai zīmei aiz komata, izņemot mikroelementus, attiecībā uz kuriem rīkojas, kā noteikts I pielikuma E.2.2. un E.2.3. iedaļā.

5. Ja I pielikumā nav noteikts citādi, kalcija saturu deklarē tikai tad, ja tas šķīst ūdenī, un to izsaka kā mēslošanas līdzekļa masas procentus.

III NODAĻA

Neorganiskie mikroelementu mēslošanas līdzekļi

22. pants

Darbības joma

Šī nodaļa attiecas uz cietiem vai šķidriem neorganiskajiem mikroelementu mēslošanas līdzekļiem, kuru minimālais barības vielu saturs ir tāds, kāds noteikts I pielikuma E.1. un E.2.1. iedaļā.

23. pants

Identifikācija

1. Papildus obligātajiem identifikācijas marķējumiem, kas minēti 9. panta 1. punkta a) apakšpunktā, vajadzīgi šā panta 2., 3., 4. un 5. punktā noteiktie marķējumi.

2. Ja mēslošanas līdzeklis satur vairāk par vienu mikroelementu, tam dod apzīmējumu "mikroelementu maisījums", pēc kura uzrāda mikroelementu nosaukumus un ķīmiskos simbolus.

3. Mēslošanas līdzekļiem, kas satur tikai vienu mikroelementu (I pielikuma E.1. iedaļa), deklarēto mikroelementa saturu norāda kā masas procentus veselos skaitļos vai, ja nepieciešams, līdz pirmajai zīmei aiz komata.

4. Mikroelementu formu un šķīdību izsaka arī kā mēslošanas līdzekļa masas procentus, izņemot gadījumus, kad I pielikums nepārprotami nosaka, ka šis saturs jāizsaka citādi.

Zīmju skaitu aiz komata mikroelementiem izvēlas saskaņā ar I pielikuma E.2.1. iedaļas noteikumiem.

5. Zem obligāti un pēc izvēles deklarētajām sastāvdaļām uz etiķetes vai pavaddokumentos produktiem, kas minēti I pielikuma E.1. un E.2.1. iedaļā, uzrāda šādu informāciju:

"Izmantot tikai atzītas vajadzības gadījumā. Nepārsniegt attiecīgās devas."

▼B

24. pants

Iepakojums

EK mēslošanas līdzekļi, uz ko attiecas šīs nodaļas noteikumi, tiek iepakoti.

IV NODAĻA

Amonija nitrāta mēslošanas līdzekļi ar augstu slāpekļa saturu

25. pants

Darbības joma

Šajā nodaļā vienkārši vai kombinēti amonija nitrāta mēslošanas līdzekļi ar augstu slāpekļa saturu ir produkti, kuru pamatā ir amonija nitrāts un kuri ražoti, lai tos izmantotu par mēslošanas līdzekļiem, un satur vairāk nekā 28 masas % slāpekļa attiecībā pret amonija nitrātu.

Šā tipa mēslošanas līdzekļi var saturēt neorganiskas vai inertas vielas.

Vielas, ko izmanto šā tipa mēslošanas līdzekļa ražošanai, nedrīkst paaugstināt tā jutību uz siltumu vai detonācijas spēju.

26. pants

Drošības pasākumi un kontrole

1. Ražotājs nodrošina, lai vienkāršie amonija nitrāta mēslošanas līdzekļi ar augstu slāpekļa saturu atbilstu III pielikuma 1. iedaļas noteikumiem.

2. Vienkāršo amonija nitrāta mēslošanas līdzekļu ar augstu slāpekļa saturu pārbaudi, analīzi un testēšanu šajā nodaļā paredzētās oficiālās kontroles vajadzībām veic atbilstīgi III pielikuma 3. iedaļā aprakstītajām metodēm.

3. Lai nodrošinātu, ka tirgū laistie amonija nitrāta mēslošanas līdzekļi ar augstu slāpekļa saturu ir izsekojami, ražotājs veic uzskaiti par mēslošanas līdzekļu un to galveno sastāvdaļu ražošanas vietu nosaukumiem un adresēm, un operatoriem. Šī uzskaite ir pieejama dalībvalstu inspekcijai, kamēr mēslošanas līdzekli piegādā tirgū un vēl divus gadus no brīža, kad ražotājs pārtraucis piegādi.

27. pants

Detonācijas tests

Neierobežojot 26. pantā minētos pasākumus, ražotājs nodrošina, lai visu tipu amonija nitrāta EK mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu, ko laiž tirgū, izdarītu šīs regulas III pielikuma 2., 3., (1. metode, 3. punkts) un 4. iedaļā aprakstīto detonācijas testu. Šo testu izdara kāda no 30. panta 1. punktā vai 33. panta 1. punktā minētajām apstiprinātajām laboratorijām. Ražotāji iesniedz testu rezultātus dalībvalsts kompetentajai iestādei vismaz 5 dienas pirms mēslošanas līdzekļa laišanas tirgū vai, ja mēslošanas līdzekli ieved, vismaz 5 dienas, pirms tas nonāk pie Eiropas Kopienas robežas. Ražotājs turpmāk garantē, lai visiem laišanai tirgū piegādātajiem mēslošanas līdzekļi ar apmierinošiem rezultātiem varētu izdarīt minēto testu.

28. pants

Iepakojums

Amonija nitrāta mēslošanas līdzekļi ar augstu slāpekļa saturu ir pieejami galīgajam lietotājam tikai iepakoti.

▼B

III SADAĻA

MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU ATBILSTĪBAS NOVĒRTĒJUMS

29. pants

Kontroles pasākumi

1. Dalībvalstis var piemērot EK mēslošanas līdzekļiem oficiālus kontroles pasākumus, lai pārbaudītu, vai tie atbilst šai regulai.

Dalībvalstis var piemērot maksu, kas nepārsniedz šādiem kontroles pasākumiem vajadzīgo testu izmaksas, bet tas neuzliek ražotājiem pienākumu testus atkārtot vai maksāt par atkārtotiem testiem, ja pirmo testu ir izdarījusi laboratorija, kas atbilst 30. panta nosacījumiem, un ja tests pierādīja minētā mēslošanas līdzekļa atbilstību.

2. Dalībvalstis nodrošina, lai paraugu ņemšanu un analīzi I pielikumā minēto tipu EK mēslošanas līdzekļu oficiālās kontroles vajadzībām izdarītu saskaņā ar III un IV pielikumā aprakstītajām metodēm.

3. Atbilstību šai regulai attiecībā uz mēslošanas līdzekļa atbilstību tipam un atbilstību deklarētajam barības vielas saturam un/vai deklarētajam saturam, kas izteikts kā šādu barības vielu forma vai šķīdība, var pārbaudīt tikai oficiālā inspekcijā, ņemot paraugus un izdarot analīzi ar metodēm, kas noteiktas saskaņā ar III un IV pielikumu, un ņemot vērā II pielikumā noteiktās pielaides.

4. Mērīšanas, paraugu ņemšanas un analīzes metožu pielāgošanu un modernizāciju izdara saskaņā ar 32. panta 2. punktā minēto procedūru un, ja vien iespējams, izmanto Eiropas standartus. To pašu procedūru piemēro, lai pieņemtu īstenošanas noteikumus, kas vajadzīgi, lai precizētu šajā pantā un šīs regulas 8., 26. un 27. pantā noteiktos kontroles pasākumus. Šādi noteikumi īpaši attiecas uz testu atkārtošanas biežumu, kā arī uz pasākumiem, kas paredzēti, lai nodrošinātu, ka tirgū laistais mēslošanas līdzeklis ir identisks ar testēto mēslošanas līdzekli.

30. pants

Laboratorijas

1. Dalībvalstis nosūta Komisijai sarakstu, kurā norādītas to teritorijā esošās apstiprinātās laboratorijas, kas ir kompetentas sniegt pakalpojumus, kuri ir vajadzīgi, lai pārbaudītu EK mēslošanas līdzekļu atbilstību šīs regulas prasībām. Šīm laboratorijām jāatbilst V pielikuma B iedaļā minētajiem standartiem. Šādu paziņojumu iesniedz līdz 2004. gada 11. jūnijam, kā arī ziņo par visām iespējamām izmaiņām.

2. Komisija publicē apstiprināto laboratoriju sarakstu *Eiropas Savienības Oficiālajā Vēstnesī*.

3. Ja kādai dalībvalstij ir iemesls uzskatīt, ka kāda apstiprinātā laboratorija neatbilst 1. punktā minētajiem standartiem, tā ierosina izskatīt šo jautājumu 32. pantā minētajā komitejā. Ja komiteja piekrīt, ka laboratorija neatbilst standartiem, Komisija svītro šo laboratoriju no 2. punktā minētā saraksta.

4. Komisija 90 dienās no informācijas saņemšanas par šo jautājumu pieņem lēmumu saskaņā ar 32. panta 2. punktā minēto procedūru.

5. Komisija publicē grozīto sarakstu *Eiropas Savienības Oficiālajā Vēstnesī*.

▼B

IV SADAĻA

NOBEIGUMA NOTEIKUMI

I NODAĻA

Pielikumu pielāgošana

31. pants

Jauni EK mēslošanas līdzekļi

1. Jauna mēslošanas līdzekļa tipa iekļaušanu šīs regulas I pielikumā pieņem saskaņā ar 32. panta 2. punktā minēto procedūru.

2. Ražotājs vai tā pārstāvis, kurš vēlas piedāvāt jaunu mēslošanas līdzekļa tipu iekļaušanai I pielikumā un kuram ir jāapkopo šim mērķim attiecīgā tehniskā dokumentācija, ņem vērā V pielikuma A iedaļā minētos tehniskos dokumentus.

3. Grozījumus, kas vajadzīgi, lai pielikumus pielāgotu tehnikas attīstībai, pieņem saskaņā ar 32. panta 2. punktā minēto procedūru.

32. pants

Komitejas procedūra

1. Komisijai palīdz komiteja.

2. Ja ir atsauce uz šo punktu, tad piemēro Lēmuma 1999/468/EK 5. un 7. pantu, ņemot vērā minētā lēmuma 8. panta noteikumus.

Lēmuma 1999/468/EK 5. panta 6. punktā noteiktais termiņš ir trīs mēneši.

3. Komiteja pieņem savu reglamentu.

II NODAĻA

Pārejas noteikumi

33. pants

Kompetentās laboratorijas

1. Neierobežojot 30. panta 1. punktu, dalībvalstis pārejas posmā līdz 2007. gada 11. decembrim var joprojām piemērot valsts tiesību aktus kompetento laboratoriju apstiprināšanai, lai nodrošinātu vajadzīgos pakalpojumus un pārbaudītu, vai EK mēslošanas līdzekļi atbilst šīs regulas prasībām.

2. Dalībvalstis paziņo šo laboratoriju sarakstu Komisijai, sniedzot sīku aprakstu par apstiprināšanas sistēmu. Šādu paziņojumu iesniedz līdz 2004. gada 11. jūnijam, kā arī ziņo par visām turpmākām izmaiņām.

34. pants

Iepakojums un marķējums

Neatkarīgi no 35. panta 1. punkta iepriekšējās direktīvās noteiktos EK mēslošanas līdzekļu marķējumus, iepakojumu, etiķetes un pavaddokumentus var turpināt lietot līdz 2005. gada 11. jūnijam.

▼B

III NODAĻA

Nobeiguma noteikumi

35. pants

Atceltās direktīvas

1. Ar šo atceļ Direktīvas 76/116/EEK, 77/535/EEK, 80/876/EEK un 87/94/EEK.

2. Atsauces uz atceltajām direktīvām uzskata par atsauces uz šo regulu. Jo īpaši atkāpes no Direktīvas 76/116/EEK 7. panta, ko Komisija piešķīra saskaņā ar Līguma 95. panta 6. punktu, uzskata par atkāpēm no šīs regulas 5. panta, un tās joprojām ir spēkā neatkarīgi no šīs regulas stāšanās spēkā. Kamēr nav pieņemtas sankcijas saskaņā ar 36. pantu, dalībvalstis var turpināt piemērot sankcijas par to valsts tiesību normu neievērošanu, kas īsteno 1. punktā minētās direktīvas.

36. pants

Sankcijas

Dalībvalstis paredz noteikumus attiecībā uz sankcijām, ko piemēro par šīs regulas noteikumu pārkāpumiem, un veic visus pasākumus, kas vajadzīgi, lai nodrošinātu to īstenošanu. Paredzētajām sankcijām jābūt efektīvām, samērīgām un preventīvām.

37. pants

Valstu tiesību akti

Dalībvalstis līdz 2005. gada 11. jūnijam ziņo Komisijai par visiem valsts tiesību aktiem, kas pieņemti saskaņā ar šīs regulas 6. panta 1. punktu, 6. panta 2. punktu, 29. panta 1. punktu un 36. pantu, un ziņo nekavējoties par visiem vēlākiem grozījumiem.

38. pants

Stāšanās spēkā

Šī regula stājas spēkā divdesmitajā dienā pēc publicēšanas *Eiropas Savienības Oficiālajā Vēstnesī*, izņemot 8. pantu un 26. panta 3. punktu, kuri stājas spēkā 2005. gada 11. jūnijā.

Šī regula uzliek saistības kopumā un ir tieši piemērojama visās dalībvalstīs.

▼B

SATURS

I PIELIKUMS – *EK mēslošanas līdzekļu tipu saraksts*

A. Neorganiskie vienkāršie primāro barības vielu mēslošanas līdzekļi

A.1. Slāpekļa mēslošanas līdzekļi

A.2. Fosfātu mēslošanas līdzekļi

A.3. Kālija mēslošanas līdzekļi

B. Neorganiskie kombinētie primāro barības vielu mēslošanas līdzekļi

B.1. NPK mēslošanas līdzekļi

B.2. NP mēslošanas līdzekļi

B.3. NK mēslošanas līdzekļi

B.4. PK mēslošanas līdzekļi

C. Neorganiskie šķidrie mēslošanas līdzekļi

C.1. Vienkāršie šķidrie mēslošanas līdzekļi

C.2. Kombinētie šķidrie mēslošanas līdzekļi

D. Neorganiskie sekundāro barības vielu mēslošanas līdzekļi

E. Neorganiskie mikroelementu mēslošanas līdzekļi

E.1. Mēslošanas līdzekļi, kuros ir tikai viens mikroelements

E.1.1. Bors

E.1.2. Kobalts

E.1.3. Varš

E.1.4. Dzelzs

E.1.5. Mangāns

E.1.6. Molibdēns

E.1.7. Cinks

E.2. Minimālais mikroelementa saturs procentos no mēslošanas līdzekļa svara

E.3. Atļauto mikroelementu helatējošo un kompleksējošo aģentu saraksts

II PIELIKUMS – *Pielaides*

1. Neorganiskie vienkāršie primāro barības vielu mēslošanas līdzekļi – absolūtā vērtība procentos no masas, ko izsaka kā N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl

2. Neorganiskie kombinētie primāro barības vielu mēslošanas līdzekļi

3. Sekundārās barības vielas mēslošanas līdzekļos

4. Mikroelementi mēslošanas līdzekļos

III PIELIKUMS – *Tehniskie noteikumi par amonija nitrāta mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu*

1. Rādītāji un robežvērtības vienkāršiem amonija nitrāta mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu

2. Detonācijas testa apraksts attiecībā uz amonija nitrāta mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu

3. Metodes, kā pārbaudīt atbilstību III pielikuma 1. un 2. iedaļā noteiktajām robežvērtībām

4. Detonācijas noteikšana

▼B

IV PIELIKUMS – *Paraugu ņemšanas un analīzes metodes*

A. Paraugu ņemšanas metode mēslošanas līdzekļu kontrolei

1. Mērķis un darbības joma

2. Paraugu ņēmēji

3. Definīcijas

4. Aparatūra

5. Kvantitatīvās prasības

6. Paraugu ņemšanas, sagatavošanas un iepakošanas instrukcijas

7. Gala paraugu iepakošana

8. Paraugu ņemšanas protokols

9. Paraugu galamērķis

B. Mēslošanas līdzekļu analīzes metodes

Vispārīgas piezīmes

Vispārīgi noteikumi par mēslošanas līdzekļu analīzes metodēm

1. metode	–	Parauga sagatavošana analīzei
2. metode	–	Slāpeklis
2.1. metode	–	Amonija slāpekļa noteikšana
2.2. metode	–	Nitrātu un amonija slāpekļa noteikšana
2.2.1. metode	–	Nitrātu un amonija slāpekļa noteikšana pēc Ulša
2.2.2. metode	–	Nitrātu un amonija slāpekļa noteikšana pēc Arnta
2.2.3. metode	–	Nitrātu un amonija slāpekļa noteikšana pēc Devarda
2.3. metode	–	Kopējā slāpekļa noteikšana
2.3.1. metode	–	Kopējā slāpekļa noteikšana kalcija ciānamīdā, kas nesatur nitrātus
2.3.2. metode	–	Kopējā slāpekļa noteikšana kalcija ciānamīdā, kas satur nitrātus
2.3.3. metode	–	Kopējā slāpekļa noteikšana urīnvielā
2.4. metode	–	Ciānamīda slāpekļa noteikšana
2.5. metode	–	Biureta spektrofotometriska noteikšana urīnvielā
2.6.	–	Dažādu slāpekļa formu noteikšana vienā un tajā pašā paraugā
2.6.1. metode	–	Dažādu slāpekļa formu noteikšana vienā un tajā pašā mēslošanas līdzekļu paraugā, kas satur nitrātu, amonija, urīnvielas un ciānamīda slāpekli
2.6.2. metode	–	Dažādu slāpekļa formu noteikšana mēslošanas līdzekļos, kas satur tikai nitrātu, amonija un urīnvielas slāpekli
3. metode	–	Fosfors
3.1. metode	–	Ekstrakcijas
3.1.1. metode	–	Minerālskābēs šķīstošā fosfora ekstrakcija
3.1.2. metode	–	Fosfora, kas šķīst 2 % skudrskābē (20 g litrā), ekstrakcija
3.1.3. metode	–	2 % citronskābē (20 g litrā) šķīstoša fosfora ekstrakcija
3.1.4. metode	–	Neitrālā amonija citrātā šķīstošā fosfora ekstrakcija
3.1.5. metode	–	Ekstrakcija ar sārmainu amonija citrātu
3.1.5.1. metode	–	Šķīstošā fosfora ekstrakcija pēc Pētermaņa 65 °C temperatūrā
3.1.5.2. metode	–	Šķīstošā fosfora ekstrakcija pēc Pētermaņa istabas temperatūrā

▼B

3.1.5.3. metode	–	Šķīstošā fosfora ekstrakcija sārmainā amonija citrātā pēc Džūlija
3.1.6. metode	–	Ūdenī šķīstošā fosfora ekstrakcija
3.2. metode	–	Ekstrahētā fosfora noteikšana (gravimetrijas metode ar hinolīna fosfomolibdātu)
4. metode	–	Kālijs
4.1. metode	–	Ūdenī šķīstošā kālija satura noteikšana
5. metode	–	Trūkst
6. metode	–	Hlors 116
6.1. metode	–	Hlorīdu noteikšana bez organisko vielu klātbūtnes
7. metode	–	Maluma smalkums
7.1. metode	–	Maluma smalkuma noteikšana (sausā metode)
7.2. metode	–	Mīksto dabīgo fosfātu maluma smalkuma noteikšana
8. metode	–	Sekundārās barības vielas
8.1. metode	–	Kopējā kalcija, kopējā magnija, kopējā nātrija un kopējā sēra ekstrakcija sulfātu formā
8.2. metode	–	Kopējā dažādu formu sēra ekstrakcija
8.3. metode	–	Ūdenī šķīstošā kalcija, magnija, nātrija un sēra ekstrakcija (sulfātu formā)
8.4. metode	–	Ūdenī šķīstošā dažādu formu sēra ekstrakcija
8.5. metode	–	Elementārā sēra ekstrakcija un noteikšana
8.6. metode	–	Ekstrahētā kalcija manganometriska noteikšana pēc izgulsnēšanas oksalāta formā
8.7. metode	–	Magnija noteikšana ar atomu absorbcijas spektrometriju
8.8. metode	–	Magnija kompleksometriska noteikšana
8.9. metode	–	Sulfātu noteikšana
8.10. metode	–	Ekstrahētā nātrija noteikšana
9. metode	–	Mikroelementi 10 % vai mazākā koncentrācijā
9.1. metode	–	Kopējo mikroelementu ekstrakcija
9.2. metode	–	Ūdenī šķīstošo mikroelementu ekstrakcija
9.3. metode	–	Organisko savienojumu atdalīšana no mēslošanas līdzekļu ekstraktiem
9.4. metode	–	Mikroelementu noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju (parastā procedūra)
9.5. metode	–	Bora noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos spektrometriski ar azometīnu H
9.6. metode	–	Kobalta noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju
9.7. metode	–	Vara noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju
9.8. metode	–	Dzelzs noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju
9.9. metode	–	Mangāna noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju
9.10. metode	–	Molibdēna noteikšana amonija tiocianāta kompleksa formā mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju
9.11. metode	–	Cinka noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju

▼B

10. metode	–	Mikroelementi koncentrācijā, kas pārsniedz 10 %
10.1. metode	–	Kopējo mikroelementu ekstrakcija
10.2. metode	–	Ūdenī šķīstošo mikroelementu ekstrakcija
10.3. metode	–	Organisko savienojumu atdalīšana no mēslošanas līdzekļu ekstraktiem
10.4. metode	–	Mikroelementu noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju (parastā procedūra)
10.5. metode	–	Bora noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar acidimetrisku titrēšanu
10.6. metode	–	Kobalta noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos gravimetriski ar 1-nitrozo-2-naftolu
10.7. metode	–	Vara titrimetriska noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos
10.8. metode	–	Dzelzs noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju
10.9. metode	–	Mangāna titrimetriska noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos
10.10. metode	–	Molibdēna noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos gravimetriski ar 8-hidroksihinolīnu
10.11. metode	–	Cinka noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju

V PIELIKUMS

A. To dokumentu saraksts, kas jāievēro ražotājiem vai to pārstāvjiem, lai apkopotu tehnisko dokumentāciju par jaunu mēslošanas līdzekļu tipu, kurš jāpievieno šīs regulas I pielikumam

B. Standarti to laboratoriju akreditēšanai, kas ir kompetentas un pilnvarotas sniegt pakalpojumus, kas vajadzīgi, lai pārbaudītu EK mēslošanas līdzekļu atbilstību šīs regulas un tās pielikumu prasībām.

I PIELIKUMS

EK MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU TIPU SARAKSTS

A. **Neorganiskie vienkāršie primāro barības vielu mēslošanas līdzekļi**

A1. *Slāpekļa mēslošanas līdzekļi*

Nr.	Tipa apzīmējums	Dati par ražošanas metodi un galvenajām sastāvdaļām	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti) Dati par barības vielu izteikšanu Citas prasības	Citi tipa apzīmēšanas dati	Deklarējamais barības vielas saturs Barības vielu forma un šķīdība Citi kritēriji
1	2	3	4	5	6
1. a)	Kalcija nitrāts	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir kalcija nitrāts un kas, iespējams, satur amonija nitrātu	15 % N Slāpeklis, izteikts kā kopējais slāpeklis vai nitrātu slāpeklis un amonija slāpeklis Maksimālais amonija slāpekļa saturs — 1,5 % N		Kopējais slāpeklis Papildu ziņas, ko sniedz pēc izvēles: nitrātu slāpeklis, amonija slāpeklis
1. b)	Kalcija-magnija nitrāts	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenās sastāvdaļas ir kalcija nitrāts un magnija nitrāts	13 % N Slāpeklis, izteikts kā nitrātu slāpeklis. Minimālais magnija saturs ūdenī šķīstošo sāļu formā, izteikts kā magnija oksīds 5 % MgO		Nitrātu slāpeklis Ūdenī šķīstošais magnija oksīds
1. c)	Magnija nitrāts	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir magnija nitrāta heksahidrāts	10 % N Slāpeklis, izteikts kā nitrātu slāpeklis 14 % MgO Magnijs, izteikts kā ūdenī šķīstošais magnija oksīds	Realizējot kristālu formā var pievienot piezīmi “kristāliskā formā”	Nitrātu slāpeklis Ūdenī šķīstošais magnija oksīds
2. a)	Nātrija nitrāts	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir nātrija nitrāts	15 % N Slāpeklis, izteikts kā nitrātu slāpeklis		Nitrātu slāpeklis

▼B

1	2	3	4	5	6
2. b)	Čīles salpetris	Produkts, ko iegūst no salpetra un kā galvenā sastāvdaļa ir nātrija nitrāts	15 % N Slāpeklis, izteikts kā nitrātu slāpeklis		Nitrātu slāpeklis
3. a)	Kalcija ciānamīds	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir kalcija ciānamīds, kalcija oksīds un kas, iespējams, satur nelielus daudzumus amonija sāļu un urīnvielas	18 % N Slāpeklis, izteikts kā kopējais slāpeklis, vismaz 75 % no slāpekļa, ko deklarē kā saistītu ciānamīda formā		Kopējais slāpeklis
3. b)	Kalcija ciānamīds ar nitrātiem	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir kalcija ciānamīds, kalcija oksīds un kas, iespējams, satur nelielus daudzumus amonija sāļu un urīnvielas, un pievienotu nitrātu	18 % N Slāpeklis, izteikts kā kopējais slāpeklis, vismaz 75 % no nenitrātu slāpekļa, ko deklarē kā saistītu ciānamīda formā. Nitrātu slāpekļa saturs: — minimālais — 1 % N — maksimālais — 3 % N		Kopējais slāpeklis Nitrātu slāpeklis
▼M5 4	Amonija sulfāts	Ķīmiski iegūts produkts, kura galvenā sastāvdaļa ir amonija sulfāts un kurā iespējams līdz 15 % kalcija nitrāta (kaļķa salpetra)	19,7 % N Slāpeklis izteikts kā kopējais slāpekļa saturs Slāpekļa maksimālais saturs 2,2 % N, ja tiek pievienots kalcija nitrāts (kaļķa salpetris)	Tirgojot amonija sulfāta un kalcija nitrāta (kaļķa salpetra) apvienojuma veidā, apzīmējumā jāiekļauj "satur līdz 15 % kalcija nitrāta (kaļķa salpetra)".	Amonija slāpeklis Kopējais slāpekļa saturs, ja tiek pievienots kalcija nitrāts (kaļķa salpetris)
▼B 5.	Amonija nitrāts vai kalcija amonija nitrāts	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir amonija nitrāts un kas var saturēt pildvielas, piem., sasmalcinātu kaļķakmeni, kalcija sulfātu, sasmalcinātu dolomītu, magnija sulfātu, kizerītu	20 % N Slāpeklis, izteikts kā nitrātu slāpeklis un amonija slāpeklis, katru no šīm formām rēķinot kā apmēram pusi no esošā slāpekļa. Vajadzības gadījumā skatīt šīs regulas III pielikuma 1. un 2. iedaļu	Apzīmējumu "kalcija-amonija nitrāts" lieto tikai mēslošanas līdzeklim, kas bez amonija nitrāta satur tikai kalcija karbonātu (piemēram, kaļķakmeni) un/vai magnija karbonātu un kalcija karbonātu (piemēram, dolomītu). Minimālajam šo karbonātu saturam jābūt 20 % un tīrības līmenim — vismaz 90 %	Kopējais slāpeklis Nitrātu slāpeklis Amonija slāpeklis

▼B

1	2	3	4	5	6
6.	Amonija sulfātnitrāts	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenās sastāvdaļas ir amonija nitrāts un amonija sulfāts	25 % N Slāpeklis, izteikts kā amonija un nitrātu slāpeklis. Minimālais nitrātu slāpekļa saturs — 5 %		Kopējais slāpeklis Amonija slāpeklis Nitrātu slāpeklis
7.	Magnija sulfonitrāts	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenās sastāvdaļas ir amonija nitrāts, amonija sulfāts un magnija sulfāts	19 % N Slāpeklis, izteikts kā amonija un nitrātu slāpeklis. Minimālais nitrātu slāpekļa saturs — 6 % N 5 % MgO Magnijs ūdenī šķīstošo sāļu formā, izteikts kā magnija oksīds		Kopējais slāpeklis Amonija slāpeklis Nitrātu slāpeklis Ūdenī šķīstošais magnija oksīds
8.	Magnija-amonija nitrāts	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenās sastāvdaļas ir amonija nitrāts un magnija jauktie sāļi (dolomīts, magnija karbonāts un/vai magnija sulfāts)	19 % N Slāpeklis, izteikts kā amonija slāpeklis un nitrātu slāpeklis. Minimālais nitrātu slāpekļa saturs — 6 % N 5 % MgO Magnijs, izteikts kā kopējais magnija oksīds		Kopējais slāpeklis Amonija slāpeklis Nitrātu slāpeklis Kopējais magnija oksīds un, iespējams, ūdenī šķīstošais magnija oksīds
9.	Urīnviela	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir karbonildiamīds (karbamīds)	44 % N Kopējais urīnvielas slāpeklis (tostarp biurets). Maksimālais biureta saturs — 1,2 %		Kopējais slāpeklis, izteikts kā urīnvielas slāpeklis
10.	Krotonilidēndiurīnviela	Produkts, ko iegūst urīnvielas reakcijā ar formaldehīdu Monomērs savienojums	28 % N Slāpeklis, izteikts kā kopējais slāpeklis Vismaz 25 % N no krotonilidēndiurīnvielas Maksimālais urīnvielas slāpekļa saturs — 3 %		Kopējais slāpeklis Urīnvielas slāpeklis, ja tas ir vismaz 1 svara % Krotonilidēndiurīnvielas slāpeklis

▼B

1	2	3	4	5	6
11.	Izobutilidēndiurīnviela	Produkts, ko iegūst urīnvielas reakcijā ar izobutiraldehīdu Monomērs savienojums	28 % N Slāpeklis, izteikts kā kopējais slāpeklis Vismaz 25 % N no izobutilidēndiurīnvielas Maksimālais urīnvielas slāpekļa saturs — 3 %		Kopējais slāpeklis Urīnvielas slāpeklis, ja tas ir vismaz 1 svara %Izobut ilidēndēndiurīnvielas slāpeklis
12.	Formaldehīdurīnviela	Produkts, ko iegūst urīnvielas reakcijā ar formaldehīdu un kā galvenās sastāvdaļas ir formaldehīdurīnvielas molekulas Polimērs savienojums	36 % N kopējais slāpeklis Slāpeklis, izteikts kā kopējais slāpeklis Vismaz 3/5 no deklarētā slāpekļa satura jāšķīst karstā ūdenī Vismaz 31 % N no formaldehīdurīnvielas Maksimālais urīnvielas slāpekļa saturs — 5 %		Kopējais slāpeklis Urīnvielas slāpeklis, ja tas ir vismaz 1svara % Formaldehīdurīnvielas slāpeklis, kas šķīst aukstā ūdenī Formaldehīdurīnvielas slāpeklis, kas šķīst tikai aukstā ūdenī
13.	Slāpekļa mēslošanas līdzeklis, kas satur krotolidēndiurīnvielu	Produktu iegūst ķīmiski, un tas satur krotolidēndiurīnvielu un vienkāršu slāpekļa mēslošanas līdzekli (A.1. saraksts, izņemot 3. a), 3. b) un 5. produktu)	18 % N, kas izteikts kā kopējais slāpeklis Vismaz 3 % slāpekļa amonjaka un/vai nitrāta, un/vai urīnvielas formā Vismaz 1/3 deklarētā kopējā slāpekļa satura jābūt atvasinātai no krotonilidēndiurīnvielas Maksimālais biureta saturs — (urīnvielas N + krotonilidēndiurīnvielas N) × 0,026		Kopējais slāpeklis Katrai formai, kas satur vismaz 1 % — nitrātu slāpekļa — amonija slāpekļa, — urīnvielas slāpekļa Krotonilidēndiurīnvielas slāpeklis
14.	Slāpekļa mēslošanas līdzeklis, kas satur izobutilidēndiurīnvielu	Produktu iegūst ķīmiski, un tas satur izobutilidēndiurīnvielu un vienkāršu slāpekļa mēslošanas līdzekli (A.1. saraksts, izņemot 3. a), 3. b) un 5. produktu)	18 % N, kas izteikts kā kopējais slāpeklis Vismaz 3 % slāpekļa amonjaka un/vai nitrāta, un/vai urīnvielas formā Vismaz 1/3 no deklarētā kopējā slāpekļa satura jābūt atvasinātai no izobutililidēndiurīnvielas		Kopējais slāpeklis Katrai formai, kas satur vismaz 1 % — nitrātu slāpekļa, — amonija slāpekļa, — urīnvielas slāpekļa

▼B

1	2	3	4	5	6
			Maksimālais biureta saturs — (urīnvielas N + izobutilidēndiurīnvielas N) × 0,026		Izobutilidēndēndiurīnvielas slāpeklis
15.	Slāpekļa mēslošanas līdzeklis, kas satur formaldehīdurīnvielu	Produktu iegūst ķīmiski, un tas satur formaldehīdurīnvielu un vienkāršu slāpekļa mēslošanas līdzekli (A.1. saraksts, izņemot 3. a), 3. b) un 5. produktu)	18 % N, izteikts kā kopējais slāpeklis Vismaz 3 % slāpekļa amonjaka un/vai nitrāta, un/vai urīnvielas formā Vismaz 1/3 deklarētā kopējā slāpekļa satura jābūt atvasinātai no formaldehīdurīnvielas Urīnvielas slāpeklim jāsatur vismaz 3/5 slāpekļa, kas šķīst karstā ūdenī Maksimālais biureta saturs — (urīnvielas N + formaldehīdurīnvielas N) × 0,026		Kopējais slāpeklis Katrai formai, kas satur vismaz 1 % — nitrātu slāpekļa, — amonija slāpekļa, — urīnvielas slāpekļa, Formaldehīdurīnvielas slāpeklis Formaldehīdurīnvielas slāpeklis, kas šķīst aukstā ūdenī Formaldehīdurīnvielas slāpeklis, kas šķīst tikai aukstā ūdenī

▼M5

————

▼B

►M5 16. ◄	Amonija sulfāturīnviela	Produktu iegūst ķīmiski no urīnvielas un amonija sulfāta	30 % N Slāpeklis, izteikts kā amonija un urīnvielas slāpeklis Minimālais amonija slāpekļa saturs — 4 % Minimālais sēra saturs, izteikts kā sēra trioksīds — 12 % Maksimālais biureta saturs — 0,9 %		Kopējais slāpeklis Amonija slāpeklis Urīnvielas slāpeklis Ūdenī šķīstošais sēra trioksīds

►M5 ———— ◄

A2. *Fosfātu mēslošanas līdzekļi*

Ja mēslošanas līdzekļiem, ko pārdod granulu veidā, ir noteikts daļiņu izmēra kritērijs attiecībā uz galvenajām sastāvdaļām (1., 3., 4., 5., 6. un 7. mēslošanas līdzeklis), tos nosaka ar attiecīgu analītisku metodi.

Nr.	Tipa apzīmējums	Dati par ražošanas metodi un galvenajām sastāvdaļām	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti) Dati par barības vielu izteikšanu Citas prasības	Citi tipa apzīmēšanas dati	Deklarējamais barības vielas saturs Barības vielu forma un šķīdība Citi kritēriji
1	2	3	4	5	6
1.	Fosfātizdedži: — tomasfosfāti, — tomasmilti	Produktu iegūst dzelzs kausēšanas procesā, apstrādājot fosfora kausējumus, un tā galvenās sastāvdaļās ir kalcija silikofosfāti	12 % P_2O_5 Fosfors, izteikts kā fosfora pentoksīds, kas šķīst minerālskābes, vismaz 75 % no deklarētā fosfora pentoksīda satura šķīst 2 % citronskābē vai P_2O_5 Fosfors, izteikts kā fosfora pentoksīds, kas šķīst 2 % citronskābē Daļiņu izmērs: — vismaz 75 % iet caur sietu ar 0,160 mm acu izmēru — vismaz 96 % iet caur sietu ar 0,630 mm acu izmēru		Kopējais fosfora pentoksīds (šķīst minerālskābēs), no kura 75 % (jānorāda kā svara %) šķīst 2 % citronskābē (realizācijai Francijā, Itālijā, Spānijā, Portugālē , Grieķijā ►M1 , Čehijas Republika, Igaunija, Kipra, Latvija, Lietuva, Ungārija, Malta, Polija, Slovēnija, Slovākija , ◄ ►M3 Bulgārija, Rumānija ◄) Kopējais fosfora pentoksīds (šķīst minerālskābēs) un fosfora pentoksīds, kas šķīst 2 % citronskābē (realizācijai Apvienotajā Karalistē) Fosfora pentoksīds, kas šķīst 2 % citronskābē (realizācijai Vācijā, Beļģijā, Dānijā, Īrijā, Luksemburgā, Nīderlandē un Austrijā)
2. a)	Vienkāršais superfosfāts	Produktu iegūst sasmalcināta minerālfosfāta reakcijā ar sērskābi, tā galvenā sastāvdaļa ir monokalcija fosfāts, un tas satur arī kalcija sulfātu	16 % P_2O_5 Fosfors, izteikts kā P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā, un vismaz 93 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst ūdenī Analizējamais paraugs — 1 g		Fosfora pentoksīds, kas šķīst neitrālā amonija citrātā Ūdenī šķīstošais fosfora pentoksīds
2. b)	Koncentrēts superfosfāts	Produktu iegūst sasmalcināta minerālfosfāta reakcijā ar	25 % P_2O_5		Fosfora pentoksīds, kas šķīst neitrālā amonija citrātā

▼B

1	2	3	4	5	6
		sērskābi un fosforskābi, un tā galvenā sastāvdaļa ir monokalcija fosfāts, un tas satur arī kalcija sulfātu	Fosfors, izteikts kā P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā, un vismaz 93 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst ūdenī Analizējamais paraugs — 1 g		Ūdenī šķīstošais fosfora pentoksīds
▼M2 2(c)	Trīskāršais superfosfāts	Produkts, ko iegūst sasmalcināta minerālfosfāta reakcijā ar fosforskābi un kā galvenā sastāvdaļa ir monokalcija fosfāts	38 % P_2O_5 Fosfors, izteikts kā P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā, un vismaz 85 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst ūdenī Testa paraugs: 3 g		Fosfora pentoksīds, kas šķīst neitrālā amonija citrātā Ūdenī šķīstošais fosfora pentoksīds
▼B 3.	Daļēji izšķīdināts fosfātiezis	Produktu iegūst, daļēji izšķīdinot sasmalcinātu fosfātiezi ar sērskābi vai fosforskābi, kā galvenās sastāvdaļas ir monokalcija fosfāts, trikalcija fosfāts un kalcija sulfāts	20 % P_2O_5 Fosfors, izteikts kā P_2O_5, kas šķīst minerālskābēs, un vismaz 40 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst ūdenī Daļiņu izmērs: — vismaz 90 % iet caur sietu ar 0,160 mm acu izmēru — vismaz 98 % iet caur sietu ar 0,630 mm acu izmēru		Kopējais fosfora pentoksīds (šķīst minerālskābēs) Ūdenī šķīstošais fosfora pentoksīds
4.	Dikalcija fosfāts	Produktu iegūst, izgulsnējot no minerālfosfātiem vai kauliem izšķīdušo fosforskābi, un tā galvenā sastāvdaļa ir dikalcija fosfāta dihidrāts	38 % P_2O_5 Fosfors, izteikts kā P_2O_5, kas šķīst sārmainā amonija citrātā (pēc Pētermaņa) Daļiņu izmērs: — vismaz 90 % iet caur sietu ar 0,160 mm acu izmēru — vismaz 98 % iet caur sietu ar 0,630 mm acu izmēru		Fosfora pentoksīds, kas šķīst sārmainā amonija citrātā

▼B

1	2	3	4	5	6
5.	Kalcinēts fosfāts	Produktu iegūst, termiski apstrādājot sasmalcinātu fosfātiezi ar sārmainiem savienojumiem un silīcijskābi, un tā galvenās sastāvdaļas ir sārmains kalcija fosfāts un kalcija silikāts	25 % P_2O_5 Fosfors, izteikts kā P_2O_5, kas šķīst sārmainā amonija citrātā (pēc Pētermaņa) Daļiņu izmērs: — vismaz 75 % iet caur sietu ar 0,160 mm acu izmēru — vismaz 96 % iet caur sietu ar 0,630 mm acu izmēru		Fosfora pentoksīds, kas šķīst sārmainā amonija citrātā
6.	Alumīnija-kalcija fosfāts	Produktu iegūst amorfā formā, apstrādājot termiski un smalcinot, un tā galvenās sastāvdaļas ir alumīnija un kalcija fosfāti	30 % P_2O_5 Fosfors, izteikts kā P_2O_5, kas šķīst minerālskābēs, un vismaz 75 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst sārmainā amonija citrātā (pēc Džūlija) Daļiņu izmērs: — vismaz 90 % iet caur sietu ar 0,160 mm acu izmēru — vismaz 98 % iet caur sietu ar 0,630 mm acu izmēru		Kopējais fosfora pentoksīds (šķīst minerālskābēs) Fosfora pentoksīds, kas šķīst sārmainā amonija citrātā
7.	Fosforītmilti	Produktu iegūst, smalki sasmalcinot minerālfosfātus, un tā galvenās sastāvdaļas ir trikalcija fosfāts un kalcija karbonāts	25 % P_2O_5 Fosfors, izteikts kā P_2O_5, kas šķīst minerālskābēs, un vismaz 55 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst 2 % skudrskābē Daļiņu izmērs: — vismaz 90 % iet caur sietu ar 0,063 mm acu izmēru — Materiāla svara procenti, kas iet caur sietu ar 0,063 mm acu izmēru		Kopējais fosfora pentoksīds (šķīst minerālskābēs) Fosfora pentoksīds, kas šķīst 2 % skudrskābē – vismaz 99 % iet caur sietu ar 0,125 mm acu izmēru

▼B

A.3. *Kālija mēslošanas līdzekļi*

Nr.	Tipa apzīmējums	Dati par ražošanas metodi un galvenajām sastāvdaļām	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti) Dati par barības vielu izteikšanu Citas prasības	Citi tipa apzīmēšanas dati	Deklarējamais barības vielas saturs Barības vielu forma un šķīdība Citi kritēriji
1	2	3	4	5	6
1.	Kainīts	Produktu iegūst no neapstrādātiem kālija sāļiem	10 % K_2O Kālijs, izteikts kā ūdenī šķīstošais K_2O 5 % MgO Magnijs ūdenī šķīstošo sāļu formā, izteikts kā magnija oksīds	Var pievienot parastos komercnosaukumus	Ūdenī šķīstošais kālija oksīds Ūdenī šķīstošais magnija oksīds
2.	Bagātināts kainīts	Produktu iegūst no neapstrādātiem bagātinātiem kālija sāļiem, sajaucot ar kālija hlorīdu	18 % K_2O Kālijs, izteikts kā ūdenī šķīstošais K_2O	Var pievienot parastos komercnosaukumus	Ūdenī šķīstošais kālija oksīds Pēc izvēlēs norāda ūdenī šķīstošā magnija oksīda saturu, ja tas pārsniedz 5 % MgO
3.	Kālija hlorīds	Produktu iegūst no neapstrādātiem kālija sāļiem, un tā galvenā sastāvdaļa ir kālija hlorīds	37 % K_2O Kālijs, izteikts kā ūdenī šķīstošais K_2O	Var pievienot parastos komercnosaukumus	Ūdenī šķīstošais kālija oksīds
4.	Kālija hlorīds ar magnija sāļiem	Produktu iegūst no neapstrādātiem kālija sāļiem, kam pievienoti magnija sāļi, un tā galvenās sastāvdaļas ir kālija hlorīds un magnija sāļi	37 % K_2O Kālijs, izteikts kā ūdenī šķīstošais K_2O 5 % MgO Magnijs ūdenī šķīstošo sāļu formā, izteikts kā magnija oksīds		Ūdenī šķīstošais kālija oksīds Ūdenī šķīstošais magnija oksīds
5.	Kālija sulfāts	Produktu iegūst no kālija sāļiem, un tā galvenā sastāvdaļa ir kālija sulfāts	47 % K_2O Kālijs, izteikts kā ūdenī šķīstošais K_2O Maksimālais hlorīdu saturs — 3 % Cl		Ūdenī šķīstošais kālija oksīds Pēc izvēles norāda hlorīdu saturu

1	2	3	4	5	6
6.	Kālija sulfāts ar magnija sāļiem	Produktu iegūst ķīmiski no kālija sāļiem, iespējams, pievienojot magnija sāļus, un tā galvenās sastāvdaļas ir kālija sulfāts un magnija sulfāts	22 % K_2O Kālijs, izteikts kā ūdenī šķīstošais K_2O 8 % MgO Magnijs ūdenī šķīstošo sāļu formā, izteikts kā magnija oksīds Maksimālais hlorīdu saturs — 3 % Cl	Var pievienot parastos komercnosaukumus	Ūdenī šķīstošais kālija oksīds Ūdenī šķīstošais magnija oksīds Pēc izvēles norāda hlorīdu saturu
7.	Kizerīts ar kālija sulfātu	Produktu iegūst, kizerītam pievienojot kālija sulfātu	8 % MgO Magnijs, izteikts kā ūdenī šķīstošais MgO 6 % K_2O Kālijs, izteikts kā ūdenī šķīstošais K_2O Kopējais MgO + K_2O saturs: 20 % Maksimālais hlorīdu saturs — 3 % Cl	Var pievienot parastos komercnosaukumus	Ūdenī šķīstošais magnija oksīds Ūdenī šķīstošais kālija oksīds Pēc izvēles norāda hlorīdu saturu

B. **Neorganiski kombinētie primāro barības vielu mēslošanas līdzekļi**

B.1. *NPK mēslošanas līdzekļi*

B.1.1.	Tipa apzīmējums:	NPK mēslošanas līdzekļi.
	Dati par ražošanas metodi:	Produktu iegūst ķīmiski vai sajaucot, un tam nepievieno dzīvnieku vai augu izcelsmes organiskās barības vielas.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti):	— Kopā: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O); — Par katru barības vielu: 3 % N, 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

Forma, šķīdība un uzturvielu saturs, kas jādeklarē, kā norādīts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Kopējais slāpeklis 2) Nitrātu slāpeklis 3) Amonija slāpeklis 4) Urīnvielas slāpeklis 5) Ciānamīda slāpeklis	1) Ūdenī šķīstošais P_2O_5 2) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā 3) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā un ūdenī 4) P_2O_5, kas šķīst tikai minerālskābēs 5) P_2O_5, kas šķīst sārmainā amonija citrātā (pēc Pētermaņa) 6.a) P_2O_5, kas šķīst minerālskābēs, un vismaz 75 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst 2 % citronskābē 6.b) P_2O_5, kas šķīst 2 % citronskābē	Ūdenī šķīstošais K_2O	1) Kopējais slāpeklis 2) Ja kāda no 2) līdz 4) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām sasniedz vismaz 1 % svara procentu, tā jādeklarē 3) Ja pārsniedz 28 %, skatīt III. pielikuma 2. iedaļu	1. Par NPK mēslošanas līdzekli, kas nesatur tomasmiltus, kalcinētu fosfātu, alumīnija-kalcija fosfātu, daļēji izšķīdinātu fosfātiezi un fosforītmiltus, jādeklarē atbilstīgi 1), 2) vai 3) pozīcijā norādītajai šķīdībai: — ja ūdenī šķīstošais P_2O_5 nesasniedz 2 %, deklarējama tikai 2) pozīcijā norādītā šķīdība, — ja ūdenī šķīstošais P_2O_5 daudzums ir vismaz 2 %, jādeklarē 3) pozīcijā norādītā šķīdība un jānorāda ūdenī šķīstošā P_2O_5 saturs [1] pozīcijā norādītā šķīdība]. P_2O_5 saturs, kas šķīst minerālskābēs, nedrīkst pārsniegt 2 % Attiecībā uz šo 1. tipu analizējamā parauga svars 2) un 3) pozīcijā norādītās šķīdības noteikšanai ir 1 g 2. a) NPK mēslošanas līdzeklis, kas satur fosforītmiltus vai daļēji izšķīdinātu fosfātiezi, nedrīkst saturēt tomasmiltus, kalcinētu fosfātu un alumīnija-kalcija fosfātu. To deklarē atbilstīgi 1), 3) un 4) pozīcijā norādītajai šķīdībai Šā tipa mēslošanas līdzeklim jāsatur: — vismaz 2 % P_2O_5, kas šķīst tikai minerālskābēs [4] pozīcijā norādītā šķīdība],	1) Ūdenī šķīstošais kālija oksīds 2) Norāde "mazs hlorīdu saturs" nozīmē, ka maksimālais Cl saturs ir 2 %

1	2	3	4	5	6
	7) P_2O_5, kas šķīst minerālskābēs, un vismaz 75 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst sārmainā amonija citrātā (pēc Džūlija) 8) P_2O_5, kas šķīst minerālskābēs, un vismaz 55 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst 2 % skudrskābē			— vismaz 5 % P_2O_5, kas šķīst ūdenī un neitrālā amonija citrātā [3] pozīcijā norādītā šķīdība], — vismaz 2,5 % ūdenī šķīstošā P_2O_5 [1] pozīcijā norādītā šķīdība]. Šā tipa mēslošanas līdzekļi jārealizē ar apzīmējumu "NPK mēslošanas līdzeklis, kas satur fosforītmiltus" vai "NPK mēslošanas līdzeklis, kas satur daļēji izšķīdinātu fosfātiezi". Attiecībā uz šo 2. a) tipu analizējamā parauga svars 3) pozīcijā norādītās šķīdības noteikšanai ir 3 g	3) Var deklarēt hlorīdu saturu
Fosfātu pamatsastāvdaļu daļiņu izmērs Tomasmilti: Vismaz 75 % iet caur sietu ar acu izmēru 0,160 mm Alumīnija-kalcija fosfāts: Vismaz 90 % iet caur sietu ar acu izmēru 0,160 mm Kalcinēts fosfāts: Vismaz 75 % iet caur sietu ar acu izmēru 0,160 mm Fosforītmilti: Vismaz 90 % iet caur sietu ar 0,063 mm acu izmēru Daļēji izšķīdināts fosfātiezis: Vismaz 90 % iet caur sietu ar acu izmēru 0,160 mm				2. b) NPK mēslošanas līdzeklis, kas satur alumīnija-kalcija fosfātu, nedrīkst saturēt tomasmiltus, kalcinētu fosfātu, fosforītmiltus un daļēji izšķīdinātu fosfātiezi To deklarē atbilstīgi 1) un 7) pozīcijā norādītajai šķīdībai, no pēdējās atrēķinot šķīdību ūdenī Šā tipa mēslošanas līdzeklim jāsatur: — vismaz 2 % ūdenī šķīstošā P_2O_5 [1] pozīcijā norādītā šķīdība], — vismaz 5 % P_2O_5 atbilstīgi 7) pozīcijā norādītajai šķīdībai. Šā tipa mēslošanas līdzekļi jārealizē ar apzīmējumu "NPK mēslošanas līdzeklis, kas satur alumīnija-kalcija fosfātu". 3. Gadījumā, ja NPK mēslošanas līdzeklis satur tikai vienu no šādu tipu fosfātu mēslošanas līdzekļiem — tomasmilti, kalcinēts fosfāts, alumīnija-kalcija fosfāts, fosforītmilti, pēc tipa apzīmējuma jānorāda fosfāta sastāvdaļa	

1	2	3	4	5	6
				Deklarācija par P_2O_5 šķīdību jāsniedz atbilstīgi turpmāk minētajai šķīdībai: — mēslošanas līdzekļiem, kuru pamatā ir tomasmilti — 6. a) pozīcijā norādītā šķīdība (Francija, Itālija, Spānija, Portugāle, Grieķija ►M1 , Čehijas Republika, Igaunija, Kipra, Latvija, Lietuva, Ungārija, Malta, Polija, Slovēnija, Slovākija , ◄ ►M3 Bulgārija, Rumānija ◄), 6.b) pozīcijā norādītā šķīdība (Vācija, Beļģija, Luksemburga, Nīderlande, Apvienotā Karaliste un Austrija), — mēslošanas līdzekļiem, kuru pamatā ir kalcinētais fosfāts: 5) pozīcijā norādītā šķīdība, — mēslošanas līdzekļiem, kuru pamatā ir alumīnija-kalcija fosfāts — 7) pozīcijā norādītā šķīdība, — mēslošanas līdzekļiem, kuru pamatā ir fosforītmilti — 8) pozīcijā norādītā šķīdība.	

B.1.2.	Tipa apzīmējums:	NPK mēslošanas līdzeklis, kas satur krotonilidēndiurīnvielu vai izobutilidēndiurīnvielu vai formaldehīdurīnvielu (pēc vajadzības).
	Dati par ražošanas metodi:	Produktu iegūst ķīmiski, nepievienojot dzīvnieku vai augu izcelsmes barības vielas, kas satur krotonilidēndiurīnvielu vai izobutilidēndiurīnvielu, vai formaldehīdurīnvielu.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti):	— Kopā: 20 % ($N + P_2O_5 + K_2O$), — Par katru barības vielu: — 5 % N. Vismaz ¼ no deklarētā kopējā slāpekļa satura jābūt atvasinātai no 5) vai 6), vai 7) slāpekļa formas. Vismaz 3/5 no deklarētā 7) pozīcijā noradītā slāpekļa satura jāšķīst karstā ūdenī, — 5 % P_2O_5, — 5 % K_2O.

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Kopējais slāpeklis 2) Nitrātu slāpeklis 3) Amonija slāpeklis 4) Urīnvielas slāpeklis 5) Krotonilidēndiurīnvielas slāpeklis 6) Krotonilidēndiurīnvielas slāpeklis 7) Formaldehīdurīnvielas slāpeklis 8) Formaldehīdurīnvielas slāpeklis, kas šķīst tikai karstā ūdenī 9) Formaldehīdurīnvielas slāpeklis, kas šķīst aukstā ūdenī	1) Ūdenī šķīstošais P_2O_5 2) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā 3) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā un ūdenī	Ūdenī šķīstošais K_2O	1) Kopējais slāpeklis 2) Ja kāda no 2) līdz 4) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām ir vismaz 1 svara %, tā jādeklarē 3) Viena no 5) līdz 7) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām (pēc vajadzības). Slāpekļa 7) forma jādeklarē 8) un 9) slāpekļa formā	Par NPK mēslošanas līdzekli, kas nesatur tomasmiltus, kalcinētu fosfātu, alumīnija-kalcija fosfātu, daļēji izšķīdinātu fosfātiezi un fosfātiezi, šķīdība jādeklarē atbilstīgi 1), 2) vai 3) pozīcijā norādītajai šķīdībai: — ja ūdenī šķīstošais P_2O_5 nesasniedz 2 %, deklarējama tikai 2) pozīcijā norādītā šķīdība, — ja ūdenī šķīstošais P_2O_5 daudzums ir vismaz 2 %, jādeklarē 3) pozīcijā norādītā šķīdība un jānorāda ūdenī šķīstošā P_2O_5 saturs [1) pozīcijā norādītā šķīdība]. P_2O_5 saturs, kas šķīst minerālskābēs, nedrīkst pārsniegt 2 % Analizējamā parauga svars 2) un 3) pozīcijā norādītās šķīdības noteikšanai ir 1 g	1) Ūdenī šķīstošais kālija oksīds 2) Norāde "mazs hlorīdu saturs" nozīmē, ka maksimālais Cl saturs ir 2 % 3) Var deklarēt hlorīdu saturu

B.2. *NP mēslošanas līdzekļi*

B.2.1.	Tipa apzīmējums:	NP mēslošanas līdzekļi.
	Dati par ražošanas metodi:	Produktu iegūst ķīmiski vai sajaucot, un tam nepievieno dzīvnieku vai augu izcelsmes organiskās barības vielas.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti):	— Kopā: 18 % ($N + P_2O_5$), — Par katru barības vielu: 3 % N, 5 % P_2O_5.

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Kopējais slāpeklis 2) Nitrātu slāpeklis 3) Amonija slāpeklis 4) Urīnvielas slāpeklis 5) Ciānamīda slāpeklis	1) Ūdenī šķīstošais P_2O_5 2) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā 3) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā un ūdenī 4) P_2O_5, kas šķīst tikai minerālskābēs 5) P_2O_5, kas šķīst sārmainā amonija citrātā (pēc Pētermaņa) 6.a) P_2O_5, kas šķīst minerālskābēs, un vismaz 75 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst 2 % citronskābē 6.b) P_2O_5, kas šķīst 2 % citronskābē 7) P_2O_5, kas šķīst minerālskābēs, un vismaz 75 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst sārmainā amonija citrātā (pēc Džūlija)		1) Kopējais slāpeklis 2) Ja kāda no 2) līdz 5) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām sasniedz vismaz 1 svara %, tā jādeklarē	1. NP mēslošanas līdzeklis, kas nesatur tomasmiltus, kalcinētu fosfātu, alumīnija-kalcija fosfātu, daļēji izšķīdinātu fosfātiezi un fosforītmiltus jādeklarē atbilstīgi 1), 2) vai 3) pozīcijā norādītajai šķīdībai: — ja ūdenī šķīstošais P_2O_5 nesasniedz 2 %, deklarējama tikai 2) pozīcijā norādītā šķīdība, — ja ūdenī šķīstošā P_2O_5 daudzums ir vismaz 2 %, jādeklarē 3) pozīcijā norādītā šķīdība un jānorāda ūdenī šķīstošā P_2O_5 saturs [1) pozīcijā norādītā šķīdība]. P_2O_5 saturs, kas šķīst tikai minerālskābēs, nedrīkst pārsniegt 2 %. Attiecībā uz šo 1. tipu analizējamā parauga svars 2) un 3) pozīcijā norādītās šķīdības noteikšanai ir 1 g. 2. a) NP mēslošanas līdzeklis, kas satur fosforītmiltus vai daļēji izšķīdinātu fosfātiezi, nedrīkst saturēt tomasmiltus, kalcinētu fosfātu un alumīnija-kalcija fosfātu. To deklarē atbilstīgi 1), 3) un 4) pozīcijā norādītajai šķīdībai Šā tipa mēslošanas līdzeklim jāsatur: — vismaz 2 % P_2O_5, kas šķīst tikai minerālskābēs [4) pozīcijā norādītā šķīdība], — vismaz 5 % P_2O_5, kas šķīst ūdenī un neitrālā amonija citrātā [3) pozīcijā norādītā šķīdība],	

1	2	3	4	5	6
	8) P_2O_5, kas šķīst minerālskābēs, un vismaz 55 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst 2 % skudrskābē			— vismaz 2,5 % no ūdenī šķīstošā P_2O_5 [1] pozīcijā norādītā šķīdība]. Šā tipa mēslošanas līdzekļi jārealizē ar apzīmējumu "NP mēslošanas līdzeklis, kas satur fosforītmiltus" vai "NP mēslošanas līdzeklis, kas satur daļēji izšķīdinātu fosfātiezi". Attiecībā uz šo 2. a) tipu analizējamā parauga svars 3) pozīcijā norādītās šķīdības noteikšanai ir 3 g	
Fosfātu pamatsastāvdaļu daļiņu izmērs: Tomasmilti: vismaz 75 % iet caur sietu ar 0,160 mm acu izmēru Alumīnija-kalcija fosfāts: vismaz 90 % iet caur sietu ar 0,160 mm acu izmēru Kalcinēts fosfāts: vismaz 75 % iet caur sietu ar 0,160 mm acu izmēru Fosforītmilti: vismaz 90 % iet caur sietu ar 0,063 mm acu izmēru Fosfātiezis: vismaz 90 % izšķīdinātā iet caur sietu ar 0,160 mm acu izmēru				2. b) NP mēslošanas līdzeklis, kas satur alumīnija- kalcija fosfātu, nedrīkst saturēt tomasmiltus, kalcinētu fosfātu, fosforītmiltus un daļēji izšķīdinātu fosfātiezi. To deklarē saskaņā atbilstīgi 1) un 7) pozīcijā norādītajai šķīdībai, no pēdējās atrēķinot šķīdību ūdenī. Šā tipa mēslošanas līdzeklim jāsatur: — vismaz 2 % ūdenī šķīstošā P_2O_5 [1] pozīcijā norādītā šķīdība], — vismaz 5 % P_2O_5 atbilstīgi 7) pozīcijā norādītajai šķīdībai. Šā tipa mēslošanas līdzekļi jārealizē ar apzīmējumu "NP mēslošanas līdzeklis, kas satur alumīnija-kalcija fosfātu". 3. Gadījumā, ja NP mēslošanas līdzeklis satur tikai vienu no šādu tipu fosfātu mēslošanas līdzekļiem — tomasmilti, kalcinēts fosfāts, alumīnija-kalcija fosfāts, fosforītmilti —, pēc tipa apzīmējuma jānorāda fosfāta sastāvdaļa. Deklarācija par P_2O_5 šķīdību jāsniedz atbilstīgi turpmāk minētajai šķīdībai: — par mēslošanas līdzekļiem, kuru pamatā ir tomasmilti — 6. a) pozīcijā norādītā šķīdība (Francija, Itālija, Spānija, Portu-	

1	2	3	4	5	6
				gāle, Grieķija ►M1 , Čehijas Republika, Igaunija, Kipra, Latvija, Lietuva, Ungārija, Malta, Polija, Slovēnija, Slovākija , ◄ ►M3 Bulgārija, Rumānija ◄), 6. b) pozīcijā norādītā šķīdība (Vācija, Beļģija, Dānija, Īrija, Luksemburga, Nīderlande, Apvienotā Karaliste un Austrija), — mēslošanas līdzekļiem, kuru pamatā ir kalcinēts fosfāts — 5) pozīcijā norādītā šķīdība, — mēslošanas līdzekļiem, kuru pamatā ir alumīnija–kalcija fosfāts — 7) pozīcijā norādītā šķīdība, — mēslošanas līdzekļiem, kuru pamatā ir fosforītmilti: 8) pozīcijā norādītā šķīdība.	

B.2.2.	Tipa apzīmējums:	NP mēslošanas līdzeklis, kas satur krotonilidēndiurīnvielu vai izobutilidēndiurīnvielu vai formaldehīdurīnvielu (pēc vajadzības).
	Dati par ražošanas metodi:	Produktu iegūst ķīmiski, nepievienojot dzīvnieku vai augu izcelsmes barības vielas, kas satur krotonilidēndiurīnvielu vai izobutilidēndiurīnvielu, vai formaldehīdurīnvielu.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti):	— Kopā: 18 % ($N + P_2O_5$), — Par katru barības vielu: — 5 % N. Vismaz ¼ no deklarētā kopējā slāpekļa satura jābūt atvasinātai no slāpekļa 5) vai 6), vai 7) slāpekļa formas, Vismaz 3/5 no deklarētā 7) pozīcijā norādītā slāpekļa satura jāšķīst karstā ūdenī, — 5 % P_2O_5.

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Kopējais slāpeklis 2) Nitrātu slāpeklis 3) Amonija slāpeklis 4) Urīnvielas slāpeklis 5) Krotonilidēndiurīnvielas slāpeklis 6) Izobutilidēndiurīnvielas slāpeklis 7) Formaldehīdurīnvielas slāpeklis 8) Formaldehīdurīnvielas slāpeklis, kas šķīst tikai karstā ūdenī 9) Formaldehīdurīnvielas slāpeklis, kas šķīst aukstā ūdenī	1) Ūdenī šķīstošais P_2O_5 2) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā 3) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā un ūdenī		1) Kopējais slāpeklis 2) Ja kāda no 2) līdz 4) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām sasniedz vismaz 1 svara %, tā jādeklarē 3) Viena no 5) līdz 7) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām (pēc vajadzības). Slāpekļa 7) forma jādeklarē 8) un 9) slāpekļa formā	Par NP mēslošanas līdzekli, kas nesatur tomasmiltus, kalcinētu fosfātu, alumīnijakalcija fosfātu, daļēji izšķīdinātu fosfātiezi un fosfātiezi, jādeklarē 1), 2) vai 3) pozīcijā norādītā šķīdība: — ja ūdenī šķīstošais P_2O_5 nesasniedz 2 %, deklarējama tikai 2) pozīcijā norādītā šķīdība, — ja ūdenī šķīstošais P_2O_5 ir vismaz 2 %, jādeklarē 3) pozīcijā norādītā šķīdība un jānorāda ūdenī šķīstošā P_2O_5 saturs [1) pozīcijā norādītā šķīdība]. P_2O_5 saturs, kas šķīst tikai minerālskābēs, nedrīkst pārsniegt 2 % Analizējamā parauga svars 2) un 3) pozīcijā norādītās šķīdības noteikšanai ir 1 g	

B.3. *NK mēslošanas līdzekļi*

B 3.1.	Tipa apzīmējums:	NK mēslošanas līdzekļi.
	Dati par ražošanas metodi:	Produktu iegūst ķīmiski vai sajaucot, un tam nepievieno dzīvnieku vai augu izcelsmes organiskās barības vielas.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti):	— Kopā: 18 % (N + K_2O), — Par katru barības vielu: 3 % N, 5 % K_2O.

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Kopējais slāpeklis 2) Nitrātu slāpeklis 3) Amonija slāpeklis 4) Urīnvielas slāpeklis 5) Ciānamīda slāpeklis		Ūdenī šķīstošais K_2O	1) Kopējais slāpeklis 2) Ja kāda no 2) līdz 5) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām ir vismaz 1 svara %, tā jādeklarē		1) Ūdenī šķīstošais kālija oksīds 2) Norāde "mazs hlorīdu saturs" nozīmē, ka maksimālais Cl saturs ir 2 % 3) Var deklarēt hlorīdu saturu

B.3.2.	Tipa apzīmējums:	NPK mēslošanas līdzeklis, kas satur krotonilidēndiurīnvielu vai izobutilidēndiurīnvielu vai formaldehīdurīnvielu (pēc vajadzības).
	Dati par ražošanas metodi:	Produktu iegūst ķīmiski, nepievienojot dzīvnieku vai augu izcelsmes barības vielas, kas satur krotonilidēndiurīnvielu vai izobutilidēndiurīnvielu, vai formaldehīdurīnvielu.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti):	— Kopā: 18 % (N + K_2O), — Par katru barības vielu: — 5 % N. Vismaz ¼ no deklarētā kopējā slāpekļa satura jābūt atvasinātai no slāpekļa formas 5) vai 6), vai 7). Vismaz 3/5 no deklarētā 7) pozīcijā norādītā slāpekļa satura jāšķīst karstā ūdenī, — 5 % K_2O.

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Kopējais slāpeklis 2) Nitrātu slāpeklis 3) Amonija slāpeklis 4) Urīnvielas slāpeklis 5) Krotonilidēndiurīnvielas slāpeklis 6) Izobutilidēndiurīnvielas slāpeklis 7) Formaldehīdurīnvielas slāpeklis 8) Formaldehīdurīnvielas slāpeklis, kas šķīst tikai karstā ūdenī 9) Formaldehīdurīnvielas slāpeklis, kas šķīst aukstā ūdenī		Ūdenī šķīstošais K_2O	1) Kopējais slāpeklis 2) Ja kāda no 2) līdz 4) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām sasniedz vismaz 1 svara %, tā jādeklarē 3) Viena no slāpekļa formām 5) līdz 7) (pēc vajadzības). Slāpekļa 7) forma jādeklarē 8) un 9) slāpekļa formā		1) Ūdenī šķīstošais kālija oksīds 2) Norāde "mazs hlorīdu saturs" nozīmē, ka maksimālais Cl saturs ir 2 % 3) Var deklarēt hlorīdu saturu

B.4. *PK mēslošanas līdzekļi*

Tipa apzīmējums	PK mēslošanas līdzekļi
Dati par ražošanas metodi	Produktu iegūst ķīmiski vai sajaucot, un tam nepievieno dzīvnieku vai augu izcelsmes organiskās barības vielas
Minimālais barības vielu saturs (svara procenti)	— Kopā: 18 % (P_2O_5 +K_2O), — Par katru barības vielu: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	1) Ūdenī šķīstošais P_2O_5 2) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā 3) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā un ūdenī 4) P_2O_5, kas šķīst tikai minerālskābēs 5) P_2O_5, kas šķīst sārmainā amonija citrātā (pēc Pētermaņa) 8) P_2O_5, kas šķīst minerālskābēs, vismaz 75 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst 2 % citronskābē 6.b) P_2O_5, kas šķīst 2 % citronskābē 7) P_2O_5, kas šķīst minerālskābēs, vismaz 75 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst sārmainā amonija citrātā (pēc Džūlija)	Ūdenī šķīstošais K_2O		1. PK mēslošanas līdzeklis, kas nesatur tomasmiltus, kalcinētu fosfātu, alumīnija-kalcija fosfātu, daļēji izšķīdinātu fosfātiezi un fosforītmiltus, jādeklarē atbilstīgi 1), 2) vai 3) pozīcijā norādītajai šķīdībai: — ja ūdenī šķīstošais P_2O_5 nesasniedz 2 %, deklarējama tikai 2) pozīcijā norādītā šķīdība, — ja ūdenī šķīstošais P_2O_5 daudzums ir vismaz 2 %, jādeklarē 3) pozīcijā norādītā šķīdība un jānorāda ūdenī šķīstošā P_2O_5 saturs [1) pozīcijā norādītā šķīdība]. P_2O_5 saturs, kas šķīst tikai minerālskābēs, nedrīkst pārsniegt 2 %. Attiecībā uz šo 1. tipu analizējamā parauga svars 2) un 3) pozīcijā norādītās šķīdības noteikšanai ir 1 g. 2.a) PK mēslošanas līdzeklis, kas satur fosfātmiltus vai daļēji izšķīdinātu fosfātiezi, nedrīkst saturēt tomasmiltus, kalcinētu fosfātu un alumīnija – kalcija fosfātu. To deklarē atbilstīgi 1), 3) un 4) pozīcijā norādītajai šķīdībai. Šā tipa mēslošanas līdzeklim jāsatur: — vismaz 2 % P_2O_5, kas šķīst tikai minerālskābēs [4) pozīcijā norādītā šķīdība], — vismaz 5 % P_2O_5, kas šķīst ūdenī un neitrālā amonija citrātā [3) pozīcijā norādītā šķīdība],	1) Ūdenī šķīstošais kālija oksīds 2) Norāde "mazs hlorīdu saturs" nozīmē, ka maksimālais Cl saturs ir 2 % 3) Var deklarēt hlorīdu saturu

1	2	3	4	5	6
	8) P_2O_5, kas šķīst minerālskābēs, vismaz 55 % no deklarētā P_2O_5 satura šķīst 2 % skudrskābē.			— vismaz 2,5 % ūdenī šķīstošā P_2O_5 [1] pozīcijā norādītā šķīdība]. Šā tipa mēslošanas līdzekļi jārealizē ar apzīmējumu "PK mēslošanas līdzeklis, kas satur fosforītmiltus" vai "PK mēslošanas līdzeklis, kas satur daļēji izšķīdinātu fosfātiezi". Attiecībā uz šo 2. a) tipu analizējamā parauga svars 3) pozīcijā norādītās šķīdības noteikšanai ir 3 g.	
Fosfātu pamatsastāvdaļu daļiņu izmērs: Tomasmilti: vismaz 75 % iet caur sietu ar 0,160 mm acu izmēru Alumīnija-kalcija fosfāts: vismaz 90 % iet caur sietu ar 0,160 mm acu izmēru Kalcinēts fosfāts: vismaz 75 % iet caur sietu ar 0,160 mm acu izmēru Fosforītmilti: vismaz 90 % iet caur sietu ar 0,063 mm acu izmēru Daļēji izšķīdināts fosfātiezis: vismaz 90 % iet caur sietu ar 0,160 mm acu izmēru				2.b) PK mēslošanas līdzeklis, kas satur alumīnija – kalcija fosfātu, nedrīkst saturēt tomasmiltus, kalcinētu fosfātu, fosforītmiltus un daļēji izšķīdinātu fosfātiezi. To deklarē atbilstīgi 1) un 7) pozīcijā norādītajai šķīdībai, no pēdējās atrēķinot šķīdību ūdenī. Šā tipa mēslošanas līdzeklim jāsatur: — vismaz 2 % ūdenī šķīstošā P_2O_5 [1] pozīcijā norādītā šķīdība], — vismaz 5 % P_2O_5 atbilstīgi 7) pozīcijā norādītajai šķīdībai. Šā tipa mēslošanas līdzekļi jārealizē ar apzīmējumu "PK mēslošanas līdzeklis, kas satur alumīnija-kalcija fosfātu". 3. Gadījumā, ja PK mēslošanas līdzeklis satur tikai vienu no šādu tipu fosfātu mēslošanas līdzekļiem — tomasmilti, kalcinēts fosfāts, alumīnija-kalcija fosfāts, fosforītmilti, — pēc tipa apzīmējuma jānorāda fosfāta sastāvdaļa. Deklarācija par P_2O_5 šķīdību jāsniedz atbilstīgi turpmāk minētajai šķīdībai: — par mēslošanas līdzekļiem, kuru pamatā ir tomasmilti: 6. a) pozīcijā norādītā šķīdība (Francija, Itālija, Spānija, Portu-	

1	2	3	4	5	6
				gāle, Grieķija ►M1 , Čehijas Republika, Igaunija, Kipra, Latvija, Lietuva, Ungārija, Malta, Polija, Slovēnija, Slovākija , ◄ ►M3 Bulgārija, Rumānija ◄), 6. b) pozīcijā norādītā šķīdība (Vācija, Beļģija, Dānija, Īrija, Luksemburga, Nīderlande, Apvienotā Karaliste un Austrija), — mēslošanas līdzekļiem, kuru pamatā ir kalcinēts fosfāts: 5) pozīcijā norādītā šķīdība, — mēslošanas līdzekļiem, kuru pamatā ir alumīnija–kalcija fosfāts: 7) pozīcijā norādītā šķīdība, — mēslošanas līdzekļiem, kuru pamatā ir fosforītmilti: 8) pozīcijā norādītā šķīdība.	

C. **Neorganiskie šķidrie mēslošanas līdzekļi**

C.1. *Vienkāršie šķidrie mēslošanas līdzekļi*

Nr.	Tipa apzīmējums	Dati par ražošanas metodi un galvenajām sastāvdaļām	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti) Dati par barības vielu izteikšanu Citas prasības	Citi dati vai tipa apzīmējums	Deklarējamais barības vielas saturs Barības vielu forma un šķīdība Citi kritēriji
1	2	3	4	5	6
1.	Slāpekļa mēslošanas līdzekļa šķīdums	Produktu iegūst ķīmiski vai šķīdinot ūdenī, nepievienojot dzīvnieku vai augu izcelsmes organiskās barības vielas, stabils atmosfēras spiedienā	15 % N Slāpeklis, izteikts kā kopējais slāpeklis, vai – tikai vienas formas gadījumā – nitrātu slāpeklis, amonija slāpeklis vai urīnvielas slāpeklis Maksimālais biureta saturs: urīnvielas N × 0,026		Kopējais slāpeklis un, jebkurai formai ne mazāk par 1 %, nitrātu slāpeklis, amonija slāpeklis un/vai urīnvielas slāpeklis Ja biureta saturs ir mazāks par 0,2 %, var pievienot vārdus “mazs biureta saturs”

▼B

1	2	3	4	5	6
2.	Urīnvielas-amonija nitrāta mēslošanas līdzekļa šķīdums	Produktu iegūst ķīmiski vai šķīdinot ūdeni, satur amonija nitrātu un urīnvielu	26 % N Slāpeklis, izteikts kā kopējais slāpeklis, ja urīnvielas slāpekļa daudzums ir apmēram puse no visa slāpekļa Maksimālais biureta saturs: 0,5 %		Kopējais slāpeklis Nitrātu slāpeklis, amonija slāpeklis un urīnvielas slāpeklis Ja biureta saturs ir mazāks par 0,2 %, var pievienot vārdus "mazs biureta saturs"
3.	Kalcija nitrāta šķīdums	Produkts, kas iegūts, ūdenī izšķīdinot kalcija nitrātu	8 % N Slāpeklis, izteikts kā slāpeklis nitrāta formā, kurā maksimāli 1 % slāpekļa ir amonjaka veidā Kalcijs, izteikts kā ūdenī šķīstošais CaO	Tipa apzīmējumam vajadzības gadījumā var pievienot kādu no šādām norādēm: — lapaugu mēslošanai, — barības vielu šķīdumu gatavošanai, — mēslošanai ar irigāciju.	Kopējais slāpeklis Ūdenī šķīstošais kalcija oksīds 5. slejā minētajiem lietošanas veidiem Pēc izvēles: — slāpeklis nitrātu formā, — slāpeklis amonjaka formā.
4.	Magnija nitrāta šķīdums	Produktu iegūst ķīmiski un izšķīdinot ūdenī kalcija nitrātu	6 % N Slāpeklis, izteikts kā nitrātu slāpeklis 9 % MgO Magnijs, izteikts kā ūdenī šķīstošais magnija oksīds Minimālais pH ir 4		Nitrātu slāpeklis Ūdenī šķīstošais magnija oksīds
5.	Kalcija nitrāta suspensija	Produkts, iegūts suspendējot ūdenī kalcija nitrātu	8 % N Slāpeklis, izteikts kā kopējais vai nitrātu un amonija slāpekļa maksimālais saturs — 1,0 % 14 % CaO Kalcijs, izteikts kā ūdenī šķīstošais CaO	Tipa apzīmējumam vajadzības gadījumā var pievienot kādu no šādām norādēm: — lapaugu mēslošanai, — barības vielu šķīdumu un suspensiju gatavošanai, — mēslošanai ar irigāciju.	Kopējais slāpeklis Nitrātu slāpeklis Ūdenī šķīstošais kalcija oksīds 5. slejā minētajiem lietošanas veidiem
6.	Slāpekļa mēslošanas līdzekļa šķīdums ar formaldehīdurīnvielu	Produktu iegūst ķīmiski vai šķīdinot ūdenī formaldehīdurīnvielu un slāpekļa mēslošanas līdzekli no šīs regulas A.1. saraksta, izņemot 3.a), 3.b) un 5. produktu	18 % N izteikts kā kopējais slāpeklis Vismaz 1/3 no deklarētā kopējā slāpekļa satura jābūt atvasinātai no formaldehīdurīnvielas		Kopējais slāpeklis Katrai formai, kas satur vismaz 1 %: — nitrātu slāpekļa,

1	2	3	4	5	6
			Maksimālais biureta saturs: (Urīnvielas N + formaldehīdurīnvielas N) × 0,026		— amonija slāpekļa, — urīnvielas slāpekļa. Formaldehīdurīnvielas slāpekļa
7.	Slāpekļa mēslošanas līdzekļa suspensija ar formaldehīdurīnvielu	Produktu iegūst ķīmiski vai suspendējot ūdenī formaldehīdurīnvielu un slāpekļa mēslošanas līdzekli no šīs regulas A.1. saraksta, izņemot 3. a), 3. b) un 5. produktu	18 % N, izteikts kā kopējais slāpeklis Vismaz 1/3 no deklarētā kopējā slāpekļa satura jābūt atvasinātai no formaldehīdurīnvielas, no kuras vismaz 3/5 šķīst karstā ūdenī Maksimālais biureta saturs: (Urīnvielas N + formaldehīdurīnvielas N) × 0,026		Kopējais slāpeklis Katrai formai, kas satur vismaz 1 %: — nitrātu slāpekļa, — amonija slāpekļa, — urīnvielas slāpekļa. Formaldehīdurīnvielas slāpeklis Formaldehīdurīnvielas slāpeklis, kas šķīst aukstā ūdenī Formaldehīdurīnvielas slāpeklis, kas šķīst tikai aukstā ūdenī

C.2. *Kombinēti šķidrie mēslošanas līdzekļi*

C.2.1.	Tipa apzīmējums:	NPK mēslošanas līdzekļa šķīdums.
	Dati par ražošanas metodi:	Produktu iegūst ķīmiski vai izšķīdinot ūdenī un nepievienojot dzīvnieku vai augu izcelsmes organiskās barības vielas, stabilā formā atmosfēras spiedienā.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti) un citas prasības:	— Kopā: 15 %, ($N + P_2O_5 + K_2O$), — Par katru barības vielu: 2 % N, 3 % P_2O_5, 3 % K_2O, — Maksimālais biureta saturs: urīnvielas N × 0,026.

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Kopējais slāpeklis 2) Nitrātu slāpeklis 3) Amonija slāpeklis 4) Urīnvielas slāpeklis	Ūdenī šķīstošais P_2O_5	Ūdenī šķīstošais K_2O	1) Kopējais slāpeklis 2) Ja kāda no 2) līdz 4) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām sasniedz vismaz 1 svara %, tā jādeklarē 3) Ja biureta saturs ir mazāks par 0,2 %, var pievienot vārdus "mazs biureta saturs"	Ūdenī šķīstošais P_2O_5	1) Ūdenī šķīstošais P_2O_5 kālija oksīds 2) Vārdus "ar mazu hlorīdu saturu" var lietot tikai tad, ja Cl saturs nepārsniedz 2 % 3) Var deklarēt hlorīdu saturu

C.2.2.	Tipa apzīmējums:	NPK mēslošanas līdzekļa suspensija.
	Dati par ražošanas metodi:	Produkts šķidrā formā, kurā barības vielas ir atvasinātas no vielām ūdens suspensijā vai šķīdumā, nepievienojot organiskās dzīvnieku vai augu izcelsmes barības vielas.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti) un citas prasības:	— Kopā: 20 %, ($N + P_2O_5 + K_2O$), — Par katru barības vielu: 3 % N, 4 % P_2O_5, 4 % K_2O, — Maksimālais biureta saturs: urīnvielas N × 0,026.

▼B

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Kopējais slāpeklis 2) Nitrātu slāpeklis 3) Amonija slāpeklis 4) Urīnvielas slāpeklis	1) Ūdenī šķīstošais P_2O_5 2) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā 3) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā un ūdenī	Ūdenī šķīstošais K_2O	1) Kopējais slāpeklis 2) Ja kāda no 2) līdz 4) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām sasniedz vismaz 1 svara %, tā jādeklarē 3) Ja biureta saturs ir mazāks par 0,2 %, var pievienot vārdus "mazs biureta saturs"	Mēslošanas līdzekļi nedrīkst saturēt tomasmiltus, alumīnija-kalcija fosfātu, kalcinētus fosfātus, daļēji izšķīdinātus fosfātus vai fosfātiežus 1) Ja ūdenī šķīstošā P_2O_5 saturs ir mazāks nekā 2 %, deklarē tikai 2) pozīcijā norādīto šķīdību 2) Ja ūdenī šķīstošais P_2O_5 ir vismaz 2 %, deklarē 3) pozīcijā norādīto šķīdību un ūdenī šķīstošo P_2O_5 saturu	1) Ūdenī šķīstošais kālija oksīds 2) Vārdus "ar mazu hlorīdu saturu" var lietot tikai tad, ja Cl saturs nepārsniedz 2 % 3) Var deklarēt hlorīdu saturu

C2.3.	Tipa apzīmējums:	NP mēslošanas līdzekļa šķīdums.
	Dati par ražošanas metodi:	Produktu iegūst ķīmiski vai šķīdinot ūdenī un nepievienojot dzīvnieku vai augu izcelsmes organiskās barības vielas, stabilā formā atmosfēras spiedienā.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti):	— Kopā: 18 %, ($N + P_2O_5$), — Par katru barības vielu: 3 % N, 5 % P_2O_5, — Maksimālais biureta saturs: urīnvielas N × 0,026.

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Kopējais slāpeklis 2) Nitrātu slāpeklis 3) Amonija slāpeklis 4) Urīnvielas slāpeklis	Ūdenī šķīstošais P_2O_5		1) Kopējais slāpeklis 2) Ja kāda no 2) līdz 4) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām sasniedz vismaz 1 svara %, tā jādeklarē. 3) Ja biureta saturs ir mazāks par 0,2 %, var pievienot vārdus "mazs biureta saturs"	Ūdenī šķīstošais P_2O_5	

C.2.4.	Tipa apzīmējums:	NP mēslošanas līdzekļa suspensija.
	Dati par ražošanas metodi:	Produkts šķidrā formā, kurā barības vielas ir atvasinātas no vielām ūdens šķīdumā vai suspensijā, nepievienojot organiskās dzīvnieku vai augu izcelsmes barības vielas.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti):	— Kopā: 18 %, ($N + P_2O_5$), — Par katru barības vielu: 3 % N, 5 % P_2O_5, — Maksimālais biureta saturs: urīnvielas N × 0,026.

▼B

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Kopējais slāpeklis 2) Nitrātu slāpeklis 3) Amonija slāpeklis 4) Urīnvielas slāpeklis	1) Ūdenī šķīstošais P_2O_5 2) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā 3) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā un ūdenī		1) Kopējais slāpeklis 2) Ja kāda no 2) līdz 4) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām ir vismaz 1 svara %, tā jādeklarē. 3) Ja biureta saturs ir mazāks par 0,2 %, var pievienot vārdus "mazs biureta saturs"	1) Ja ūdenī šķīstošā P_2O_5 saturs ir mazāks nekā 2 %, deklarē tikai 2) pozīcijā norādīto šķīdību 2) Ja ūdenī šķīstošais P_2O_5 ir vismaz 2 %, deklarē 3) pozīcijā norādīto šķīdību un ūdenī šķīstošo P_2O_5 saturu Mēslošanas līdzekļi nedrīkst saturēt tomasmiltus, alumīnija-kalcija fosfātu, kalcinētus fosfātus, daļēji izšķīdinātus fosfātus vai fosfātiežus	

C.2.5.	Tipa apzīmējums:	NK mēslošanas līdzekļa šķīdums.
	Dati par ražošanas metodi:	Produktu iegūst ķīmiski vai izšķīdinot ūdenī, nepievienojot dzīvnieku vai augu izcelsmes organiskās barības vielas, stabilā formā atmosfēras spiedienā.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti):	— Kopā: 15 % (N + K_2O), — Par katru barības vielu: 3 % N, 5 % K_2O, — Maksimālais biureta saturs: urīnvielas N × 0,026.

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Kopējais slāpeklis 2) Nitrātu slāpeklis 3) Amonija slāpeklis 4) Urīnvielas slāpeklis		Ūdenī šķīstošais K_2O	1) Kopējais slāpeklis 2) Ja kāda no 2) līdz 4) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām sasniedz vismaz 1 svara %, tā jādeklarē 3) Ja biureta saturs ir mazāks par 0,2 %, var pievienot vārdus "mazs biureta saturs"		1) Ūdenī šķīstošais kālija oksīds 2) Vārdus "ar mazu hlorīdu saturu" var lietot tikai tad, ja Cl saturs nepārsniedz 2 % 3) Var deklarēt hlorīdu saturu

C.2.6.	Tipa apzīmējums:	NK mēslošanas līdzekļa suspensija.
	Dati par ražošanas metodi:	Produkts šķidrā formā, kurā barības vielas ir atvasinātas no vielām ūdens šķīdumā vai suspensijā, nepievienojot dzīvnieku vai augu izcelsmes organiskās barības vielas.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti):	— Kopā: 18 % (N + K_2O), — Par katru barības vielu: 3 % N, 5 % K_2O, — Maksimālais biureta saturs: urīnvielas N × 0,026.

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
1) Kopējais slāpeklis 2) Nitrātu slāpeklis 3) Amonija slāpeklis 4) Urīnvielas slāpeklis		Ūdenī šķīstošais K_2O	1) Kopējais slāpeklis 2) Ja kāda no 2) līdz 4) pozīcijā norādītajām slāpekļa formām sasniedz vismaz 1 svara %, tā jādeklarē 3) Ja biureta saturs ir mazāks par 0,2 %, var pievienot vārdus "mazs biureta saturs"		1) Ūdenī šķīstošais kālija oksīds 2) Vārdus "ar mazu hlorīdu saturu" var lietot tikai tad, ja Cl saturs nepārsniedz 2 % 3) Var deklarēt hlorīdu saturu

C.2.7.	Tipa apzīmējums:	PK mēslošanas līdzekļa šķīdums.
	Dati par ražošanas metodi:	Produktu iegūst ķīmiski vai izšķīdinot ūdenī un nepievienojot dzīvnieku vai augu izcelsmes organiskās barības vielas.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti):	— Kopā: 18 % (P_2O_5 + K_2O), — Par katru barības vielu: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	Ūdenī šķīstošais P_2O_5	Ūdenī šķīstošais K_2O		Ūdenī šķīstošais P_2O_5	1) Ūdenī šķīstošais kālija oksīds 2) Vārdus "ar mazu hlorīdu saturu" var lietot tikai tad, ja Cl saturs nepārsniedz 2 % 3) Var deklarēt hlorīdu saturu

C.2.8.	Tipa apzīmējums:	PK mēslošanas līdzekļa suspensija.
	Dati par ražošanas metodi:	Produkts šķidrā formā, kurā barības vielas ir atvasinātas no vielām ūdens šķīdumā vai suspensijā, nepievienojot dzīvnieku vai augu izcelsmes organiskās barības vielas.
	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti):	— Kopā: 18 % (P_2O_5 + K_2O), — Par katru barības vielu: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Forma, šķīdība un barības vielu saturs, kas jādeklarē, kā noteikts 4., 5. un 6. slejā Daļiņu izmērs			Dati mēslošanas līdzekļu identificēšanai Citas prasības		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	1) Ūdenī šķīstošais P_2O_5 2) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā 3) P_2O_5, kas šķīst neitrālā amonija citrātā un ūdenī	Ūdenī šķīstošais K_2O		1) Ja ūdenī šķīstošais P_2O_5 ir mazāk nekā 2 %, deklarē tikai 2) pozīcijā norādīto šķīdību) 2) Ja ūdenī šķīstošais P_2O_5 ir vismaz 2 %, deklarē 3) pozīcijā norādīto šķīdību un ūdenī šķīstošo P_2O_5 saturu Mēslošanas līdzekļi nedrīkst saturēt tomasmiltus, alumīnija-kalcija fosfātu, kalcinētus fosfātus, daļēji izšķīdinātus fosfātus vai fosfātiežus	1) Ūdenī šķīstošais kālija oksīds 2) Vārdus "ar mazu hlorīdu saturu" var lietot tikai tad, ja Cl saturs nepārsniedz 2 % 3) Var deklarēt hlorīdu saturu

D. **Neorganiskie sekundāro barības vielu mēslošanas līdzekļi**

Nr.	Tipa apzīmējums	Dati par ražošanas metodi un galvenajām sastāvdaļām	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti) Dati par barības vielu izteikšanu Citas prasības	Citi dati vai tipa apzīmējums	Deklarējamais barības vielas saturs Barības vielu forma un šķīdība Citi kritēriji
1	2	3	4	5	6
1.	Kalcija sulfāts	Dabīgs vai rūpnieciski iegūts produkts, kas satur kalcija sulfātu ar dažādu hidratācijas pakāpi	25 % CaO 35 % SO_3 Kalcijs un sērs, izteikts kā kopējais CaO + SO_3 Maluma smalkums: — vismaz 80 % iet caur sietu ar 2 mm acu platumu, — vismaz 99 % iet caur sietu ar 10 mm acu platumu	Var pievienot parastos komercnosaukumus	Kopējais sēra trioksīds Pēc izvēles: kopējais CaO

▼B

1	2	3	4	5	6
2.	Kalcija hlorīda šķīdums	Rūpnieciski iegūts kalcija hlorīda šķīdums	12 % CaO Kalcijs, izteikts kā ūdenī šķīstošais CaO		Kalcija oksīds Pēc izvēles: augu apsmidzināšanai
3.	Elementārais sērs	Salīdzinoši attīrīts dabisks vai rūpnieciskis produkts	98 % S (245 %: SO_3) Sērs, izteikts kā kopējais SO_3		Kopējais sēra trioksīds
4.	Kizerīts	Minerālas izcelsmes produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir magnija sulfāta monohidrāts	24 % MgO 45 % SO_3 Magnijs un sērs, izteikts kā ūdenī šķīstošais magnija oksīds un sēra trioksīds	Var pievienot parastos komercnosaukumus	Ūdenī šķīstošais magnija oksīds Pēc izvēles: ūdenī šķīstošais sēra trioksīds
5.	Magnija sulfāts	Produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir magnija sulfāta heptahidrāts	15 % MgO 28 % SO_3 Magnijs un sērs, izteikts kā ūdenī šķīstošais magnija oksīds un sēra trioksīds	Var pievienot parastos komercnosaukumus	Ūdenī šķīstošais magnija oksīds Pēc izvēles: ūdenī šķīstošais sēra trioksīds
5.1.	Magnija sulfāta šķīdums	Produkts, ko iegūst izšķīdinot ūdenī rūpnieciski iegūtu magnija sulfātu	5 % MgO 10 % SO_3 Magnijs un sērs, izteikts kā ūdenī šķīstošais magnija oksīds un ūdenī šķīstošais sēra trioksīds	Var pievienot parastos komercnosaukumus	Ūdenī šķīstošais magnija oksīds Pēc izvēles: ūdenī šķīstošais sērskābes anhidrīds
5.2.	Magnija hidroksīds	Produktu iegūst ķīmiski, un tā galvenā sastāvdaļa ir magnija hidroksīds	60 % MgO Daļiņu izmērs: vismaz 99 % iet caur sietu ar 0,063 mm acu izmēru		Kopējais magnija oksīds
5.3.	Magnija hidroksīda suspensija	Produkts, iegūts suspendējot 5.2. tipu	24 % MgO		Kopējais magnija oksīds
6.	Magnija hlorīda šķīdums	Produkts, ko iegūst izšķīdinot rūpnieciski iegūtu magnija hlorīdu	13 % MgO Magnijs, izteikts kā magnija oksīds Maksimālais kalcija saturs: 3 % CaO		Magnija oksīds

E. **Neorganiskie mēslošanas līdzekļi ar mikroelementiem**

Paskaidrojums: Uz visu E. daļu attiecināmas šādas piezīmes.

1. piezīme: Helatējošu aģentu var apzīmēt saīsināti, kā noteikts E.3. iedaļā.

2. piezīme: Ja pēc produkta izšķīdināšanas ūdenī nepaliek ciets atlikums, to var apzīmēt kā "šķīstošu".

3. piezīme: Ja mikroelements ir helatētā formā, norāda pH diapazonu, kāds garantē helatētās frakcijas pieņemamu stabilitāti.

E.1. *Mēslošanas līdzekļi, kas satur tikai vienu mikroelementu*

E.1.1. *Bors*

Nr.	Tipa apzīmējums	Dati par ražošanas metodi un galvenajām sastāvdaļām	Minimālais barības vielu saturs (svara procentuālais sastāvs). Dati par barības vielu izteikšanu Citas prasības	Citi tipa apzīmēšanas dati	Deklarējamais barības vielas saturs Barības vielu forma un šķīdība Citi kritēriji
1	2	3	4	5	6
1.a	Borskābe	Produkts, ko iegūst, ar skābi iedarbojoties uz borātu	14 % ūdenī šķīstošs B	Var pievienot parastos komercnosaukumus	Ūdenī šķīstošais bors (B)
1.b	Nātrija borāts	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir nātrija borāts	10 % ūdenī šķīstošs B	Var pievienot parastos komercnosaukumus	Ūdenī šķīstošais bors (B)
1.c	Kalcija borāts	Produktu iegūst no kolemanīta vai pandermīta, kuru galvenā sastāvdaļa ir kalcija borāti	7 % kopējais B Daļiņu izmērs: vismaz 98 % iet caur sietu ar 0,063 mm acu izmēru	Var pievienot parastos komercnosaukumus	Kopējais bors (B)
1.d	Bora etanolamīns	Produktu iegūst, borskābei reaģējot ar etanolamīnu	8 % ūdenī šķīstošs B		Ūdenī šķīstošais bors (B)
1.e	Bora mēslošanas līdzekļa šķīdums	Produktu iegūst, šķīdinot 1.a un/vai 1.b un/vai 1.d	2 % ūdenī šķīstošs B	Apzīmējumā jāiekļauj sastāvdaļu nosaukumi	Ūdenī šķīstošais bors (B)
1.f	Bora mēslošanas līdzekļa suspensija	Produktu iegūst, suspendējot 1.a un/vai 1.b un/vai 1.d	2 % ūdenī šķīstošs B	Apzīmējumā jāiekļauj sastāvdaļu nosaukumi	Ūdenī šķīstošais bors (B)

▼B

E.1.2. *Kobalts*

Nr.	Tipa apzīmējums	Dati par ražošanas metodi un galvenajām sastāvdaļām	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti) Dati par barības vielu izteikšanu Citas prasības	Citi tipa apzīmēšanas dati	Deklarējamais barības vielas saturs Barības vielu forma un šķīdība Citi kritēriji
1	2	3	4	5	6
2.a	Kobalta sāls	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir kobalta minerālsāls	19 % ūdenī šķīstošais Co	Apzīmējumā jāiekļauj minerālanjona nosaukums	Ūdenī šķīstošais kobalts (Co)
2.b	Kobalta helāts	Ūdenī šķīstošs produkts, ko iegūst no kobalta un helātus veidojošā aģenta	2 % ūdenī šķīstošā kobalta, no kura vismaz 8/10 no deklarētā lieluma ir helatētā formā	Helātus veidojošā aģenta nosaukums	Ūdenī šķīstošais kobalts (Co) Helatēts kobalts (Co)
2.c	Kobalta mēslošanas līdzekļa šķīdums	Produktu iegūst, šķīdinot ūdenī 2.a tipu un/vai vienu no 2.b tipiem	2 % ūdenī šķīstošs Co	Apzīmējumā jāiekļauj: 1) minerālanjona(-u) nosaukums(-i); 2) helātus veidojošā aģenta nosaukums, ja tāds ir	Ūdenī šķīstošais kobalts (Co) Helatēts kobalts (Co), ja tāds ir

E.1.3. *Varš*

Nr.	Tipa apzīmējums	Dati par ražošanas metodi un galvenajām sastāvdaļām	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti) Dati par barības vielu izteikšanu Citas prasības	Citi tipa apzīmēšanas dati	Deklarējamais barības vielas saturs Barības vielu forma un šķīdība Citi kritēriji
1	2	3	4	5	6
3.a	Vara sāls	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir vara minerālsāls	20 % ūdenī šķīstošs Cu	Apzīmējumā jāiekļauj minerālanjona nosaukums	Ūdenī šķīstošais varš (Cu)
3.b	Vara oksīds	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir vara oksīds	70 % kopējais Cu Daļiņu izmērs: vismaz 98 % iet caur sietu ar 0,063 mm acu izmēru		Kopējais varā (Cu)

▼B

1	2	3	4	5	6
3.c	Vara hidroksīds	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir vara hidroksīds	45 % kopējais Cu Daļiņu izmērs: vismaz 98 % iet caur sietu ar 0,063 mm acu izmēru		Kopējais varš (Cu)
3.d	Vara helāts	Ūdenī šķīstošs produkts, ko iegūst no vara un helātus veidojošā aģenta	9 % ūdenī šķīstošā Cu, no kura vismaz 8/10 no deklarētā lieluma ir helatētā formā	Helātus veidojošā aģenta nosaukums	Ūdenī šķīstošais varš (Cu) Helatētais varš (Cu)
3.e	Mēslošanas līdzeklis, kura pamatā ir varš	Produktu iegūst, sajaucot 3.a un/vai 3.b un/vai 3.c un/vai tikai vienu 3.d tipu un pēc vajadzības pildvielu, kas nav barības viela un nav toksiska	5 % kopējais Cu	Apzīmējumā jāiekļauj: 1) vara sastāvdaļu nosaukums(-i); 2) helātus veidojošā aģenta nosaukums, ja tāds ir	Kopējais varš (Cu) Ūdenī šķīstošs varš (Cu), ja tas ir vismaz ¼ no kopējā vara Helatēts varš (Cu), ja tāds ir
3.f	Vara mēslošanas līdzekļa šķīdums	Produktu iegūst, šķīdinot ūdenī 3.a tipu un/vai vienu no 3.d tipiem	3 % ūdenī šķīstošs Cu	Apzīmējumā jāiekļauj: 1) minerālanjona(u) nosaukums(i); 2) helātus veidojošā aģenta nosaukums, ja tāds ir	Ūdenī šķīstošais varš (Cu) Helatēts varš (Cu), ja tāds ir
3.g	Vara oksihlorīds	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir vara oksihlorīds [$Cu_2Cl(OH)_3$]	50 % kopējais Cu Daļiņu izmērs: vismaz 98 % iet caur sietu ar 0,063 mm acu izmēru		Kopējais varš (Cu)
3.h	Vara oksihlorīda suspensija	Produktu iegūst, suspendējot 3.g tipu	17 % kopējais Cu		Kopējais varš (Cu)

▼M4

E.1.4. *Dzelzs*

Nr.	Tipa apzīmējums	Dati par ražošanas metodi un galvenajām sastāvdaļām	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti) Dati par barības vielu izteikšanu Citas prasības	Citi tipa apzīmēšanas dati	Deklarējamais barības vielas saturs Barības vielu forma un šķīdība Citi kritēriji
1	2	3	4	5	6
4a	Dzelzs sāls	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir dzels minerālsāls	12 % ūdenī šķīstoša Fe	Apzīmējumā jāiekļauj minerālanjona nosaukums	Ūdenī šķīstoša dzelzs (Fe)

▼M4

1	2	3	4	5	6
4b	Dzelzs helāts	Ūdenī šķīstošs produkts, ko iegūst ķīmiskā reakcijā no dzelzs un helātus veidojošiem aģentiem, kas minēti sarakstā I pielikuma E.3. iedaļā	5 % ūdenī šķīstošās dzelzs, no kuras vismaz 80 % ir helatētā frakcija un vismaz 50 % ūdenī šķīstošās dzelzs ir helatēta ar deklarētu(-iem) helātus veidojošu(-iem) aģentu(-iem)	Nosaukumi katram helātus veidojošam aģentam, kas minēti I pielikuma E3.1. iedaļā, un kuri helatē ne mazāk kā 1 % ūdenī šķīstošās dzelzs	Ūdenī šķīstoša dzelzs (Fe) Dzelzs (Fe), helatēta ar katru helātus veidojošu aģentu, kas deklarēts tipa apzīmējumā un kuru var identificēt un noteikt tā daudzumu, izmantojot Eiropas standartu
4c	Dzelzs mēslošanas līdzekļa šķīdums	Produktu iegūst, šķīdinot ūdenī 4.a tipu un/vai vienu no 4.b tipiem	2 % ūdenī šķīstoša Fe	Apzīmējumā jāiekļauj: 1) minerālanjona(-u) nosaukums(-i); 2) tāda helātus veidojošā aģenta nosaukums, ja tāds ir, kurš helatē vismaz 1 % ūdenī šķīstošas dzelzs (Fe)	Ūdenī šķīstoša dzelzs (Fe) Helatēta dzelzs (Fe), ja tāda ir Dzelzs (Fe), helatēta ar katru helātus veidojošu aģentu, kas deklarēts tipa apzīmējumā un kuru var identificēt un noteikt tā daudzumu, izmantojot Eiropas standartu

▼B

E.1.5. *Mangāns*

Nr.	Tipa apzīmējums	Dati par ražošanas metodi un galvenajām sastāvdaļām	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti) Dati par barības vielu izteikšanu Citas prasības	Citi tipa apzīmēšanas dati	Deklarējamais barības vielas saturs Barības vielu forma un šķīdība Citi kritēriji
1	2	3	4	5	6
5.a	Mangāna sāls	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir mangāna (II) sāls	17 % ūdenī šķīstošais Mn	Apzīmējumā jāiekļauj asociētā anjona nosaukums	Ūdenī šķīstošais mangāns (Mn)
5.b	Mangāna helāts	Ūdenī šķīstošs produkts, ko iegūst no mangāna un helātus veidojošā aģenta	5 % ūdenī šķīstošā Mn, no kura vismaz 8/10 no deklarētā lieluma ir helatētā formā	Helātus veidojošā aģenta nosaukums	Ūdenī šķīstošais mangāns (Mn) Helatēts mangāns (Mn)
5.c	Mangāna oksīds	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir mangāna oksīdi	40 % kopējais Mn Daļiņu izmērs: vismaz 80 % iet caur sietu ar 0,063 mm acu izmēru		Kopējais mangāns (Mn)

▼B

1	2	3	4	5	6
5.d	Mēslošanas līdzeklis, kura pamatā ir mangāns	Produktu iegūst, samaisot 5.a un 5.c tipus	17 % kopējais Mn	Apzīmējumā jāiekļauj mangāna sastāvdaļu nosaukums	Kopējais mangāns (Mn) Ūdenī šķīstošs mangāns (Mn), ja tas ir vismaz ¼ no kopēja mangāna satura
5.e	Mēslošanas līdzekļa šķīdums, kura pamatā ir mangāns	Produktu iegūst, šķīdinot ūdenī 5.a tipu un/vai vienu no 5.b tipiem	3 % ūdenī šķīstošs Mn	Apzīmējumā jāiekļauj: 1) minerālanjona(-u) nosaukums(-i); 2) helātus veidojošā aģenta nosaukums, ja tāds ir	Ūdenī šķīstošais mangāns (Mn) Helatēts mangāns (Mn), ja tāds ir

E.1.6. *Molibdēns*

Nr.	Tipa apzīmējums	Dati par ražošanas metodi un galvenajām sastāvdaļām	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti) Dati par barības vielu izteikšanu Citas prasības	Citi tipa apzīmēšanas dati	Deklarējamais barības vielas saturs Barības vielu forma un šķīdība Citi kritēriji
1	2	3	4	5	6
6.a	Nātrija molibdāts	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir nātrija molibdāts	35 % ūdenī šķīstošs Mo		Ūdenī šķīstošais molibdēns (Mo)
6.b	Amonija molibdāts	Ķīmiski iegūts produkts, kā galvenā sastāvdaļa ir amonija molibdātu	50 % ūdenī šķīstošs Mo		Ūdenī šķīstošais molibdēns (Mo)
6.c	Mēslošanas līdzeklis, kura pamatā ir molibdēns	Produktu iegūst, sajaucot 6.a un 6.b tipu	35 % ūdenī šķīstošs Mo	Apzīmējumā jāiekļauj molibdēna sastāvdaļu nosaukums	Ūdenī šķīstošais molibdēns (Mo)
6.d	Mēslošanas līdzekļa šķīdums, kura pamatā ir molibdēns	Produktu iegūst, šķīdinot ūdenī 6.a tipu un/vai vienu no 6.b tipiem	3 % ūdenī šķīstošs Mo	Apzīmējumā jāiekļauj molibdēna sastāvdaļas(-u) nosaukums(-i)	Ūdenī šķīstošais molibdēns (Mo)

▼B

E.1.7. *Cinks*

Nr.	Tipa apzīmējums	Dati par ražošanas metodi un galvenajām sastāvdaļām	Minimālais barības vielu saturs (svara procenti) Dati par barības vielu izteikšanu Citas prasības	Citi tipa apzīmēšanas dati	Deklarējamais barības vielas saturs Barības vielu forma un šķīdība Citi kritēriji
1	2	3	4	5	6
7.a	Cinka sāls	Produktu iegūst ķīmiski, un tā galvenā sastāvdaļa ir cinka minerālsāls	15 % ūdenī šķīstošs Zn	Apzīmējumā jāiekļauj minerālanjona nosaukums	Ūdenī šķīstošais cinks (Zn)
7.b	Cinka helāts	Ūdenī šķīstošs produkts, ko iegūst no cinka un helātus veidojošā aģenta	5 % ūdenī šķīstošā Zn, no kura vismaz 8/10 no deklarētā satura ir helatētā formā	Helātus veidojošā aģenta nosaukums	Ūdenī šķīstošais cinks (Zn) Helatēts cinks (Zn)
7.c	Cinka oksīds	Ķīmiski iegūts produkts, kura galvenā sastāvdaļa ir cinka oksīds	70 % kopējais Zn Daļiņu izmērs: vismaz 80 % iet caur sietu ar 0,063 mm acu izmēru		Kopējais cinka (Zn)
7.d	Mēslošanas līdzeklis, kura pamatā ir cinks	Produktu iegūst, sajaucot 7.a un 7.c tipus	30 % kopējais Zn	Apzīmējumā jāiekļauj cinka sastāvdaļu nosaukums	Kopējais cinks (Zn) Ūdenī šķīstošs cinks (Zn), ja tas ir vismaz ¼ no kopējā cinka (Zn) satura
7.e	Mēslošanas līdzekļa šķīdums, kura pamatā ir cinks	Produktu iegūst, šķīdinot ūdenī 7.a tipu un/vai vienu no 7.b tipiem	3 % ūdenī šķīstošs Zn	Apzīmējumā jāiekļauj: 1) minerālanjona(-u) nosaukums(-i); 2) helātus veidojošā aģenta nosaukums, ja tāds ir	Ūdenī šķīstošais cinks (Zn) Helatēts cinks (Zn), ja tāds ir

▼B

E.2. *Minimālais mikroelementu saturs, svara % no mēslošanas līdzekļu svara*

E.2.1. *Mikroelementu cietie vai šķidrie maisījumi*

	Ja mikroelements ir	
	tikai minerālā formā	helatēts vai kompleksēts
Mikroelements		
Bors (B)	0,2	0,2
Kobalts (Co)	0,02	0,02
Varš (Cu)	0,5	0,1
Dzelzs (Fe)	2,0	0,3
Mangāns (Mn)	0,5	0,1
Molibdēns (Mo)	0,02	—
Cinks (Zn)	0,5	0,1

Minimālais kopējais mikroelementa daudzums cietā maisījumā: 5 % no mēslošanas līdzekļa masas.

Minimālais kopējais mikroelementa daudzums šķidrā maisījumā: 2 % no mēslošanas līdzekļa masas.

E.2.2. *EK mēslošanas līdzekļi, kas satur primārās un/vai sekundārās barības vielas ar mikroelementiem un ko lieto augsnei*

	Kultūraugiem vai ganību zālei	Dārzkopībai
Bors (B)	0,01	0,01
Kobalts (Co)	0,002	—
Varš (Cu)	0,01	0,002
Dzelzs (Fe)	0,5	0,02
Mangāns (Mn)	0,1	0,01
Molibdēns (Mo)	0,001	0,001
Cinks (Zn)	0,01	0,002

E.2.3. *EK mēslošanas līdzekļi, kas satur primārās un/vai sekundārās barības vielas ar mikroelementiem un ko lieto lapu apsmidzināšanai*

Bors (B)	0,010
Kobalts (Co)	0,002
Varš (Cu)	0,002
Dzelzs (Fe)	0,020
Mangāns (Mn)	0,010
Molibdēns (Mo)	0,001
Cinks (Zn)	0,002

▼M4

E3. *Atļauto mikroelementu organisko helātus un kompleksus veidojošo aģentu saraksts*

Atļautas ir šādas vielas, ja to atbilstošais uzturvielu helāts atbilst Padomes Direktīvas 67/548/EEK prasībām ([1]).

E3.1. *Helātus veidojošie aģenti* ([2])

Šādu savienojumu skābe vai nātrija, kālija vai amonija sāļi:

			Skābes *CAS* numurs ([3])
etilēndiamīntetraetiķskābe	*EDTA*	$C_{10}H_{16}O_8N_2$	60-00-4
2-hidroksietiletilēndiamīntrietiķskābe	*HEEDTA*	$C_{10}H_{18}O_7N_2$	150-39-0
dietilēntriamīnpentaetiķskābe	*DTPA*	$C_{14}H_{23}O_{10}N_3$	67-43-6
etilēndiamīns-N, N′-di [(orto-hidroksifenil)etiķskābe]	*[o,o] EDDHA*	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	1170-02-1
etilēndiamīns-N-[(orto-hidroksifenil)etiķskābe]-N′-[(para-hidroksifenil) etiķskābe]	*[o,p] EDDHA*	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	475475-49-1
etilēndiamīns-N, N′-di [(orto-hidroksi-metilfenil)etiķskābe]	*[o,o] EDDHMA*	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641632-90-8
etilēndiamīns-N-[(orto-hidroksi-metilfenil)etiķskābe]-N′-[(para-hidroksi-metilfenil)etiķskābe]	*[o,p] EDDHMA*	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641633-41-2
etilēndiamīns-N, N′-di [(5-karboksi-2-hidroksifenil)etiķskābe]	*EDDCHA*	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$	85120-53-2
etilēndiamīns-N, N′-di [(2-hidroksi-5-sulfofenil) etiķskābe] un tās kondensācijas produkti	*EDDHSA*	$C_{18}H_{20}O_{12}N_2S_2$ + n* ($C_{12}H_{14}O_8N_2S$)	57368-07-7 un 642045-40-7

E3.2. *Kompleksus veidojošie aģenti:*

Saraksts jāizveido.

▼M5

F. **Nitrifikācijas un ureāzes inhibitori**

Ureāzes un nitrifikācijas inhibitorus, kas uzskaitīti F.1. un F.2. tabulā, drīkst pievienot slāpekļa mēslošanas līdzekļiem, kas uzskaitīti I pielikuma A.1., B.1., B.2., B.3., C.1. un C.2. daļā, ja tiek ievēroti šādi noteikumi:

1) vismaz 50 % kopējā slāpekļa satura mēslošanas līdzeklī sastāv no 3. slejā norādītā slāpekļa veida;

2) tie nav no 4. slejā uzskaitītajiem mēslošanas līdzekļu tipiem.

Mēslošanas līdzekļiem, kuriem pievienots F.1. tabulā minēts nitrifikācijas inhibitors, to tipa apzīmējumam jāpievieno vārdi "ar nitrifikācijas inhibitoru ([nitrifikācijas inhibitora tipa apzīmējums])".

([1]) OV 196, 16.8.1967., 1. lpp.
([2]) Helātus veidojošie aģenti ir jāidentificē un jānosaka to daudzums, izmantojot Eiropas standartus, kas attiecas uz minētajiem helātus veidojošajiem aģentiem.
([3]) Tikai informācijai.

▼**M5**

Mēslošanas līdzekļiem, kuriem pievienots F.2. tabulā minēts ureāzes inhibitors, to tipa apzīmējumam jāpievieno vārdi "ar ureāzes inhibitoru ([ureāzes inhibitora tipa apzīmējums])".

Par tirdzniecību atbildīgā persona katram iepakojumam vai beramai kravai pievieno iespējami pilnīgu tehnisko informāciju. Šai informācijai jāļauj lietotājam noteikt izmantošanas apjomu un laiku atkarībā no audzētās kultūras.

Jaunus nitrifikācijas vai ureāzes inhibitorus var ietvert attiecīgi F.1. vai F.2. tabulā pēc to tehniskā raksturojuma novērtēšanas saskaņā ar šiem savienojumiem izstrādātajām vadlīnijām.

F.1. *Nitrifikācijas inhibitori*

Nr.	Tipa apzīmējums un nitrifikācijas inhibitora sastāvs	Minimālais un maksimālais inhibitora saturs masas procentos no kopējā amonija slāpekļa, kurš ir amonija slāpekļa un karbamīda slāpekļa veidā	EK mēslošanas līdzekļu tipi, kuriem inhibitoru nevar izmantot	Nitrifikācijas inhibitoru apraksts, kurus atļauts piemaisīt Dati par atļauto saturu
1	2	3	4	5
1	Diciandiamīds *Elincs* Nr. 207-312-8	Minimāli 2,25 Maksimāli 4,5		

F.2. *Ureāzes inhibitori*

Nr.	Tipa apzīmējums un ureāzes inhibitora sastāvs	Minimālais un maksimālais inhibitora saturs masas procentos no kopējā slāpekļa, kas ir karbamīda slāpekļa veidā	EK mēslošanas līdzekļu tipi, kuriem inhibitoru nevar izmantot	Ureāzes inhibitoru apraksts, kurus atļauts piemaisīt Dati par atļauto saturu
1	2	3	4	5
1	N-(n-butil) tiofosfora triamīds (NBPT) *Elincs* Nr. 435-740-7	Minimāli 0,09 Maksimāli 0,20		

▼B

II PIELIKUMS

PIELAIDES

Šajā pielikumā dotās pielaides ir negatīvi lielumi, izteiktas masas procentos.

Attiecībā uz deklarēto barības vielu saturu dažādos EK mēslošanas līdzekļu tipos atļautās pielaides ir šādas:

1. **Neorganisko vienkāršo barības vielu mēslošanas līdzekļu absolūtais lielums masas procentos, izteikts kā N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl**

1.1. *Slāpekļa mēslošanas līdzekļi*

Kalcija nitrāts	0,4
Kalcija-magnija nitrāts	0,4
Nātrija nitrāts	0,4
Čīles salpetris	0,4
Kalcija ciānamīds	1,0
Kalcija ciānamīds ar nitrātiem	1,0
Amonija sulfāts	0,3
Amonija nitrāts vai kalcija amonija nitrāts:	
— līdz 32 % ieskaitot	0,8
— vairāk nekā 32 %	0,6
Amonija sulfātnitrāts	0,8
Magnija sulfonitrāts	0,8
Magnija amonija nitrāts	0,8
Urīnviela	0,4
Kalcija nitrāta suspensija	0,4
Slāpekļa mēslošanas līdzekļa šķīdums ar formaldehīdurīnvielu	0,4
Slāpekļa mēslošanas līdzekļa suspensija ar formaldehīdurīnvielu	0,4
Amonija sulfāturīnviela	0,5
Slāpekļa mēslošanas līdzekļa šķīdums	0,6
Amonija nitrāta – urīnvielas šķīdums	0,6

1.2. *Fosfātu mēslošanas līdzekļi*

Tomasmilti:

— deklarācija izteikta 2 % masas intervālā	0,0
— deklarācija izteikta kā vesels skaitlis	1,0

Citi fosfātu mēslošanas līdzekļi

P_2O_5 šķīdība	(mēslošanas līdzekļa numurs I pielikumā)	
— minerālskābē	(3, 6, 7)	0,8
— skudrskābē	(7)	0,8
— neitrālā amonija citrātā	(2a, 2b, 2c)	0,8

▼B

P_2O_5 šķīdība	(mēslošanas līdzekļa numurs I pielikumā)	
— sārmainā amonija citrātā	(4, 5, 6)	0,8
— ūdenī	(2a, 2b, 3)	0,9
	(2c)	1,3

1.3. *Kālija mēslošanas līdzekļi*

Kainīts	1,5
Bagātināts kainīts	1,0
Kālija hlorīds:	
— līdz 55 % ieskaitot	1,0
— vairāk nekā 55 %	0,5
Kālija hlorīds, kas satur magnija sāli	1,5
Kālija sulfāts	0,5
Kālija sulfāts, kas satur magnija sāli	1,5

1.4. *Pārējās sastāvdaļas*

Hlorīds	0,2

2. **B. Neorganiski kombinētie primāro barības vielu mēslošanas līdzekļi**

2.1. *Barības vielu elementi*

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

2.2. *Kopējā negatīvā novirze no deklarētā lieluma*

Binārie mēslošanas līdzekļi	1,5
Trīskāršie mēslošanas līdzekļi	1,9

3. **Sekundārās barības vielas mēslošanas līdzekļos**

Pielaides attiecībā uz deklarējamiem kalcija, magnija, nātrija un sēra saturiem ir ceturtā daļa (1/4) no šo elementu deklarējamā satura, absolūtā izteiksmē maksimāli līdz 0,9 % CaO, MgO, Na_2O un SO_3, t. i., 0,64 – Ca, 0,55 – Mg, 0,67 – Na un 0,36 – S.

4. **Mikroelementi mēslošanas līdzekļos**

Atļautā pielaide attiecībā uz deklarētā mikroelementa saturu ir:

— 0,4 % absolūtā izteiksmē attiecībā uz saturu, kas pārsniedz 2 %,

— viena piektdaļa no deklarētā lieluma saturam, kas nepārsniedz 2 %.

Atļautā pielaide attiecībā uz deklarēto saturu dažādām slāpekļa formām vai deklarētajām fosfora pentoksīda šķīdību ir viena desmitā daļa no kopējā minēto barības vielu satura ar maksimumu 2 masas %, ja kopējais attiecīgās barības vielas saturs iekļaujas I pielikumā noteiktajās robežās un iepriekš noteiktajās pielaidēs.

▼B

III PIELIKUMS

TEHNISKIE NOTEIKUMI AMONIJA NITRĀTA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻIEM AR AUGSTU SLĀPEKĻA SATURU

1. **Rādītāji un robežvērtības vienkāršajiem amonija nitrāta mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu**

1.1. *Porainība (eļļas uzsūkšana)*

Eļļas izdalīšana no mēslošanas līdzekļa, kurš atbilstoši šā pielikuma 2. daļas 3. iedaļas noteikumiem vispirms izgājis divus siltuma ciklus 25 līdz 50 °C temperatūras intervālā un nedrīkst pārsniegt 4 masas %.

1.2. *Degošās sastāvdaļas*

Degošā materiāla masas procenti, ko mēra kā oglekli, nedrīkst pārsniegt 0,2 % mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu vismaz 31,5 masas % un nedrīkst pārsniegt 0,4 % mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu vismaz 28 %, bet mazāk par 31,5 masas %.

1.3. *pH*

Mēslošanas līdzekļa 10 g šķīdumam ūdens 100 mililitros pH jābūt vismaz 4,5.

1.4. *Daļiņu izmēra analīze*

Ne vairāk par 5 masas % mēslošanas līdzekļa drīkst iet caur sietu ar 1 mm acu izmēru un ne vairāk par 3 % — caur sietu ar 0,5 mm acu izmēru.

1.5. *Hlors*

Maksimālais hlora saturs ir noteikts 0,02 masas %.

1.6. *Smagie metāli*

Smagos metālus nedrīkst pievienot apzināti, un jebkuras nejaušas ražošanas procesā radušās smago metālu zīmes nedrīkst pārsniegt Komitejas noteiktās robežvērtības.

Vara saturs nedrīkst būt augstāks par 10 mg/kg.

Attiecībā uz citiem smagajiem metāliem robežvērtības nav noteiktas.

2. **Detonācijas testa apraksts amonija nitrāta mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu**

Tests ir jāveic ar mēslošanas līdzekļa reprezentatīvu paraugu. Pirms detonācijas testa visu parauga masu pakļauj pieciem siltuma cikliem saskaņā ar šā pielikuma 3. iedaļas 3. daļu.

Mēslošanas līdzekli pārbauda ar detonācijas testu horizontālā tērauda caurulē šādos apstākļos:

— vienlaidu tērauda caurule,

— caurules garums — vismaz 1 000 mm,

— nominālais ārējais diametrs — vismaz 114 mm,

— nominālais sienu biezums — vismaz 5 mm,

— detonatora pastiprinātājs — detonācijas pastiprinātāja tipu un masu izvēlas, lai maksimāli palielinātu detonācijas spiedienu uz paraugu, tas vajadzīgs, lai noteiktu detonācijas pārnesi,

— testa temperatūra — 15–25 °C,

— Svina cilindri detonācijas noteikšanai — ar 50 mm diametru un 100 mm augstumu,

— novietoti ar 150 mm intervāliem un atbalsta cauruli horizontāli. Testu izdara divas reizes. Testu uzskata par pilnīgu, ja abu testu laikā viens vai vairāki balstošie cilindri sasprāgst mazāk par 5 %.

▼B

3. **Metodes, kā pārbaudīt atbilstību III pielikuma 1. un 2. iedaļā noteiktajām robežvērtībām**

1. metode

Metodes siltuma ciklu pielietošanai

1. **Darbības un pielietošanas joma**

Šis dokuments nosaka procedūras siltuma ciklu pielietošanai pirms eļļas uzsūkšanas testa veikšanas vienkāršajiem amonija nitrāta mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu un detonācijas testam vienkāršajiem un kombinētajiem amonija nitrāta mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu.

Uzskata, ka noslēgtu siltuma ciklu metodes, kas aprakstītas šajā nodaļā, pietiekami imitē nosacījumus, kas jāņem vērā attiecībā uz II sadaļas IV nodaļas darbības jomu, tomēr šīs metodes nevar imitēt visus nosacījumus, kādi var rasties transporta un uzglabāšanas laikā.

2. **Siltuma cikli, kas minēti III pielikuma 1. iedaļā**

2.1. *Pielietošanas joma*

Šī procedūra ir siltuma ciklam pirms mēslošanas līdzekļa eļļas uzsūkšanās noteikšanas

2.2. *Princips un definīcija*

Erlenmeijera kolbā uzsilda paraugu no istabas temperatūras līdz 50 °C un iztur šajā temperatūrā divas stundas (fāze 50 °C temperatūrā). Pēc tam paraugu atdzesē līdz 25 °C un iztur šajā temperatūrā divas stundas (fāze 25 °C temperatūrā). Secīga 50 °C un 25 °C fāzu kombinācija veido vienu siltuma ciklu. Pēc diviem siltuma cikliem analizējamo paraugu atstāj 20 ± 3 °C temperatūrā eļļas izdalīšanās vērtības noteikšanai.

2.3. *Iekārta*

Parasta laboratorijas iekārta, it īpaši:

— ūdens vannas, attiecīgi termostatētas 25 (± 1) un 50 (± 1) °C temperatūrās,

— 150 ml Erlenmeijera kolbas.

2.4. *Analīzes gaita*

Pa 70 (± 5) g no katra analizējamā parauga ievieto Erlenmeijera kolbā, ko pēc tam noslēdz ar aizbāzni.

Ik pēc divām stundām katru kolbu pārliek no 50 °C vannas uz 25 °C vannu un otrādi.

Raugās, lai katras vannas temperatūra būtu konstanta, un enerģiski maisa, lai ūdens līmenis būtu virs parauga līmeņa. Aizbāzni pret kondensēšanos aizsargā ar putukaučuka uzmavu.

3. **Siltuma cikli, ko lieto III pielikuma 2. iedaļā**

3.1. *Pielietošanas joma*

Šī procedūra ir siltuma cikliem pirms detonācijas testa.

3.2. *Princips un definīcija*

Hermētiskā kamerā uzsilda paraugu no istabas temperatūras līdz 50 °C un iztur šajā temperatūrā vienu stundu (fāze 50 °C temperatūrā). Pēc tam paraugu atdzesē līdz 25 °C un iztur šajā temperatūrā vienu stundu (fāze 25 °C temperatūrā). Secīga 50 °C un 25 °C fāzu kombinācija veido vienu siltuma ciklu. Pēc vajadzīgā siltuma ciklu skaita, analizējamo paraugu pirms detonācijas testa izdarīšanas tur 20 ± 3 °C temperatūrā.

3.3. *Iekārta*

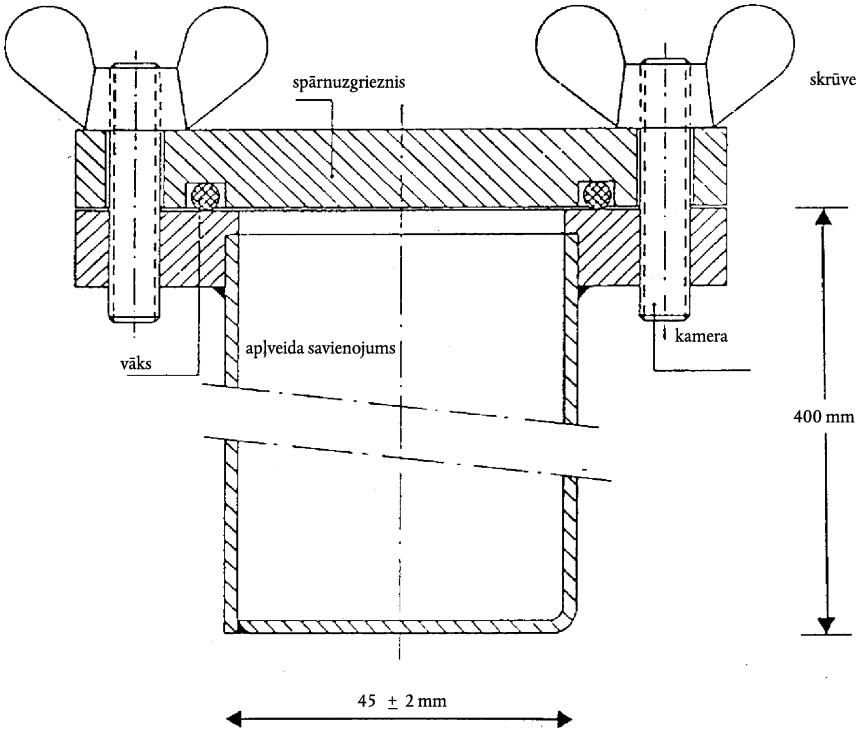
— Ūdens vanna, termostatēta 20 līdz 51 °C temperatūras intervālā ar minimālo sildīšanas un dzesēšanas ātrumu 10 °C/h, vai divas vannas, no kurām viena termostatēta 20 °C, otra – 51 °C temperatūrā. Ūdeni vannā(-s) nepārtraukti maisa; vannas tilpumam jābūt pietiekami lielam, lai nodrošinātu pietiekamu ūdens cirkulāciju.

▼B

— Nerūsējošā tērauda kamera, viscaur hermētiska ar termopāri centrā. Kameras ārējais platums ir 45 (± 2) mm un sienu biezums ir 1,5 mm (skatīt 1. attēlu). Kameras augstumu un garumu var izvēlēties atkarībā no ūdens vannas izmēriem, piemēram, garumu – 600 mm, augstumu – 400 mm.

3.4. *Analīzes gaita*

Ievietot vienai detonācijai pietiekamu mēslošanas līdzekļa daudzumu kamerā un noslēgt ar vāku. Ievietot kameru ūdens vannā. Uzsildīt ūdeni līdz 51 °C un izmērīt temperatūru mēslošanas līdzekļa centrā. Stundu pēc tam, kad temperatūra centrā sasniegusi 50 °C, ūdeni atdzesē. Stundu pēc tam, kad temperatūra centrā sasniegusi 25 °C, uzsildīt ūdeni un sākt otro ciklu. Divu ūdens vannu gadījumā, pārlikt kameru otrā vannā pēc katra sildīšanas/dzesēšanas perioda.



1. attēls

2. metode

Eļļas uzsūkšanas noteikšana

1. **Darbības un pielietošanas joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru eļļas uzsūkšanas noteikšanai vienkāršajiem amonija nitrāta mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu.

Metode ir pielietojama mēslošanas līdzekļiem mikrogranulu vai granulu formā, kuri nesatur eļļā šķīstošas vielas.

2. **Definīcija**

Mēslošanas līdzekļa eļļas uzsūkšana: eļļas daudzums, ko mēslošanas līdzeklis aiztur un ko nosaka raksturīgajos darbības apstākļos, un ko izsaka masas procentos.

3. **Princips**

Analizējamo daudzumu uz noteiktu laiku iegremdē gāzeļļā, pēc tam noteiktos apstākļos iztecinot lieko eļļu. Nosaka analizējamā parauga masas pieaugumu.

▼B

4. **Reaģents**

Gāzeļļa

Viskozitāte, maksimālā: 5 mPas 40 °C temperatūrā

Blīvums: 0,8 līdz 0,85 g/ml 20 °C temperatūrā

Sēra saturs: ≤ 1,0 % (m/m)

Pelni: ≤ 0,1 % (m/m)

5. **Iekārta**

Parasta laboratorijas iekārta un

5.1. Svari, ar ko var nosvērt ar 0,01 g precizitāti.

5.2. Vārglāzes ar 500 ml tilpumu.

5.3. Plastmasas piltuve, vēlams ar cilindrisku augšdaļu, apmēram 200 mm diametrā.

5.4. Siets ar 0,5 mm acu izmēru, ko var pievienot pie piltuves (5.3.).

Piezīme: Piltuves un sieta izmēri ir tādi, lai nodrošinātu, ka granulas nesablīvējas viena virs otras un eļļa var viegli iztecēt.

5.5. Filtrpapīrs, ātri filtrējošs, kroku, mīksts, ar virsmas blīvumu 150 g/m^2.

5.6. Hromatogrāfijas papīrs (laboratorijas kvalitātes)

6. **Analīzes gaita**

6.1. Atsevišķām analizējamā parauga daļām uzreiz vienu pēc otras izdara divas atsevišķas noteikšanas.

6.2. Atdalīt daļiņas, kas mazākas par 0,5 mm ar sietu (5.4.). Nosvērt vārglāzē (5.2.) ar 0,01 g precizitāti apmēram 50 g parauga. Pievienot pietiekamu daudzumu gāzeļļas (4. iedaļa), lai pilnībā nosegtu mikrogranulas, un rūpīgi samaisīt, lai mikrodaļiņu virsma būtu pilnībā saslapināta. Nosegt vārglāzi ar pulksteņstikliņu un atstāt uz vienu stundu 25 (± 5) °C temperatūrā.

6.3. Filtrēt visu vārglāzes saturu caur piltuvi (5.3.) ar sietu (5.4.). Atstāt paraugu uz sieta vienu stundu notecināties, lai notek eļļas vairums.

6.4. Uzklāt vienu uz otras divas kārtas filtrpapīra (5.5.) (apmēram 500 × 500 mm) uz līdzenas virsmas; salocīt abu filtrpapīru visas četras malas uz augšu apmēram 40 mm platumā, lai mikrogranulas nevarētu aizripot prom. Nolikt divus slāņus hromatogrāfijas papīra (5.6) filtrpapīru centrā. Izbērt visu sieta (5.4.) saturu uz hromatogrāfijas papīra un izlīdzināt mikrogranulas ar mīkstu, plakanu birsti. Pēc divām minūtēm pacelt vienu papīra malu, lai pārnestu mikrogranulas uz filtrpapīriem un izlīdzināt ar birsti. Uzklāt citu filtrpapīra loksni ar uzlocītām malām uz parauga un ripināt mikrogranulas starp filtrpapīriem ar riņķveida kustībām, nedaudz piespiežot. Pēc katrām astoņām riņķveida kustībām pacelt pretējās filtrpapīra malas un saripināt uz centru mikrogranulas, kas aizripojušas nostāk. Izdarīt šādu procedūru: četras pilnas riņķveida kustības vispirms pulksteņrādītāja virzienā, tad pretējā. Pēc tam ripināt mikrogranulas uz centru, kā aprakstīts iepriekš. Šo procedūru izdara trīs reizes (24 riņķveida kustības, divreiz paceļot malas). Uzmanīgi ievietot jaunu filtrpapīra loksni starp augšējo un apakšējo loksni un pārripināt mikrogranulas uz jauno loksni, paceļot augšējās loksnes malas. Pārklāt mikrogranulas ar jaunu filtrpapīra loksni un atkārtot to pašu procedūru, kā aprakstīts iepriekš. Tūlīt pēc ripināšanas sabērt mikrogranulas nosvērtā kristizatorā un vēlreiz nosvērt ar 0,01 g precizitāti, lai noteiktu aizturētās eļļas masas daudzumu.

6.5. *Ripināšanas procedūras atkārtošana un pārsvēršana*

Ja aizturētās gāzeļļas daudzums ir lielāks par 2 gramiem, izklāt paraugu uz svaiga filtrpapīra loksnēm un atkārtot ripināšanas procedūru, paceļot stūrus, kā noteikts 6.4. iedaļā (divreiz astoņas riņķveida kustības, vienreiz paceļot). Pēc tam paraugu pārsver.

▼B

7. **Rezultātu izteikšana**

7.1. *Aprēķina metode un formula*

Eļļas uzsūkšanu no katras noteikšanas (6.1.) izsaka kā sijātā parauga masas procentus, izmantojot vienādojumu

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

kur:

m_1 ir sijātā parauga (6.2.) masa gramos,

m_2 ir parauga masa gramos saskaņā attiecīgi ar 6.4. vai 6.5. iedaļu kā pēdējā svēruma rezultāts.

Par rezultātu ņem divu neatkarīgu noteikšanu vidējo aritmētisko lielumu.

3. metode

Degošo sastāvdaļu noteikšana

1. **Darbības un pielietošanas joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru, lai noteiktu degošo sastāvdaļu saturu vienkāršajos amonija nitrāta mēslošanas līdzekļos ar augstu slāpekļa saturu.

2. **Princips**

Oglekļa dioksīdu, ko izdala neorganiskās pildvielas, vispirms atdala ar skābi. Organiskos savienojumus oksidē ar hromskābes/sērskābes maisījumu. Oglekļa dioksīdu absorbē bārija hidroksīda šķīdumā. Nogulsnes izšķīdina sālsskābes šķīdumā un attitrē ar nātrija hidroksīda šķīdumu.

3. **Reaģenti**

3.1. Analītiskas tīrības hroma (VI) trioksīds Cr_2O_3;

3.2. Sērskābe, 60 tilpuma %: ielej 360 ml ūdens litra vārglāzē un uzmanīgi pievieno 640 ml sērskābes (blīvums 20 °C temperatūrā = 1,83 g/ml).

3.3. Sudraba nitrāts: 0,1 mol/l šķīdums.

3.4. *Bārija hidroksīds*

Nosver 15 gramus bārija hidroksīda [$Ba(OH)_2.8H_2O$] un pilnīgi izšķīdina karstā ūdenī. Atdzesē un pārnes 1 litra kolbā. Uzpilda līdz atzīmei un samaisa. Filtrē caur kroku filtrpapīru.

3.5. Sālsskābe: 0,1 mol/l standartšķīdums šķīdums.

3.6. Nātrija hidroksīds: 0,1 mol/l standartšķīdums.

3.7. Bromfenolzilais: 0,4 gramu šķīdums litrā ūdens.

3.8. Fenolftaleīns: 2 gramu šķīdums litrā 60 tilpuma % etanolā.

3.9. Natronkaļķi: daļiņu izmērs apmēram 1,0 līdz 1,5 mm.

3.10. Demineralizēts ūdens, svaigi uzvārīts, lai atdalītu oglekļa dioksīdu.

4. **Iekārta**

4.1. Parasta laboratorijas iekārta, it īpaši:

— filtrtīģelis ar saķepināta stikla plati un 15 ml tilpumu; plates diametrs: 20 mm; kopējais augstums: 50 mm; porainība 4 (poru diametrs no 5 līdz 15 μm),

— 600 ml vārglāze.

4.2. Saspiesta slāpekļa padeve.

4.3. Iekārta sastāv no šādām daļām un, ja iespējams, savienota ar šlifa savienojumiem (skatīt 2. attēlu).

4.3.1. Absorbcijas kolonna A, apmēram 200 mm gara un 30 mm diametru, pildīta ar natronkaļķiem (3.9.), augšā un apakšā ievietojot stikla vates tamponus.

▼B

4.3.2. 500 ml reakcijas kolba B ar sānu kaklu un apaļu dibenu.

4.3.3. Apmēram 150 mm garš deflegmators (C′).

4.3.4. Divkāršas virsmas dzesinātājs C, 200 mm garš.

4.3.5. Drekseļa skalotne D skābes pārākuma uztveršanai, kas var destilēties pāri.

4.3.6. Ledus vanna E Drekseļa skalotnes dzesēšanai.

4.3.7. Divi absorbcijas trauki F_1 un F_2, 32 līdz 35 mm diametrā, gāzes sadalītājs ar 10 mm zemas porainības saķepināta stikla disku.

4.3.8. Sūknis un sūkņa regulēšanas ierīce G, kas ietver T formas stikla pāreju, kuras brīvais kakla ir savienots ar smalku kapilāru cauruli caur gumijas cauruli ar aizspiedni.

Uzmanību: Verdošas hromskābes lietošana pazeminātā spiediena iekārtā ir bīstama darbība, tādēļ jāievēro īpaša piesardzība.

5. **Analīzes gaita**

5.1. *Paraugs analīzei*

Nosver aptuveni 10 gramus amonija nitrāta ar 0,001 g precizitāti.

5.2. *Karbonātu atdalīšana*

Analizējamo paraugu ievieto reakcijas kolbā B. Pievieno 100 ml H_2SO_4 (3.2.). Mikrogranulas istabas temperatūrā izšķīst apmēram 10 minūšu laikā. Samontē iekārtu, kā norādīts shēmā: pievieno vienu absorbcijas kolonnas galu A pie slāpekļa padeves, 5—6 mm Hg, avota (4.2.) ar pretplūsmas ventili, un otru galu pie padeves caurules, kura ieiet reakcijas kolbā. Pievieno deflegmatoru (C′) un dzesinātāju (C) ar dzesējošo ūdeni. Pieregulē slāpekļa padevi, lai nodrošinātu caur šķīdumu mērenu plūsmu, uzkarsē šķīdumu līdz viršanas temperatūrai un karsē divas minūtes. Pēc šā laika šķīdumā vairs nevajadzētu novērot burbuļošanu. Ja burbuļošana tomēr notiek, karsēšanu turpina 30 minūtes. Šķīdumu vismaz 20 minūtes atdzesē, pūšot cauri slāpekli.

Savieno iekārtas dzesinātāja cauruli ar Drekseļa skalotni D un pudeli pie absorbcijas traukiem F_1 un F_2, kā norādīts attēlā. Iekārtas savienošanas laikā caur šķīdumu jāpūš slāpeklis. Katrā absorbcijas traukā (F_1 un F_2) ātri ielej pa 50 ml bārija hidroksīda šķīduma (3.4.).

Apmēram 10 minūtes barbotē cauri slāpekļa plūsmu. Šķīdumam absorberos jāpaliek dzidram. Ja tas tā nenotiek, jāatkārto karbonātu atdalīšanas process.

5.3. *Oksidēšana un absorbcija*

Pēc slāpekļa padeves caurules izņemšanas, caur reakcijas kolbas B sānu kaklu ātri ieber 20 gramus hroma trioksīda (3.1.) un 6 ml sudraba nitrāta šķīduma (3.3.). Pievieno iekārtu pie sūkņa un pieregulē slāpekļa plūsmu, lai caur saķepinātā stikla absorberiem F_1 un F_2 ietu cauri stabila gāzes burbuļu plūsma.

Uzkarsē reakcijas kolbu B, līdz šķidrums vārās, un turpina vārīt pusotru stundu ([1]). Var būt nepieciešams pieregulēt sūkņa ventili G, lai kontrolētu slāpekļa plūsmu, jo bārija karbonāta nogulsnes testa laikā var aizsprostot saķepinātā stikla diskus. Darbība ir veiksmīga, ja bārija hidroksīda šķīdums absorberā F_2 paliek dzidrs. Citādi tests ir jāatkārto. Beidz karsēšanu un izjauc iekārtu. Izmazgā katru no sadalītājiem (3.10.) no iekšpuses un ārpuses, lai aizskalotu bārija hidroksīdu un skalojumus savāc attiecīgajā absorberā. Ievieto sadalītājus vienu pēc otra 600 ml vārglāzē, kuras secīgi izmanto noteikšanai.

Ātri filtrē vakuumā vispirms absorbera F_2, tad absorbera F_1 saturu caur saķepināta stikla filtrtīģeli. Savāc nogulsnes, skalojot absorberus ar ūdeni (3.10.), un skalo filtrtīģeli ar to pašu ūdeni. Ievieto filtrtīģeli 600 ml vārglāzē un pievieno apmēram 100 ml vārīta ūdens (3.10.). Ielej 50 ml vārītā ūdens katrā absorberā un laiž piecas minūtes cauri slāpekli caur sadalītājiem. Apvieno ūdeni ar vārglāzes ūdeni. Darbību vienreiz atkārto, lai nodrošinātu sadalītāju rūpīgu izskalošanu.

([1]) Reakcijas laiks pusotru stundu ir pietiekams lielākajai daļai organisko vielu sudraba nitrāta katalizatora klātbūtnē.

▼B

5.4. *Karbonātu noteikšana no organiskajām vielām*

Pievieno vārglāzes saturam piecus pilienus fenolftaleīna (3.8.). Šķīdums kļūst sarkans. Pievieno pa pilienam sālsskābi (3.5.), līdz izzūd rozā krāsojums. Šķīdumu labi samaisa filtrtīģelī, pārliecinoties, ka rozā krāsojums atkal neparādās. Pievieno piecus pilienus bromfenolzilā (3.7.) un titrē ar sālsskābi (3.5.), līdz šķīdums kļūst dzeltens. Pievieno vēl 10 ml sālsskābes.

Uzkarsē šķīdumu līdz viršanas temperatūrai un turpina vārīt maksimāli vienu minūti. Rūpīgi pārbauda, vai šķidrumā nepaliek nogulsnes.

Atdzesē un attitrē ar nātrija hidroksīda šķīdumu (3.6.).

6. **Tukšā analīze**

Izdara tukšo analīzi, ievērojot to pašu procedūru un ar tādiem pašiem reaģentu daudzumiem.

7. **Rezultātu izteikšana**

Degošo sastāvdaļu C saturu, izteiktu kā oglekli parauga masas procentos, aprēķina, izmantojot formulu:

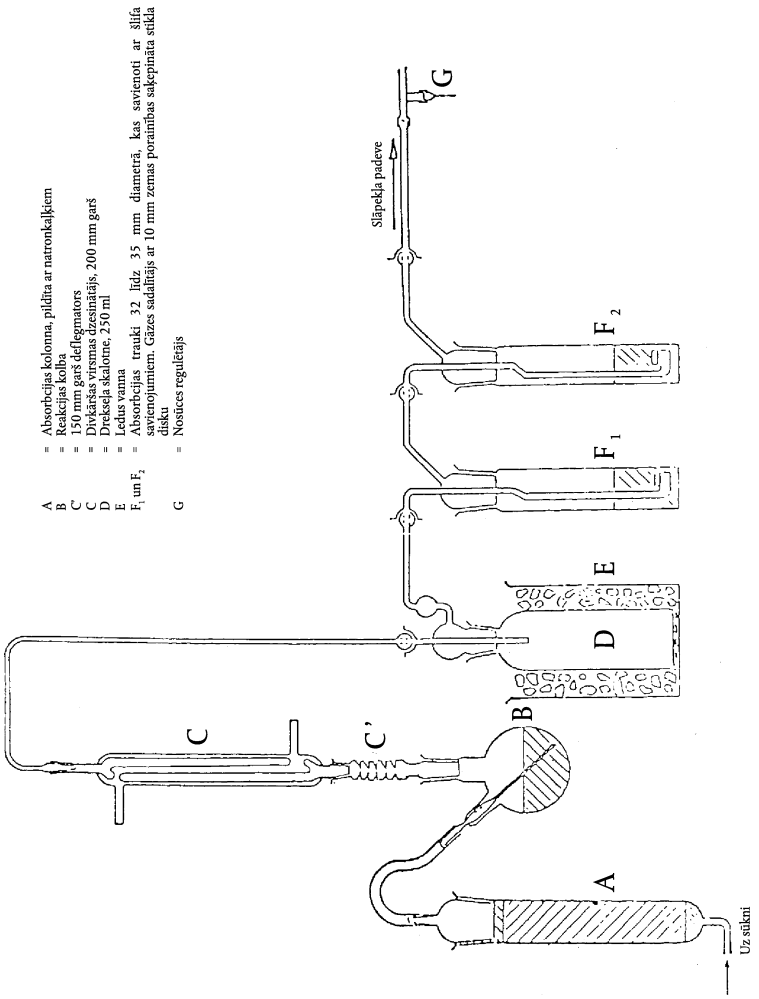
$$C\ \% = 0,06 \times \frac{V_1 - V_2}{E}$$

kur:

E = analizējamā parauga masa gramos,

V_1 = kopējais 0,1 mol/l sālsskābes tilpums mililitros, ko pievieno pēc fenolftaleīna krāsas pārejas,

V_2 = 0,1 mol/l nātrija hidroksīda tilpums mililitros, ko izlieto attitrēšanai.



2. attēls

▼B

4. metode

pH vērtības noteikšana

1. **Darbības un pielietošanas joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru vienkāršā amonija nitrāta mēslošanas līdzekļa ar augstu slāpekļa saturu pH noteikšanai.

2. **Princips**

Amonija nitrāta šķīduma pH mērīšana pH metru.

3. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu.

3.1. *Buferšķīdums, pH 6,88 20 °C temperatūrā*

Izšķīdina 3,40 ± 0,01 gramus kālija dihidrogēnortofosfāta (KH_2PO_4) apmēram 400 mililitros ūdens. Tad izšķīdina 3,55 ± 0,01 gramus nātrija hidrogēnortofosfāta (Na_2HPO_4) apmēram 400 mililitros ūdens. Abus šķīdumus bez zudumiem pārnes 1 000 ml mērkolbā, uzpilda līdz atzīmei un samaisa. Šo šķīdumu uzglabā hermētiskā traukā.

3.2. *Buferšķīdums, pH 4,00 20 °C temperatūrā*

Izšķīdina 10,21 ± 0,01 gramus kālija hidrogēnftalāta ($KHC_8O_4H_4$) ūdenī, pārnes bez zudumiem 1 000 ml mērkolbā, uzpilda līdz atzīmei un samaisa.

Šo šķīdumu uzglabā hermētiskā traukā.

3.3. Var izmantot gatavus nopērkamus pH standartšķīdumus.

4. **Iekārta**

pH metrs ar stikla un kalomela elektrodiem vai līdzvērtīgiem, ar 0,05 pH vienības jutību.

5. **Analīzes gaita**

5.1. *pH metra kalibrēšana*

pH metru (4.) kalibrē 20 (± 1) °C temperatūrā ar buferšķīdumiem (3.1., 3.2. vai 3.3.). Pār šķīduma virsmu laiž lēnu slāpekļa plūsmu un to uztur visu analīzes laiku.

5.2. *Noteikšana*

Uzlej 100,0 ml ūdens uz 10 (± 0,01) g parauga 250 ml vārglāzē. Neškīstošās daļiņas atdala, šķidrumu filtrējot, dekantējot vai centrifugējot. Dzidra šķīduma pH vērtību mēra 20 (± 1) °C temperatūrā pēc tās pašas procedūras, kā kalibrējot pH metru.

6. **Rezultātu izteikšana**

Rezultātus izsaka pH vienībās ar 0,1 vienības precizitāti un uzrāda darba temperatūru.

5. metode

Daļiņu izmēra noteikšana

1. **Darbības un pielietošanas joma**

Ar šo dokumentu nosaka paraugu sijāšanas procedūru vienkāršo amonija nitrāta mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu.

2. **Princips**

Analizējamo paraugu sijā caur triju sietu komplektu ar roku vai mehāniskiem līdzekļiem. Nosver atlikumu uz katra sieta un aprēķina procentuālo vielas daudzumu, kas iet caur attiecīgo sietu.

3. **Iekārta**

3.1. Stiepļu sieti 200 mm diametrā ar 2,0 mm, 1,0 mm un 0,5 mm acu standartizmēriem. Viens sietu vāks un viens uztvērējs.

3.2. Svari svēršanai ar 0,1 g precizitāti.

▼B

3.3. Mehānisks sietu kratītājs (ja pieejams), ar ko analizējamo paraugu iespējams kustināt vertikāli un horizontāli.

4. **Analīzes gaita**

4.1. Paraugu sadala apmēram 100 g reprezentatīvās daļās.

4.2. Nosver vienu no šīm daļām ar 0,1 g precizitāti.

4.3. Sakārto sietu komplektu augošā secībā: uztvērējs, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm, un novieto nosvērto analizējamo paraugu uz augšējā sieta. Sietu komplektam uzliek vāku.

4.4. Krata ar roku vai mehāniski horizontālām un vertikālām kustībām; kratot ar roku, laiku pa laikam uzsit. Kratīšanu turpina 10 minūtes vai līdz brīdim, kad daudzums, kas iet caur katru sietu vienā minūtē, ir mazāks par 0,1 g.

4.5. Izņem sietus un savāc palikušo vielu, sietu apakšu, ja nepieciešams, saudzīgi noslauka ar mīkstu suku.

4.6. Nosver uz katra sieta un uztvērējā savākto vielu ar 0,1 g precizitāti.

5. **Rezultātu novērtējums**

5.1. Frakciju masas pārrēķina procentos no kopējās frakciju masas (ne no sākotnējā svēruma).

Aprēķina procentuālo daudzumu uztvērējā (t. i., < 0,5 mm): A %

Aprēķina procentos atlikumu uz 0,5 mm sieta: B %

Aprēķina procentuālo daudzumu, kas izgājis caur 1,0 mm, t. i., (A + B) %

Frakciju masas summai jābūt 2 % robežās no sākotnējās masas.

5.2. Ir jāveic vismaz divas atsevišķas analīzes, atsevišķi A rezultāti nedrīkst atšķirties vairāk par 1,0 % no absolūtās vērtības un B – ne vairāk par 1,5 % no absolūtās vērtības. Ja rezultāti atšķiras, analīzi atkārto.

6. **Rezultātu izteikšana**

Rezultātus izsaka kā vidējo no divām vērtībām, kas iegūtas attiecībā uz A un A + B.

6. metode

Hlora satura noteikšana (hlorīda jona formā)

1. **Darbības un pielietošanas joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru, lai noteiktu hlora saturu (hlorīda jona formā) vienkāršajos amonija nitrāta mēslošanas līdzekļos ar augstu slāpekļa saturu.

2. **Princips**

Ūdenī izšķīdušos hlorīda jonus nosaka, potenciometriski titrējot ar sudraba nitrātu skābā vidē.

3. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur hlorīda jonus.

3.1. Acetons, analītiskas tīrības

3.2. Koncentrēta slāpekļskābe (blīvums 20 °C temperatūrā = 1,40 g/ml)

3.3. Sudraba nitrāta 0,1 mol/l standartšķīdums. Šo šķīdumu uzglabā tumšā stikla pudelē.

3.4. Sudraba nitrāta 0,004 mol/l standartšķīdums, šo šķīdumu gatavo pirms lietošanas.

3.5. Kālija hlorīda 0,1 mol/l references standartšķīdums. Nosver ar 0,1 mg precizitāti 3,7276 gramus analītiskas tīrības kālija hlorīdu, kas iepriekš vienu stundu žāvēts termostatā 130 °C temperatūra un atdzesēts eksikatorā līdz istabas temperatūrai. Izšķīdina nelielā ūdens tilpumā, pārnes šķīdumu bez zudumiem 500 ml mērkolbā, atšķaida līdz atzīmei un samaisa.

▼B

3.6. Kālija hlorīds, 0,004 mol/l references standartšķīdums, šo šķīdumu gatavo pirms lietošanas.

4. **Iekārta**

4.1. Potenciometrs ar sudraba mērelektrodu un kalomela standartelektrodu, kura jutība ir 2 mV un kas darbojas – 500 līdz + 500 mV diapazonā.

4.2. Tiltiņš, kas satur piesātinātu kālija nitrāta šķīdumu un savienots ar kalomela elektrodu (4.1.), kas galos piestiprināts ar porainiem tamponiem.

4.3. Magnētiskais maisītājs, kam ir ar teflonu pārklāts stienītis.

4.4. Mikrobirete ar smailu galu un ar 0,01 ml iedaļām.

5. **Analīzes gaita**

5.1. *Sudraba nitrāta šķīduma standartizācija*

Ņem 5,00 ml un 10,00 ml kālija hlorīda references standartšķīdumu (3.6.) un ievada divās zemās attiecīga tilpuma (piemēram, 250 ml) vārglāzēs. Pēc tam titrē katras vārglāzes saturu.

Pievieno 5 ml slāpekļskābes šķīduma (3.2.), 120 ml acetona (3.1.) un ūdeni, lai kopējais tilpums būtu apmēram 150 ml. Ievieto vārglāzē magnētiskā maisītāja stienīti (4.3) un ieslēdz maisītāju. Iegremdē sudraba elektrodu (4.1.) un tiltiņa brīvo galu (4.2.) šķīdumā. Pievieno elektrodus pie potenciometra (4.1.) un pēc iekārtas nulles pārbaudes atzīmē sākuma potenciāla vērtību.

Titrē ar mikrobireti (4.4.), pievienojot no sākuma 4 vai attiecīgi 9 ml sudraba nitrāta šķīduma, atbilstoši lietotajam kālija hlorīda references standartšķīdumam. Turpina pievienot pa 0,1 ml 0,004 mol/l šķīdumus un pa 0,05 ml - 0,1 mol/l šķīdumus. Pēc katras pievienošanas, pagaida, lai potenciāls nostabilizējas.

Pievienotos tilpumus un attiecīgās potenciāla vērtības reģistrē tabulas pirmajās divās slejās.

Trešajā tabulas slejā ieraksta potenciāla E secīgos pieaugumus $\Delta_1 E$. Ceturtajā slejā ieraksta pozitīvas vai negatīvas starpības $\Delta_2 E$ starp potenciāla $\Delta_1 E$ pieaugumiem. Titrēšanas beigu punkts atbilst pievienotajam sudraba nitrāta šķīduma 0,1 vai 0,05 ml daudzumam V_1, kas dod maksimālo $\Delta_1 E$ vērtību.

Lai aprēķinātu precīzu sudraba nitrāta šķīduma tilpumu V_{eq}, kas atbilst reakcijas beigām, izmanto formulu

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

kur:

V_0 ir kopējais sudraba nitrāta šķīduma tilpums mililitros tieši zem tilpuma, kas dod maksimālo pieaugumu $\Delta_1 E$,

V_1 ir sudraba nitrāta šķīduma pēdējais pievienotais daudzums mililitros (0,1 vai 0,05 ml),

b ir pēdējā pozitīva $\Delta_2 E$ vērtība,

B ir pēdējo pozitīvo $\Delta_2 E$ vērtību absolūto lielumu un pirmās $\Delta_2 E$ negatīvās vērtības summa (skatīt piemēru 1. tabulā).

5.2. *Tukšā analīze*

Izdara tukšo analīzi, un to ņem vērā, aprēķinot gala rezultātu.

Tukšās analīzes rezultātu V_4 izsaka mililitros, izmantojot formulu

$$V_4 = 2V_3 - V_2,$$

kur:

V_2 ir precīza sudraba nitrāta šķīduma tilpuma V_{eq} vērtība mililitros, kas atbilst lietotā kālija hlorīda references standartšķīduma 10 ml titrēšanai,

▼B

V_3 ir precīza sudraba nitrāta šķīduma tilpuma V_{eq} vērtība mililitros, kas atbilst lietotā kālija hlorīda references standartšķīduma 5 mililitru titrēšanai.

5.3. *Kontrolanalīze*

Tukšā analīze var noderēt arī, lai pārliecinātos, ka iekārta darbojas apmierinoši un analīze ir veikta korekti.

5.4. *Noteikšana*

Ņem 10 līdz 20 gramus parauga un nosver ar 0,01 g precizitāti. Kvantitatīvi pārnes 250 ml vārglāzē. Pievieno 20 ml ūdens, 5 ml slāpekļskābes šķīduma (3.2.), 120 ml acetona (3.1.) un ūdeni, lai kopējais tilpums būtu apmēram 150 ml.

Ievieto vārglāzē magnētiskā maisītāja stienīti (4.3.), novieto vārglāzi uz maisītāja un ieslēdz maisītāju. Iegremdē sudraba elektrodu (4.1.) un tiltiņa brīvo galu (4.2.) šķīdumā, pievieno elektrodus pie potenciometra (4.1.) un pēc iekārtas nulles pārbaudes atzīmē sākuma potenciāla vērtību.

Titrē ar sudraba nitrāta šķīdumu, pievienojot no mikrobiretes (4.4.) pa 0,1 ml. Pēc katras pievienošanas pagaida, lai potenciāls nostabilizējas.

Titrēšanu turpina, kā noteikts 5.1. punktā, sākot no ceturtās daļas: "Pievienotos tilpumus un attiecīgās potenciāla vērtības pieraksta tabulas pirmajās divās slejās …"

6. **Rezultātu izteikšana**

Analīzes rezultātus izsaka kā hlora procentuālo daudzumu, ko satur analīzei saņemtais paraugs. Hlora (Cl) procentuālo daudzumu aprēķina pēc formulas:

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

kur:

T ir izmantotā sudraba nitrāta šķīduma koncentrācija mol/l,

V_4 ir tukšās analīzes (5.2.) rezultāts ml,

V_5 ir V_{eq} vērtība ml, kas atbilst noteikšanai (5.4.),

m ir parauga masa gramos.

1. tabula: Piemērs

Sudraba nitrāta šķīduma tilpums V (ml)	Potenciāls E (mV)	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	– 49
5,10	306	23	– 10
5,20	319	13	

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

▼B

7. metode

Vara noteikšana

1. **Darbības un pielietošanas joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru, lai noteiktu vara saturu vienkāršajos amonija nitrāta mēslošanas līdzekļos ar augstu slāpekļa saturu.

2. **Princips**

Paraugu izšķīdina atšķaidītā sālsskābē, un varu nosaka ar atomu absorbcijas spektrofotometriju.

3. **Reaģenti**

3.1. Sālsskābe (blīvums 20 °C temperatūrā = 1,18 g/ml).

3.2. Sālsskābes šķīdums, 6 mol/l.

3.3. Sālsskābes šķīdums, 0,5 mol/l.

3.4. Amonija nitrāts.

3.5. Ūdeņraža peroksīds, 30 % m/v.

3.6. Vara izejas standartšķīdums ([1]) šķīdums: ar 0,001 g precizitāti nosver 1 gramu tīra vara, izšķīdina 25 mililitros 6 mol/l sālsskābes šķīduma (3.2.), pievieno pa daļām 5 ml ūdeņraža peroksīda (3.5.) un atšķaida ar ūdeni līdz 1 litram. 1 ml šā šķīduma satur 1 000 μg vara (Cu).

3.6.1. Vara šķīdums, atšķaidīts: atšķaida 10 ml standartšķīduma (3.6.) līdz 100 ml ar ūdeni, no iegūtā šķīduma 10 ml atšķaida līdz 100 ml ar ūdeni, 1 ml iegūtā atšķaidījuma satur 10 μg vara (Cu).

Šo šķīdumu gatavo pirms lietošanas.

4. **Iekārta**

Atomu absorbcijas spektrofotometrs ar vara lampu (324,8 nm).

5. **Analīzes gaita**

5.1. *Šķīduma gatavošana analīzei*

Ar 0,001 grama precizitāti nosver 25 g parauga, ievieto 400 ml vārglāzē, pievieno uzmanīgi 20 ml sālsskābes (3.1.) (iespējama strauja reakcija sakarā ar oglekļa dioksīda izdalīšanos). Ja nepieciešams, pievieno vēl sālsskābi. Kad burbuļošana beidzas, iztvaicē sausu ūdens vannā, laiku pa laikam apmaisot ar stikla spieķīti. Pievieno 15 ml 6 mol/l sālsskābes šķīduma (3.2.) un 120 ml ūdens. Samaisa ar stikla nūjiņu, ko atstāj vārglāzē, un pārsedz vārglāzi ar pulksteņstikliņu. Šķīdumu saudzīgi vāra līdz pilnīgai izšķīšanai un pēc tam atdzesē.

Šķīdumu kvantitatīvi pārnes 250 ml mērkolbā, skalojot vārglāzi 5 ml 6 mol/l sālsskābes (3.2.) un divreiz ar 5 ml verdoša ūdens, uzpilda līdz atzīmei ar 0,5 mol/l sālsskābi (3.3.) un rūpīgi samaisa.

Filtrē caur filtrpapīru, kas nesatur varu ([2]), izlejot pirmos 50 ml.

5.2. *Tukšais šķīdums*

Gatavo tukšo šķīdumu, no kura paņem tikai paraugu un iekļauj galīgajos aprēķinos.

5.3. *Noteikšana*

5.3.1. Parauga un tukšās analīzes šķīdumu pagatavošana

Atšķaida parauga šķīdumu (5.1.) un tukšās analīzes šķīdumu (5.2.) ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (3.3.) līdz vara koncentrācijai mērīšanai ar spektrofotometru optimālajā diapazonā. Parasti atšķaidīšana nav vajadzīga.

5.3.2. Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana

Atšķaidot standartšķīdumu (3.6.1.) ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (3.3.), pagatavo vismaz piecus standartšķīdumus, kas atbilst spektrofo-

([1]) Var izmantot gatavu nopērkamu vara standartšķīdumu.
([2]) Vatmans 541 vai ekvivalents

▼B

tometra optimālajam mērīšanas diapazonam (0 līdz 5,0 mg/l Cu). Pirms uzpildīšanas līdz atzīmei katram šķīdumam pievieno amonija nitrāta šķīdumu (3.4.), lai tā koncentrācija būtu 100 mg mililitrā.

5.4. *Mērīšana*

Uzstāda spektrofotometram (4.) 324,8 nm viļņu garumu. Lieto oksidējošu gaida – acetilēna liesmu. Katru darbību trīsreiz atkārtojot, pēc kārtas iesmidzina kalibrēšanas šķīdumu (5.3.2.), parauga šķīdumu un tukšo šķīdumu (5.3.1.), pēc katras iesmidzināšanas reizes izskalojot instrumentu ar destilētu ūdeni. Zīmē kalibrēšanas līkni, atzīmējot katra standarta vidējo ekstinkcijas vērtību uz ordinātu ass un attiecīgās vara koncentrācijas μg/ml uz abscisu ass.

Vara koncentrāciju galīgajā paraugā un tukšajos šķīdumos nolasa no kalibrēšanas līknes.

6. **Rezultātu izteikšana**

Aprēķina vara saturu, ņemot vērā analizējamā parauga masu, atšķaidījumus analīzes gaitā un tukšās analīzes vērtību. Rezultātu izsaka kā Cu mg/kg.

4. **Detonācijas noteikšana**

4.1. *Darbības un pielietošanas joma*

Ar šo dokumentu nosaka procedūru detonācijas noteikšanai vienkāršajiem amonija nitrāta mēslošanas līdzekļiem ar augstu slāpekļa saturu.

4.2. *Princips*

Analizējamo paraugu ievieto tērauda caurulē un detonē ar triecienu no detonācijas pastiprinātāja. Detonācijas izplatību nosaka no pakāpes, kādā deformējas svina cilindri, uz kuriem caurule ir horizontāli novietota testa laikā.

4.3. *Materiāli*

4.3.1. Plastmasas sprāgstviela, kas satur 83 līdz 86 % pentrīta.

Blīvums: 1 500 līdz 1 600 kg/m^3

Detonācijas ātrums: 7 300 līdz 7 700 m/s

Masa: 500 (± 1) gramu.

4.3.2. Septiņas lokanas detonācijas auklas bez metāla apvalka

Nominālā masa: 11 līdz 13 g/m

Katras auklas garums: 400 (± 2) mm.

4.3.3. Sekundārās sprāgstvielas saspiesta tablete ar dobumu detonatora ievietošanai

Sprāgstviela: *Hexogen/wax 95/5* vai tetrils, vai līdzīga sekundāra sprāgstviela ar vai bez grafīta.

Blīvums: 1 500 līdz 1 600 kg/m^3

Diametrs: 19 līdz 21 mm

Augstums: 19 līdz 23 mm

Centrālais dobums detonatora ievietošanai: 7 līdz 7,3 mm diametrā, 12 mm dziļš.

4.3.4. Vienlaidu tērauda caurule, kā noteikts *ISO 65-1981-Heavy Series*, ar nominālām dimensijām *DN 100 (4")*

Ārējais diametrs: 113,1 līdz 115,0 mm

Sieniņu biezums: 5,0 līdz 6,5 mm

Garums: 1 005 (± 2) mm.

4.3.5. Apakšējā plāksne

Materiāls: tērauds, labi metināms

Izmēri: 160 × 160 mm

Biezums: 5 līdz 6 mm

▼B

4.3.6. Seši svina cilindri

Diametrs: 50 (± 1) mm

Augstums: 100 līdz 101 mm

Materiāli: mīksts svins, ar vismaz 99,5 % tīrību.

4.3.7. Tērauda bloks

Garums: vismaz 1 000 mm

Platums: vismaz 150 mm

Augstums: vismaz 150 mm

Masa: vismaz 300 kg, ja tērauda blokam nav stingra pamata.

4.3.8. Plastmasas vai kartona cilindrs detonācijas pastiprinātājam

Sieniņu biezums: 1,5 līdz 2,5 mm

Diametrs: 92 līdz 96 mm

Augstums: 64 līdz 67 mm

4.3.9. Detonators (elektrisks vai neelektrisks) ar aizdedzes spēku 8 līdz 10

4.3.10. Koka disks

Diametrs: 92 līdz 96 mm. Diametrs ir jāpielāgo plastmasas vai kartona cilindra (4.3.8.) iekšējam diametram

Biezums: 20 mm

4.3.11. Koka spieķis ar tādiem pašiem izmēriem, kā detonatoram (4.3.9.)

4.3.12. Kniepadatas (maksimālais garums 20 mm)

4.4. *Analīzes gaita*

4.4.1. Detonācijas pastiprinātāja sagatavošana ievietošanai tērauda caurulē

Ir divas metodes sprāgstvielas iniciēšanai detonatora pastiprinātājā, tās atkarīgas no pieejamām iekārtām.

4.4.1.1. Vienlaicīga septiņu punktu iniciācija

Lietošanai sagatavotais detonācijas pastiprinātājs ir parādīts 1. attēlā.

4.4.1.1.1. Izurbj koka diskā (4.3.10.) caurumus paralēli diska asij caur centru un sešiem simetriski izvietotiem punktiem ap koncentrisku apli 55 mm diametrā. Caurumu diametram jābūt 6 līdz 7 mm (skatīt 1. attēla A—B. daļu), atkarībā no izmantotās detonācijas auklas diametra (4.3.2.).

4.4.1.1.2. Nogriež septiņus detonācijas auklas (4.3.2.) gabalus, katru 400 mm garu, ar tīru griezienu un tūlīt nosmērējot galu ar adhezīvu, lai izvairoties no sprāgstvielas zudumiem galos. Izvelk katru no septiņiem auklas gabaliem caur septiņiem caurumiem koka diskā (4.3.10.), līdz to gali iznāk dažus centimetrus otrā diska pusē. Tad ievieto nelielu kniepadatu (4.3.12.) šķērseniski 5—6 mm no katras auklas gala un apliek ar adhezīvu visu auklu 2 cm platā joslā blakus kniepadatai. Visbeidzot izvelk katras auklu, lai kniepadata nonāk kontaktā ar koka disku.

4.4.1.1.3. Izveido plastmasas sprāgstvielu (4.3.1.) cilindra formā ar 92 – 96 mm diametru atkarībā no cilindra (4.3.8.) diametra. Novieto cilindru uz līdzenas virsmas un ievieto sprāgstvielu. Tad ievieto koka disku ([1]), savelkot visas septiņas detonācijas auklas uz cilindra augšas un nospiež disku uz leju uz sprāgstvielas. Pieregulē cilindra augstumu (64 līdz 67 mm), lai augšējā mala nebūtu virs koka līmeņa. Visbeidzot piefiksē cilindru pie koka diska ar skavām vai mazām nagliņām ap visu tā apli.

4.4.1.1.4. Sagrupē septiņu auklu brīvos galus ap koka spieķi (4.3.11.), lai to gali būtu perpendikulāri spieķim. Galus ar līmlenti ([2]) sastiprina saišķī ap spieķi.

([1]) Diska diametram vienmēr jāatbilst cilindra iekšējam diametram.

([2]) NB:Kad sešas perifērās auklas pēc iekārtas salikšanas cieši savelk, centrālajai auklai jāpaliek viegli nesavilktai.

▼B

4.4.1.2. Centrālā iniciācija ar saspiesto tableti

Lietošanai sagatavotais detonācijas pastiprinātājs ir parādīts 2. attēlā.

4.4.1.2.1. Saspiestās tabletes sagatavošana

Ievērojot nepieciešamo piesardzību, ievieto 10 gramus sekundārās sprāgstvielas (4.3.3.) veidnē ar iekšējo diametru 19 – 21 mm un saspiež pēc vajadzīgās formas un blīvuma.

(Diametra attiecībai: pret augstumu jābūt apmēram 1:1).

Veidnes dibena centrā ir 12 mm augsts mietiņš ar 7,0 līdz 7,3 mm diametru (atkarībā no lietotā detonatora diametra), kas izveido tabletē cilindrisku iedobi detonatora ievietošanai.

4.4.1.2.2. Detonācijas pastiprinātāja sagatavošana

Sprāgstvielu ievieto (4.3.1.) cilindrā (4.3.8.), kas stāv taisni uz līdzenas virsmas, tad spiež to uz leju ar koka matricu, lai izveidotu sprāgstvielai cilindrisku formu ar centrālo iedobi. Saspiesto tableti ievieto šajā iedobē. Nosedz cilindriskā formas sprāgstvielu, kas satur saspiesto tableti, ar koka disku (4.3.10.), ar centrālo caurumu 7,0 līdz 7,3 mm diametrā detonatora ievietošanai. Koka disku un cilindru sastiprina kopā krusteniski ar līmlenti. Jāpārliecinās, ka diskā izurbtais caurums un dobums saspiestajā tabletē ir koaksiāli, ievadot koka spieķi (4.3.11.).

4.4.2. Tērauda cauruļu sagatavošana detonācijas testiem

Vienā tērauda caurules (4.3.4.) galā izurbj divus diametrāli pretējus caurumus 4 mm diametrā perpendikulāri caur sānu sienu 4 mm attālumā no malas.

Apakšējo plati (4.3.5.) piemetina pie caurules pretējā gala, pilnībā piepildot labo leņķi starp apakšējo plati un caurules sienu ar kausētu metālu apkārt visai caurulei.

4.4.3. Tērauda caurules pildīšana un ielādēšana

Skatīt 1. un 2. attēlu.

4.4.3.1. Analizējamais paraugs, tērauda caurule un detonācijas pastiprinātājs ir jākondicionē 20 (± 5) °C temperatūrā. Diviem detonācijas testiem ir vajadzīgi 16 līdz 18 kg analizējamā parauga.

4.4.3.2. Novieto cauruli stāvus ar kvadrātveida apakšējo plati uz cietas, līdzenas virsmas, vēlams, betona. Uzpilda cauruli līdz apmēram vienai trešdaļai ar analizējamo paraugu un ļauj tai no 10 cm augstuma vertikāli piecas reizes nokrist uz grīdas, lai mikrogranulas vai granulas caurulē cik iespējams sablīvētos. Lai paātrinātu blīvēšanos, starp kritieniem pa caurules sānu virsmu kopā 10 reizes uzdauza ar 750 līdz 1 000 g smagu āmuru.

Šo ielādēšanas metodi atkārto ar otru analizējamā parauga daļu. Visbeidzot, turpmāko pievienošanu dara tā, ka pēc blīvēšanas, 10 reizes paceļot un nometot cauruli un pa starpu 20 reizes uzdauzot ar āmuru, caurule uzpildās līdz 70 mm attālumam no sprauslas.

Parauga uzpildes augstums tērauda caurulē jāizvēlas tā, lai detonācijas pastiprinātājs (4.4.1.1. vai 4.4.1.2.), ko ievieto vēlāk, būtu ciešā kontaktā ar visu parauga virsmu.

4.4.3.3. Ievieto detonācijas pastiprinātāju caurulē, lai tas ir kontaktā ar paraugu; koka diska augšējai virsmai jābūt 6 mm zem caurules gala. Nodrošina ciešu kontaktu starp sprāgstvielu un analizējamo paraugu, pievienojot vai paņemot nost nelielus daudzumus analizējamā parauga. Kā redzams 1. un 2. attēlā, šķelttapas jāievieto pa caurumiem tuvu pie caurules atvērtā gala, un to kājas ir atvērtas horizontāli pret cauruli.

4.4.4. Tērauda caurules un svina cilindru izvietojums (skatīt 3. attēlu)

4.4.4.1. Svina cilindru (4.3.6.) pamatņu skaits ir 1 līdz 5. Izdara sešas atzīmes 150 mm no tērauda bloka (4.3.7.), kas atrodas uz horizontāla pamata, centra līnijas ar pirmo atzīmi vismaz 75 mm no bloka malas. Novieto svina cilindru vertikāli uz katras no šīm atzīmēm, katra cilindra pamatni centrējot uz šo atzīmi.

4.4.4.2. Novieto saskaņā ar 4.4.3. punktu sagatavoto tērauda cauruli horizontāli uz svina cilindriem, lai caurules ass būtu paralēli tērauda bloka centra

▼B

līnijai un caurules metinātais gals iziet 50 mm virs svina cilindra Nr. 6. Lai caurule neripotu, ievieto nelielus koka ķīļus starp svina cilindru augšdaļām un caurules sienu (pa vienai katrā pusē) vai novieto koka krustu starp cauruli un tērauda bloku.

Piezīme: Jāpārliecinās, ka caurule ir kontaktā ar visiem sešiem svina cilindriem; nelielu caurules virsmas ieliekumu var kompensēt, pagriežot cauruli ap tās garenvirziena asi; ja kāds no svina cilindriem ir pārāk garš, cilindram uzmanīgi uzsit ar āmuru, līdz tā garums ir atbilstošs.

4.4.5. Sagatavošanās detonācijai

4.4.5.1. Iekārtu saskaņā ar 4.4.4. punktu ievieto bunkurā vai attiecīgi sagatavotā pazemes telpā (piemēram, šahtā vai tunelī). Pirms detonācijas tērauda caurules temperatūrai ir jābūt 20 (± 5) °C.

Piezīme:

Ja šāda spridzināšanas vieta nav pieejama, spridzināšanu var izdarīt ar betonu izklātā bedrē, kas nosegta ar koka baļķiem. Detonēšana var izraisīt tērauda atlūzu pārvietošanos ar lielu kinētisko enerģiju, tādēļ spridzināšana jāveic pienācīgā attālumā no dzīvojamām ēkām vai caurbrauktuvēm.

4.4.5.2. Ja lieto detonācijas pastiprinātāju ar septiņu punktu iniciāciju, jānodrošina, lai detonācijas auklas ir izstieptas, kā aprakstīts 4.4.1.1.4. punkta zemsvītras piezīmē, un cik iespējams horizontāli.

4.4.5.3. Visbeidzot izņem koka spieķi un tā vietā ievieto detonatoru. Nespridzināt, pirms bīstamā zona nav evakuēta un personāls nav drošā vietā.

4.4.5.4. Detonē sprāgstvielu.

4.4.6. Ļauj pietiekamu laiku izklīst dūmiem (gāzēm un reizēm toksiskiem sadalīšanās produktiem, piemēram, slāpekļa gāzēm), tad savāc svina cilindrus un mēra to augstumus ar bīdmēru.

Par katru iezīmēto svina cilindru pieraksta deformācijas pakāpi, ko izsaka procentuāli no sākotnējā augstuma 10 mm. Ja cilindri deformējušies šķībi, pieraksta lielākās un mazākās vērtības un rēķina vidējās.

4.4.7. Var izmantot zondi nepatrauktas detonācijas ātruma mērīšanai; zonde jāievieto caurules ass garenvirzienā vai gar sānu sienu.

4.4.8. Katram paraugam izdara divus detonācijas testus

4.5. *Testa ziņojums*

Par katru detonācijas testu testa ziņojumā uzrāda šādus parametrus:

— tērauda caurules ārējā diametra un sienas biezuma vērtību,

— tērauda caurules Brinela cietību,

— caurules un parauga temperatūru īsi pirms spridzināšanas,

— parauga bēruma blīvumu (kg/m^3) tērauda caurulē,

— katra cilindra augstumu pēc spridzināšanas, attiecīgi cilindra numuram,

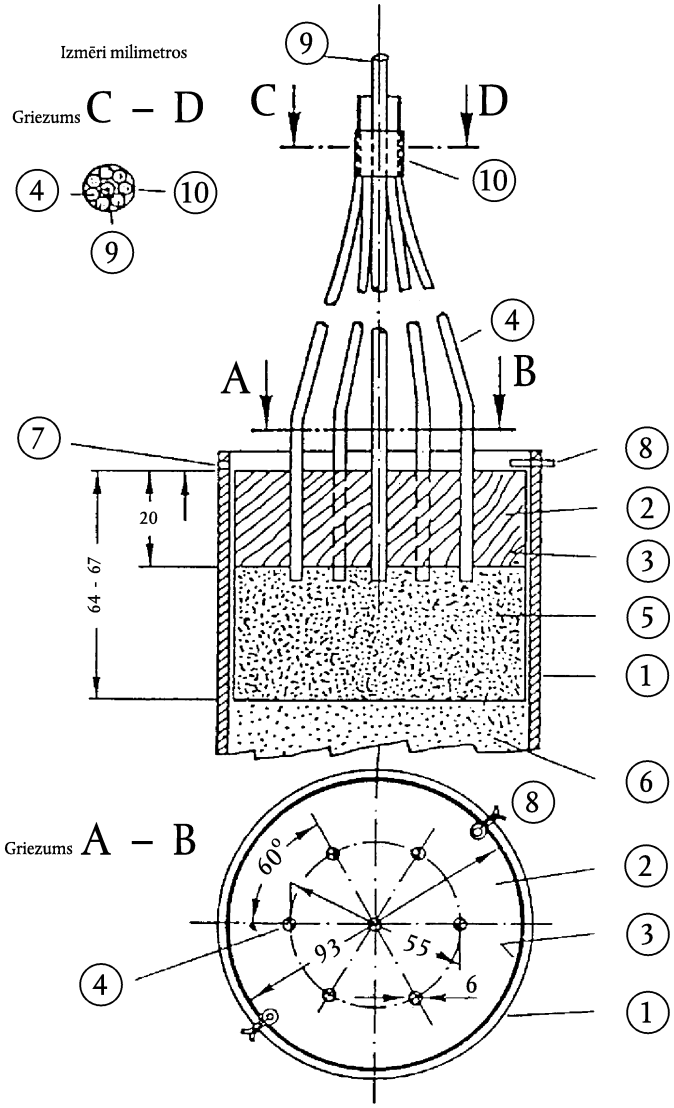
— izmantoto detonācijas pastiprinātāja iniciācijas metodi.

4.5.1. Rezultātu novērtējums

Ja pēc katras spridzināšanas vismaz viens svina cilindrs deformējas mazāk par 5 %, tad testu uzskata par pilnīgu un paraugu par atbilstošu III pielikuma 2. iedaļas prasībām.

▼B

Detonācijas pastiprinātājs ar septiņu punktu iniciāciju



① Tērauda caurule

② Koka disks ar septiņiem caurumiem

③ Plastmasas vai kartona cilindrs

④ Detonācijas auklas

⑤ Plastmasas sprāgstviela

⑥ Analizējamais paraugs

⑦ Izurbts caurums ar 4 mm diametru šķelttapas ⑧ ievietošanai

⑧ Šķelttapa

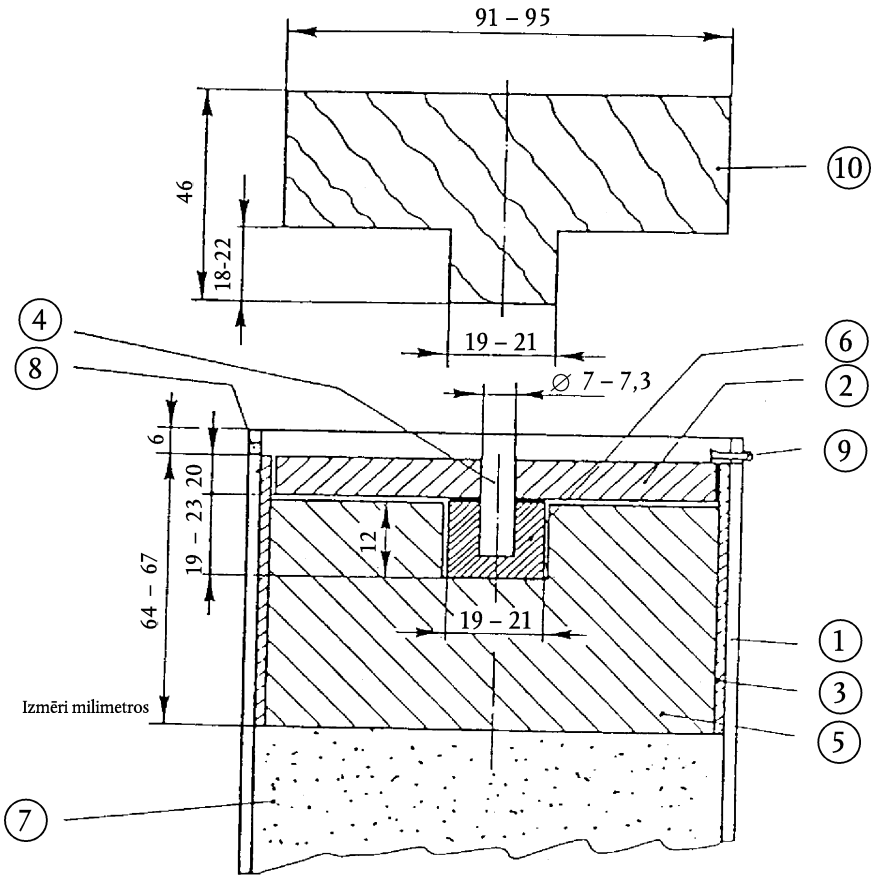
⑨ Koka spieķis, kam apkārt ④

⑩ Līmlente ④ nostiprināšanai ap ⑨

1. attēls

▼B

Detonācijas pastiprinātājs ar centrālo iniciāciju



① Tērauda caurule

② Koka disks

③ Plastmasas vai kartona cilindrs

④ Koka spieķis

⑤ Plastmasas sprāgstviela

⑥ Saspiesta tablete

⑦ Analizējamais paraugs

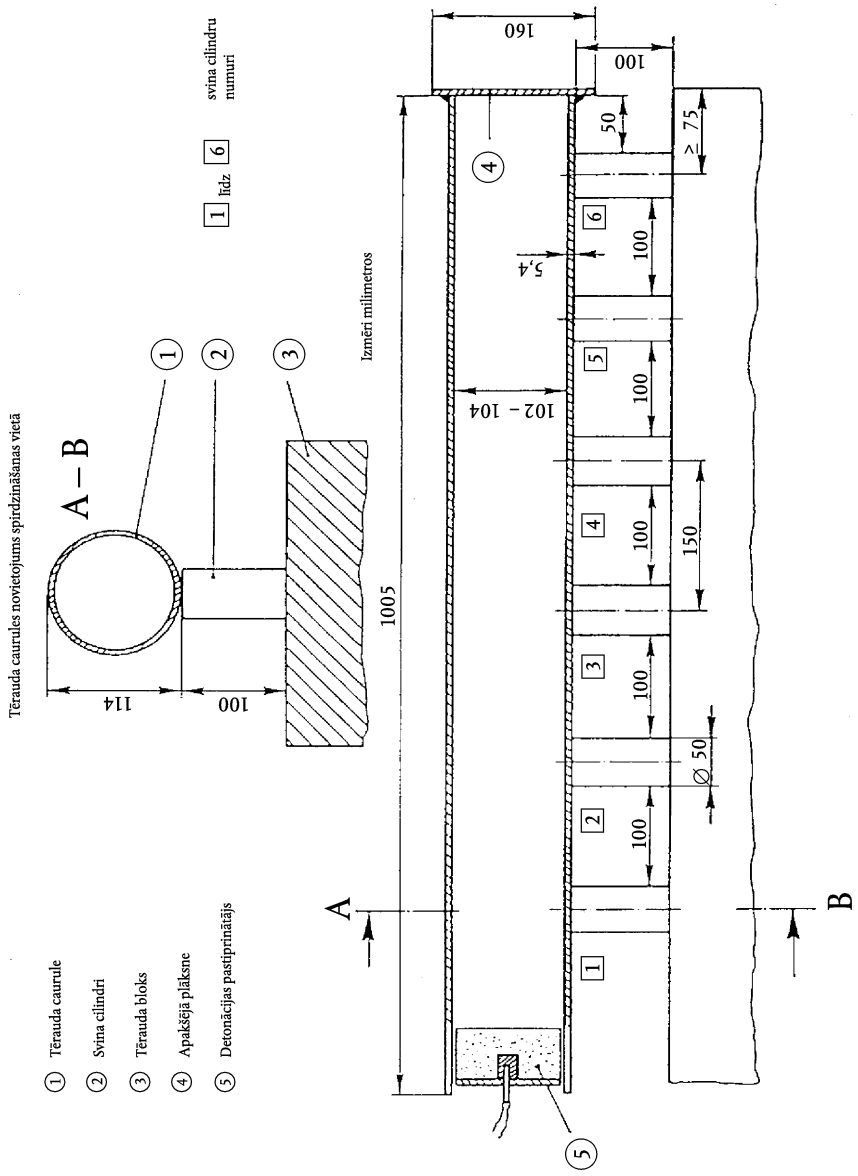
⑧ Izurbts caurums ar ④ mm diametru šķelttapas ievietošanai ⑨

⑨ Šķelttapa

⑩ Koka matrica priekš ⑤

2. attēls

▼B


svina cilindru numuri
1 līdz 6
Izmēri milimetros
Tērauda caurules novietojums spirdzināšanas vietā
A – B
114
100
1005
160
100
50
≥ 75
5,4
102 – 104
100
150
∅ 50
A
B
① Tērauda caurule
② Svina cilindri
③ Tērauda bloks
④ Apakšējā plāksne
⑤ Detonācijas pastiprinātājs

3. attēls

▼B

IV PIELIKUMS

PARAUGU ŅEMŠANAS UN ANALĪZES METODES

A. PARAUGU ŅEMŠANAS METODE MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU KONTROLEI

IEVADS

Pareiza paraugu ņemšana ir sarežģīta darbība, kas jāveic ļoti rūpīgi. Tomēr nevar pārvērtēt vajadzību iegūt pietiekami reprezentatīvu paraugu mēslošanas līdzekļu oficiālajām pārbaudēm.

Turpmāk paraugu ņemšanas metodē aprakstītās darbības ir jāveic ļoti precīzi, un tas ir jādara speciālistiem, kam ir pieredze tradicionālajā paraugu ņemšanas procedūrā.

1. **Mērķis un darbības joma**

Paraugus oficiālai mēslošanas līdzekļu kvalitātes un sastāva kontrolei ņem saskaņā ar turpmāk aprakstītajām metodēm. Šādi iegūtus paraugus uzskata par reprezentatīviem paraugiem.

2. **Paraugu ņēmēji**

Paraugus ņem speciālisti, ko šim mērķim apstiprinājušas dalībvalstis.

3. **Definīcijas**

Parauga partija: produkta daudzums, kas veido vienību un kas pēc īpašībām ir vienveidīgs.

Elementārparaugs: daudzums, ko ņem vienā parauga punktā.

Kopparaugs: elementārparaugu apvienojums, ko ņem no vienas parauga partijas.

Samazinātais paraugs: kopparauga reprezentatīva daļa, ko iegūst kopparauga samazināšanas procesā.

Gala paraugs: samazinātā parauga reprezentatīva daļa.

4. **Iekārta**

4.1. Paraugu ņemšanas iekārtai ir jābūt izgatavotai no materiāla, kas nevar ietekmēt analīzei ņemto vielu īpašības. Dalībvalstis var šādas iekārtas oficiāli apstiprināt.

4.2. *Iekārta, ieteikta cieto mēslošanas līdzekļu paraugu ņemšanai*

4.2.1. Manuāla paraugu ņemšana

4.2.1.1. Plakana liekšķere ar vertikālām malām

4.2.1.2. Paraugu dakša ar garu šķēlumu vai nodalījumiem. Paraugu dakšas izmēriem ir jābūt atbilstošiem parauga partijai (konteinera dziļumam, maisa izmēriem u. tml.) un mēslošanas līdzekļa daļiņu izmēriem.

4.2.2. Mehāniska paraugu ņemšana

Kustībā esošus mēslošanas līdzekļu paraugu ņemšanai var izmantot apstiprinātas mehāniskas iekārtas.

4.2.3. Sadalītājs

Iekārtu, kas sadala paraugu vienādās daļās, var izmantot elementārparaugu ņemšanai un samazināto gala paraugu sagatavošanai.

4.3. *Iekārta, ieteikta šķidro mēslošanas līdzekļu paraugu ņemšanai*

4.3.1. Manuāla paraugu ņemšana

Vaļēja caurule, zonde, pudele vai cita ierīce izlases parauga ņemšanai no parauga partijas.

4.3.2. Mehāniska paraugu ņemšana

Kustībā esošus šķidro mēslošanas līdzekļu paraugu ņemšanai var izmantot apstiprinātas mehāniskas iekārtas.

▼B

5. **Kvantitatīvās prasības**

5.1. *Parauga partija*

Parauga partijas izmēram ir jābūt pietiekamam, lai var paņemt paraugu no visām sastāvdaļām.

5.2. *Elementārparaugi*

5.2.1. Vaļēji cietie vai šķidrie mēslošanas līdzekļi konteineros, lielākos par 100 kg

5.2.1.1. Parauga partijas līdz 2,5 tonnām:

Minimālais elementārparaugu skaits: septiņi

5.2.1.2. Parauga partijas virs 2,5 tonnām un līdz 80 tonnām:

Minimālais elementārparaugu skaits =

$\sqrt{\text{partijas, no kuras ņemti paraugi, tonnu skaits, reizināts ar 20}}$ ([1])

5.2.1.3. Parauga partijas virs 80 tonnām:

Minimālais elementārparaugu skaits: 40

5.2.2. Iepakoti cietie vai šķidrie mēslošanas līdzekļi konteineros, iepakojums nepārsniedz 100 kg

5.2.2.1. Iepakojumi virs 1 kg

5.2.2.1.1. Parauga partijas, kurās ir mazāk par pieciem iepakojumiem:

Minimālais iepakojumu skaits, no kuriem jāņem paraugi ([2]): visi iepakojumi.

5.2.2.1.2. Parauga partijas ar pieciem līdz 16 iepakojumiem:

Minimālais iepakojumu skaits, no kuriem jāņem paraugi ([2]): četri.

5.2.2.1.3. Parauga partijas ar septiņpadsmit līdz 400 iepakojumiem:

Minimālais iepakojumu skaits, no kuriem jāņem paraugi ([2]):

$\sqrt{\text{partijas, no kuras ņemti paraugi, tonnu skaits, reizināts ar 20}}$ ([1])

5.2.2.1.4. Parauga partijas virs 400 iepakojumiem:

Minimālais iepakojumu skaits, no kuriem jāņem paraugi ([2]): 20.

5.2.2.2. Iepakojumi, kas nepārsniedz 1 kg:

Minimālais iepakojumu skaits, no kuriem jāņem paraugi ([2]): četri.

5.3. *Kopparaugs*

Paraugu partijai ir vajadzīgs atsevišķs kopparaugs. Kopējā elementārparaugu masa, kas veido kopparaugu, nav mazāka par šādiem lielumiem:

5.3.1. Vaļēji cietie vai šķidrie mēslošanas līdzekļi konteineros, lielākos par 100 kg: 4 kg.

5.3.2. Iepakoti cietie vai šķidrie mēslošanas līdzekļi konteineros, iepakojums nepārsniedz 100 kg

5.3.2.1. Iepakojumi virs 1 kg: 4 kg

5.3.2.2. Iepakojumi, kas nepārsniedz 1 kg: četru oriģinālo iepakojumu satura masa.

5.3.3. Amonija nitrāta mēslošanas līdzekļa paraugs testiem saskaņā ar III pielikumu 2. iedaļu: 75 kg

5.4. *Gala paraugi*

Kopparaugs kalpo par gala paraugus pēc samazināšanas, ja nepieciešams. Ir prasība analizēt vismaz vienu gala paraugu. Analizējamā parauga masa ir vismaz 500 g.

5.4.1. Cietie un šķidrie mēslošanas līdzekļi

([1]) Ja iegūtais skaitlis ir daļskaitlis, tas ir jānoapaļo līdz nākamajam veselajam skaitlim.
([2]) Iepakojumiem, kuru saturs nepārsniedz 1 kg, elementārparaugs ir viena oriģinālā iepakojuma saturs.

▼B

5.4.2. Amonija nitrāta mēslošanas līdzekļa paraugs pārbaudēm

Kopparaugs kalpo par gala paraugus pēc samazināšanas, ja nepieciešams.

5.4.2.1. Minimālā gala parauga masa III pielikuma 1. iedaļas testiem: 1 kg

5.4.2.2. Minimālā gala parauga masa III pielikuma 2. iedaļas testiem: 25 kg

6. **Instrukcijas paraugu ņemšanai, sagatavošanai un iepakošanai**

6.1. *Vispārīgi norādījumi*

Paraugi ir jāņem un jāsagatavo cik iespējams ātri, ar nepieciešamo rūpību, lai tie būt mēslošanas līdzekļa reprezentatīvie paraugi. Instrumentiem, kā arī virsmām un traukiem, kuros ievieto paraugus, ir jābūt tīriem un sausiem.

Šķidrā mēslošanas līdzekļa gadījumā, parauga partija pirms parauga ņemšanas ir jāsamaisa.

6.2. *Elementārparaugi*

Elementārparaugi ir jāņem izlases veidā visā parauga partijā un tiem ir jābūt apmēram vienāda izmēra.

6.2.1. Vaļēji cietie vai šķidrie mēslošanas līdzekļi konteineros, kuros ir vairāk nekā 100 kg

Parauga partiju simboliski sadala apmēram vienādās daļās. Daļu skaits, kas atbilst elementārparaugu skaitam saskaņā ar 5.2 punktu, izvēlas izlases veidā un no katras šādas daļas ņem vismaz vienu paraugu. Ja ņemot neiesaiņoto vai šķidro mēslošanas līdzekļu paraugus no konteineriem, kuros ir vairāk nekā 100 kg, nav iespējams ievērot 5.1 punkta prasības, paraugu ņemšana ir jāizdara parauga partijas iekraušanas vai izkraušanas laikā. Šajā gadījumā paraugus ņem izlases veidā no izvēlētām daļām, kas noteiktas iepriekš, kad paraugs ir kustībā.

6.2.2. Iepakoti cietie vai šķidrie mēslošanas līdzekļi konteineros, nepārsniedz 100 kg

Ja paraugu ņemšanai prasītais iepakojumu skaits ir izvēlēts kā norādīts 5.2. punktā, no katra iepakojuma satura nober vai nolej kādu daļu. Ja nepieciešams, paraugus ņem atsevišķi pēc konteineru iztukšošanas.

6.3. *Kopparauga sagatavošana*

Elementārparaugus sajauc, iegūstot vienu kopparaugu.

6.4. *Gala parauga sagatavošana*

Materiālu kopparaugā rūpīgi samaisa ([1]).

Ja nepieciešams, kopparaugs vispirms ir jāsamazina līdz vismaz 2 kg (samazinātais paraugs) ar mehānisko sadalītāju vai pēc kvartēšanas metodes.

Sagatavo vismaz trīs gala paraugus, apmēram vienādus pēc daudzuma un atbilstoši 5.4. punkta prasībām par daudzumiem. Katru paraugu ievieto īpašā hermētiskā traukā. Jāveic visi nepieciešamie pasākumi, lai nemainītos parauga īpašības.

Attiecībā uz III pielikuma 1. un 2. iedaļas testiem, gala paraugus uzglabā temperatūrā starp 0 °C un 25 °C.

7. **Gala paraugu iepakošana**

Konteinerus un iepakojumus sver un marķē (kopējo marķējumu iestrādā zīmogā), lai tos nevarētu atvērt, nesabojājot zīmogu.

8. **Paraugu ņemšanas protokols**

Par katru parauga ņemšanu ir jāraksta protokols, kas ļauj katru parauga porciju skaidri identificēt.

9. **Paraugu nosūtīšana**

No katras paraugu partijas vismaz vienu gala paraugu līdz ar analīzei vai testēšanai nepieciešamo informāciju, cik iespējams, ātri nosūta atzītai analītiskai laboratorijai vai pārbaudes iestādei.

([1]) Jebkuri kunkuļi ir jāsasmalcina (ja nepieciešams, atdalot un vēlāk pievienojot paraugam).

▼B

B. MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU ANALĪZES METODES

(Skatīt satura rādītāju 2. lpp.)

Vispārīgas piezīmes

Laboratorijas iekārta

Metožu aprakstos nav precīzi definēta vispārēja laboratorijas iekārta, ir norādīts tikai kolbu un pipešu izmērs. Jebkurā gadījumā laboratorijas iekārtai ir jābūt ļoti tīrai, it īpaši nosakot nelielus elementu daudzumus.

Kontrolizmēģinājumi

Pirms analīzes ir nepieciešams pārliecināties, ka aparāts labi funkcionē un analīzes metode tiek ievērota pareizi, lietojot zināma sastāva ķīmiskos savienojumus (piemēram, amonija sulfātu, monokālija fosfātu u. tml.). Ja mēslošanas līdzekļu analīžu rezultāti var norādīt uz nepareizu ķīmisko sastāvu, ja nav strikti ievērota analīzes metode. No otras puses, daudzas noteikšanas ir empīriskas un attiecas uz savienojumiem ar sarežģītu ķīmisko sastāvu. Tādēļ, ja vien iespējams, laboratorijām būtu jālieto mēslošanas līdzekļu standarti ar labi zināmu sastāvu.

Vispārēji noteikumi attiecībā uz mēslošanas līdzekļu analīžu metodēm

1. Reaģenti

   Ja analīzes metode neparedz citādi, visiem reaģentiem ir jābūt analītiski tīriem (a.t.). Analizējot mikroelementus, reaģentu tīrība ir jāpārbauda ar tukšo analīzi. Atkarībā no iegūtā rezultāta, var būt nepieciešama īpaša attīrīšana.

2. Ūdens

   Ja analīzes metodē minētās šķīdināšanas, atšķaidīšanas, skalošanas un mazgāšanas darbībām nav noteikts šķīdinātāja vai atšķaidītāja raksturs, jālieto ūdens. Normāli ūdeni demineralizē vai destilē. Šajos procesos, kā paredz analīzes metode, ūdeni īpaši attīra.

3. Laboratorijas iekārta

   Ņemot vērā iekārtas, ko parasti lieto kontroles laboratorijās, analīzes metodē attiecībā uz iekārtu apraksta tikai specifiskus instrumentus un aparātus vai tādus, uz kuriem attiecas īpašas prasības. Iekārtai ir jābūt ideāli tīrai, it īpaši, nosakot nelielus daudzumus. Laboratorija nodrošina to, ka stikla trauku iedaļas ir precīzas, atsaucoties uz attiecīgiem metroloģiskiem standartiem.

1. metode

Parauga sagatavošana analīzēm

1. **Darbības joma**

   Ar šo dokumentu nosaka procedūru, kas izdarāma, lai paraugu, ko ņem no gala parauga, sagatavotu analīzei.

2. **Princips**

   Gala parauga sagatavošana, kuru saņem laboratorijā, ir darbību sērija, parasti tā ir sijāšana, smalcināšana un maisīšana, ko dara tā, lai:

   — no vienas puses, mazākais svērtais daudzums pēc analīzes metodēm reprezentētu laboratorijas paraugu,

   — no otras puses, mēslošanas līdzekļa smalkumu sagatavojot nevar mainīt tādā mērā, ka tiek būtiski mainīta tā šķīdība dažādos ekstrakcijas reaģentos.

3. **Iekārta**

   Parauga sadalītājs (pēc izvēles).

   Sieti ar 0,2 un 0,5 mm acu izmēru.

   250 ml kolbas ar aizbāžņiem.

   Porcelāna piesta un piestala vai dzirnaviņas.

4. **Apstrādes veida izvēleIepriekšēja piezīme**

   Ja produkts ir atbilstošs, jāuzglabā tikai gala parauga reprezentatīva daļa.

▼B

4.1. *Gala paraugi, ko nedrīkst smalcināt*

Kalcija nitrāts, kalcija magnija nitrāts, nātrija nitrāts, Čīles salpetris, kalcija ciānamīds, nitrātus saturošs kalcija ciānamīds, amonija sulfāts, amonija nitrāti ar vairāk nekā 30 % N, urīnviela, tomasmilti, daļēji šķīstošs dabīgais fosfāts, izgulsnēts dihidratēts dikalcija fosfāts, kalcinēts fosfāts, alumīnija kalcija fosfāts, fosforītmilti.

4.2. *Gala paraugi, kas jāsmalcina un kā daļa jāsmalcina*

Šīs ir vielas, attiecībā uz kurām zināmas noteikšanas veic bez iepriekšējas smalcināšanas (piemēram, maluma smalkums) un citas noteikšanas pēc smalcināšanas. Šīs vielas ietver kombinētos mēslošanas līdzekļus, kas satur šādas fosfātu sastāvdaļas: tomasmiltus, alumīnija kalcija fosfātu, kalcinētu fosfātu, fosforītmiltus un daļēji šķīstošu dabīgo fosfātu. Gala paraugu tādēļ sadala divās cik iespējams līdzīgās daļās ar parauga sadalītāju vai kvartēšanu.

4.3. *Gala paraugi, attiecībā uz kuriem visas noteikšanas izdara ar sasmalcinātu vielu*

Smalcināma ir tikai gala parauga reprezentatīva daļa. Šie ir visi citi sarakstā iekļautie mēslošanas līdzekļi, kas nav minēti 4.1. un 4.2. punktā.

5. **Metode**

Gala produkta daļu (4.2. un 4.3. punkts) ātri sijā caur sietu ar 0,5 mm acu izmēru. Atlikumu rupji sasmalcina, lai iegūt vielu ar cik iespējams nedaudzām smalkām daļiņām, un sijā. Sijāšanu izdara tādos apstākļos, lai viela ievērojami nesakarstu. Darbību atkārto tik reižu, līdz nav atlikuma, un to dara cik iespējams ātri, lai novērstu sastāvdaļu pieaugumu vai zudumu (ūdens, amonjaks). Visu sasmalcināto un izsijāto produktu ievieto tīrā noslēdzamā pudelē.

Pirms svēršanas analīzei visu paraugu rūpīgi samaisa.

6. **Īpaši gadījumi**

a) Mēslošanas līdzeklis satur vairāku izmēru kristālu maisījumu

Šādā gadījumā bieži notiek nosēšanās. Tādēļ paraugs noteikti jāsasmalcina un jāsijā caur sietu ar 0,200 mm acu izmēru. Piemēram, amonija fosfāta un kālija nitrāta maisījums. Attiecībā uz šīm vielām iesaka smalcināt visu gala paraugu.

b) Atlikumu ir grūti smalcināt, un tas nesatur mēslošanas līdzekļu vielas

Nosver atlikumu un, aprēķinot galīgo rezultātu, ņem vērā tā masu.

c) Vielas, kas karsētas sadalās

Smalcināšanu ir jāizdara tā, lai nenotiktu sakaršana. Šajā gadījumā smalcināšanai labāk izmantot piestu. Piemēram, kombinētie mēslošanas līdzekļi, kas satur kalcija ciānamīdu un urīnvielu.

d) Vielas ir ārkārtīgi mitras vai smalcinot pārvēršas par pastu

Lai nodrošinātu homogenitāti, jāizvēlas siets ar sīkāko acojumu, kas atbilst graudu smalcināšanai ar roku vai piestu. Šie var būt tādi maisījumi, kuru sastāvdaļas satur kristalizācijas ūdeni.

2. metode

Slāpeklis

2.1. metode

Amonija slāpekļa noteikšana

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru amonija slāpekļa noteikšanai.

▼B

2. **Pielietošanas joma**

Visiem slāpekļa mēslošanas līdzekļiem, ietverot kombinētos mēslošanas līdzekļus, kuros slāpeklis ir kā amonija sāls vai amonija sāls kopā ar nitrātiem.

Šī metode nav piemērojama mēslošanas līdzekļiem, kas satur urīnvielu, ciānamīdu vai citus organiskos slāpekļa savienojumus.

3. **Princips**

Amonija aizvietošana ar nātrija hidroksīda pārākumu; destilācija; amonija daudzuma noteikšana dotajā sērskābes standartšķīduma tilpumā un pārākuma titrēšana ar nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdumu.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un slāpekļa savienojumus.

4.1. Atšķaidīta sālsskābe: viens tilpums HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) plus viens tilpums ūdens

▼M4

4.2. Sērskābe: 0,05 mol/l

4.3. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,1 mol/l } a variantam

4.4. Sērskābe: 0,1 mol/l

4.5. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,2 mol/l } b variantam (skatīt 2. piezīmi)

4.6. Sērskābe: 0,25 mol/l

4.7. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,5 mol/l } c variantam (skatīt 2. piezīmi);

▼B

4.8. Nātrija hidroksīds, apmēram 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), bez amonjaka

4.9. *Indikatora šķīdumi*

4.9.1. Jauktais indikators

A šķīdums: Izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 mililitros 0,1 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni.

B šķīdums: Izšķīdina 1 g metilēnzilā ūdenī un uzpilda līdz vienam litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators ir violets skābā šķīdumā, pelēks neitrālā šķīdumā un zaļš sārmainā šķīdumā. Lieto 0,5 ml (10 pilienus) šā indikatora šķīduma.

4.9.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 mililitros 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 mililitriem un nepieciešamības gadījumā filtrē. Šo indikatoru var lietot (četrus piecus pilienus) iepriekšējā indikatora vietā.

4.10. Granulēts pumeks, mazgāts sālsskābē un kalcinēts

4.11. Amonija sulfāts analīzei

5. **Iekārta**

5.1. Destilācijas aparāts, kas sastāv no piemērota tilpuma apaļkolbas, kura pievienota dzesinātājam ar pretšļakstes uzgali.

1. piezīme

Atšķirīgi atzīti un ieteikti iekārtas tipi šai noteikšanai ar konstrukcijas detaļām ir parādīti 1., 2., 3. un 4. attēlā.

▼B

5.2. Pipetes, 10, 20, 25, 50, 100 un 200 ml

5.3. 500 ml mērkolba

5.4. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezienu minūtē)

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes metode**

7.1. *Šķīduma sagatavošana*

Veic parauga šķīdības pārbaudi ūdenī istabas temperatūrā un 2 % attiecībā (m/V). Saskaņā ar 1. tabulas norādēm, ar 0,001 g precizitāti nosver 5 vai 7, vai 10 g sagatavotā parauga un ievieto 500 ml mērkolbā. Atkarībā no šķīdības pārbaudes rezultāta rīkojas šādi.

a) Produkts pilnībā šķīst ūdenī

Pievieno kolbā vajadzīgo ūdens daudzumu, lai paraugs izšķīstu; sakrata un pēc pilnīgas izšķīšanas uzpilda tilpumu un rūpīgi samaisa.

b) Produkts nepilnīgi šķīst ūdenī

Pievieno kolbā 50 ml ūdens un 20 ml sālsskābes (4.1.). Sakrata. Atstāj mierīgi, līdz izdalās oglekļa dioksīds. Pievieno 400 ml ūdens un krata pusstundu rotācijas kratītājā (5.4.). Uzpilda tilpumu ar ūdeni, samaisa un filtrē caur sausu filtru sausā traukā.

7.2. *Šķīduma analīze*

Atkarībā no izvēlētā varianta, uztvērējkolbā ielej nomērītu daudzumu sērskābes standartšķīduma, kā norādīts 1. tabulā. Pievieno attiecīgu daudzumu izvēlētā indikatora šķīduma (4.9.1. vai 4.9.2.) un, ja nepieciešams, ūdeni, lai iegūtu vismaz 50 ml tilpumu. Alonža galam, kas nāk no dzesinātāja, ir jābūt zem šķīduma virsmas.

Ar precīzijas pipeti, saskaņā ar tabulā dotajām detaļām, pārnes dzidrā šķīduma alikvoto daļu ([1]) aparāta destilācijas kolbā. Pievieno ūdeni, lai iegūtu apmēram 350 ml kopējā tilpuma un dažus graudus pumeka normālam vārīšanās režīmam.

Savieno destilācijas aparātu un, lai nebūtu amonjaka zudumu, destilācijas kolbas saturam pievieno 10 ml koncentrēta nātrija hidroksīda šķīduma (4.8.) vai 20 ml tā paša reaģenta gadījumos, kad analizējamā parauga izšķīdināšanai ir ņemts 20 ml sālsskābes (4.1.). Kolbu pakāpeniski karsē, lai nenotiktu strauja vārīšanās. Kad sākas viršana, destilē ar ātrumu apmēram 100 ml 10 līdz 15 minūtēs; kopējam destilāta tilpumam ir jābūt apmēram 250 ml ([2]). Kad liekas, ka amonjaks vairs neizdalās, uztvērējkolbu nolaiž uz leju, lai alonža gals ir virs šķidruma virsmas.

Pārbauda nākamo destilātu ar attiecīgu reaģentu, lai pārliecinātos, ka viss amonjaks ir pilnībā pārdestilēts. Alonžu skalo ar nelielu ūdens daudzumu un titrē skābes pārākumu ar nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdumu, kā aprakstīts izvēlētajā variantā (skatīt 2. piezīmi).

2. *piezīme*

Attitrēšanai var izmantot atšķirīgu koncentrāciju standartšķīdumus, lai titrēšanai lietotais tilpums cik iespējams nepārsniegtu 40—45 ml.

7.3. *Tukšā analīze*

Tukšo analīzi izdara tādos pašos apstākļos un ņem vērā galīgā rezultāta aprēķinos.

([1]) Amonija slāpekļa daudzums, ko satur alikvotā daļa, kuru ņem saskaņā ar 1. tabulu, ir apmēram:

— 0,05 g a variantam,

— 0,10 g b variantam,

— 0,20 g c variantam.

([2]) Dzesinātājs ir jāieregulē tā, lai iegūtu nepārtrauktu kondensāta plūsmu. Destilācija ir jābeidz 30 līdz 40 minūtēs.

▼B

7.4. *Kontrolizmēģinājums*

Pirms analīzēm pārbauda, vai aparāts labi darbojas un vai metode ir lietota pareizi, ņemot alikvoto daļu svaigi gatavota amonija sulfāta šķīduma (4.11.), kas satur maksimālo daudzumu slāpekļa, atbilstoši izvēlētajam variantam.

8. **Rezultātu izteikšana**

Analīzes rezultātus izsaka kā amonija slāpekļa procentuālo daudzumu, ko satur analīzei saņemtais paraugs.

9. **Pielikumi**

Kā noteikts 5.1. punkta "Iekārta" 1. piezīmē, 1., 2., 3. un 4. attēls attiecas uz dažādu iekārtu konstrukcijas iezīmēm, kuras lieto šajā dokumentā.

1. **tabula**

Amonija slāpekļa un amonija slāpekļa un nitrātu slāpekļa noteikšana mēslošanas līdzekļos

Metodes a, b un c variantu svēršanas, atšķaidīšanas un aprēķinu tabula

A variants

Aptuvens destilējamais maksimālais slāpekļa daudzums: 50 mg.

▼M4

0,05 mol/l sērskābe, ko ielej uztvērējkolbā: 50 ml

▼B

Attitrēšana ar 0,1 mol/l NaOH vai KOH.

Deklarācija (% N)	Sveramais daudzums (g)	Atšķaidījums (ml)	Destilējamā parauga šķīdums (ml)	rezultāta izteikšana [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] Formulā rezultāta izteikšanai:

– 50 vai 35 = sērskābes standartšķīduma mililitri, ko ielej uztvērējkolbā,

– A = attitrēšanai lietotie nātrija vai kālija hidroksīda šķīduma mililitri,

– F = koeficients, kas ietver svērto daudzumu, atšķaidījumu, destilējamā parauga šķīduma alikvoto daļu un tilpuma ekvivalentu.

B variants

Aptuvens destilējamais maksimālais slāpekļa daudzums: 100 mg.

▼M4

0,1 mol/l sērskābe, ko ielej uztvērējkolbā: 50 ml

▼B

Attitrēšana ar 0,2 mol/l NaOH vai KOH.

Deklarācija (% N)	Sveramais daudzums (g)	Atšķaidījums (ml)	Destilējamā parauga šķīdums (ml)	rezultāta izteikšana [a] (% N = (50 – A) F)
0—5	10	500	100	(50 – A) × 0,14

▼B

Deklarācija (% N)	Sveramais daudzums (g)	Atšķaidījums (ml)	Destilējamā parauga šķīdums (ml)	rezultāta izteikšana (a) (% N = (50 – A) F)
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) Formulā rezultāta izteikšanai:

– 50 vai 35 = sērskābes standartšķīduma mililitri, ko ielej uztvērējkolbā,
– A = attitrēšanai lietotie nātrija vai kālija hidroksīda šķīduma mililitri,
– F = koeficients, kas ietver svērto daudzumu, atšķaidījumu, destilējamā parauga šķīduma alikvoto daļu un tilpuma ekvivalentu.

C variants

Aptuvens destilējamais maksimālais slāpekļa daudzums: 200 mg.

▼M4

0,25 mol/l sērskābe, ko ielej uztvērējkolbā: 35 ml.

▼B

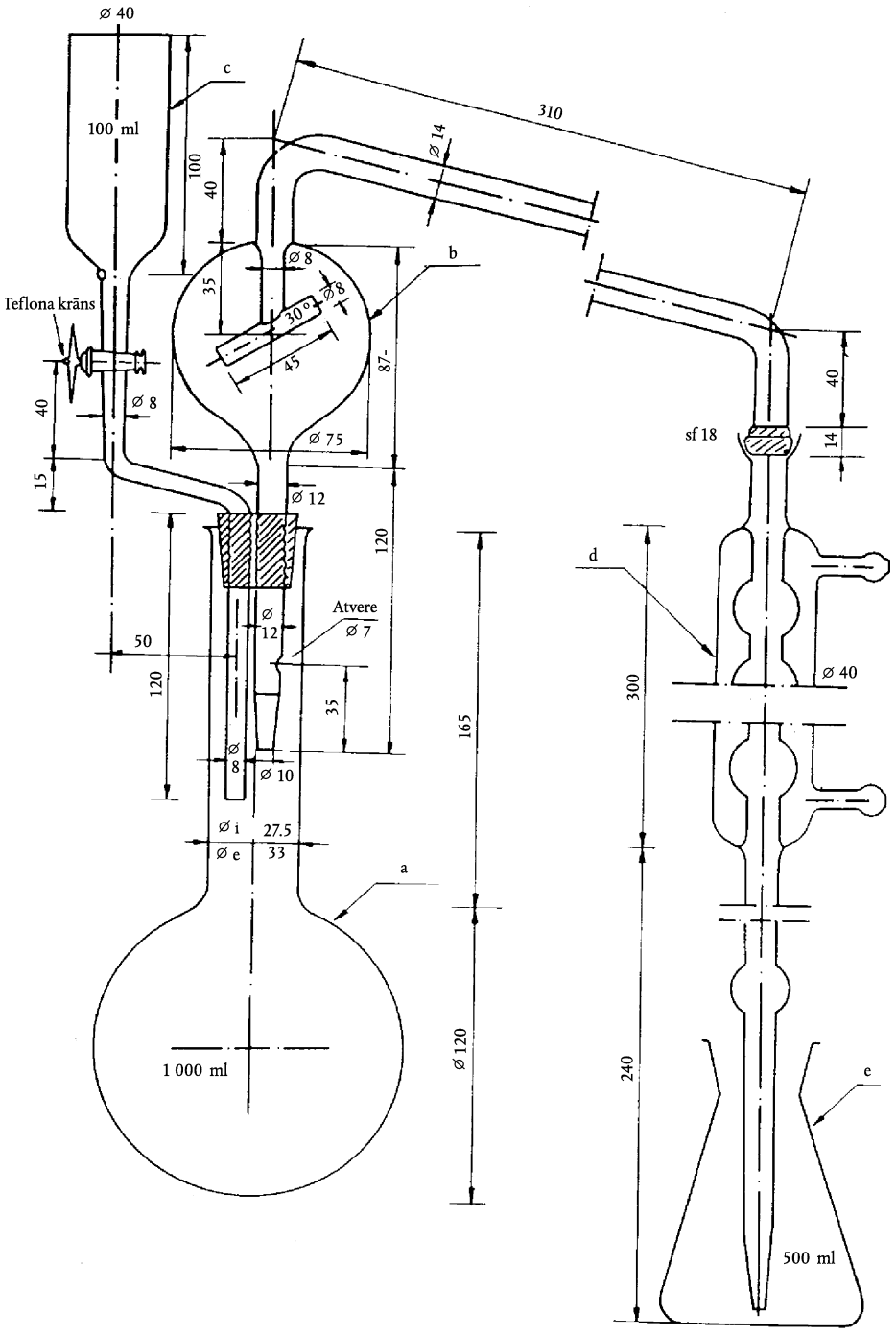
Attitrēšana ar 0,5 mol/l NaOH vai KOH.

Deklarācija (% N)	Sveramais daudzums (g)	Atšķaidījums (ml)	Destilējamā parauga šķīdums (ml)	rezultāta izteikšana (a) (% N = (35 –A) F)
0—5	10	500	200	(35 – A) × 0,175
5—10	10	500	100	(35 – A) × 0,350
10—15	7	500	100	(35 – A) × 0,500
15—20	5	500	100	(35 – A) × 0,700
20—40	5	500	50	(35 – A) × 1,400

(a) Formulā rezultāta izteikšanai:

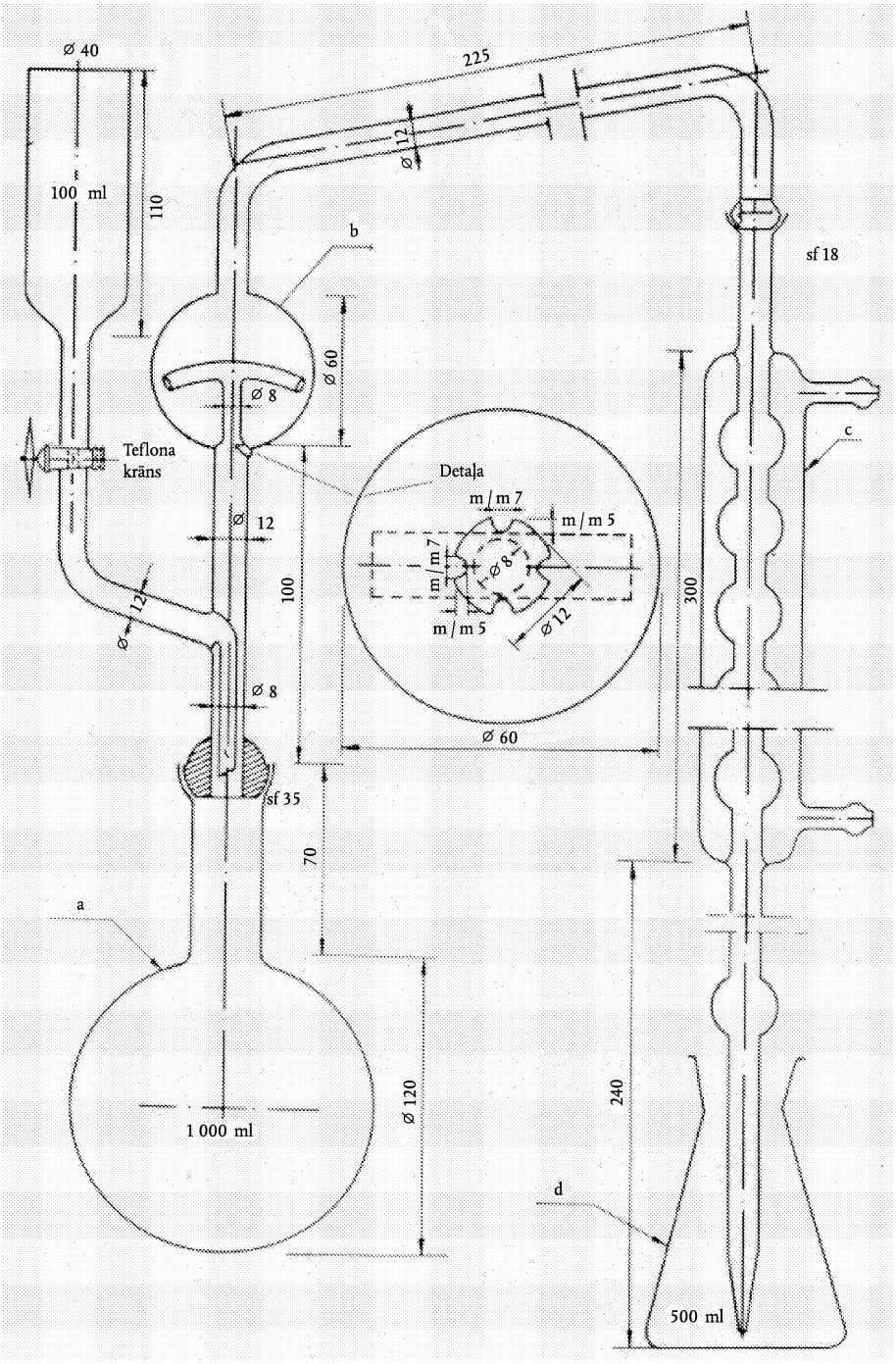
– 50 vai 35 = sērskābes standartšķīduma mililitri, ko ielej uztvērējkolbā,
– A = attitrēšanai lietotie nātrija vai kālija hidroksīda šķīduma mililitri,
– F = koeficients, kas ietver svērto daudzumu, atšķaidījumu, destilējamā parauga šķīduma alikvoto daļu un tilpuma ekvivalentu.

▼B


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

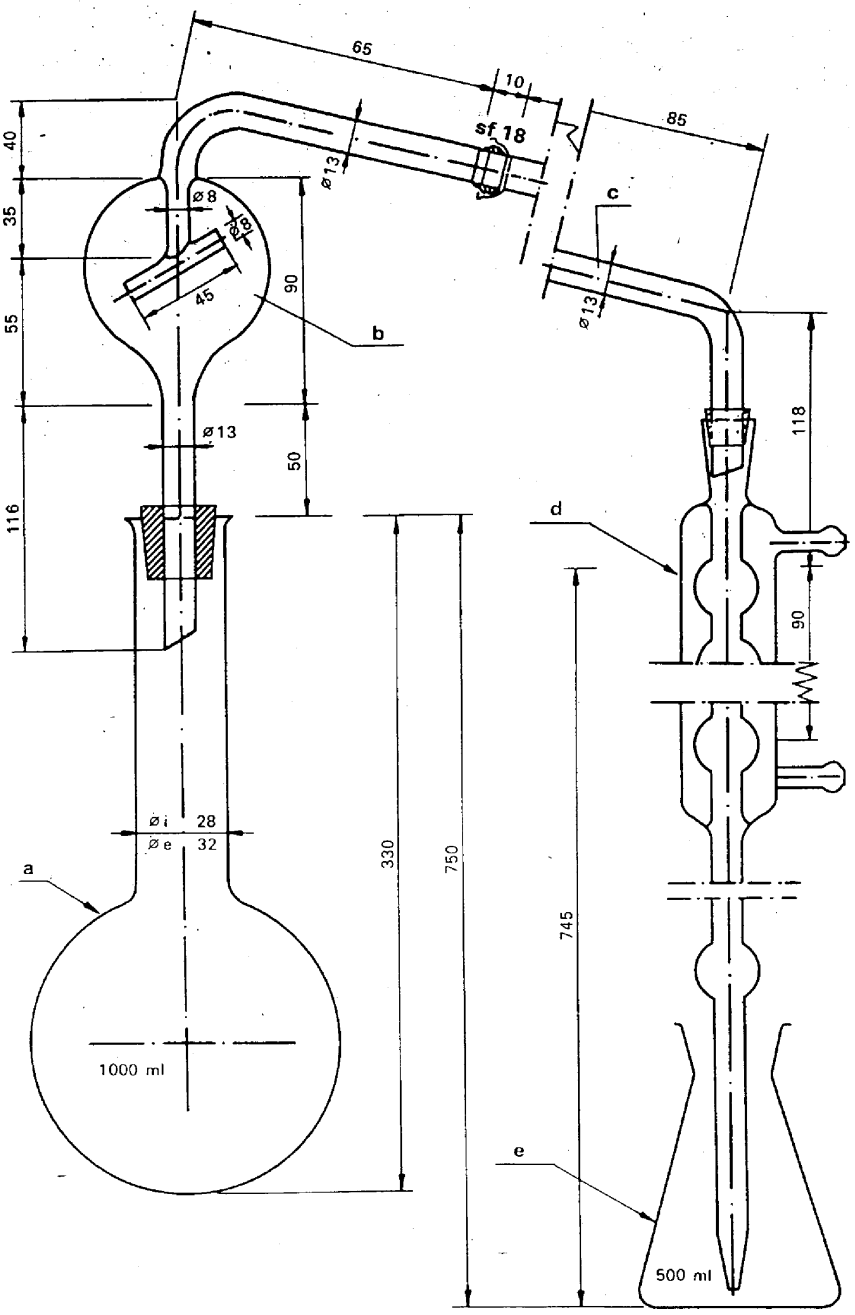
1. attēls

▼B


ø 40
225
ø 12
100 ml
110
b
sf 18
ø 60
ø 8
Teflona krāns
Detaļa
m / m 7
m / m 5
ø 12
100
300
c
ø 8
ø 60
sf 35
70
a
1 000 ml
ø 120
240
d
500 ml

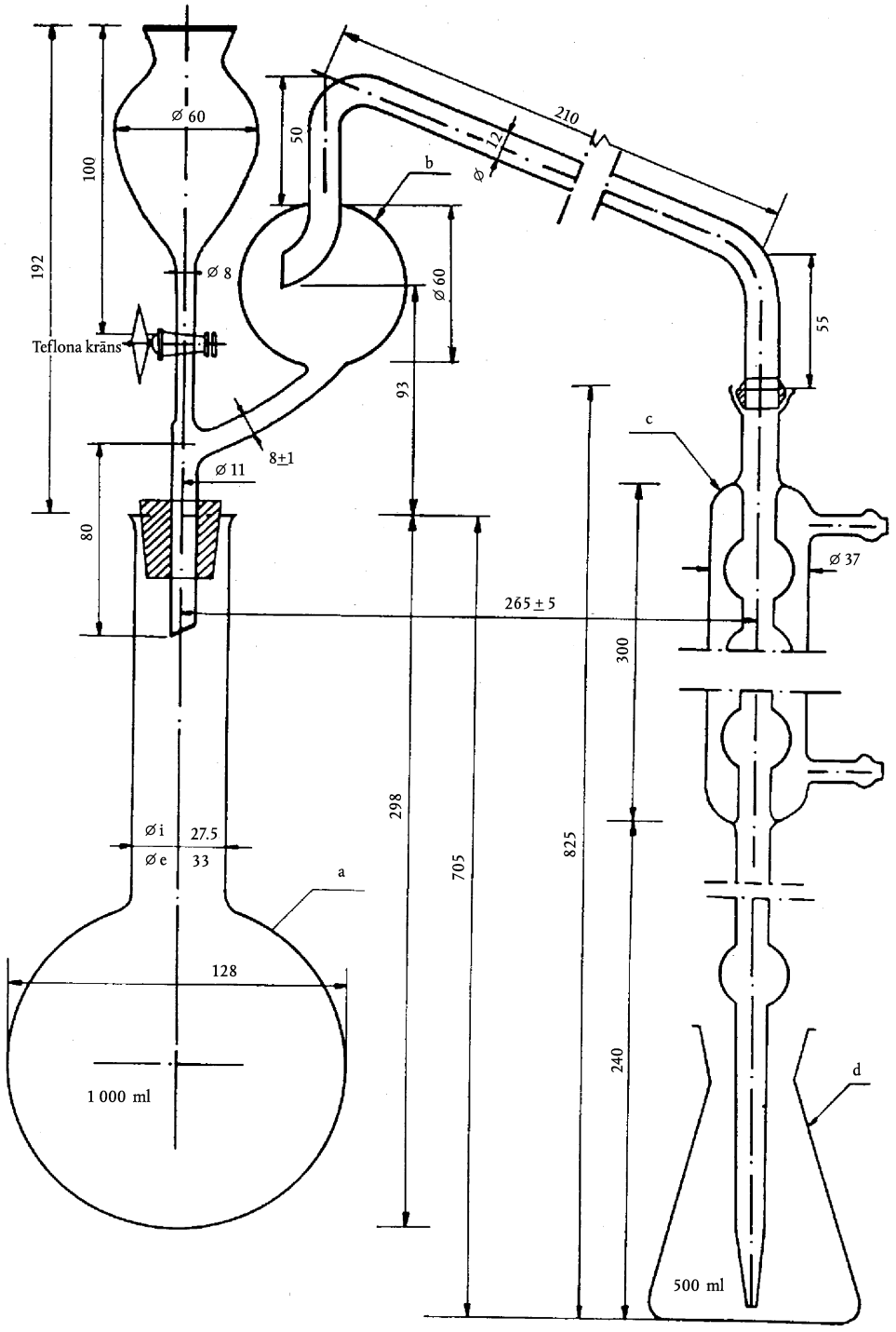
2. attēls

▼B


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

3. attēls

▼B


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

4. attēls

▼B

1., 2., 3. un 4. attēla skaidrojumi

1. *attēls*

(a) Apaļkolba ar garu kaklu un 1 000 ml tilpumu.

(b) Destilācijas caurule ar pretšļakstes uzgali, kas pievienota dzesinātājam ar šlifa savienojumu (Nr. 18) (šo savienojumu dzesinātāja pievienošanai var aizstāt ar attiecīgu gumijas savienojumu).

(c) Piltuve ar teflona krānu nātrija hidroksīda pievienošanai (krānu var aizvietot gumijas savienojumu ar aizspiedni).

(d) Sešu lodīšu dzesinātājs ar šlifa savienojumu (Nr. 18) pie ieejas un kam galā pievienots alonžs ar nelielu gumijas cauruli (ja savienošanai pie destilācijas caurules izmanto gumijas cauruli, savienojumu var aizstāt ar piemērotu gumijas aizbāzni).

(e) 500 ml kolba, kurā savāc destilātu.

Iekārta ir izgatavota no borsilikātstikla.

2. *attēls*

(a) Apaļkolba ar īsu kaklu un 1 000 ml tilpumu ar sfērisku savienojumu (Nr. 35).

(b) Destilācijas caurule ar pretšļakstes uzgali un šlifa savienojumu (Nr. 35) pie ieejas un šlifa savienojumu (Nr. 18) pie izejas, kas savienota ar sānu piltuvi ar teflona krānu nātrija hidroksīda pievienošanai.

(c) Sešu lodīšu dzesinātājs ar šlifa savienojumu (Nr. 18) pie ieejas un ar mazu gumijas cauruli pie izejas ar alonžu.

(d) 500 ml kolba, kurā savāc destilātu.

Iekārta ir izgatavota no borsilikātstikla.

3. *attēls*

(a) Apaļkolba ar garu bezšlifa kaklu un 750 vai 1 000 ml tilpumu.

(b) Destilācijas caurule ar pretšļakstes uzgali un šlifa savienojumu (Nr. 18) pie izejas.

(c) Liekta caurule ar šlifa savienojumu (Nr. 18) pie ieejas un uztvērēju (pievienošanu pie destilācijas caurules var izdarīt ar gumijas cauruli šlifa savienojuma vietā).

(d) Sešu lodīšu dzesinātājs, kam pie izejas pievienots alonžs ar mazu gumijas savienojumu.

(e) 500 ml kolba, kurā savāc destilātu.

Iekārta ir izgatavota no borsilikātstikla.

4. *attēls*

(a) Apaļkolba ar garu bezšlifa kaklu un 1 000 ml tilpumu.

(b) Destilācijas caurule ar pretšļakstes uzgali un šlifa savienojumu (Nr. 18) pie ieejas, kam sānā pievienota piltuve ar teflona krānu teflona krānu nātrija hidroksīda pievienošanai (šlifa savienojuma lietā var lietot gumijas aizbāzni; krānu var aizvietot ar gumijas cauruli ar aizspiedni).

(c) Sešu lodīšu dzesinātājs ar šlifa savienojumu (Nr. 18) pie ieejas un kam galā pievienots alonžs ar nelielu gumijas cauruli (ja savienošanai pie destilācijas caurules izmanto gumijas cauruli, savienojumu var aizstāt ar piemērotu gumijas aizbāzni).

(d) 500 ml kolba destilāta savākšanai.

Iekārta ir izgatavota no borsilikātstikla.

▼B

2.2. metode

Nitrātu un amonija slāpekļa noteikšana

2.2.1. metode

Nitrātu un amonija slāpekļa noteikšana pēc Ulša

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru nitrātu un amonija slāpekļa noteikšanai, reducējot pēc Ulša.

2. **Pielietošanas joma**

Visi slāpekļa mēslošanas līdzekļi, ietverot kombinētos mēslošanas līdzekļus, kas satur slāpekli nitrātu formā vai amonija un nitrātu formā.

3. **Princips**

Nitrātus un nitrītus reducē par amonjaku ar metālisku dzelzi skābā vidē, iegūtā amonjaka aizvietošana, pievienojot nātrija hidroksīda pārākumu: amonjaka destilēšana un amonjaka iznākuma noteikšana zināmā sērskābes standartšķīduma tilpumā. Sērskābes pārākuma titrēšana ar nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdumu.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un slāpekļa savienojumus.

4.1. Atšķaidīta sālsskābe: viens tilpums HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) plus viens tilpums ūdens

▼M4

4.2. Sērskābe, 0,05 mol/l

▼B

4.3. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,1 mol/l

4.4. Sērskābes šķīdums, apmēram 30 % H_2SO_4 (m/V), bez amonjaka

4.5. Pulverveida ar ūdeņradi reducēta dzelzs (noteiktajam dzelzs daudzumam ir jāspēj reducēt vismaz 0,05 g nitrātu slāpekļa)

4.6. Nātrija hidroksīda šķīdums, apmēram 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), bez amonjaka

4.7. *Indikatora šķīdumi*

4.7.1. Jauktais indikators

A šķīdums: Izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 mililitros 0,1 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni.

B šķīdums: Izšķīdina 1 g metilēnzilā ūdenī un uzpilda līdz vienam litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators ir violets skābā šķīdumā, pelēks neitrālā šķīdumā un zaļš sārmainā šķīdumā. Lieto 0,5 ml (10 pilienus).

4.7.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 mililitros 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 mililitriem un nepieciešamības gadījumā filtrē.

Šo indikatoru var lietot (četrus piecus pilienus) iepriekšējā indikatora vietā.

4.8. Granulēts pumeks, mazgāts sālsskābē un kalcinēts

4.9. Nātrija nitrāts analīzēm

▼B

5. **Iekārta**

Skatīt 2.1. metodi “Amonija slāpekļa noteikšana”.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi “Parauga sagatavošana”.

7. **Analīzes metode**

7.1. *Šķīduma pagatavošana*

Skatīt 2.1. metodi “Amonija slāpekļa noteikšana”.

7.2. *Analīzes gaita*

Uztvērējkolbā ielej precīzi nomērītu 50 ml sērskābes standartšķīduma daudzumu, kā norādīts 2.1. metodes 1. tabulā (a variants) un pievieno attiecīgu daudzumu indikatora šķīdumu, kā norādīts 4.7.1 vai 4.7.2. punktā. Alonža galam, kas nāk no dzesinātāja, ir jābūt zem skābes standartšķīduma virsmas.

Ar precīzu pipeti pārnes dzidra šķīduma alikvoto daļu, kā norādīts 2.1. metodes 1. tabulā (a variants) un ielej iekārtas destilācijas kolbā. Pievieno 350 ml ūdens, 20 ml 30 % sērskābes šķīduma (4.4.), samaisa un pievieno 5 g reducētas dzelzs (4.5.). Noskalo kolbas kaklu ar dažiem mililitriem ūdens un ievieto kolbas kaklā mazu piltuvi ar garu kātu. Karsē vienu stundu verdošā ūdens vannā, tad noskalo piltuves kātu ar dažiem mililitriem ūdens.

Lai nebūtu amonjaka zudumu, destilācijas kolbas saturam pievieno 50 ml koncentrēta nātrija hidroksīda šķīduma (4.6.) vai gadījumā, ja parauga izšķīdināšanai lietots 20 ml sālsskābes (1 + 1) (4.1.), pievieno 60 ml koncentrēta nātrija hidroksīda šķīduma (4.6.). Savieno destilācijas iekārtu. Destilē amonjaku saskaņā ar 2.1. metodes procedūru.

7.3. *Tukšā analīze*

Tukšo analīzi (bez analizējamā parauga) izdara tādos pašos apstākļos un ņem vērā galīgā rezultāta aprēķinos.

7.4. *Kontrolizmēģinājums*

Pirms analīzes pārbauda, vai iekārta pareizi darbojas un metode tiek lietota pareizi ar svaigi pagatavota nātrija nitrāta alikvoto daļu (4.9.), kas satur 0,045 līdz 0,050 g slāpekļa.

8. **Rezultātu izteikšana**

Analīzes rezultātus izsaka kā nitrātu slāpekļa procentus vai kopējā amonija un nitrātu slāpekļa procentus, ko satur analīzei saņemtais mēslošanas līdzeklis.

2.2.2. metode

Nitrātu un amonija slāpekļa noteikšana pēc Arnta

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru nitrātu un amonija slāpekļa noteikšanai, reducējot pēc Arnta (modificējot a, b un c variantu).

2. **Pielietošanas joma**

Skatīt 2.2.1. metodi.

3. **Princips**

Nitrātus un nitrītus reducē par amonjaku neitrālā ūdens šķīdumā ar metālisku sakausējumu, kas sastāv no 60 % Cu un 40 % Mg (Arnta sakausējums) magnija hlorīda ($MgCl_2$) klātbūtnē.

Amonjaka destilēšana un amonjaka iznākuma noteikšana zināmā sērskābes standartšķīduma tilpumā. Sērskābes pārākuma titrēšana ar nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdumu.

▼B

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un slāpekļa savienojumus.

4.1. Atšķaidīta sālsskābe: viens tilpums HCl (d = 1,18 g/ml) plus viens tilpums ūdens

▼M4

4.2.	Sērskābe: 0,05 mol/l	a variantam
4.3.	Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,1 mol/l	
4.4.	Sērskābe: 0,1 mol/l	b variantam (skatīt 2.1. metodes 2. piezīmi)
4.5.	Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,2 mol/l	
4.6.	Sērskābe: 0,25 mol/l	c variantam (skatīt 2.1. metodes 2. piezīmi);
4.7.	Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,5 mol/l	

▼B

4.8. Nātrija hidroksīda šķīdums: apmēram 2 mol/l

4.9. Arnta sakausējums analīzei: saberzts pulverī, lai ietu caur sietu ar acojumu, mazāku par 1 mm^2

4.10. *20 % magnija hlorīda šķīdums*

Izšķīdina 200 g magnija hlorīda (($MgCl_2.6H_2O$) apmēram 600–700 mililitros ūdens viena litra plakankolbā. Lai novērstu putošanos, pievieno 15 g magnija sulfāta ($MgSO_4.7H_2O$).

Pēc izšķīšanas pievieno 2 g magnija oksīda, dažas pumeka granulas un vārot koncentrē suspensiju līdz 200 mililitriem, šādā veidā atbrīvojoties no amonjaka zīmēm reaģentos. Atdzesē, uzpilda tilpumu līdz vienam litram un filtrē.

4.11. *Indikatora šķīdumi*

4.11.1. Jauktais indikators

A šķīdums: Izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 mililitros 0,1 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni.

B šķīdums: Izšķīdina 1 g metilēnzilā ūdenī un uzpilda līdz vienam litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators ir violets skābā šķīdumā, pelēks neitrālā šķīdumā un zaļš sārmainā šķīdumā. Lieto 0,5 ml (10 pilienus).

4.11.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 mililitros 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 mililitriem un nepieciešamības gadījumā filtrē. Šo indikatoru var lietot (četrus piecus pilienus) iepriekšējā indikatora vietā.

4.11.3. Kongosarkanā indikatora šķīdums

Izšķīdina 3 g kongosarkanā vienā litrā silta ūdens un vajadzības gadījumā pēc atdzesēšanas filtrē. Šo indikatoru var lietot divu iepriekš aprakstīti vietā, neitralizējot skābos ekstraktus pirms destilēšanas, ņemot neitralizēšanai 0,5 ml uz 100 mililitriem šķidruma.

4.12. Granulēts pumeks, mazgāts sālsskābē un kalcinēts

4.13. Nātrija nitrāts analīzēm

▼B

5. **Iekārta**

Skatīt 2.1. metodi “Amonija slāpekļa noteikšana”.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes metode**

7.1. *Šķīduma gatavošana analīzei*

Skatīt 2.1. metodi “Amonija slāpekļa noteikšana”.

7.2. *Šķīduma analīze*

Atkarībā no izvēlētā varianta, uztvērējkolbā ielej nomērītu daudzumu sērskābes standartšķīduma, kā norādīts 2.1. metodes 1. tabulā. Pielej attiecīgi izvēlētā indikatora šķīdumu (4.11.1. vai 4.11.2.) un ūdeni, lai tilpums būtu vismaz 50 ml. Alonža galam, kas nāk no dzesinātāja, ir jābūt zem šķīduma virsmas.

Ar precīzu pipeti saskaņā ar 1. tabulu ņem attiecīgu alikvoto daļu dzidra šķīduma. Ievieto destilācijas kolbā.

Pievieno ūdeni, lai kopējais tilpums būtu apmēram 350 ml (skatīt 1. piezīmi), 10 g Arnta sakausējuma (4.9.), 50 ml magnija hlorīda šķīduma (4.10.) un dažus gabaliņus pumeka (4.12.). Kolbu ātri pievieno destilācijas iekārtai. Uzmanīgi karsē apmēram 30 minūtes. Tad karsēšanu palielina un destilē amonjaku. Destilēšanu turpina apmēram vienu stundu. Atlikumam kolbā vajadzētu būt sīrupveidīgam. Kad destilēšana ir pabeigta, titrē skābes pārākumu uztvērējkolbā saskaņā ar 2.1. metodes procedūru.

1. piezīme

Ja parauga šķīdums ir skābs (parauga izšķīdināšanai ir pievienoti 20 ml HCl (4.1.), analīzei ņemto alikvoto daļu neitralizē šādi: destilācijas kolbai, kas satur alikvoto daļu, pievieno apmēram 250 ml ūdens, vajadzīgo daudzumu indikatora (4.11.1., 4.11.2., 4.11.3.) un uzmanīgi sakrata.

Neitralizē ar 2 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma (4.8.) un atkal paskābina ar pilienu sālsskābes (4.1.). Tad rīkojas, kā aprakstīts 7.2. punktā (2. rindkopā).

7.3. *Tukšā analīze*

Tukšo analīzi (bez analizējamā parauga) izdara tādos pašos apstākļos un ņem vērā galīgā rezultāta aprēķinos.

▼M4

7.4. *Kontrolizmēģinājums*

Pirms analīzes pārbauda, vai iekārta darbojas pareizi un vai tiek pielietota pareizā tehnoloģija, izmantojot alikvoto daļu no svaigi pagatavota nātrija nitrāta šķīduma (4.13.), kas, atkarībā no izvēlētā varianta, satur 0,050 līdz 0,150 g nitrātu slāpekļa.

▼B

8. **Rezultātu izteikšana**

Skatīt 2.2.1. metodi.

2.2.3. metode

Nitrātu un amonija slāpekļa noteikšana pēc Devarda

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru nitrātu un amonija slāpekļa noteikšanai, reducējot pēc Devarda (modificējot a, b un c variantu).

2. **Pielietošanas joma**

Skatīt 2.2.1. metodi.

▼B

3. **Princips**

Nitrātus un nitrītus reducē sārmainā vidē par amonjaku ar metālisku sakausējumu, kas sastāv no 45 % Al, 5 % Zn un 50 % Cu (Devarda sakausējums). Amonjaka destilēšana un amonjaka iznākuma noteikšana zināmā sērskābes standartšķīduma tilpumā; sērskābes pārākuma titrēšana ar nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdumu.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un slāpekļa savienojumus.

4.1. Atšķaidīta sālsskābe: viens tilpums HCl (d = 1,18 g/ml) plus viens tilpums ūdens

▼M4

4.2. Sērskābe: 0,05 mol/l

4.3. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,1 mol/l

} a variantam

4.4. Sērskābe: 0,1 mol/l

4.5. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,2 mol/l

} b variantam (skatīt 2.1. metodes 2. piezīmi)

4.6. Sērskābe: 0,25 mol/l

4.7. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,5 mol/l

} c variantam (skatīt 2.1. metodes 2. piezīmi);

▼B

4.8. *Devarda sakausējums analīzei*

Saberzts pulverī, lai 90–100 % ietu caur sietu ar acojumu, mazāku par 0,25 mm^2, 50–75 % caur sietu ar acojumu, mazāku par 0,075 mm^2.

Iesaka lietot gatavas pudeles, kas satur maksimāli 100 g sakausējuma.

4.9. Nātrija hidroksīda šķīdums, apmēram 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), bez amonjaka

4.10. *Indikatora šķīdumi*

4.10.1. Jauktais indikators

A šķīdums: Izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 mililitros 0,1 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni.

B šķīdums: Izšķīdina 1 g metilēnzilā ūdenī un uzpilda līdz vienam litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators ir violets skābā šķīdumā, pelēks neitrālā šķīdumā un zaļš sārmainā šķīdumā. Lieto 0,5 ml (10 pilienus).

4.10.2. Metilsarkanā indikators

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 mililitros 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 mililitriem un nepieciešamības gadījumā filtrē.

Šo indikatoru var lietot (četrus piecus pilienus) iepriekšējā indikatora vietā.

4.11. Etanols, 95 līdz 96 %

4.12. Nātrija nitrāts analīzēm

5. **Iekārta**

Skatīt 2.1. metodi.

5.1. Destilācijas iekārta sastāv no atbilstoša tilpuma apaļkolbas, kas caur destilācijas cauruli un pretšļakstes uzgali savienota ar dzesinātāju, kuram pievienots barbotieris, lai novērstu amonjaka zudumus.

▼B

Iekārtas tips, ko atzīst šādai noteikšanai, ir attēlots 5. attēlā, kur redzamas visas detaļas.

5.2. Pipetes, 10, 20, 25, 50, 100 un 200 ml

5.3. 500 ml mērkolba

5.4. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezienu minūtē)

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Šķīduma gatavošana analīzei*

Skatīt 2.1. metodi "Amonija slāpekļa noteikšana".

7.2. *Šķīduma analīze*

Nitrātu slāpekļa daudzums šķīduma alikvotajā daļā nedrīkst pārsniegt 1. tabulā norādīto maksimālo daudzumu.

Atkarībā no izvēlētā varianta, uztvērējkolbā ielej nomērītu daudzumu sērskābes standartšķīduma, kā norādīts 1. tabulā. Pielej attiecīgi izvēlētā indikatora šķīdumu (4.10.1. vai 4.10.2.) un ūdeni, lai tilpums būtu vismaz 50 ml. Alonža galam, kas nāk no dzesinātāja, ir jābūt zem šķīduma virsmas. Piepilda barbotieri ar destilētu ūdeni.

Ar precīzu pipeti ņem alikvoto daļu, kā norādīts 2.1. metodes 1. tabulā. Ievieto destilācijas kolbā.

Pievieno pietiekamu daudzumu destilēta ūdens, lai iegūtu 250–300 ml tilpumu, 5 ml etanola (4.11.) un 4 g Devarda sakausējuma (4.8.) (Skatīt 2. piezīmi).

Uzmanīgi, lai novērstu amonjaka zudumus, kolbā ielej apmēram 30 ml 30 % nātrija hidroksīda šķīduma (4.9.) un, visbeidzot, skābā vidē šķīstošu paraugu gadījumā, pielej vēl sārmu, lai neitralizētu sālsskābi (4.1.) analīzei ņemtajā alikvotajā daļā. Pievieno destilācijas kolbu pie iekārtas, pārbaudot savienojumu hermētiskumu. Kolbu uzmanīgi krata, lai samaisītu saturu.

Uzmanīgi silda, lai ūdeņraža izdalīšanās pieaug apmēram pusstundas laikā un šķidrums vārītos. Turpina destilēšanu, palielinot karsēšanu, lai vismaz 200 ml šķidruma destilētos apmēram 30 minūtēs (destilēšana nedrīkst notikt ilgāk par 45 minūtēm).

Kad destilēšana ir pabeigta, atvieno uztvērējkolbu no iekārtas, uzmanīgi noskalo alonžu un barbotieri, skalojamos ūdeņus savācot titrēšanas kolbā. Titrē skābes pārākumu, kā noteikts 2.1. metodē.

2. *piezīme*

Kalcija sāļu, piemēram, kalcija nitrāta vai kalcija amonija nitrāta klātbūtnē pirms destilēšanas uz katru gramu parauga alikvotajā daļā ir jāpievieno 0,700 g nātrija fosfāta ($Na_2HPO_4.2H_2O$), lai novērstu Ca $(OH)_2$ veidošanos.

7.3. *Tukšā analīze*

Tukšo analīzi (bez analizējamā parauga) izdara tādos pašos apstākļos un ņem vērā galīgā rezultāta aprēķinos.

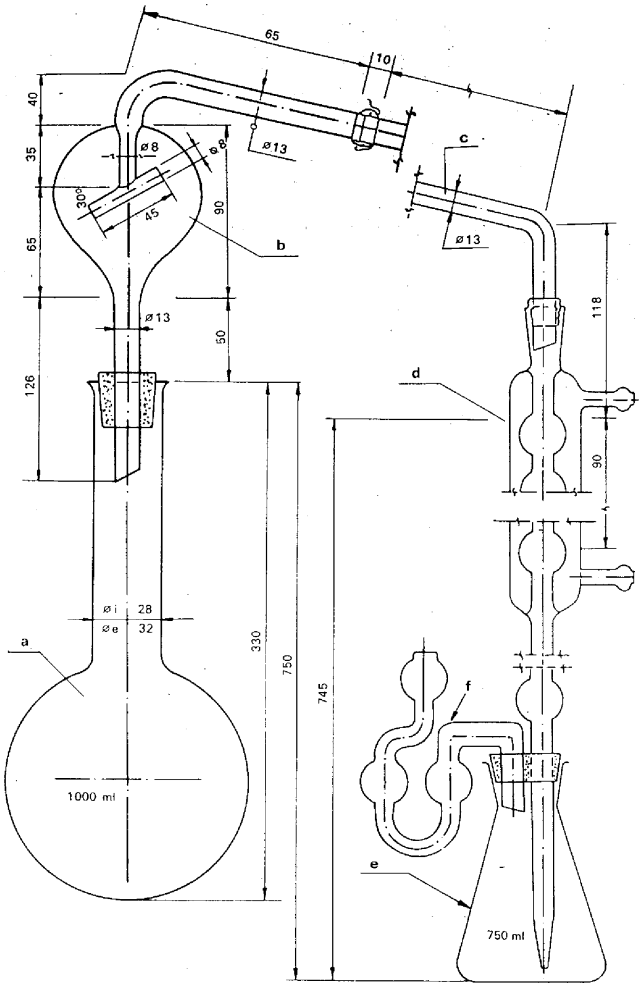
7.4. *Kontrolizmēģinājums*

Pirms analīzēm pārbauda, vai aparāts labi darbojas un vai metode ir lietota pareizi, ņemot alikvoto daļu svaigi gatavota nātrija nitrāta šķīduma (4.12.), kas satur 0,050 līdz 0,150 g nitrātu slāpekļa, atbilstoši izvēlētajam variantam.

8. **Rezultātu izteikšana**

Skatīt 2.2.1. metodi.

▼B



5. attēls

Paskaidrojumi pie 5. attēla

(a) Apaļkolba ar garu bezšlifa kaklu un 750 ml (1 000 ml) tilpumu.

(b) Destilācijas caurule ar pretšļakstes uzgali un šlifa savienojumu (Nr. 18) pie izejas.

c) Izliekta caurule ar Nr. 18 šlifa savienojumu pie ieejas un savācēju pie izejas (šlifa vietā var izmantot piemērotu gumijas savienojumu).

d) Sešu lodīšu dzesinātājs ar alonžu, kas ieiet gumijas aizbāznī, kuram pievienots barbotieris.

e) 750 ml uztvērējkolba.

f) Barbotieris amonjaka zudumu novēršanai.

Iekārta ir izgatavota no borsilikātstikla.

2.3. metode

Kopējā slāpekļa noteikšana

2.3.1. metode

Kopējā slāpekļa noteikšana kalcija ciānamīdā, kas nesatur nitrātus

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru kopējā slāpekļa noteikšanai kalcija ciānamīdā, kas nesatur nitrātus.

▼B

2. **Pielietošanas joma**

Tikai kalcija ciānamīdam (bez nitrātiem).

3. **Princips**

Pēc Kjeldāla metodes amonija slāpekli aizvieto ar nātrija hidroksīdu, savāc un nosaka sērskābes standartšķīdumā.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un slāpekļa savienojumus.

4.1. Atšķaidīta sērskābe (d_{20} = 1,54 g/ml): viens tilpums sērskābes (d_{20} = 1,84 g/ml) plus viens tilpums ūdens

4.2. Kālija sulfāts analīzei

4.3. Vara oksīds (CuO): 0,3 līdz 0,4 g katrai noteikšanai vai ekvivalents daudzums vara sulfāta pentahidrāta ($CuSO_4.5H_2O$), 0,95 līdz 1,25 g katrai noteikšanai

4.4. Nātrija hidroksīda šķīdums, apmēram 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), bez amonjaka

▼M4

4.5. Sērskābe: 0,05 mol/l 4.6. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,1 mol/l	}	a variantam (skatīt 2.1. metodi)
4.7. Sērskābe: 0,1 mol/l 4.8. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,2 mol/l	}	b variantam (skatīt 2.1. metodes 2. piezīmi)
4.9. Sērskābe: 0,25 mol/l 4.10. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,5 mol/l	}	c variantam (skatīt 2.1. metodes 2. piezīmi);

▼B

4.11. *Indikatora šķīdumi*

4.11.1. Jauktais indikators

A šķīdums: Izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 mililitros 0,1 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni.

B šķīdums: Izšķīdina 1 g metilēnzilā ūdenī un uzpilda līdz vienam litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators ir violets skābā šķīdumā, pelēks neitrālā šķīdumā un zaļš sārmainā šķīdumā. Lieto 0,5 ml (10 pilienus).

4.11.2. Metilsarkanā indikators

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 mililitros 95 % etanola un uzpilda līdz 100 ml ar ūdeni. Vajadzības gadījumā filtrē. Šo indikatoru (četrus piecus pilienus) var lietot iepriekšējā indikatora vietā.

4.12. Granulēts pumeks, mazgāts sālsskābē un kalcinēts

4.13. Kālija tiocianāts analīzei

5. **Iekārta**

5.1. Destilācijas iekārta, skatīt 2.1. metodi "Amonija slāpekļa noteikšana"

5.2. Piemērota tilpuma Kjeldāla kolba ar garu kaklu

5.3. 50, 100 un 200 ml pipetes

5.4. 250 ml mērkolba

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

▼B

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Šķīduma gatavošana analīzei*

Nosver ar 0,001 g precizitāti 1 g parauga un ievieto Kjeldāla kolbā. Pievieno 50 ml atšķaidītas sērskābes (4.1.), 10 līdz 15 gramus kālija sulfāta (4.2.) un aprakstīto katalizatoru (4.3.). Maigi silda, lai iztvaicētu ūdeni, saudzīgi vāra divas stundas, ļauj atdzist un atšķaida ar 100 līdz 150 ml ūdens. Atkal atdzesē, suspensiju kvantitatīvi pārnes 250 ml mērkolbā, uzpilda līdz atzīmei ar ūdeni, samaisa un filtrē caur sausu filtru sausā kolbā.

7.2. *Šķīduma analīze*

Atkarībā no izvēlētā varianta (skatīt 2.1. metodi) ar pipeti pārnes 50, 100 vai 200 ml šādi iegūtā šķīduma un destilē amonjaku, kā aprakstīts 2.1. metodē, pievienojot pietiekamu daudzumu NaOH šķīduma (4.4.), lai nodrošinātu ievērojamu pārākumu.

7.3. *Tukšā analīze*

Tukšo analīzi (bez analizējamā parauga) izdara tādos pašos apstākļos un ņem vērā galīgā rezultāta aprēķinos.

7.4. *Kontrolizmēģinājums*

Pirms analīzēm pārbauda, vai aparāts labi darbojas un vai metode ir lietota pareizi, ņemot alikvoto daļu kālija tiocianāta standartšķīduma (4.13.), atbilstoši slāpekļa koncentrācijai paraugā.

8. **Rezultātu izteikšana**

Analīzes rezultātus izsaka kā slāpekļa procentuālo daudzumu, ko satur analīzei saņemtais paraugs.

a variants: % N = (50 — A) × 0,7

b variants: % N = (50 — A) × 0,7

c variants: % N = (35 — A) × 0,875

2.3.2. metode

Kopējā slāpekļa noteikšana kalcija ciānamīdā, kas satur nitrātus

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru kopējā slāpekļa noteikšanai kalcija ciānamīdā.

2. **Pielietošanas joma**

Šo metodi pielieto kalcija ciānamīdam, kas satur nitrātus.

3. **Princips**

Kjeldāla metodi nevar tieši pielietot kalcija ciānamīdiem, kas satur nitrātus. Šā iemesla dēļ nitrātu slāpekli pirms Kjeldāla reducē par amonjaku ar metālisku dzelzi un alvas(II) hlorīdu.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un slāpekļa savienojumus.

4.1. Sērskābe (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. Pulverveida dzelzs, reducēts ar ūdeņradi

4.3. Kālija sulfāts, smaki saberzts, analīzēm

▼M4

4.4. Sērskābe: 0,05 mol/l

4.5. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,1 mol/l

} a variantam (skatīt 2.1. metodi)

▼M4

4.6.	Sērskābe: 0,1 mol/l	b variantam (skatīt 2.1. metodes 2. piezīmi)
4.7.	Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,2 mol/l	
4.8.	Sērskābe: 0,25 mol/l	c variantam (skatīt 2.1. metodes 2. piezīmi);
4.9.	Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,5 mol/l	

▼B

4.10. *Indikatora šķīdumi*

4.10.1. Jauktais indikators

A šķīdums: Izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 mililitros 0,1 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni.

B šķīdums: Izšķīdina 1 g metilēnzilā ūdenī un uzpilda līdz vienam litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators ir violets skābā šķīdumā, pelēks neitrālā šķīdumā un zaļš sārmainā šķīdumā. Ņem 0,5 ml (10 pilienus) šā indikatora šķīduma.

4.10.2. Metilsarkanā indikators

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 mililitros 95 % etanola, uzpilda līdz 100 ml ar ūdeni un vajadzības gadījumā filtrē. Šo indikatoru (četrus vai piecus pilienus) var lietot iepriekšējā indikatora vietā.

4.11. *Alvas(II) hlorīda šķīdums*

Izšķīdina 120 g $SnCl_2.2H_2O$ 400 mililitros koncentrētas sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni. Šķīdumam jābūt pilnīgi dzidram, un tas ir jāgatavo tieši pirms lietošanas. Ir svarīgi pārbaudīt alvas (II) hlorīda reducēšanas spēju.

P i e z ī m e

Izšķīdina 0,5 g $SnCl_2.2H_2O$ 2 mililitros koncentrētas sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) un uzpilda līdz 50 ml ar ūdeni. Tad pievieno 5 g Segneta sāls (kālija nātrija tartrātu) un pietiekamu daudzumu nātrija bikarbonāta, lai redzētu, vai šķīdums uzrāda sārmainu reakciju ar lakmusa papīru.

▼M5

Titrē ar 0,05 mol/l joda (I_2) šķīdumu cietes šķīduma kā indikatora klātienē.

1 ml joda (I_2) šķīdums 0,05 mol/l atbilst 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

Tā sagatavotā šķīdumā vismaz 80 % no kopējā alvas daudzuma ir jābūt divvērtīgās alvas veidā. Titrējot jāizlieto vismaz 35 ml 0,05 mol/l joda (I_2) šķīduma.

▼B

4.12. Nātrija hidroksīda šķīdums, kas satur apmēram 30 % NaOH, (d_{20} = 1,33 g/ml), bez amonjaka

4.13. *Nitrātu – amonija standartšķīdums*

Nosver 2,5 kālija nitrāta analīzēm un 10,16 g amonija sulfāta analīzēm un ievieto 250 ml mērkolbā. Izšķīdina ūdenī un uzpilda līdz 250 mililitriem. 1 ml šā šķīduma satur 0,01 g slāpekļa.

4.14. Granulēts pumeks, mazgāts sālsskābē un kalcinēts

5. **Iekārta**

Skatīt 2.3.1. metodi.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

▼B

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Šķīduma pagatavošana*

Nosver ar 0,001 g precizitāti 1 g parauga un ievieto Kjeldāla kolbā. Pievieno 0,5 g pulverveida dzelzs (4.2.) un 50 ml alvas (II) hlorīda šķīduma (4.11.), apmaisa un ļauj pusstundu stāvēt. Stāvēšanas laikā pēc 10 un 20 minūtēm apmaisa. Tad pievieno 10 g kālija sulfāta (4.3.) un 30 ml sērskābes (4.1.). Karsē un turpina procesu vienu stundu no brīža, kad parādās balti dūmi. Atdzesē un atšķaida ar 100 līdz 150 ml ūdens. Suspensiju kvantitatīvi pārnes 250 ml mērkolbā, atdzesē un uzpilda ar ūdeni, samaisa un filtrē caur sausu filtru sausā traukā. Tā vietā, lai atkal pārnestu suspensiju 2.1. metodes a, b vai c varianta pielietošanai, amonija slāpekli šajā šķīdumā var destilēt tieši pēc nātrija hidroksīda pievienošanas, lai nodrošinātu krietnu pārākumu (4.12.).

7.2. *Šķīduma analīze*

Pārnes ar pipeti, saskaņā ar 2.1. metodes a, b vai c variantu, 50, 100 vai 200 ml iegūtā šķīduma. Destilē amonjaku, kā aprakstīts 2.1. metodē, neizmirstot pievienot destilācijas kolbai pietiekamu daudzumu nātrija hidroksīda šķīduma (4.12.), lai nodrošinātu krietnu pārākumu.

7.3. *Tukšā analīze*

Tukšo analīzi (bez analizējamā parauga) izdara tādos pašos apstākļos un ņem vērā galīgā rezultāta aprēķinos.

7.4. *Kontrolizmēģinājums*

Pirms analīzes veikšanas pārbauda, ka iekārta pareizi darbojas un metode ir pielietota korekti ar standartšķīdumu (4.13.), kas satur amonija un nitrātu daudzumus, salīdzināmus ar ciānamīda un nitrātu slāpekļa daudzumiem, ko satur nitratēts kalcija ciānamīds.

Tādēļ ievieto 20 ml standartšķīduma (4.13.) Kjeldāla kolbā.

Veic analīzi saskaņā ar 7.1 un 7.2. punktā aprakstīto metodi.

8. **Rezultātu izteikšana**

Analīzes rezultāti ir jāizsaka kā kopējā slāpekļa (N) procentuālais daudzums, ko satur analīzei saņemtais paraugs.

a variants: %N = (50 – A) × 0,7

b variants: % N = (50 – A) × 0,7

c variants: % N = (35 – A) × 0,875

2.3.3. metode

Kopējā slāpekļa noteikšana urīnvielā

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru kopējā slāpekļa noteikšanai urīnvielā.

2. **Pielietošanas joma**

Šo metodi lieto tikai urīnvielas mēslošanas līdzekļiem, kas nesatur nitrātus.

3. **Princips**

Urīnviela kvantitatīvi pārvēršas par amonjaku, karsējot sērskābes klātbūtnē. Šādi iegūto amonjaku destilē no sārmainās vides, un destilātu savāc sērskābes standartšķīduma pārākumā. Skābes pārākumu titrē ar sārma standartšķīdumu.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un slāpekļa savienojumus.

4.1. Koncentrēta sērskābe (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. Nātrija hidroksīda šķīdums, apmēram 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), bez amonjaka

▼M4

4.3.	Sērskābe: 0,05 mol/l	a variantam (skatīt 2.1. metodi)
4.4.	Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,1 mol/l	
4.5.	Sērskābe: 0,1 mol/l	b variantam (skatīt 2.1. metodes 2. piezīmi)
4.6.	Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,2 mol/l	
4.7.	Sērskābe: 0,25 mol/l	c variantam (skatīt 2.1. metodes 2. piezīmi);
4.8.	Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, bez karbonātiem: 0,5 mol/l	

▼B

4.9. *Indikatora šķīdumi*

4.9.1. Jauktais indikators

A šķīdums: Izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 mililitros 0,1 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni.

B šķīdums: Izšķīdina 1 g metilēnzilā ūdenī un uzpilda līdz vienam litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators ir violets skābā šķīdumā, pelēks neitrālā šķīdumā un zaļš sārmainā šķīdumā. Lieto 0,5 ml (10 pilienus).

4.9.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 mililitros 95 % etanola un uzpilda līdz 100 ml ar ūdeni. Vajadzības gadījumā filtrē. Šo indikatoru (četrus piecus pilienus) var lietot iepriekšējā indikatora vietā.

4.10. Granulēts pumeks, mazgāts sālsskābē un kalcinēts

4.11. Urīnviela analīzēm

5. **Iekārta**

5.1. Destilācijas iekārta, skatīt 2.1. metodi "Amonija slāpekļa noteikšana".

5.2. 500 ml mērkolba

5.3. 25, 50 un 100 ml pipetes

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Šķīduma pagatavošana*

Nosver ar 0,001 g precizitāti 2,5 g sagatavotā parauga, ievieto 300 ml Kjeldāla kolbā un samitrina ar 20 ml ūdens. Samaisa ar 20 ml koncentrētas sērskābes (4.1.) un pievieno dažas stikla lodītes, lai novērstu šļakstīšanos. Lai novērstu šļakstīšanos, kolbas kaklā ievieto piltuvi ar garu kātu. Karsē, vispirms lēnām, tad karstumu palielina, līdz novēro baltus dūmus (30 līdz 40 minūtes).

Atdzesē un atšķaida ar 100 līdz 150 ml ūdens. Suspensiju ar visām nogulsnēm kvantitatīvi pārnes 500 ml mērkolbā. Atdzesē līdz istabas temperatūrai. Uzpilda tilpumu ar ūdeni, samaisa un, ja vajadzīgs, filtrē caur sausu filtru sausā traukā.

7.2. *Šķīduma analīze*

Ar precīzu pipeti pārnes 25, 50 vai 100 ml šādi iegūtā šķīduma destilācijas kolbā, atkarībā no izvēlētā varianta (skatīt 2.1. metodi). Destilē amonjaku, kā aprakstīts 2.1. metodē, pievieno destilācijas kolbā pietiekamu daudzumu NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml) (4.2.), lai nodrošinātu krietnu sārma pārākumu.

▼B

7.3. *Tukšā analīze*

Tukšo analīzi (bez analizējamā parauga) izdara tādos pašos apstākļos un ņem vērā galīgā rezultāta aprēķinos.

7.4. *Kontrolizmēģinājums*

Pirms analīzes pārbauda, ka iekārta pareizi darbojas un metode lietota pareizi, ar alikvoto daļu svaigi pagatavota urīnvielas šķīduma (4.11.).

8. **Rezultātu izteikšana**

Analīzes rezultātus izsaka kā slāpekļa (N) procentuālo daudzumu, ko satur analīzei saņemtais mēslošanas līdzeklis.

a variants: % N = (50 – A) × 1,12

b variants: % N = (50 – A) × 1,12

c variants: % N = (35 – A) × 1,40

2.4. metode

Ciānamīda slāpekļa noteikšana

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru ciānamīda slāpekļa noteikšanai.

2. **Pielietošanas joma**

Kalcija ciānamīds un kalcija ciānamīda/nitrātu maisījums.

3. **Princips**

Ciānamīda slāpekli izgulsnē kā sudraba kompleksu un nosaka nogulsnēs pēc Kjeldāla metodes.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un slāpekļa savienojumus.

4.1. *Ledus etiķskābe*

4.2. Amonjaka šķīdums, kas satur 10 masas % amonjaka gāzes (d_{20} = 0,96 g/ml)

4.3. *Amonjakāls sudraba šķīdums, pēc Tollensa*

Samaisa 500 ml 10 % sudraba nitrāta ($AgNO_3$) šķīduma ūdenī ar 500 ml 10 % amonjaka šķīduma (4.2.).

Neatstāt bez vajadzības gaismas, siltuma vai gaisa iedarbībā. Šķīdumu normāli var uzglabāt gadiem. Kamēr šķīdums ir dzidrs, tā kvalitāte ir laba.

4.4. Koncentrēta sērskābe (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.5. Kālija sulfāts analīzei

4.6. Vara oksīds (CuO), 0,3 līdz 0,4 g katrai noteikšanai, vai ekvivalents daudzums var sulfāta pentahidrāta ($CuSO_4.5H_2O$), 0,95 līdz 1,25 g katrai noteikšanai

4.7. Nātrija hidroksīda šķīdums, apmēram 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), bez amonjaka

▼M4

4.8. Sērskābe: 0,05 mol/l

▼B

4.9. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums: 0,1 mol/l

4.10. *Indikatora šķīdumi*

4.10.1. Jauktais indikators

A šķīdums: Izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 mililitros 0,1 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni.

▼B

B šķīdums: Izšķīdina 1 g metilēnzilā ūdenī un uzpilda līdz vienam litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators ir violets skābā šķīdumā, pelēks neitrālā šķīdumā un zaļš sārmainā šķīdumā. Lieto 0,5 ml (10 pilienus).

4.10.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 mililitros 95 % etanola un uzpilda līdz 100 ml ar ūdeni. Vajadzības gadījumā filtrē. Šo indikatoru (četrus piecus pilienus) var lietot iepriekšējā indikatora vietā.

4.11. Granulēts pumeks, mazgāts sālsskābē un kalcinēts

4.12. Kālija tiocianāts analīzei

5. **Iekārta**

5.1. Destilācijas iekārta, skatīt 2.1. metodi "Amonija slāpekļa noteikšana".

5.2. 500 ml mērkolba (piemēram, Štomaņa)

5.3. Piemērota tilpuma (300 līdz 500 ml) Kjeldāla kolba ar garu kaklu

5.4. 50 ml pipete

5.5. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezienu minūtē)

6. **Sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Piesardzība*

Lietojot amonjakālu sudraba šķīdumu, ir jānēsā aizsargbrilles. Kolīdz uz šķidruma virsmas veidojas plāns slānītis, sakratot var notikt sprādziens, tādēļ ir jāievēro vislielākā piesardzība.

7.2. *Šķīduma gatavošana analīzei*

Nosver ar 0,001 g precizitāti 2,5 g parauga un ievieto nelielā stikla piestā. Paraugu trīs reizes saberž ar ūdeni, ūdeni pēc katras beršanas ielejot 500 ml Štomaņa mērkolbā (5.2.). Paraugu kvantitatīvi pārnes 500 ml Štomaņa mērkolbā, skalojot piestu, piestalu un piltuvi ar ūdeni. Uzpilda ar ūdeni līdz apmēram 400 ml. Pievieno 15 ml ledus etiķskābes (4.1.). Krata rotācijas kratītājā (5.5.) divas stundas.

Uzpilda ar ūdeni līdz 500 ml, samaisa un filtrē.

Analīze jāveic cik iespējams ātri.

7.3. *Šķīduma analīze*

Pārnes 50 ml filtrāta 250 ml vārglāzē.

Pievieno amonjaka šķīdumu (4.2.), līdz šķīdums viegli sārmains, un pievieno 30 ml silta amonjakāla sudraba šķīduma (4.3.), lai izšķīdinātu ciānamīda dzelteno sudraba kompleksu.

Atstāj pa nakti, filtrē un skalo nogulsnes ar aukstu ūdeni, līdz tajā vairs nav amonjaka.

Ievieto filtru un nogulsnes, joprojām mitras, Kjeldāla kolbā, pievieno 10 līdz 15 g kālija sulfāta (4.5.), katalizatoru (4.6.) noteiktajā attiecībā, tad 50 ml ūdens un 25 ml koncentrētas sērskābes (4.4.).

Kolbu lēnām silda, viegli pakratot, līdz saturs sāk vārīties. Palielina siltumu un vāra, līdz kolbas saturs kļūst bezkrāsains vai gaiši zaļš.

Vārīšanu turpina vienu stundu, tad atstāj atdzist.

Šķidrumu no Kjeldāla kolbas kvantitatīvi pārnes destilācijas kolbā, pievieno dažas granulas pumeka (4.11.) un uzpilda ar ūdeni līdz kopējam tilpumam apmēram 350 ml. Samaisa un atdzesē.

Destilē amonjaku saskaņā ar 2.1. metodes a variantu, pievienojot pietiekamu daudzumu NaOH šķīduma (4.7.), lai nodrošinātu krietnu pārākumu.

▼B

7.4. *Tukšā analīze*

Tukšo analīzi (bez analizējamā parauga) izdara tādos pašos apstākļos un ņem vērā galīgā rezultāta aprēķinos.

7.5. *Kontrolizmēģinājums*

Pirms analīzes pārbauda, vai aparāts labi darbojas un vai metode ir lietota pareizi, ņemot alikvoto daļu kālija tiocianāta standartšķīduma (4.12.), kas atbilst 0,05 g slāpekļa.

8. **Rezultātu izteikšana**

Analīzes rezultātus izsaka kā ciānamīda slāpekļa procentuālo daudzumu, ko satur analīzei saņemtais mēslošanas līdzeklis.

$$\% N = (50 - A) \times 0,56$$

2.5. metode

Biureta spektrofotometriska noteikšana urīnvielā

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru biureta noteikšanai urīnvielā.

2. **Pielietošanas joma**

Metodi lietai tikai urīnvielai.

3. **Princips**

Sārmainā vidē kālija nātrija tartrāta klātbūtnē biurets un divvērtīgais varš veido violetu vara (II) kompleksu. Šķīduma ekstinkciju mēra apmēram 546 nm (nanometru) viļņu garumā.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un amonjaku. Ūdens kvalitāte ir ļoti svarīga noteikšanai.

4.1. Metanols

▼M4

4.2. Sērskābes šķīdums, apmēram 0,05 mol/l

▼B

4.3. Nātrija hidroksīda šķīdums, apmēram 0,1 mol/l

4.4. *Sārmains kālija nātrija tartrāta šķīdums*

Viena litra mērkolbā izšķīdina 40 g nātrija hidroksīda 500 mililitros ūdens un atdzesē. Pievieno 50 g kālija nātrija tartrāta ($NaKC_4H_4O_6.4H_2O$). Uzpilda līdz atzīmei. Atstāj uz 24 stundām pirms lietošanas.

4.5. *Vara sulfāta šķīdums*

Viena litra mērkolbā izšķīdina ūdenī 15 g vara sulfāta pentahidrāta ($CuSO_4.5H_2O$). Uzpilda līdz atzīmei.

4.6. *Svaigi pagatavots biureta standartšķīdums*

250 ml mērkolbā izšķīdina ūdenī 0,250 tīra biureta ([1]). Uzpilda līdz 250 ml. 1 ml šā šķīduma satur 0,001 g biureta.

4.7. *Indikatora šķīdums*

100 ml mērkolbā izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 mililitros 95 % etanola un uzpilda līdz 100 ml ar ūdeni. Filtrē, ja izšķīšana nenotiek pilnīgi.

([1]) Biuretu var attīrīt iepriekš, skalojot ar amonjaka šķīdumu (10 %), pēc tam ar acetonu un žāvējot vakuumā.

▼B

5. **Iekārta**

5.1. Spektrometrs vai fotometrs ar tādas jutības un precizitātes filtriem, kas ļauj mērot reproducēt T mazāku par 0,5 % ([1]).

5.2. 100, 250 un 1 000 ml mērkolbas

5.3. 2, 5, 10, 20, 25 un 50 ml pipetes vai 25 ml birete, kurs iedaļa ir 0,05 ml

5.4. 250 ml vārglāze

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Kalibrēšanas līknes sagatavošana*

Pārnes 0, 2, 5, 10, 20, 25 un 50 ml biureta standartšķīduma (4.6.) alikvotās daļas septiņās 100 ml mērkolbās. ►M4 Uzpilda tilpumus ar ūdeni līdz apmēram 50 ml, pievieno vienu pilienu indikatora (4.7.) un, ja nepieciešams, neitralizē ar 0,05 mol/l sērskābi (4.2.). ◄ Pievieno 20 ml sārmaina tartrāta šķīduma (4.4.), tad 20 ml vara sulfāta šķīduma (4.5.).

P i e z ī m e

Šie šķīdumi (4.4. un 4.5.) ir jāmēra ar divām precīzām biretēm vai tomēr labāk ar pipetēm.

Uzpilda līdz 100 ml ar destilētu ūdeni, samaisa un atstāj uz 15 minūtēm 30 (± 2) °C temperatūrā.

Lietojot "0" biureta standartšķīdumu kā references šķīdumu, mēra katra šķīduma ekstinkciju 546 nm viļņu garumā, izvēloties kivetes ar piemērotu optisko ceļu.

Zīmē kalibrēšanas līkni, atzīmējot ekstinkcijas uz ordinātu ass un atbilstošos biureta daudzumus miligramos uz abscisu ass.

7.2. *Analizējamā šķīduma sagatavošana*

Nosver ar 0,001 g precizitāti 10 g sagatavotā parauga; izšķīdina apmēram 150 mililitros ūdens 250 ml mērkolbā un uzpilda līdz atzīmei. Vajadzības gadījumā filtrē.

1. *piezīme*

Ja analizējamais paraugs satur vairāk nekā 0,015 g amonija slāpekļa, to izšķīdina 250 ml vārglāzē 50 mililitros metanola (4.1.). Ietvaicē līdz apmēram 25 ml tilpumam. Kvantitatīvi pārnes 250 ml mērkolbā. Uzpilda līdz atzīmei ar ūdeni. Ja nepieciešams, filtrē caur sausu kroku filtru sausā traukā.

2. *piezīme*

Opalescences likvidēšana: ja šķīdumā ir koloidāla viela, filtrēšanas laikā var rasties sarežģījumi. Analizējamo šķīdumu šādā gadījumā gatavo šādi: analizējamo paraugu izšķīdina 150 mililitros ūdens, pievieno 2 ml 1 mol/l sālsskābes un šķīdumu filtrē caur diviem ļoti blīviem plakanfiltriem 250 ml mērkolbā. Filtrus skalo ar ūdeni un uzpilda līdz tilpumam. Procesu turpina saskaņā ar metodi, kas aprakstīta 7.3. punktā "Noteikšana".

7.3. *Noteikšana*

▼M4

Atkarībā no biureta satura pārnes 25 vai 50 ml 7.2. punktā minētā šķīduma ar pipeti 100 ml mērkolbā un nepieciešamības gadījumā neitralizē ar 0,05 mol/l vai 0,1 mol/l reaģentu (4.2. vai 4.3.), lietojot metilsarkano kā indikatoru, un tikpat precīzi, kā zīmējot kalibrēšanas līkni, pievieno 20 ml sārmaina kālija nātrija tartrāta šķīduma (4.4.) un 20 ml vara šķīduma (4.5.). Uzpilda līdz tilpumam, labi samaisa un atstāj uz 15 minūtēm 30(± 2) °C.

▼B

Tad veic potenciometriskos mērījumus un aprēķina biureta daudzumu urīnvielā.

([1]) Sk. 9. punktu "Papildinājums".

▼B

8. **Rezultātu izteikšana**

$$\%\text{biurets} = \frac{C \times 2,5}{V}$$

kur:

C ir biureta masa miligramos, ko nolasa no kalibrēšanas grafika,

V ir alikvotās daļas tilpums.

9. **Papildinājums**

Ja "J_O" ir monohromatiskā staru kūļa intensitāte (vai noteiktais viļņu garums) pirms iešanas caur caurspīdīgu vielu un "J" ir šā kūļa intensitāte pēc iziešanas, tad:

— pārejas koeficients: $T = \frac{J}{Jo}$

— gaismas necaurlaidība: $O = \frac{Jo}{J}$

— ekstinkcija: $E = \log O$

— ekstinkcija uz optiskā ceļa vienību: $k = \frac{E}{s}$

— īpatnējās ekstinkcijas koeficients: $K = \frac{E}{C \times S}$,

kur:

s = slāņa biezums centimetros,

c = koncentrācija miligramos litrā,

k = katrai vielai specifisks koeficients Lamberta—Bēra likumā.

2.6. metode

Dažādu slāpekļa formu noteikšana vienā paraugā

2.6.1. metode

Dažādu slāpekļa formu noteikšana vienā mēslošanas līdzekļa paraugā, kas satur nitrātu, amonija, urīnvielas un ciānamīda slāpekli

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru jebkura slāpekļa formas noteikšanai jebkuras citas slāpekļa formas klātbūtnē.

2. **Pielietošanas joma**

Jebkurš mēslošanas līdzeklis no I pielikuma, kas satur slāpekli dažādās formās.

3. **Princips**

3.1. *Kopējais šķīstošais un nešķīstošais slāpeklis*

Saskaņā ar mēslošanas līdzekļu tipu sarakstu (I pielikumā), šo noteikšanu pielieto produktiem, kas satur kalcija ciānamīdu.

3.1.1. Ja klāt nav nitrātu, analizējamo paraugu mineralizē tieši pēc Kjeldāla.

3.1.2. Nitrātu klātbūtnē analizējamo paraugu mineralizē pēc Kjeldāla pēc reducēšanas ar metālisku dzelzi un alvas (II) hlorīdu.

Abos gadījumos amonjaku nosaka pēc 2.1. metodes.

Piezīme

Ja analīzes gaitā izrādās, ka nešķīstošā slāpekļa saturs ir virs 0,5 %, tad jāsecina, ka mēslošanas līdzeklis satur citas nešķīstošā slāpekļa formas, kas nav iekļautas I pielikuma sarakstā.

3.2. *Šķīstošā slāpekļa formas*

No viena šķīduma ņemtās dažādās alikvotajās daļās nosaka šādus lielumus:

3.2.1. kopējo šķīstošo slāpekli:

▼B

3.2.1.1. ja nav klāt nitrātu, tieši pēc Kjeldāla,

3.2.1.2. nitrātu klātbūtnē pēc Kjeldāla, ņemot alikvoto daļu no šķīduma, kas iepriekš reducēts pēc Ulša, abos gadījumos amonjaku nosaka, kā parakstīts 2.1. metodē;

3.2.2. kopējo šķīstošo slāpekli, izņemot nitrātu slāpekli pēc Kjeldāla pēc nitrātu slāpekļa atdalīšanas skābā vidē ar dzelzs (II) sulfātu, amonjaku nosakot, kā aprakstīts 2.1. metodē;

3.2.3. nitrātu slāpekli pēc starpības:

3.2.3.1. starp 3.2.1.2. un 3.2.2. vai starp kopējo šķīstošo slāpekli (3.2.1.2.) un amonija slāpekļa un urīnvielas organiskā slāpekļa (3.2.4. + 3.2.5.) summu, ja klāt nav kalcija ciānamīda,

3.2.3.2. kalcija ciānamīda klātbūtnē – starp 3.2.1.2. un 3.2.2. vai starp 3.2.1.2. un 3.2.4. + 3.2.5. + 3.2.6. summas;

3.2.4. amonija slāpekli:

3.2.4.1. tikai amonija slāpekļa un amonija plus nitrātu slāpekļa klātbūtnē, lietojot 1. metodi,

3.2.4.2. urīnvielas un/vai ciānamīda slāpekļa klātbūtnē ar auksto destilāciju pēc tam, kad šķīdums padarīts vāji sārmains, absorbējot amonjaku sērskābes standartšķīdumā un nosakot pēc 2.1. metodes;

3.2.5. urīnvielas slāpekli:

3.2.5.1. pārvēršot ar ureāzi amonjakā, ko titrē ar sālsskābes standartšķīdumu,

vai

3.2.5.2. gravimetriski ar ksantidrolu: līdzgulsnēto biuretu bez lielas kļūdas var pieņemt par urīnvielas slāpekli, jo tā saturs mēslošanas līdzekļos absolūtos lielumos ir mazs,

vai

3.2.5.3. pēc starpības saskaņā ar tabulu:

Gadījums	Nitrātu slāpeklis	Amonija slāpeklis	Ciānamīda slāpeklis	Starpība
1.	Nav	Ir	Ir	(3.2.1.1.) – (3.2.4.2. + 3.2.6.)
2.	Ir	Ir	Ir	(3.2.2.) – (3.2.4.2. + 3.2.6.)
3.	Nav	Ir	Nav	(3.2.1.1.) – (3.2.4.2.)
4.	Ir	Ir	Nav	(3.2.2.) – (3.2.4.2.)

3.2.6. ciānamīda slāpekli, izgulsnējot kā sudraba savienojumu un nosakot nogulsnēs slāpekli pēc Kjeldāla

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. Kālija sulfāts analīzei

4.2. Dzelzs pulveris, reducēts ar ūdeņradi (noteiktajam dzelzs daudzumam ir jāspēj reducēt vismaz 50 mg nitrātu slāpekļa)

4.3. Kālija tiocianāts analīzei

4.4. Kālija nitrāts analīzei

4.5. Amonija sulfāts analīzei

4.6. Urīnviela analīzei

4.7. Atšķaidīta sērskābe, 1:1 pēc tilpuma: viens tilpums sērskābes (d_{20} = 1,84 g/ml) un viens tilpums ūdens

▼M4

4.8. Sērskābes standartšķīdums: 0,1 mol/l

▼B

4.9. Koncentrēts nātrija hidroksīda šķīdums: apmēram 30 % (m/V) NaOH šķīdums ūdenī, bez amonjaka

4.10. Nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdums: 0,2 mol/l, bez karbonātiem

4.11. *Alvas(II) hlorīda šķīdums*

Izšķīdina 120 g $SnCl_2.2H_2O$ 400 mililitros koncentrētas sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni. Šķīdumam jābūt pilnīgi dzidram, un tas ir jāgatavo tieši pirms lietošanas.

Piezīme

Ir svarīgi pārbaudīt alvas (II) hlorīda reducēšanas spēju: izšķīdina 0,5 g $SnCl_2.2H_2O$ 2 mililitros koncentrētas sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) un uzpilda līdz 50 ml ar ūdeni. Tad pievieno 5 g Segneta sāls (kālija nātrija tartrātu) un pietiekamu daudzumu nātrija bikarbonāta, lai šķīdums, pārbaudot ar lakmusa papīru, ir sārmains.

▼M5

Titrē ar 0,05 mol/l joda (I_2) šķīdumu cietes šķīduma kā indikatora klātienē.

1 ml joda (I_2) šķīdums 0,05 mol/l atbilst 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

Tā sagatavotā šķīdumā vismaz 80 % no kopējā alvas daudzuma ir jābūt divvērtīgās alvas veidā. Titrējot jāizlieto vismaz 35 ml 0,05 mol/l joda (I_2) šķīduma.

▼B

4.12. Sērskābe (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.13. Atšķaidīta sālsskābe: viens tilpums sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) plus viens tilpums ūdens

4.14. Etiķskābe: 96 līdz 100 %

4.15. Sērskābes šķīdums, kas satur apmēram 30 % H_2SO_4 (m/V)

4.16. Dzelzs (II) sulfāts: kristālisks $FeSO_4.7H_2O$

▼M4

4.17. Sērskābes standartšķīdums: 0,05 mol/l

▼B

4.18. Oktilspirts

4.19. Piesātināts kālija karbonāta šķīdums

4.20. Nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdums: 0,1 mol/l, bez karbonātiem

4.21. Piesātināts bārija hidroksīda šķīdums

4.22. Nātrija karbonāta šķīdums: 10 % (m/V)

4.23. Sālsskābe: 2 mol/l

4.24. Sālsskābes standartšķīdums: 0,1 mol/l

4.25. *Ureāzes šķīdums*

Suspendē 0,5 g aktīvas ureāzes 100 mililitros destilēta ūdens. Ar 0,1 mol/l sālsskābi (4.24.) pieregulē pH uz 5,4, mērot ar pH metru.

4.26. *Ksantidrols*

5 % šķīdums etanolā vai metanolā (4.31.) (nelietot produktus ar lielu nešķīstošu vielu īpatsvaru). Šķīdumu var uzglabāt trīs mēnešus labi noslēgtā pudelē, tumšā vietā.

4.27. Vara oksīds (CuO): 0,3 līdz 0,4 g uz noteikšanu vai ekvivalents daudzums vara sulfāta pentahidrāta ($CuSO_4.5H_2O$) 0,95 līdz 1,25 g uz noteikšanu

4.28. Granulēts pumeks, mazgāts sālsskābē un kalcinēts

▼B

4.29. *Indikatora šķīdumi*

4.29.1. A šķīdums: Izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 mililitros 0,1 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni.

B šķīdums: Izšķīdina 1 g metilēnzilā ūdenī un uzpilda līdz vienam litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators ir violets skābā šķīdumā, pelēks neitrālā šķīdumā un zaļš sārmainā šķīdumā. Lieto 0,5 ml (10 pilienus) šā indikatora šķīduma.

4.29.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 mililitros 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 mililitriem un nepieciešamības gadījumā filtrē. Šo indikatoru (četrus piecus pilienus) var lietot iepriekšējā indikatora vietā.

4.30. *Indikatorpapīri*

Lakmuss, bromtimolzilais (vai citi papīri, kas jutīgi pH 6 līdz 8).

4.31. Etanols vai metanols: 95 % šķīdums

5. **Iekārta**

5.1. *Destilācijas iekārta*

Skatīt 2.1. metodi.

5.2. *Iekārta amonija slāpekļa noteikšanai pēc 7.2.5.3. paņēmiena (skatīt 6. attēlu)*

Iekārta sastāv no īpašas formas trauka ar šlifa kaklu, ar sānu kaklu, savienojošās caurules ar pretšļakstes uzgali un perpendikulāru cauruli gaisa ievadīšanai. Caurules var pievienot traukam ar parastu gumijas aizbāzni. Ir svarīgi, lai gaisa padeves caurules gals būtu piemērotas formas, jo gāzes burbuļiem ir jāiet vienmērīgi caur šķīdumiem, kas atrodas traukā un absorberā. labākais risinājums ir nelielas sēņveidīgas stikla detaļas ar 20 mm ārējo diametru un sešām 1 mm atverēm visapkārt.

5.3. *Iekārta urīnvielas slāpekļa noteikšanai pēc ureāzes paņēmiena (7.2.6.1.)*

Iekārta sastāv no 300 ml Erlenmeijera kolbas ar dalāmpiltuvi un neliela absorbera (skatīt 7. attēlu).

5.4. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezienu minūtē)

5.5. pH metrs

5.6. Regulējams termostats

5.7. *Stikla piederumi:*

2, 5, 10, 20, 25, 50, un 100 ml pipetes,

300 un 500 ml Kjeldāla kolbas ar garu kaklu,

100, 250, 500 un 1 000 ml mērkolbas,

saķepināta stikla filtrtīģeļi ar 5 līdz 15 μ poru diametru,

piestas.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes paņēmiens**

7.1. *Kopējais šķīstošais un nešķīstošais slāpeklis*

7.1.1. Ja klāt nav nitrātu

7.1.1.1. Sašķelšana

Nosver ar 0,001 g precizitāti parauga daudzumu, kas satur lielākais 100 mg slāpekļa. Paraugu pārnes destilācijas iekārtas (5.1.) kolbā. Pievieno 10 līdz 15 g kālija sulfāta (4.1.), katalizatoru (4.27.) un dažas graudus pumeka (4.28.). Tad pievieno 50 atšķaidītas sērskābes

▼B

(4.7.) un rūpīgi samaisa. Sākumā lēnām karsē, laiku pa laikam apmaisot, līdz vairs neveidojas dūmi. Tad karsē, lai šķidrums vienmērīgi vārās un vārīšanu turpina vienu stundu pēc tam, kad šķīdums kļuvis dzidrs, raugoties lai organiskas vielas nepieliptu pie kolbas sienām. Atdzesē. Uzmanīgi apmaisot, pievieno 350 ml ūdens. Izšķīšanai ir jābūt cik iespējams pilnīgai. Atdzesē un pievieno kolbu destilācijas iekārtai (5.1.).

7.1.1.2. Amonjaka destilēšana

►M4 Ar precīzu pipeti pārnes iekārtas uztvērējā 50 ml 0,1 mol/l sērskābes standartšķīduma (4.8.). ◄ Pievieno indikatoru (4.29.1. vai 4.29.2.). Dzesinātāja galam ir jābūt vismaz 1 cm zem šķīduma virsmas.

Raugoties, lai nebūtu amonjaka zudumu, uzmanīgi pievieno destilācijas kolbā tādu koncentrēta nātrija hidroksīda šķīduma (4.9.) daudzumu, lai šķidrums būtu stipri sārmains (parasti pietiek ar 120 ml; to pārbauda ar dažiem pilieniem fenolftaleīna. Destilēšanas beigās šķīdumam kolbā ir jābūt izteikti sārmainam). Pieregulē kolbas karsēšanu, lai pusstundā destilētos 150 ml. Pārbauda ar indikatorpapīru (4.30.), ka destilācija ir bijusi pilnīga. Ja tas tā nav, destilē vēl 50 ml un atkārto pārbaudi, līdz destilāts pēc indikatorpapīra (4.30.) ir neitrāls. tad uztvērēju nolaiž uz leju, destilē vēl dažus mililitrus un noskalo dzesinātāja galu. Skābes pārākumu titrē ar 0,2 mol/l kālija vai nātrija hidroksīda standartšķīdumu (4.10.), līdz indikators maina krāsu.

7.1.1.3. Tukšā analīze

Tukšo analīzi (bez analizējamā parauga) izdara tādos pašos apstākļos un ņem vērā galīgā rezultāta aprēķinos.

7.1.1.4. Rezultātu izteikšana

$$\% N = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

kur

▼M4

a = ml 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko izmanto tukšajā analīzē un ar pipeti ievada iekārtas (5.1.) uztvērējā un kam pievieno 50 ml 0,1 mol/l sērskābes standartšķīduma (4.8.),

▼B

A = ml 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko izlieto analīzei,

M = analizējamā parauga masa gramos.

7.1.2. Ja klāt ir nitrāti

7.1.2.1. Analizējamais paraugs

Nosver ar 0,001 g precizitāti parauga daudzumu, kas satur ne vairāk par 40 mg nitrātu slāpekļa.

7.1.2.2. Nitrātu reducēšana

Samaisa analizējamo paraugu nelielā piestā ar 50 mililitriem ūdens. Pārnes ar minimālu daudzumu destilēta ūdens Kjeldāla kolbā. Pievieno 5 g reducētas dzelzs (4.2.) un 50 ml alvas (II) hlorīda šķīduma (4.11.). Sakrata un atstāj pusstundu stāvēt. Stāvēšanas laikā pēc 10 un 20 minūtēm atkal apmaisa.

7.1.2.3. Noteikšana pēc Kjeldāla

Pievieno 30 ml sērskābes (4.12.), 5 g kālija sulfāta (4.1.), noteikto daudzumu katalizatora (4.27.) un dažus graudus pumeka (4.28.). Uzmanīgi silda, kolbu turot mazliet noliektu. Lēnām palielina karstumu, un šķīdumu bieži sakrata, lai maisījums būtu suspensijas stāvoklī: šķidrums kļūst tumšs, pēc tam dzidrs, un veidojas dzeltenzaļa bezūdens dzelzs sulfāta suspensija. Tad turpina sildīšanu vienu stundu un, uzturot viršanas temperatūru, iegūst dzidru šķīdumu. Atstāj atdzist. Kolbas saturam uzmanīgi pielej nedaudz ūdens un pakāpeniski pievieno 100 ml ūdens. Samaisa un pārnes kolbas saturu 500 ml

▼B

mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni, samaisa un filtrē caur sausu filtru sausā traukā.

7.1.2.4. Šķīduma analīze

Ar pipeti pārnes destilēšanas iekārtas (5.1.) kolbā alikvoto daļu, kas satur lielākais 100 mg slāpekļa. Atšķaida līdz apmēram 350 ml ar destilētu ūdeni, pievieno dažus graudiņus pumeka (4.28.), pievieno kolbu destilēšanas iekārtai un turpina noteikšanu, kā aprakstīts 7.1.1.2. punktā.

7.1.2.5. Tukšā analīze

Skatīt 7.1.1.3. punktu.

7.1.2.6. Rezultātu izteikšana

$$\% \, N = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

kur

▼M4

a = ml 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko izmanto tukšajā analīzē un ar pipeti ievada iekārtas (5.1.) uztvērējā un kam pievieno 50 ml 0,1 mol/l sērskābes standartšķīduma (4.8.),

▼B

A = ml 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko izlieto analīzei,

M = gramos izteikta parauga masa, ko satur alikvotā daļa, kas ņemta saskaņā ar 7.1.2.4. punktu.

7.2. *Šķīstošā slāpekļa formas*

7.2.1. Analizējamā šķīduma sagatavošana

Nosver ar 1 mg precizitāti 10 g parauga un ievieto 500 ml mērkolbā.

7.2.1.1. Gadījumā, ja mēslošanas līdzekļi nesatur ciānamīda slāpekli

Pievieno kolbā 50 ml ūdens un 20 ml atšķaidītas sālsskābes (4.13.). Samaisa un iztur, līdz beidzas oglekļa dioksīda izdalīšanās. Tad pievieno 400 ml ūdens un krata pusstundu rotācijas kratītājā (5.4.). Uzpilda tilpumu ar ūdeni, samaisa un filtrē caur sausu filtru sausā traukā.

7.2.1.2. Gadījumā, ja mēslošanas līdzekļi satur ciānamīda slāpekli

Pievieno kolbā 400 ml ūdens un dažus pilienus metilsarkanā (4.29.2.). Ja nepieciešams, šķīdumu paskābina ar etiķskābi (4.14.). Pievieno 15 ml etiķskābes (4.14.). Krata rotācijas kratītājā (5.4.) divas stundas. Ja nepieciešams, pielej šķīdumam vēl etiķskābi (4.14.) darbības laikā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni, samaisa un tūlīt filtrē caur sausu filtru sausā traukā un tūlīt nosaka ciānamīda slāpekli.

Abos gadījumos dažādas šķīstošās slāpekļa formas nosaka šķīduma gatavošanas dienā, sākot ar ciānamīda slāpekli un urīnvielas slāpekli, ja tie ir šķīdumā.

7.2.2. Kopējais šķīstošais slāpeklis

7.2.2.1. Ja klāt nav nitrātu

Ievada ar pipeti 300 ml Kjeldāla kolbā alikvoto filtrāta (7.2.1.1. vai 7.2.1.2.) daļu, kas satur lielākais 100 mg slāpekļa. Pievieno 15 ml koncentrētas sērskābes (4.12.), 0,4 g vara oksīda vai 1,25 g vara sulfāta (4.27.) un dažus graudiņus pumeka (4.28.). Vispirms uzmanīgi silda, līdz sākas sašķelšanas process, tad karsē augstākā temperatūrā, līdz šķidrums kļūst bezkrāsains vai viegli zaļgans un skaidri redzami balti dūmi. Pēc atdzesēšanas šķīdumu kvantitatīvi pārnes destilācijas kolbā, atšķaida līdz apmēram 500 ml ar ūdeni un pievieno dažus graudiņus pumeka (4.28.). Pievieno kolbu pie destilēšanas iekārtas (5.1.) un turpina noteikšanu, kā aprakstīts 7.1.1.2. punktā.

▼B

7.2.2.2. Ja klāt ir nitrāti

Ar precīzu pipeti 500 ml Erlenmeijera kolbā ievada filtrāta (7.2.1.1. vai 7.2.1.2.) alikvoto daļu, kas satur ne vairāk par 40 mg nitrātu slāpekļa. Šajā analīzes stadijā kopējais slāpekļa daudzums nav svarīgs. Pievieno 10 ml 30 % sērskābes (4.15.), 5 g reducētas dzelzs (4.2.) un tūlīt nosedz Erlenmeijera kolbu ar pulksteņstikliņu. Uzmanīgi karsē, līdz reakcija ir vienmērīga, bet ne strauja. Šajā brīdī pārtrauc karsēšanu un ļauj kolbai stāvēt vismaz trīs stundas istabas temperatūrā. Pārnes šķidrumu kvantitatīvi ar ūdeni 250 ml mērkolbā, neņemot vērā neizšķīdušo dzelzi, un uzpilda līdz atzīmei ar ūdeni. Rūpīgi samaisa un ar precīzu pipeti pārnes 300 ml Kjeldāla kolbā alikvoto daļu, kas satur lielākais 100 mg slāpekļa. Pievieno 15 ml koncentrētas sērskābes (4.12.), 0,4 g vara oksīda vai 1,25 g vara sulfāta (4.27.) un dažus graudiņus pumeka (4.28.). Vispirms uzmanīgi silda, līdz sākas sašķelšanas process, tad karsē augstākā temperatūrā, līdz šķidrums kļūst bezkrāsains vai viegli zaļgans un skaidri redzami balti dūmi. Pēc atdzesēšanas šķīdumu kvantitatīvi pārnes destilācijas kolbā, atšķaida līdz apmēram 500 ml ar ūdeni un pievieno dažus graudiņus pumeka (4.28.). Pievieno kolbu pie destilēšanas iekārtas (5.1.) un turpina noteikšanu, kā aprakstīts 7.1.1.2. punktā.

7.2.2.3. Tukšā analīze

Skatīt 7.1.1.3. punktu.

7.2.2.4. Rezultātu izteikšana

$$\% \, N = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

kur

▼M4

a = ml 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko izmanto tukšajā analīzē un ar pipeti ievada iekārtas (5.1.) uztvērējā un kam pievieno 50 ml 0,1 mol/l sērskābes standartšķīduma (4.8.),

▼B

A = ml 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko izlieto analīzei,

M = gramos izteikta parauga masa, ko satur alikvotā daļa, kas ņemta saskaņā ar 7.2.2.1. vai 7.2.2.2. punktu.

7.2.3. Kopējais šķīstošais slāpeklis, izņemot nitrātu slāpekli

Ar precīzu pipeti 300 ml Kjeldāla kolbā ievada filtrāta (7.2.1.1. vai 7.2.1.2.) alikvoto daļu, kas satur ne vairāk par 50 mg nosakāmā slāpekļa. Atšķaida ar ūdeni līdz 100 ml, pievieno 5 g dzelzs (II) sulfāta (4.16.), 20 ml koncentrētas sērskābes (4.12.) un dažus graudiņus pumeka (4.28.). Vispirms uzmanīgi karsē, tad karstumu palielina, līdz parādās balti dūmi. Turpina sašķelšanu 15 minūtes. Pārtrauc karsēšanu, ievieto kolbā vara oksīdu (4.27.) kā katalizatoru un uztur kolbā temperatūru, lai turpmākās 10–15 minūtes izdalās balti dūmi. Pēc atdzesēšanas Kjeldāla kolbas saturu kvantitatīvi pārnes iekārtas (5.1.) destilācijas kolbā. Atšķaida līdz apmēram 500 ml ar ūdeni un pievieno dažus pumeka graudiņus (4.28.). Pievieno kolbu pie destilēšanas iekārtas un turpina noteikšanu, kā aprakstīts 7.1.1.2. punktā.

7.2.3.1. Tukšā analīze

Skatīt 7.1.1.3. punktu.

7.2.3.2. Rezultātu izteikšana

$$\% \, N = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

kur

▼M4

a = ml 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko izmanto tukšajā analīzē un ar pipeti ievada iekārtas (5.1.) uztvērējā un kam pievieno 50 ml 0,1 mol/l sērskābes standartšķīduma (4.8.),

▼B

A = ml 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko izlieto analīzei,

M = gramos izteikta parauga masa, ko satur noteikšanai ņemtā alikvotā daļa.

7.2.4. Nitrātu slāpeklis

7.2.4.1. Ja klāt nav kalcija ciānamīda

Iegūst no starpības starp rezultātiem, kas iegūti saskaņā ar 7.2.2.4. un 7.2.3.2. punktu, un/vai no rezultāta, kas iegūts saskaņā ar 7.2.2.4. punktu, to rezultātu summas, kas iegūti saskaņā ar 7.2.5.2. vai 7.2.5.5. punktu un 7.2.6.3. vai 7.2.6.5. punktu, vai 7.2.6.6. punktu.

7.2.4.2. Ja klāt ir kalcija ciānamīds

Iegūst no starpības starp rezultātiem, kas iegūti saskaņā ar 7.2.2.4. un 7.2.3.2. punktu un no rezultāta, kas iegūts saskaņā ar 7.2.2.4. punktu. un to rezultātu summas, kas iegūti saskaņā ar 7.2.5.5., 7.2.6.3. vai 7.2.6.5., vai 7.2.6.6. punktu un 7.2.7. punktu.

7.2.5. Amonija slāpeklis

7.2.5.1. Tikai amonija slāpekļa un amonija plus nitrātu slāpekļa klātbūtnē

Ar pipeti pārnes destilēšanas iekārtas (5.1.) kolbā filtrāta (7.2.1.1.) alikvoto daļu, kas satur lielākais 100 mg amonija slāpekļa. Pievieno ūdeni, lai kopējais tilpums būtu 350 ml un dažus graudiņus pumeka (4.28.), lai vārīšanās notiktu vieglāk. Pievieno kolbu destilācijas iekārtai, pievieno 20 ml nātrija hidroksīda šķīduma (4.9.) un destilē, kā aprakstīts 7.1.1.2. punktā.

7.2.5.2. Rezultātu izteikšana

$$\%\ \mathrm{N}\ (\text{amonija}) = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

kur

▼M4

a = ml 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko izmanto tukšajā analīzē un ar pipeti ievada iekārtas (5.1.) uztvērējā un kam pievieno 50 ml 0,1 mol/l sērskābes standartšķīduma (4.8.),

▼B

A = ml 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko izlieto analīzei,

M = gramos izteikta parauga masa, ko satur noteikšanai ņemtā alikvotā daļa.

7.2.5.3. Urīnvielas un/vai ciānamīda slāpekļa klātbūtnē

►M4 Ar pipeti pārnes iekārtas (5.2.) sausā kolbā filtrāta (7.2.1.1. vai 7.2.1.2.) alikvoto daļu, kas satur lielākais 20 mg amonija slāpekļa. Pēc tam savieno iekārtu. Ar pipeti ievada 300 ml Erlenmeijera kolbā 50 ml 0,05 mol/l sērskābes standartšķīduma (4.17.) un pietiekamu daudzumu destilēta ūdens, lai šķidruma līmenis būtu apmēram 5 cm virs caurules atveres ◄. Caur reakcijas sānu kaklu ielej reakcijas kolbā destilētu ūdeni tilpumā līdz apmēram 50 ml. Samaisa. Lai aerācijas laikā novērstu putošanu, pievieno dažus pilienus oktilspirta (4.18.). Tad šķīdumu padara sārmainu ar 50 ml piesātināta kālija karbonāta šķīduma (4.19.) un tūlīt sāk atdzīt amonjaku, kas izdalās no aukstās suspensijas. Stipro gaisa plūsmu (apmēram trīs litri minūtē) iepriekš attīra, pūšot caur skalotnēm, kas satur atšķaidītu sērskābi un atšķaidītu nātrija hidroksīdu. Saspiesta gaisa vietā var strādāt ar vakuumu (ūdens strūklas sūkni), ja ieejošā caurule ir hermētiski savienota ar trauku amonjaka uztveršanai. Amonjaka izdalīšanās parasti beidzas pēc trim stundām. Par to tomēr ir prātīgi pārliecināties, nomainot uztvērējkolbu. Kad darbība pabeigta, atvieno kolbu no iekārtas, skalo caurules galu un kolbas sienas ar nelielu daudzumu destilēta ūdens. Skābes pārākumu titrē ar 0,1 mol/l nātrija hidroksīda standartšķīdumu (4.20.), līdz indikators kļūst pelēks (4.29.1.).

7.2.5.4. Tukšā analīze

Skatīt 7.1.1.3. punktu.

▼B

7.2.5.5. Rezultātu izteikšana

$$\% \text{ N (amonija)} = \frac{(a - A) \times 0,14}{M}$$

kur

▼M4

a = ml 0,1 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko izmanto tukšajā analīzē un ar pipeti ievada iekārtas (5.2.) 300 ml Erlenmeijera kolbā, kur ielieti 50 ml 0,05 mol/l sērskābes standartšķīduma (4.17.),

▼B

A = ml 0,1 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko izlieto analīzei,

M = gramos izteikta parauga masa, ko satur analīzei ņemtā alikvotā daļa.

7.2.6. Urīnvielas slāpeklis

7.2.6.1. Ureāzes metode

Ar precīzu pipeti 500 ml Erlenmeijera kolbā ievada filtrāta (7.2.1.1. vai 7.2.1.2.) alikvoto daļu, kas satur ne vairāk par 250 mg urīnvielas slāpekļa. Fosfātu izgulsnēšanai pievieno pa daļai piesātinātu bārija hidroksīda šķīdumu (4.21.), līdz izgulsnēšanās vairs nenotiek. Tad atdala bārija jonu pārākumu (un neizšķīdušos kalcija jonus) ar 10 % nātrija karbonāta šķīdumu (4.22.).

Atstāj nostādināties un pārbauda, vai izgulsnēšana ir pilnīga. Uzpilda līdz atzīmei, samaisa un filtrē caur kroku filtru. Ievada ar pipeti 50 ml filtrāta iekārtas (5.3.) 300 ml Erlenmeijera kolbā. Filtrātu paskābina ar 2 mol/l sālsskābi (4.23.) līdz pH 3,0 pēc pH metra (5.5.). Tad palielina pH līdz 5,4 ar 0,1 mol/l nātrija hidroksīda šķīdumu (4.20.).

Lai nebūtu amonjaka zudumu, veicot sadalīšanu ar ureāzi, Erlenmeijera kolbu noslēdz ar aizbāzni, kurā ir dalāmpiltuve un barbotieris, kurā ielieti tieši 2 ml 0,1 mol/l sālsskābes standartšķīduma (4.24.). Ievada caur dalāmpiltuvi 20 ml ureāzes šķīduma (4.25.) un atstāj stāvēt vienu stundu 20 līdz 25 °C temperatūrā. Tad ar pipeti ievada dalāmpiltuvē 25 ml 0,1 mol/l sālsskābes standartšķīduma (4.24.), ļauj caur piltuvi ietecēt kolbā un noskalo ar nelielu ūdens daudzumu. Tādā pat veidā kvantitatīvi pārnes šķīdumā Erlenmeijera kolbā barbotiera saturu. Titrē skābes pārākumu ar 0,1 mol/l nātrija hidroksīda standartšķīdumu (4.20.), līdz iegūst pH 5,4, ko mēra ar pH metru.

7.2.6.2. Tukšā analīze

Skatīt 7.1.1.3. punktu.

7.2.6.3. Rezultātu izteikšana

$$\% \text{ N (urīnvielas)} = \frac{(a - A) \times 0,14}{M}$$

kur

a = ml 0,1 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko lieto tukšajai analīzei, kuru veic tādos pašos analīzes apstākļos.

A = ml 0,1 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma, ko izlieto analīzei,

M = gramos izteikta parauga masa, ko satur analīzei ņemtā alikvotā daļa.

P i e z ī m e

1) Pēc izgulsnēšanas ar bārija hidroksīda un nātrija karbonāta šķīdumiem, uzpilda līdz atzīmei, filtrē un cik iespējams ātri neitralizē.

2) Titrējot var izmantot arī indikatoru (4.29.2.), bet tad ir daudz grūtāk noteikt beigu punktu.

▼B

7.2.6.4. Gravimetrijas metode ar ksantidrolu

Ar precīzu pipeti 250 ml vārglāzē ievada filtrāta (7.2.1.1. vai 7.2.1.2.) alikvoto daļu, kas satur ne vairāk par 20 mg urīnvielas. Pievieno 40 ml etiķskābes (4.14.). Maisa vienu minūti ar stikla spieķīti un ļauj nogulsnēm nostādināties. Filtrē caur apaļo filtru 100 ml vārglāzē, skalo ar vairākiem mililitriem etiķskābes (4.1.4.), tad, nepārtraukti maisot ar stikla spieķīti, pievieno filtrātam pa pilienam 10 ml ksantidrola (4.26.). Atstāj nostādināties, līdz parādās nogulsnes, tad atkal maisa vienu vai divas minūtes. Atstāj stāvēt pusotru stundu. Filtrē caur iepriekš izkarsētu un nosvērtu stikla filtrtīģeli, viegli piespiežot; skalo trīs reizes ar 5 ml etanola (4.31.), necenšoties izskalot visu etiķskābi. Ievieto termostatā un iztur vienu stundu 130 °C temperatūrā (temperatūra nedrīkst pārsniegt 145 °C). Atdzesē eksikatorā un nosver.

7.2.6.5. Rezultātu izteikšana

$$\%\ \text{urīnviela} + \text{biurets} = \frac{6,67 \times m_1}{M_2}$$

kur

m_1 = iegūto nogulšņu masa gramos,

M_2 = gramos izteikta parauga masa, ko satur noteikšanai ņemtā alikvotā daļa.

Izdara korekcijas tukšajai analīzei. Biuretu bez lielas kļūdas var mērīt ar urīnvielas slāpekli, jo tā saturs kombinētajos mēslošanas līdzekļos absolūtos lielumos ir mazs.

7.2.6.6. Metode pēc starpības

Urīnvielas slāpekli var arī aprēķināt pēc šādas tabulas:

Gadījums	Nitrātu N	Amonija N	Ciānamīda N	Urīnvielas N
1	Nav	Ir	Ir	(7.2.2.4.)—(7.2.5.5. + 7.2.7.)
2	Ir	Ir	Ir	(7.2.3.2.)—(7.2.5.5. + 7.2.7.)
3	Nav	Ir	Nav	(7.2.2.4.)—(7.2.5.5.)
4	Ir	Ir	Nav	(7.2.3.2.)—(7.2.5.5.)

7.2.7. Ciānamīda slāpeklis

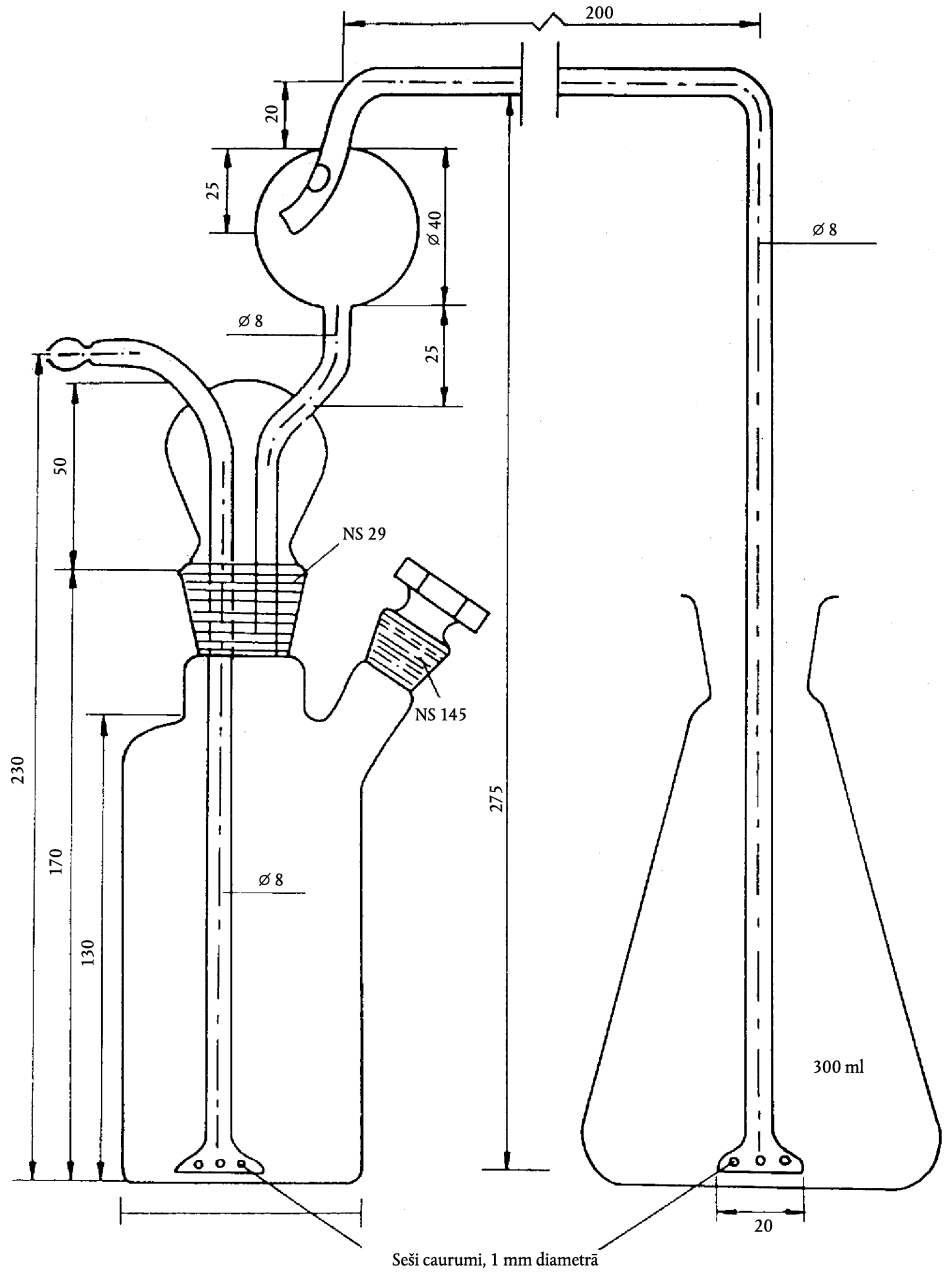
Ņem alikvoto daļu filtrāta (7.2.1.2.), kas satur 10 līdz 30 mg ciānamīda slāpekļa un ievieto 250 ml vārglāzē. Analīzi turpina pēc 2.4. metodes.

8. **Rezultātu pārbaude**

8.1. Zināmos gadījumos var konstatēt starpību starp kopējo slāpekli, ko iegūst tieši no svērta parauga (7.1.) un kopējo šķīstošo slāpekli (7.2.2.). Šai starpībai tomēr nevajadzētu pārsniegt 0,5 %. Ja tas tā nav, tad mēslošanas līdzeklis satur nešķīstošā slāpekļa formas, kas nav iekļautas I pielikuma sarakstā.

8.2. Pirms katras analīzes pārbauda, vai iekārta labi darbojas un vai metode ir lietota pareizi, ar standartšķīdumu, kas satur slāpekli dažādās formās, līdzīgās attiecībās analizējamam paraugam. Šo standartšķīdumu gatavo no kālija tiocianāta (4.3.), kālija nitrāta (4.4.), amonija sulfāta (4.5.) un urīnvielas (4.6.) standartšķīdumiem.

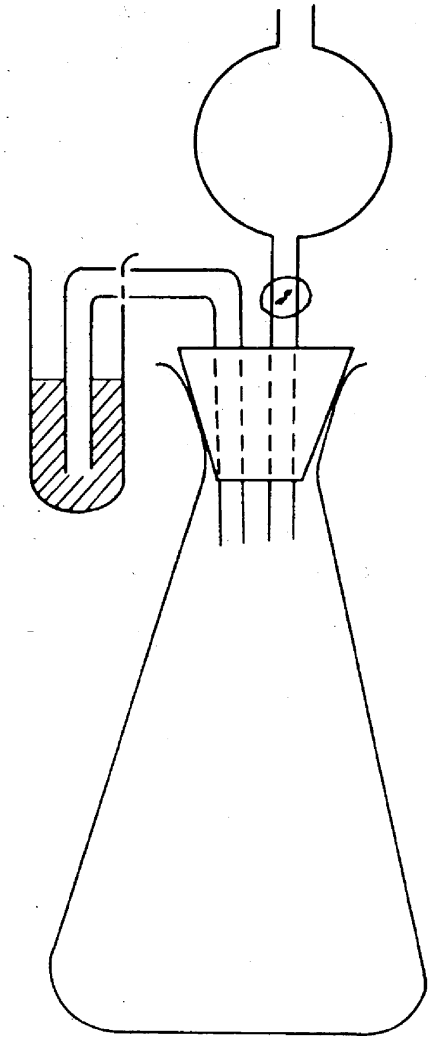
▼B



6. attēls

Iekārta amonija slāpekļa (7.2.5.3.) noteikšanai

▼B



7. attēls

Iekārta urīnvielas slāpekļa (7.2.6.1.) noteikšanai

▼B

2.6.2. metode

Dažādu formu slāpekļa noteikšana mēslošanas līdzekļos, kas satur slāpekli tikai kā nitrātu, amonija un urīnvielas slāpekli

1. **Mērķis**

Šā dokumenta mērķis ir noteikt vienkāršotu metodi dažādu formu slāpekļa noteikšanai mēslošanas līdzekļos, kas satur slāpekli tikai kā nitrātu, amonija un urīnvielas slāpekli.

2. **Pielietošanas joma**

Šo metodi var lietot visiem I pielikumā minētajiem mēslošanas līdzekļiem, kas satur tikai nitrātu, amonija vai urīnvielas slāpekli.

3. **Princips**

Vienā un tajā pašā parauga šķīdumā dažādās alikvotajās daļās nosaka:

3.1. *Kopējo šķīstošais slāpekli:*

3.1.1. ja nav klāt nitrātu, šķīdumā tieši pēc Kjeldāla,

3.1.2. ja klāt ir nitrāti, šķīduma alikvotajā daļā pēc Kjeldāla metodes, pēc reducēšanas ar Ulša metodi; amonjaku abos gadījumos nosaka, kā aprakstīts 2.1. metodē;

3.2. kopējo šķīstošo slāpekli, izņemot nitrātu slāpekli, pēc Kjeldāla metodes pēc nitrātu slāpekļa atdalīšanas skābā vidē ar dzelzs(II) sulfātu; amonjaku nosaka, kā aprakstīts 2.1. metodē;

3.3. nitrātu slāpekli pēc starpības starp 3.1.2. un 3.2. vai starp kopējo šķīstošo slāpekli (3.1.2.) un amonija un urīnvielas slāpekļa (3.4. + 3.5.) summu;

3.4. amonija slāpekli ar auksto destilāciju pēc vājas pasārminašanas; amoniju iegūst sērskābes šķīdumā un nosaka pēc 2.1. metodes;

3.5. *urīnvielas slāpekli:*

3.5.1. pārvēršot ar ureāzi amonjakā, ko nosaka titrējot ar sālsskābes standartšķīdumu, vai

3.5.2. gravimetriski ar ksantidrolu: līdzgulsnēto biuretu bez lielas kļūdas var pieņemt par urīnvielas slāpekli; tā līmenis kombinētajos mēslošanas līdzekļos absolūtos lielumos parasti ir neliels,

3.5.3. pēc starpības pēc šādas tabulas:

Gadījums	Nitrātu slāpeklis	Amonija slāpeklis	Starpība
1.	Nav	Ir	3.1.1. – 3.4.
2.	Ir	Ir	3.2. – 3.4.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. Kālija sulfāts analīzei

4.2. Dzelzs, reducēts ar ūdeņradi (noteiktajam dzelzs daudzumam ir jāspēj reducēt vismaz 50 mg nitrātu slāpekļa N)

4.3. Kālija nitrāts analīzei

4.4. Amonija sulfāts analīzei

4.5. Urīnviela analīzei

▼M4

4.6. Sērskābes šķīdums: 0,1 mol/l

▼B

4.7. Koncentrēts nātrija hidroksīda šķīdums: apmēram 30 % (m/V) NaOH šķīdums ūdenī, bez amonjaka

▼B

4.8. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums: 0,2 mol/l, bez karbonātiem

4.9. Sērskābe, blīvums (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.10. Atšķaidīta sālsskābe: viens tilpums sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) plus viens tilpums ūdens

4.11. Etiķskābe: 96 līdz 100 %

4.12. Sērskābes šķīdums, kas satur apmēram 30 % H_2SO_4 (m/V), bez amonjaka

4.13. Dzelzs(II) sulfāts: kristālisks $FeSO_4.7H_2O$

▼M4

4.14. Titrēts sērskābes šķīdums: 0,05 mol/l

▼B

4.15. Oktilspirts

4.16. Piesātināts kālija karbonāta šķīdums

4.17. Nātrija vai kālija hidroksīds: 0,1 mol/l

4.18. Piesātināts bārija hidroksīda šķīdums

4.19. Nātrija karbonāta šķīdums: 10 % (m/V)

4.20. Sālsskābe: 2 mol/l

4.21. Sālsskābes šķīdums: 0,1 mol/l

4.22. *Ureāzes šķīdums*

Pagatavo suspensiju no 0,5 g aktīvas ureāzes 100 mililitros destilēta ūdens, ar 0,1 mol/l sālsskābi (4.21.) pieregulē pH uz 5,4, mērot ar pH metru.

4.23. *Ksantidrols*

5 % šķīdums etanolā vai metanolā (4.28.) (nelietot produktus ar lielu nešķīstošu vielu īpatsvaru); šķīdumu var uzglabāt trīs mēnešus tumšā vietā labi noslēgtā pudelē.

4.24. *Katalizators*

Vara oksīds (CuO): 0,3 līdz 0,4 g uz noteikšanu vai ekvivalents daudzums vara sulfāta pentahidrāta ($CuSO_4.5H_2O$) 0,95 līdz 1,25 g uz noteikšanu.

4.25. Pumeka granulas, izmazgātas ar sālsskābi un kalcinētās.

4.26. *Indikatora šķīdumi*

4.26.1. Jauktais indikators

A šķīdums: Izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 mililitros 0,1 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni.

B šķīdums: Izšķīdina 1 g metilēnzilā ūdenī un uzpilda līdz vienam litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators ir violets skābā šķīdumā, pelēks neitrālā šķīdumā un zaļš sārmainā šķīdumā. Lieto 0,5 ml (10 pilienus) šā indikatora.

4.26.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 mililitros 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 mililitriem un nepieciešamības gadījumā filtrē. Šo indikatoru (četrus piecus pilienus) var lietot iepriekšējā indikatora vietā.

4.27. *Indikatorpapīri*

Lakmuss, bromtimolzilais (vai citi papīri, kas jutīgi pH 6 līdz 8 intervālā).

4.28. Etanols vai metanols: 95 % (m/V)

5. **Iekārta**

5.1. *Destilācijas iekārta*

Skatīt 2.1. metodi.

▼B

5.2. *Iekārta amonija slāpekļa (7.5.1.) noteikšanai*

Skatīt 2.6.1. metodi un 6. attēlu.

5.3. *Iekārta urīnvielas slāpekļa noteikšanai ar ureāzes paņēmienu (7.6.1)*

Skatīt 2.6.1. metodi un 7. attēlu.

5.4. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezienu minūtē)

5.5. pH metrs

5.6. *Stikla piederumi:*

precīzas 2, 5, 10, 20, 25, 50, un 100 ml pipetes,

300 un 500 ml Kjeldāla kolbas ar garu kaklu,

100, 250, 500 un 1 000 ml mērkolbas,

saķepināta stikla filtrtīģeļi ar 5 līdz 15 μm portu diametru,

piesta.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Metodes**

7.1. *Šķīduma sagatavošana analīzei*

Nosver ar 1 mg precizitāti 10 g parauga un ievieto 500 ml mērkolbā. Pievieno 50 ml ūdens un 20 ml atšķaidītas sālsskābes (4.10.). Sakrata. Kolbu atstāj, līdz beidzas CO_2 izdalīšanās. Pievieno 400 ml ūdens; krata pusotru stundu (5.4.); uzpilda tilpumu ar ūdeni, samaisa un filtrē caur sausu filtru sausā traukā.

7.2. *Kopējais slāpeklis*

7.2.1. Ja klāt nav nitrātu

Ar pipeti ievada 300 ml Kjeldāla kolbā daļu no filtrāta (7.1.), kas satur lielākais 100 mg N. Pievieno 15 ml koncentrētas sērskābes (4.9.), 0,4 g vara oksīda vai 1,25 g vara sulfāta (4.24.) un dažas stikla lodītes vienmērīgai viršanai. Vispirms mēreni karsē, lai sāktos reakcija, tad karsē stiprāk, līdz šķīdums kļūst bezkrāsains vai viegli zaļgans un nekļūdīgi parādās balti dūmi. Pēc atdzesēšanas šķīdumu pārnes destilācijas kolbā, atšķaida līdz apmēram 500 ml ar ūdeni un pievieno dažus graudiņus pumeka (4.25.). Pievieno kolbu pie destilēšanas iekārtas (5.1.) un turpina noteikšanu, kā aprakstīts 2.6.1. metodes 7.1.1.2. punktā.

7.2.2. Ja klāt ir nitrāti

Ar pipeti ievada Erlenmeijera kolbā daļu filtrāta (7.1.), kas satur ne vairāk par 40 mg nitrātu N. Šajā analīzes stadijā kopējais N daudzums nav svarīgs. Pievieno 10 ml 30 % sērskābes (4.12.), 5 g reducētas dzelzs (4.2.) un tūlīt nosedz Erlenmeijera kolbu ar pulksteņstikliņu. Uzmanīgi karsē, līdz reakcija kļūst stipra, bet ne nevadāma. Pārtrauc karsēšanu un atstāj vismaz trīs stundas istabas temperatūrā. Šķidrumu kvantitatīvi pārnes 250 ml mērkolbā, neņemot vērā neizšķīdušo dzelzi. Uzpilda līdz atzīmei ar ūdeni. Uzmanīgi samaisa. Ar pipeti ievada daļu, kas satur lielākais 100 mg slāpekļa, 300 ml Kjeldāla kolbā. Pievieno 15 ml koncentrētas sērskābes (4.9.), 0,4 g vara oksīda vai 1,25 g vara sulfāta (4.24.) un dažas stikla lodītes vienmērīgai viršanai. Vispirms mēreni karsē, lai sāktos reakcija, tad karsē stiprāk, līdz šķīdums kļūst bezkrāsains vai viegli zaļgans un nekļūdīgi parādās balti dūmi. Pēc atdzesēšanas šķīdumu pārnes destilācijas kolbā, atšķaida līdz apmēram 500 ml ar ūdeni un pievieno dažus graudiņus pumeka (4.25.). Pievieno kolbu pie destilēšanas iekārtas (5.1.) un turpina noteikšanu, kā aprakstīts 2.6.1. metodes 7.1.1.2. punktā.

7.2.3. Tukšā analīze

Tukšo analīzi (bez analizējamā parauga) izdara tādos pašos apstākļos un ņem vērā galīgā rezultāta aprēķinos.

▼B

7.2.4. Rezultātu izteikšana

$$\% \text{ N (kopējais)} = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

kur

▼M4

a = ml titrēta 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda šķīduma (4.8.), ko izmanto tukšajā analīzē un ko veic, ievietojot 50 ml titrēta 0,1 mol/l sērskābes šķīduma iekārtas (4.6.) uztvērējā,

▼B

A = ml titrētā 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda šķīduma (4.8.), ko izlieto analīzei,

M = gramos izteikta analizējamā parauga masa, ko satur alikvotā daļa (7.2.1. vai 7.2.2.).

7.3. *Kopējais slāpeklis, izņemot nitrātu slāpekli*

7.3.1. Analīze

Ar pipeti ievada 300 ml Kjeldāla kolbā filtrāta (7.1.) alikvoto daļu, kas satur ne vairāk par 50 mg nosakāmā N. Atšķaida ar ūdeni līdz 100 ml, pievieno 5 g dzelzs (II) sulfāta (4.13.), 20 ml koncentrētas sērskābes (4.9.) un dažas stikla lodītes vienmērīgai viršanai. Vispirms karsē mēreni, tad stiprāk, līdz parādās balti dūmi. Turpina reakciju 15 minūtes. Pārtrauc karsēšanu, pievieno kā katalizatoru 0,4 g vara oksīda vai 1,25 g vara sulfāta (4.24.). Atkārto karsēšanu un 10 līdz 15 minūtes ļauj izdalīties baltiem dūmiem. Pēc atdzesēšanas Kjeldāla kolbas saturu kvantitatīvi pārnes iekārtas (5.1.) destilācijas kolbā. Atšķaida līdz apmēram 500 ml ar ūdeni un pievieno dažus pumeka graudiņus (4.25.). Pievieno kolbu pie destilēšanas iekārtas un turpina noteikšanu, kā aprakstīts 2.6.1. metodes 7.1.1.2. punktā.

7.3.2. Tukšā analīze

Skatīt 7.2.3. punktu.

7.3.3. Rezultātu izteikšana

$$\% \text{ N (kopējais)} = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

kur

▼M4

a = ml titrēta 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda šķīduma (4.8.), ko izmanto tukšajā analīzē, ko veic, ar pipeti ievadot 50 ml titrēta 0,1 mol/l sērskābes šķīduma iekārtas (4.6.) uztvērējā,

▼B

A = ml titrētā 0,2 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda šķīduma, ko izlieto analīzei,

M = gramos izteikta parauga masa, ko satur noteikšanai ņemtā alikvotā daļa.

7.4. *Nitrātu slāpeklis*

Iegūst no starpības starp:

7.2.4. – (7.5.3. + 7.6.3.)

vai

7.2.4. – (7.5.3. + 7.6.5.)

vai

7.2.4. – (7.5.3. + 7.6.6.)

▼B

7.5. *Amonija slāpeklis*

7.5.1. Analīze

Ar pipeti ievada iekārtas (5.2.) sausā kolbā filtrāta (7.1.) daļu, kas satur lielākais 20 mg amonija N. Saslēdz iekārtu. ►M4 Ar pipeti ievada 300 ml Erlenmeijera kolbā tieši 50 ml titrēta 0,05 mol/l sērskābes šķīduma (4.14.) un tādu daudzumu destilēta ūdens, lai šķidruma līmenis būtu apmēram 5 cm virs caurules atveres. ◄ Caur sānu kaklu reakcijas kolbā ievada destilētu ūdeni, lai tilpums būt apmēram 50 ml. Sakrata. Lai neveidotos putas, palaižot gāzes plūsmu, pievieno vairākus pilienu oktilspirta (4.15.). Pievieno 50 ml piesātināta kālija karbonāta šķīduma (4.16.) un nekavējoties sāk destilēt amonjaku, kas izdalās no aukstās suspensijas. Vajadzīgo intensīvo gaisa plūsmu (apmēram trīs litri minūtē) iepriekš attīra, pūšot caur skalotnēm, kas satur atšķaidītu sērskābi un atšķaidītu nātrija hidroksīdu. Saspiesta gaisa vietā var izmantot vakuumu (ūdens strūklas sūkni), ja iekārtas savienojumi ir hermētiski.

Amonjaka izdalīšanās parasti beidzas pēc trim stundām.

Par to tomēr ir jāpārliecinās, nomainot Erlenmeijera kolbu. Kad process ir beidzies, atvieno Erlenmeijera kolbu no iekārtas, skalo caurules galu un Erlenmeijera kolbas sieniņas ar nelielu daudzumu destilēta ūdens un titrē skābes pārākumu ar 0,1 mol/l nātrija hidroksīda šķīdumu (4.17.).

7.5.2. Tukšā analīze

Skatīt 7.2.3. punktu.

7.5.3. Rezultātu izteikšana

$$\% \text{ N (amonija)} = \frac{(a - A) \times 0,14}{M}$$

kur

▼M4

a = ml titrēta 0,1 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda šķīduma (4.17.), ko izmanto tukšajā analīzē, ko veic, ar pipeti ievadot 50 ml titrēta 0,05 mol/l sērskābes šķīduma (4.14.) iekārtas (5.2.) 300 ml Erlenmeijera kolbā,

▼B

A = ml titrētā 0,1 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda šķīduma, ko izlieto analīzei (4.17.),

M = gramos izteikta parauga masa, ko satur analīzei ņemtā alikvotā daļa.

7.6. *Urīnvielas slāpeklis*

7.6.1. Ureāzes metode

Ar pipeti ievada mērkolbā alikvoto daļu filtrāta (7.1.), kas satur ne vairāk par 250 mg urīnvielas slāpekļa. Lai izgulsnētu fosfātus, pievieno atbilstošu daudzumu bārija hidroksīda šķīduma (4.18.), līdz turpmākas pievienošanas rezultātā vairs neveidojas nogulsnes. Atdala bārija jonu pārākumu (un izšķīdušos kalcija jonus) ar 10 % nātrija karbonāta šķīdumu (4.19.). Ļauj nostādināties un pārbauda, vai izgulsnēšana ir pilnīga. Uzpilda līdz atzīmei, samaisa un filtrē caur kroku filtru. Ievada ar pipeti 50 ml filtrāta iekārtas (5.3.) 300 ml Erlenmeijera kolbā. Paskābina ar 2 mol/l sālsskābi (4.20.) līdz pH 3,0, ko izmēra ar pH metru. Palielina pH līdz 5,4 ar 0,1 mol/l nātrija hidroksīdu (4.17.). Lai nebūtu amonija zudumu ureāzes hidrolīzes laikā, Erlenmeijera kolbu noslēdz ar aizbāzni, caur kuru ievadīta pilināmā piltuve un neliels aizsargtrauks, kurā ielieti precīzi 2 ml 0,1 mol/l sālsskābes šķīduma (4.21.). Caur pilināmo piltuvi ievada 20 ml ureāzes šķīduma (4.22.). Atstāj uz stundu 25 līdz 25 °C temperatūrā. Ar pipeti ievada pilināmajā piltuvē 25 ml 0,1 mol/l sālsskābes standartšķīduma (4.21.), ļauj ietecēt šķīdumā, tad noskalo ar nelielu ūdens daudzumu. Aizsargtrauka saturu pārnes arī kvantitatīvi Erlenmeijera kolbā esošajā šķīdumā. Titrē skābes pārākumu ar 0,1 mol/l nātrija hidroksīda standartšķīdumu (4.17.), līdz iegūst pH 5,4, ko mēra ar pH metru.

▼B

Piezīmes

1. Pēc izgulsnēšanas ar bārija hidroksīda un nātrija karbonāta šķīdumiem, uzpilda līdz atzīmei, filtrē un cik iespējams ātri neitralizē.

2. Titrēšanu var veikt arī ar indikatoru (4.26.), kaut arī krāsu pāreju ir grūtāk novērot.

7.6.2. Tukšā analīze

Skatīt 7.2.3. punktu.

7.6.3. Rezultātu izteikšana

$$\%\,\mathrm{N}\ (\text{amonija}) = \frac{(a - A) \times 0,14}{M}$$

kur

a = ml titrēta 0,1 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīduma (4.17.), ko lieto tukšajai analīzei, kuru veic tādos pašos analīzes apstākļos.

A = ml titrētā 0,1 mol/l nātrija vai kālija hidroksīda šķīduma (4,17.), ko izlieto analīzei,

M = gramos izteikta parauga masa, ko satur analīzei ņemtā alikvotā daļa.

7.6.4. Gravimetrijas metode ar ksantidrolu

Ar pipeti ievada 100 ml vārglāzē alikvoto daļu filtrāta (7.1.), kas satur ne vairāk par 20 mg urīnvielas. Pievieno 40 ml etiķskābes (4.11.). Vienu minūti maisa ar stikla spieķīti. Piecas minūtes ļauj nogulsnēm nostāties. Filtrē, mazgā ar dažiem mililitriem etiķskābes (4.11.). Nepārtraukti maisot ar stikla spieķīti, pievieno filtrātam pa pilienam 10 ml ksantidrola (4.23.). Atstāj nostāties, līdz parādās nogulsnes, tad atkal maisa vienu vai divas minūtes. Atstāj uz pusotru stundu. Filtrē caur iepriekš izžāvētu un nosvērtu stikla filtrētīģeli nelielā vakuumā; skalo trīs reizes ar 5 ml etanola (4.28.), necenšoties izskalot visu etiķskābi. Ievieto termostatā un iztur vienu stundu 130 °C temperatūrā (nepārsniedz 145 °C). Atdzesē eksikatorā un nosver.

7.6.5. Rezultātu izteikšana

$$\%\,\mathrm{N}\ (\text{urīnvielas}) = \frac{6,67 \times m}{M}$$

kur

m = iegūto nogulšņu masa gramos,

M = parauga masa gramos, ko satur noteikšanai ņemtā alikvotā daļa.

Izdara korekcijas tukšajai analīzei. Biuretu var bez lielas kļūdas pieņemt par urīnvielas slāpekli, jo tā saturs kombinētajos mēslošanas līdzekļos absolūtās vērtībās ir neliels.

7.6.6. Starpības metode

Urīnvielas N var arī aprēķināt, kā norādīts šajā tabulā:

Gadījums	Nitrātu N	Amonija N	Urīnvielas N
1.	Nav	Ir	7.2.4.—7.5.3.
2.	Ir	Ir	7.3.3.—7.5.3.

8. **Rezultāta pārbaude**

Pirms katras analīzes pārbauda iekārtas darbību un metodes pareizu pielietošanu ar standartšķīdumu, kas satur dažādas slāpekļa formas līdzīgās attiecībās kā paraugā. Šo standartšķīdumu gatavo no titrēta kālija nitrāta (4.3.), amonija sulfāta (4.4.) un urīnvielas (4.5.) šķīdumiem.

▼B

3. metode

Fosfors

3.1. metode

Ekstrakcijas

3.1.1. metode

Minerālskābēs šķīstošā fosfora ekstrakcija

1. **Darbības joma**

Šajā dokumentā aprakstīta procedūra minerālskābēs šķīstošā fosfora noteikšanai.

2. **Pielietošanas joma**

Lietojams tikai I pielikumā minētajiem fosfātu mēslošanas līdzekļiem.

3. **Princips**

Fosfora ekstrakcija no mēslošanas līdzekļa ar slāpekļskābes un sērskābes maisījumu.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. Sērskābe (d_{20} = 1,84 g/ml).

4.2. Slāpekļskābe (d_{20} = 1,40 g/ml).

5. **Iekārta**

Laboratorijas standartiekārta.

5.1. Kjeldāla kolba ar vismaz 500 ml tilpumu vai 250 ml apaļkolba ar stikla cauruli, kas veido atteces dzesinātāju.

5.2. 500 ml mērkolba.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Paraugs*

Nosver ar 0,001 g precizitāti 2,5 g sagatavotā parauga un ievieto sausā Kjeldāla kolbā.

7.2. *Ekstrakcija*

Pievieno 15 ml ūdens un samaisa, lai suspendētu vielu. Pievieno 20 ml slāpekļskābes (4.2.) un uzmanīgi pievieno 30 ml sērskābes (4.1.).

Kad straujā reakcija ir beigusies, kolbas saturu lēnām uzkarsē līdz viršanai un vāra 30 minūtes. Atdzesē un uzmanīgi maisot pievieno 150 ml ūdens. Turpina vārīt 15 minūtes.

Pilnībā atdzesē un pārnes šķidrumu kvantitatīvi 500 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu, samaisa un filtrē caur sausu kroku filtru, kas nesatur fosfātus, izlejot pirmo filtrāta porciju.

7.3. *Noteikšana*

Fosfora noteikšanu veic pēc 3.2. metodes šādi iegūtā šķīduma alikvotajā daļā.

3.1.2. metode

2 % skudrskābē (20 g litrā) šķīstošā fosfora ekstrakcija

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru 2 % skudrskābē (20 g litrā) šķīstošā fosfora noteikšanai.

▼B

2. **Pielietošanas joma**

Tikai mīkstajiem dabīgajiem fosfātiem.

3. **Princips**

Lai atšķirtu cietos un mīkstos dabīgos fosfātus, skudrskābē šķīstošo fosforu ekstrahē specifiskos apstākļos.

4. **Reaģenti**

4.1. *Skudrskābe, 2 % (20 g litrā)*

Piezīme

Uzpilda 82 ml skudrskābes (ar 98 līdz 100 % koncentrāciju; d_{20} = 1,22 g/ml) līdz pieciem litriem ar destilētu ūdeni.

5. **Iekārta**

Laboratorijas standartiekārta.

5.1. 500 ml mērkolba (piemēram, Štomaņa)

5.2. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezienu minūtē)

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Paraugs*

Nosver ar 0,001 g precizitāti 5 g sagatavotā parauga un ievieto sausā 500 ml Štomaņa mērkolbā (5.1.) ar platu kaklu.

7.2. *Ekstrakcija*

Nepārtraukti griežot kolbu ar roku, pievieno 2 % skudrskābi 20 (± 1) °C temperatūrā (4.1.) līdz apmēram 1 cm zem atzīmes un uzpilda līdz atzīmei. Kolbu noslēdz ar gumijas aizbāzni un krata 30 minūtes 20 (± 2) °C temperatūrā rotācijas kratītājā (5.2.).

Šķīdumu filtrē caur sausu kroku filtru, kas nesatur fosfātus, sausā stikla traukā. Filtrāta pirmo porciju izlej.

7.3. *Noteikšana*

Fosforu nosaka pēc 3.2. metodes pilnīgi dzidra filtrāta alikvotajā daļā.

3.1.3. metode

2 % citronskābē šķīstošā fosfora ekstrakcija (20 g litrā)

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru 2 % citronskābē (20 g litrā) šķīstošā fosfora noteikšanai.

2. **Pielietošanas joma**

Metode pielietojama tikai tomasmiltu tipiem (skatīt I A pielikumu).

3. **Princips**

Fosfora ekstrakcija no mēslošanas līdzekļa ar 2 % citronskābes šķīdumu (20 g litrā) noteikto apstākļos.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. *2 % citronskābes šķīdums (20 g litrā), ko gatavo no kristalizētas citronskābes ($C_6H_8O_7.H_2O$)*

Piezīme

Citronskābes koncentrāciju pārbauda, 10 ml citronskābes titrējot ar 0,1 mol/l nātrija hidroksīda standartšķīdumu fenolftaleīna klātbūtnē.

Ja šķīdums ir pareizs, jāiziet 28,55 ml standartšķīduma.

▼B

5. **Iekārta**

5.1. *Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezienu minūtē)*

6. **Parauga sagatavošana**

Analīzi veic ar vielu, kas ņemta pēc sākotnējā parauga rūpīgas samaisīšanas, lai nodrošinātu homogenitāti. Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Paraugs*

Nosver ar 0,001 g precizitāti 5 g sagatavotā parauga un ievieto sausā kolbā, kuras tilpums ir 600 ml, ar pietiekami platu kaklu, kas ļauj šķīdumu pamatīgi kratīt.

7.2. *Ekstrakcija*

Pievieno 500 (± 1) ml citronskābes šķīduma, kura temperatūra ir 20 (± 1) °C. Pievienojot pirmos reaģenta mililitrus, pamatīgi krata ar roku, lai apturētu kunkuļu veidošanos un viela nepieliptu pie kolbas sienām. Noslēdz kolbu ar gumijas aizbāzni un precīzi 30 minūtes 20 (± 2) °C temperatūrā krata rotācijas kratītājā (5.1.).

Tūlīt filtrē caur sausu kroku filtru, kas nesatur fosfātus, sausā stikla traukā un pirmos 20 ml filtrāta izlej. Turpina filtrēšanu, līdz iegūst pietiekamu daudzumu filtrāta, lai varētu veikt analīzi.

7.3. *Noteikšana*

Fosfora ekstrakta noteikšanu veic pēc 3.2. metodes šādi iegūtā šķīduma alikvotajā daļā.

3.1.4. metode

Neitrālā amonija citrātā šķīstošā fosfora ekstrakcija

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru neitrālā amonija citrātā šķīstošā fosfora noteikšanai.

2. **Pielietošanas joma**

Visi mēslošanas līdzekļi, par kuriem ir noteikta šķīdība neitrālā amonija citrātā (Skatīt I pielikumu).

3. **Princips**

Fosfora ekstrakcija 65 °C temperatūrā, lietojot neitrālu amonija citrātu (pH 7,0) noteiktos apstākļos.

4. **Reaģents**

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. *Neitrāls amonija citrāta šķīdums (pH 7,0)*

Šim šķīdumam ir jāsatur litrā 185 g kristalizētas citronskābes un tā īpatnējam svaram 20 °C temperatūrā jābūt 1,09 un pH 7,0.

Reaģentu gatavo šādi:

Izšķīdina 370 g kristāliskas citronskābes ($C_6H_8O_7.H_2O$) apmēram 1,5 litros ūdens šķīdumu aptuveni neitralizē, pievienojot 345 ml amonija hidroksīda šķīduma (28 līdz 29 % NH_3). Ja NH_3 koncentrācija ir mazāka par 28 %, tad pievieno attiecīgi vairāk amonija hidroksīda šķīduma un citronskābi atšķaida ar mazāku daudzumu ūdens.

Atdzesē un precīzi neitralizē, turot pH metra elektrodus iemērktus šķīdumā. Pievieno pa pilienam amonjaku (28 līdz 29 % NH_3), nepārtraukti maisot (ar mehānisku maisītāju), līdz iegūst precīzi pH 7,0 20 ° C temperatūrā. Uzpilda tilpumu līdz diviem litriem un atkal pārbauda pH. Reaģentu uzglabā noslēgtā traukā un periodiski pārbauda pH.

5. **Iekārta**

5.1. Divu litru vārglāze

5.2. pH metrs

▼B

5.3. 200 vai 250 ml Erlenmeijera kolba

5.4. 500 ml mērkolbas un 2 000 ml mērkolba

5.5. Termostatējama ūdens vanna, ko var iestādīt 65 °C temperatūrā un kas apgādāta ar attiecīgu maisītāju (skatīt 8. attēlu)

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Paraugs*

Pārnes 1 vai 3 g analizējamā mēslošanas līdzekļa (skatīt regulas I A un I B pielikumus) 200 vai 250 ml Erlenmeijera kolbā, kurā atrodas 100 ml amonija citrāta šķīduma, kas iepriekš uzkarsēts līdz 65 °C.

7.2. *Šķīduma analīze*

Noslēdz Erlenmeijera kolbu un krata, lai suspendētu mēslošanas līdzekli, bet neveidotos kunkuļi. Uz brīdi noņem aizbāzni, lai izlīdzinātos spiediens, un kolbu atkal noslēdz. Ievieto kolbu ūdens vannā, kas ieregulēta precīzi uz 65 °C, un pieslēdz pie maisītāja (skatīt 8. attēlu). Maisīšanas laikā suspensijas līmenim kolbā ir jābūt zem ūdens līmeņa ūdens vannā ([1]). Mehānisko maisīšanu ieregulē tā, lai suspendēšana būtu pilnīga.

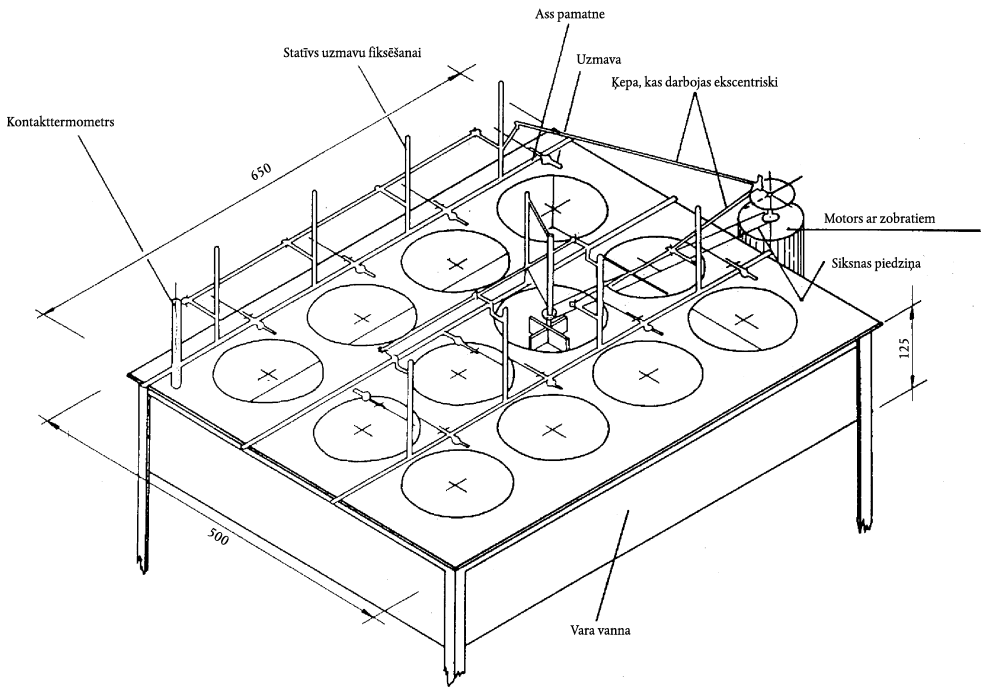
Pēc precīzi vienas stundas maisīšanas izņem Erlenmeijera kolbu no ūdens vannas.

Tūlīt atdzesē zem tekoša ūdens līdz istabas temperatūrai un nekavējoties ar ūdens strūklu (no skalotnes) kvantitatīvi pārnes Erlenmeijera kolbas saturu 500 ml mērkolbā Uzpilda tilpumu ar ūdeni. Rūpīgi samaisa. Filtrē caur sausu vidēji blīvu kroku filtru, kas nesatur fosfātus, sausā traukā, izlejot pirmo filtrāta daļu (apmēram 50 ml).

Iegūst apmēram 100 ml dzidra filtrāta.

7.3. *Noteikšana*

Šādi iegūtā ekstraktā fosforu nosaka pēc 3.2. metodes.



8. attēls

([1]) Ja nav pieejams mehānisks maisītājs, kolbu var kratīt ar roku ik pēc piecām minūtēm.

▼B

3.1.5. metode

Ekstrakcija ar sārmainu amonija citrātu

3.1.5.1. metode

Šķīstošā fosfora ekstrakcija pēc Pētermaņa 65 °C temperatūrā

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru sārmainā amonija citrātā šķīstošā fosfora noteikšanai.

2. **Pielietošanas joma**

Tikai izgulsnētam dikalcija fosfāta dihidrātam ($CaHPO_4.2H_2O$).

3. **Princips**

Fosfora ekstrakcija 65 °C temperatūrā ar sārmainu amonija citrāta (pēc Pētermaņa) noteiktos apstākļos.

4. **Reaģenti**

Destilēts ūdens vai demineralizēts ūdens ar destilēta ūdens īpašībām.

4.1.

Pētermaņa šķīdums.

4.2. *Īpašības*

▼M4

Citronskābe ($C_6H_8O_7.H_2O$): 173 g litrā.

Amonjaks: 42 g litrā amonija slāpekļa.

Sērskābe: 0,25 mol/l

pH starp 9,4 un 9,7.

▼B

Pagatavošana no diamonija citrāta

Izšķīdina 931 g diamonija citrāta (ar molekulmasu 226,19) apmēram 3 500 mililitros ūdens piecu litru mērkolbā. Ievieto tekoša ūdens vannā, maisot atdzesē un pievieno nelielos daudzumos amonjaku. Piemēram, d_{20} = 906 g/ml, kas atbilst 20,81 masas % amonija slāpekļa saturam, vajadzīgi 502 ml amonjaka šķīduma. Atdzesē līdz 20 °C temperatūrai un uzpilda tilpumu ar destilētu ūdeni. Samaisa.

Pagatavošana no citronskābes un amonjaka

Izšķīdina 865 g citronskābes monohidrāta apmēram 2 500 mililitros destilēta ūdens apmēram piecu litru tilpuma traukā. Trauku ievieto ledus vannā, un nelieliem daudzumiem, nepārtraukti maisot, pievieno amonjaka šķīdumu caur piltuvi, kuras gals iegremdēts citronskābes šķīdumā. Piemēram, d_{20} = 906 g/ml, kas atbilst 20,81 masas % amonija slāpekļa saturam, vajadzīgi 1 114 ml amonjaka šķīduma. Atdzesē līdz 20 °C temperatūrai, pārnes piecu litru mērkolbā, uzpilda līdz atzīmei ar destilētu ūdeni un samaisa.

Amonija slāpekļa saturu pārbauda šādi

Pārnes 25 ml šķīduma 250 ml mērkolbā un uzpilda līdz atzīmei ar destilētu ūdeni, samaisa un nosaka amonija saturu šā šķīduma 25 mililitros pēc 2.1. metodes. Ja šķīdums ir pareizs, ir jāiziet 15 ml 0,5 mol//H_2SO_4.

Ja amonija slāpekļa saturs ir lielāks par 42 g litrā, NH_3 var atdzīt ar inertas gāzes plūsmu vai mēreni sildot, līdz pH ir atkal 9,7. Tad izdara otru noteikšanu.

Ja amonija slāpekļa saturs ir mazāks par 42 g litrā, ir nepieciešams pievienot amonjaka šķīduma masu M.

$$M = (42 - n \times 2,8) \times \frac{500}{20,81} \text{ g}$$

▼B

vai tilpumu

$$V = \frac{M}{0,906}$$

20 °C temperatūrā

Ja V ir mazāks 25 ml, tad piecu litru kolbā tieši pievieno V × 0,173 g pulverveida citronskābes.

Ja V ir lielāks par 25 ml, tad jāgatavo vēl viens litrs reaģenta šādā veidā.

Nosver 173 g citronskābes. Izšķīdina 500 mililitros ūdens. Ievērojot minēto piesardzību, pievieno ne vairāk kā 225 + V × 1 206 ml amonjaka šķīduma, no kura gatavot pieci litri reaģenta. Uzpilda līdz tilpumam ar ūdeni. Samaisa.

Samaisa šo litru ar iepriekš gatavotajiem 4 975 mililitriem.

5. **Iekārta**

5.1. Ūdens vanna, termostatējama 65 (± 1) °C temperatūrā

5.2. 500 ml mērkolba (piemēram, Štomaņa)

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Paraugs*

Nosver ar 0,001 g precizitāti 1 g sagatavotā parauga un pārnes 500 ml mērkolbā (5.2.).

7.2. *Ekstrakcija*

Pievieno 200 ml sārmaina amonija citrāta šķīduma (4.1.). Noslēdz kolbu un pamatīgi krata ar roku, lai neveidotos kunkuļi un viela nepieliptu pie kolbas sienām.

Ievieto kolbu ūdens vannā, kas termostatēta uz 65 °C, un krata katras piecas minūtes pirmās pusstundas laikā. Pēc katras kratīšanas paceļ aizbāzni, lai izlīdzinātu spiedienu. Ūdens līmenim ūdens vannā būtu jābūt virs šķīduma līmeņa kolbā. Kolbu vēl vienu stundu atstāj vannā 65 °C temperatūrā un sakrata katras 10 minūtes. Izņem kolbu, atdzesē līdz apmēram 20 °C, uzpilda tilpumu līdz 500 ml ar ūdeni. Samaisa un filtrē caur sausu kroku filtru, kas nesatur fosfātus, izmetot pirmo filtrāta porciju.

7.3. *Noteikšana*

Ekstrahētos fosfātus nosaka pēc 3.2. metodes šādi iegūtā šķīduma alikvotajā daļā.

3.1.5.2. metode

Šķīstošā fosfora ekstrakcija pēc Pētermaņa istabas temperatūrā

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru aukstā sārmainā amonija citrātā šķīstošā fosfora noteikšanai.

2. **Pielietošanas joma**

Tikai sairdinātiem fosfātiem.

3. **Princips**

Fosfora ekstrakcija apmēram 20 °C temperatūrā ar sārmainu amonija citrāta šķīdumu (pēc Pētermaņa) noteiktos apstākļos.

4. **Reaģents**

Skatīt 3.1.5.1. metodi.

5. **Iekārta**

5.1. Laboratorijas standartiekārta un 250 ml mērkolba (piemēram, Štomaņa)

▼B

5.2. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezienu minūtē)

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Paraugs*

Nosver ar 0,001 g precizitāti 2,5 g sagatavotā parauga un ievieto 250 ml mērkolbā (5.1.).

7.2. *Ekstrakcija*

Pievieno 20 °C temperatūrā nedaudz Pētermaņa šķīduma, kārtīgi sakrata, lai apturētu kunkuļu veidošanos un viela nepieliptu pie kolbas sienām. Uzpilda līdz atzīmei ar Pētermaņa šķīdumu un noslēdz kolbu ar gumijas aizbāzni.

Krata rotācijas kratītājā (5.2.) divas stundas. Tūlīt filtrē caur sausu kroku filtru, kas nesatur fosfātus, sausā traukā un izlej pirmo filtrāta porciju.

7.3. *Noteikšana*

Fosforu nosaka pēc 3.2. metodes šādi iegūtā šķīduma alikvotajā daļā.

3.1.5.3. metode

Fosfora ekstrakcija, kas šķīst Džūlija sārmainā amonija citrātā

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru Džūlija sārmainā amonija citrātā šķīstošā fosfora noteikšanai.

2. **Pielietošanas joma**

Visiem vienkāršiem un kombinētiem fosfātu mēslošanas līdzekļiem, kuros fosfors ir alumīnija kalcija fosfātu formā.

3. **Princips**

Ekstrakcija, enerģiski kratot ar sārmainu noteikta sastāva amonija citrāta šķīdumu (un ja, vajadzīgs, oksīna klātbūtnē) apmēram 20 °C temperatūrā.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. *Džūlija sārmains amonija citrāta šķīdums*

Šis šķīdums satur 400 g citronskābes un 153 g NH_3 litrā. Brīvā amonjaka saturs ir apmēram 55 g litrā. To var gatavot pēc vienas no turpmāk aprakstītajām metodēm.

4.1.1. Viena litra mērkolbā izšķīdina 400 g citronskābes ($C_6H_8O_7.H_2O$) apmēram 600 mililitros amonjaka šķīduma (d_{20} = 0,925 g/ml, t. i., 200 g NH_3 litrā). Citronskābi pievieno pakāpeniski 50 līdz 80 g daudzumos, uzturot temperatūru zem 50 °C. Uzpilda tilpumu līdz vienam litram ar amonjaka šķīdumu.

4.1.2. Viena litra mērkolbā izšķīdina ūdenī 432 g dibāziska amonija citrāta ($C_6H_{14}N_2O_7$) 300 mililitros ūdens. Pievieno 440 ml amonjaka šķīduma (d_{20} = 0,925 g/ml). Uzpilda tilpumu līdz vienam litram ar ūdeni.

Piezīme

Kopējā amonjaka satura pārbaude.

Ņem 10 ml citrāta šķīduma parauga un ievieto 250 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar destilētu ūdeni. Nosaka amonija slāpekļa saturu 25 ml šā šķīduma pēc 2.1. metodes.

▼M4

1 ml 0,25 mol/l H_2SO_4 = 0,008516 g NH_3.

▼B

Šādos apstākļos reaģentu uzskata par pareizu, ja mililitru daudzums titrējot ir starp 17,7 un 18.

▼B

Ja tas tā nav, pievieno 4,25 ml amonjaka šķīduma (d_{20} = 0,925 g/l) uz 0,1 ml zem 18 ml, kas norādīti iepriekš.

4.2. Pulverveida 8-hidroksihinolīns (oksīns)

5. **Iekārta**

5.1. Laboratorijas standartiekārta un neliela stikla vai porcelāna piesta ar piestalu

5.2. 500 ml mērkolbas

5.3. 1 000 ml mērkolba

5.4. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezienu minūtē)

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Paraugs*

Nosver ar 0,0005 g precizitāti 1 g sagatavotā parauga un ievieto nelielā piestā. Pievieno apmēram 10 pilienus citrāta (4.1.) samitrināšanai un rūpīgi ar piestalu saberž.

7.2. *Ekstrakcija*

Pievieno 20 ml amonija citrāta (4.1.) un samaisa par pastu, ļauj apmēram minūti nostādināties.

Šķidrumu dekantē 500 ml mērkolbā, savācot daļiņas, kas var būt atdalījušās iepriekšējās mitrās sairšanas laikā. Pievieno atlikumam 20 ml citrāta šķīduma (4.1.), saberž, kā aprakstīts iepriekš, un šķidrumu dekantē mērkolbā. Procesu atkārto četras reizes, lai ar piekto reizi visa viela būtu ielieta kolbā. Kopējam citrāta šķīduma daudzumam šajos procesos ir jābūt apmēram 100 ml.

Piestu un piestalu skalo virs mērkolbas ar 40 ml destilēta ūdens.

Noslēgtu kolbu krata trīs stundas rotācijas kratītājā (5.4.).

Kolbu atstāj stāvēt 15 līdz 16 stundas, atkal trīs stundas krata tādos pašos apstākļos. Temperatūrai visa procesa laikā jābūt 20 (± 2) °C.

Uzpilda līdz atzīmei ar destilētu ūdeni. Filtrē caur sausu filtru, izlej pirmo filtrāta porciju un savāc dzidru filtrātu sausā kolbā.

7.3. *Noteikšana*

Ekstrahētā fosfora noteikšanu veic pēc 3.2. metodes šādi iegūtā šķīduma alikvotajā daļā.

8. **Papildinājums**

Oksīna lietošana ļauj šo metodi piemērot mēslošanas līdzekļiem, kas satur magniju. To iesaka, ja magnija un fosforskābes anhidrīda saturu attiecība ir lielāka par 0,03 (Mg/P_2O_5 > 0,03.). Šajā gadījumā pie analīzei samitrinātā parauga pievieno 3 g oksīna. Oksīna lietošana, ja klāt nav magnija, šķiet, netraucē noteikšanu. Ja zināms, ka magnija paraugā nav, analīzi ir iespējams veikt bez oksīna.

3.1.6. metode

Ūdenī šķīstošā fosfora ekstrakcija

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru ūdenī šķīstošā fosfora noteikšanai.

2. **Pielietošanas joma**

Visi mēslošanas līdzekļi, ieskaitot kombinētos mēslošanas līdzekļus, kuros jānosaka ūdenī šķīstošais fosfors.

3. **Princips**

Ekstrakcija ūdenī, kratot īpašos apstākļos.

▼B

4. **Reaģents**

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

5. **Iekārta**

5.1. 500 ml mērkolba (piemēram, Štomaņa)

5.2. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezienu minūtē)

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Paraugs*

Nosver ar 0,001 g precizitāti 5 g sagatavotā parauga un ievieto 500 ml mērkolbā (5.1.).

7.2. *Ekstrakcija*

Kolbai pievieno 450 ml ūdens, kura temperatūra ir starp 20 un 25 °C.

Krata rotācijas kratītājā (5.2.) 30 minūtes.

Tad uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei, kratot rūpīgi samaisa un filtrē caur sausu kroku filtru, kas nesatur fosfātus, sausā traukā.

7.3. *Noteikšana*

Fosfora noteikšanu veic pēc 3.2. metodes šādi iegūtā šķīduma alikvotajā daļā.

3.2. metode

Ekstrahētā fosfora noteikšana

(Gravimetrijas metode ar hinolīna fosfomolibdātu)

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru fosfora noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Metode ir pielietojama visiem mēslošanas līdzekļu ekstraktiem ([1]) dažādu fosfora formu noteikšanai.

3. **Princips**

Pēc dažādu fosfora formu, bet ne ortofosfātu, iespējamās hidrolīzes ortofosfātu jonus izgulsnē skābā vidē hinolīna fosfomolibdāta formā.

Pēc filtrēšanas un skalošanas nogulsnes žāvē 250 °C temperatūrā un nosver.

Minētajos apstākļos šķīdumā eventuāli esošie savienojumi (minerālās un organiskās skābes, amonija joni, šķīstošie silikāti u. tml.) netraucē, ja izgulsnēšanai izmanto reaģentu, kura pamatā ir nātrija molibdāts vai amonija molibdāts.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. Koncentrēta slāpekļskābe (d_{20} = 1,40 g/ml)

4.2. *Reaģenta pagatavošana*

4.2.1. Tāda reaģenta pagatavošana, kura pamatā ir nātrija molibdāts

A šķīdums: Izšķīdina 70 g nātrija molibdāta dihidrāta 100 mililitros destilēta ūdens.

B šķīdums: Izšķīdina 60 g citronskābes monohidrāta 100 mililitros destilēta ūdens un pievieno 85 ml koncentrētas slāpekļskābes (4.1.).

([1]) Minerālskābēs šķīstošais fosfors, ūdenī šķīstošais fosfors, amonija citrāta šķīdumos šķīstošais fosfors, 2 % citronskābē šķīstošais fosfors un 2 % skudrskābē šķīstošais fosfors.

▼B

C šķīdums: Lai iegūtu C šķīdumu, A šķīdumu iemaisa B šķīdumā.

D šķīdums: Pie 50 ml ūdens pievieno 35 ml koncentrētas slāpekļskābes (4.1.) un 5 ml svaigi destilēta hinolīna. Šo šķīdumu pievieno C šķīdumam, rūpīgi samaisa un atstāj pa nakti tumšā vietā. Pēc tam uzpilda ar destilētu ūdeni līdz 500 ml, atkal samaisa un filtrē caur saķepināta stikla piltuvi (5.6.).

4.2.2. Tāda reaģenta pagatavošana, kura pamatā ir amonija molibdāts

A šķīdums: 300 mililitros destilēta ūdens izšķīdina 100 g amonija molibdāta, uzmanīgi sildot un laiku pa laikam apmaisot.

B šķīdums: Izšķīdina 120 g citronskābes monohidrāta 200 mililitros destilēta ūdens un pievieno 170 ml koncentrētas slāpekļskābes (4.1.).

C šķīdums: Pievieno 10 ml svaigi destilēta hinolīna 70 mililitriem koncentrētas slāpekļskābes (4.1.).

D šķīdums: Lēnām un labi maisot lej A šķīdumu B šķīdumā. Pēc rūpīgas samaisīšanas šim maisījumam pievieno C šķīdumu un uzpilda līdz vienam litram. Atstāj divas dienas stāvēt tumšā vietā un filtrē caur saķepināta stikla piltuvi (5.6.).

Reģentus 4.2.1 un 4.2.2 var izmantot līdzīgā veidā; abi ir jāuzglabā tumšā vietā noslēgtās polietilēna pudelēs.

5. **Iekārta**

5.1. Laboratorijas standartiekārta un 500 ml Erlenmeijera kolba ar platu kaklu.

5.2. 10, 25 un 50 ml mērpipetes

5.3. Filtrtīģelis ar 5 līdz 20 μm porainību

5.4. Bunzena kolba

5.5. Termostats, iestādīts 250 (+ 10) °C temperatūrā.

5.6. Saķepināta stikla piltuve ar 5 līdz 20 μm porainību

6. **Analīzes gaita**

6.1. *Darbs ar šķīdumu*

Ar pipeti paņem alikvoto daļu no mēslošanas līdzekļa ekstrakta (skatīt 2. tabulu), kas satur apmēram 0,01 g P_2O_5, un ievieto 500 ml Erlenmeijera kolbā. Pievieno 15 ml koncentrētas slāpekļskābes ([1]) (4.1.) un atšķaida ar ūdeni līdz 100 ml.

2. **tabula**

Fosfātu šķīdumu alikvoto daļu noteikšana

% P_2O_5 mēslošanas līdzeklī	% P mēslošanas līdzeklī	Paraugs analīzei (g)	Atšķaidījums (līdz ml)	Paraugs (ml)	Atšķaidījums (līdz ml)	Izgulsnējamais paraugs (ml)	Hinolīna fosfomolibdāta pārrēķina koeficients (F), % P_2O_5	Hinolīna fosfomolibdāta pārrēķina koeficients (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, izgulsnējamais šķīdums satur vairāk par 15 ml citrāta šķīduma (neitrāla citrāta, Pētermaņa vai Džūlija sārmaina citrāta).

▼B

6.2. *Hidrolīze*

Ja ir aizdomas par metafosfātu, pirofosfātu vai polifosfātu klātbūtni šķīdumā, hidrolīzi izdara šādi.

Erlenmeijera kolbas saturu lēnām uzkarsē līdz viršanai un iztur šajā temperatūrā līdz pilnīgai hidrolīzei (tas parasti ilgst vienu stundu). Ar atteces dzesinātāju novērš zudumus izšļakstoties un iztvaikojot, kuru rezultātā var uz pusi samazināties sākotnējais tilpums. Pēc hidrolīzes sākotnējo tilpumu uzpilda ar destilētu ūdeni.

6.3. *Filtrtīģeļa svēršana*

Filtrtīģeli (5.3.) vismaz 15 minūtes žāvē termostatā, kas iestādīts 250 (± 10) °C temperatūrā. Nosver pēc atdzesēšanas eksikatorā.

6.4. *Izgulsnēšana*

Skābo šķīdumu Erlenmeijera kolbā karsē, līdz tas sāk vārīties, tad sāk izgulsnēšanu ar hinolīna fosfomolibdātu, pievienojot pa pilienam un nepārtraukti maisot 40 ml izgulsnējošā reaģenta (reaģents 4.2.1. vai 4.2.2.) ([1]). Erlenmeijera kolbu ievieto karstā ūdens vannā, atstāj uz 15 minūtēm, laiku palaikam sakratot. Šķīdumu var filtrēt tūlīt vai pēc atdzesēšanas.

6.5. *Filtrēšana un skalošana*

Šķīdumu dekantējot filtrē vakuumā. Nogulsnes ieskalo Erlenmeijera kolbā ar 30 ml ūdens. Šķīdumu dekantē un filtrē. Atkārto šo procesu piecas reizes. Kvantitatīvi pārnes nogulšņu atlikumu filtrtīģelī, skalojot ar ūdeni. Skalo 4 reizes ar 20 ml destilēta ūdens, ļaujot šķidrumam notecēt pirms katras pieliešanas. Nogulsnes rūpīgi izžāvē.

6.6. *Žāvēšana un svēršana*

Noslauka filtrtīģeļa ārpusi ar filtrpapīru. Ievieto filtrtīģeli termostatā un iztur līdz nemainīgai masai 250 °C temperatūrā (5.5.) (parasti 15 minūtes); ļauj atdzist eksikatorā istabas temperatūrā un ātri nosver.

6.7. *Tukšā analīze*

Katrai noteikšanu sērijai izdara tukšo analīzi, ņemot tikai reaģentus un šķīdinātājus attiecībā, kādu lieto ekstrakcijai (citrāta šķīdumu u. tml.) un ņem vērā galīgā rezultāta aprēķinos.

6.8. *Pārbaude*

Veic noteikšana ar kālija dihidrogēnfosfāta šķīduma alikvoto daļu, kas satur 0,01 g P_2O_5.

7. **Rezultātu izteikšana**

Ja analīzei un atšķaidīšanai ņem 2. tabulā parādītos parauga daudzumus, tad lieto šādu formulu:

$$\% \text{ P mēslošanas līdzeklī} = (A - a)F'$$

vai

$$\% \ P_2O_5 \text{ mēslošanas līdzeklī} = (A - a)\ F$$

kur

A = hinolīna fosfomolibdāta masa gramos,

a = tukšajā analīzē iegūtā hinolīna fosfomolibdāta masa gramos,

F un F′ = koeficienti, kas norādīti 2. tabulas divās pēdējās slejās.

Ja paraugs analīzei un atšķaidīšanām atšķiras no 2. tabulas datiem, tad lieto šādu formulu:

([1]) Lai izgulsnētu fosfāta šķīdumus, kas satur vairāk par 15 ml citrāta šķīduma (neitrālu, Pētermaņa vai Džūlija), kas paskābināti ar 21 ml koncentrētas slāpekļskābes (skatīt 6.1. punkta zemsvītras piezīmi), lieto 80 ml izgulsnējošā reaģenta.

▼B

$$\%\ \text{P mēslošanas līdzeklī} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

vai

$$\%\ P_2O_5 \text{ mēslošanas līdzeklī} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M},$$

kur

f un f' = hinolīna fosfomolibdāta pārrēķina koeficienti par P_2O_5 = 0,032074, (f) vai par P = 0,013984 (f'),

D = atšķaidījuma koeficients,

M = analizējamā parauga masa gramos.

4. metode

Kālijs

4.1. metode

Ūdenī šķīstošā kālija sastāva noteikšana

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru ūdenī šķīstošā kālija noteikšanai.

2. **Pielietošanas joma**

Visi kālija mēslošanas līdzekļi, kas minēti I pielikumā.

3. **Princips**

Kāliju analizējamajā paraugā izšķīdina ūdenī. Pēc tam, kad atdalītas vai fiksētas kvantitatīvo noteikšanu traucējošās vielas, kāliju izgulsnē viegli sārmainā vidē kālija tetrafenilborāta formā.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens

4.1. *Formaldehīds*

Dzidrs 25 līdz 35 % formaldehīda šķīdums

4.2. Kālija hlorīds analīzei

4.3. *Nātrija hidroksīda šķīdums: 10 mol/l*

Jāraugās, lai nātrija hidroksīds nesaturētu kāliju.

4.4. *Indikatora šķīdums*

Izšķīdina 0,5 fenolftaleīna 90 % etanolā un uzpilda tilpumu līdz 100 ml.

4.5. *EDTA šķīdums*

Izšķīdina 4 g etilēndiamīntetraetiķskābes dinātrija sāls dihidrāta ūdenī 100 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu un samaisa.

Reaģentu uzglabā plastmasas traukā.

4.6. *STPB šķīdums*

Izšķīdina 32,5 g nātrija tetrafenilborāta 480 mililitros ūdens, pievieno 2 ml nātrija hidroksīda šķīduma (4.3.) un 20 ml magnija hlorīda šķīduma (100 g $MgCl_2.6H_2O$ litrā).

maisa 15 minūtes un filtrē caur smalku bezpelnu filtru.

Šo reaģentu uzglabā plastmasas traukā.

4.7. *Šķidrums skalošanai*

Atšķaida 20 ml *STPB* šķīduma (4.6.) līdz 1 000 mililitriem ar ūdeni.

▼B

4.8. *Bromūdens*

Piesātināts broma šķīdums ūdenī.

5. **Iekārta**

5.1. 1 000 ml mērkolbas

5.2. 250 ml vārglāze

5.3. Filtrtīģeļi ar 5 līdz 20 μm porainību

5.4. Termostats, iestādīts 120 (± 10) °C temperatūrā

5.5. Eksikators

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

Kālija sāļu gadījumā paraugs ir smalki jāsasmalcina, lai analīzei iegūtu reprezentatīvu paraugu. Šiem produktiem jālieto 1. metodes 6. punkta a) apakšpunkts.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Paraugs*

Nosver ar 0,001 g precizitāti 10 g sagatavotā parauga (5 g gadījumā, ja kālija sāļi satur vairāk par 50 % kālija oksīda). Ievieto analizējamo paraugu 600 ml vārglāzē ar apmēram 400 ml ūdens.

Uzkarsē līdz viršanai un ļauj 30 minūtes vārīties. Atdzesē, kvantitatīvi pārnes 1 000 ml mērkolbā, uzpilda līdz atzīmei, samaisa un filtrē sausā traukā. Izlej filtrāta pirmos 50 ml (skatīt 7.6. piezīmi par procedūru).

7.2. *Alikvotās daļas sagatavošana izgulsnēšanai*

Pārnes ar pipeti filtrāta alikvoto daļu, kas satur 25 līdz 50 mg kālija (skatīt 3. tabulu) 250 ml vārglāzē. Ja vajadzīgs, uzpilda līdz 50 ml ar ūdeni.

Lai atdalītu traucējošās vielas, pievieno 10 ml *EDTA* šķīduma (4.5.), vairākus pilienus fenolftaleīna šķīduma (4.4.) un pa pilienam pievieno nātrija hidroksīda šķīdumu (4.3.), līdz šķīdums kļūst sarkans, tad pievieno vēl dažus pilienus nātrija hidroksīda, lai nodrošinātu pārākumu (1 ml nātrija hidroksīda parasti ir pietiekami, lai neitralizētu paraugu un nodrošinātu pārākumu).

Lai atdalītu lielāko daļu amonjaka (skatīt 7.6. punkta b) apakšpunktu, piezīmi par procedūru) saudzīgi vāra 15 minūtes.

Ja vajadzīgs, pievieno ūdeni līdz 60 ml.

Uzkarsē šķīdumu līdz viršanai, noņem vārglāzi no plītiņas un pievieno 10 ml formaldehīda (4.1.). Pievieno vairākus pilienus fenolftaleīna un, ja vajadzīgs, vēl nātrija hidroksīdu, līdz parādās izteikts sarkans krāsojums. Vārglāzi nosedz ar pulksteņstikliņu un uz 15 minūtēm ievieto karstā ūdens vannā.

7.3. *Filtrtīģeļa svēršana*

Izžāvē filtrtīģeli (skatīt 5. punktu "Iekārta") līdz nemainīgai masai (apmēram 15 minūtes) termostatā 120 °C temperatūrā (5.4.).

Filtrtīģeli atdzesē eksikatorā un pēc tam nosver.

7.4. *Izgulsnēšana*

Izņem vārglāzi no karstās ūdens vannas un pa pilienam maisot pievieno 10 ml *STPB* šķīduma (4.6.). Šī pievienošana ilgst apmēram divas minūtes. Pirms filtrēšanas vismaz 10 minūtes pagaida.

7.5. *Filtrēšana un skalošana*

Filtrē vakuumā nosvērtā filtrtīģelī, skalo vārglāzi ar skalojamo šķidrumu (4.7.), nogulsnes trīs reizes skalo ar skalojamo šķidrumu (kopā 60 ml skalošanai) un divreiz ar 5 līdz 10 ml ūdens.

Nogulsnes rūpīgi izžāvē.

▼B

7.6. *Žāvēšana un svēršana*

Noslauka filtrtīģeļa ārpusi ar filtrpapīru. Ievieto filtrtīģeli ar visu saturu termostatā uz pusotru stundu 120 °C temperatūrā. Filtrtīģeli atdzesē eksikatorā līdz istabas temperatūrai un pēc tam ātri nosver.

Piezīme par procedūru

a) Ja filtrāts ir tumšs pēc krāsas, ar pipeti pārnes alikvoto daļu, kas satur, lielākais, 100 mg K_2O, un ievieto 100 ml mērkolbā, pievieno bromūdeni un uzkarsē līdz viršanai, lai atdalītu lieko bromu. Pēc atdzesēšanas uzpilda tilpumu, filtrē un nosaka kvantitatīvi kāliju filtrāta alikvotajā daļā.

b) Ja paraugā amonija slāpeklis ir niecīgs vai tā vispār nav, tad nav vajadzības vārīt 15 minūtes.

7.7. *Paraugiem ņemtās alikvotās daļas un pārrēķina koeficienti*

3. tabula

4. metodei

% K_2O mēslošanas līdzeklī	% K mēslošanas līdzeklī	Paraugs analīzei (g)	Ekstrakta šķīduma paraugs atšķaidīšanai (ml)	Atšķaidījums (līdz ml)	Paraugam ņemtā alikvotā daļa izgulsnēšanai (ml)	Pārrēķina koeficients (F) $\frac{\%K_2O}{gTPBK}$	Pārrēķina koeficients (F") $\frac{\%K}{gTPBK}$
5—10	4,2—8,3	10	—	—	50	26,280	21,812
10—20	8,3—16,6	10	—	—	25	52,560	43,624
20—50	16,6—41,5	10	vai nu —		10	131,400	109,060
			vai 50	250	50	131,400	109,060
vairāk par 50	vairāk par 41,5	5	vai nu —	—	10	262,800	218,120
			vai 50	250	50	262,800	218,120

7.8. *Tukšā analīze*

Katrai noteikšanu sērijai veic tukšo analīzi, lietojot reaģentus analīzei līdzīgā attiecībā, un to ņem vērā, aprēķinot gala rezultātu.

7.9. *Kontrolizmēģinājums*

Lai analīzes metodi varētu kontrolēt, izdara noteikšanu kālija hlorīda ūdens šķīduma alikvotajā daļā, kas satur lielākais 40 mg K_2O.

8. **Rezultātu izteikšana**

Ja analīzei un atšķaidījumiem izmanto 3. tabulā redzamos paraugus, tad lietojama šāda formula:

$$\%\ K_2O\ \text{mēslošanas līdzeklī} = (A - a)\,F$$

vai

$$\%\ K\ \text{mēslošanas līdzeklī} = (A - a)\,F',$$

kur

A = izgulsnētā parauga masa gramos,

a = tukšās analīzes nogulšņu masa gramos,

F un F′ = koeficienti (skatīt 3. tabulu).

▼B

Ja paraugi un atšķaidījumi atšķiras no 3. tabulas datiem, tad lieto šādu formulu:

$$\text{K2O mēslošanas līdzeklī} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

vai

$$\text{K mēslošanas līdzeklī} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M},$$

kur

f = pārrēķina koeficients, *KTPB* par K_2O = 0,1314,

f′ = pārrēķina koeficients, *KTPB* par K = 0,109,

D = atšķaidījuma koeficients,

M = analizējamā parauga masa gramos.

5. metode

Trūkst

6. metode

Hlors

6.1. metode

Hlorīdu noteikšana, ja klāt nav organisko vielu

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru hlorīdu noteikšanai, ja klāt nav organisko vielu.

2. **Pielietošanas joma**

Visi mēslošanas līdzekļi, kas nesatur organiskās vielas.

3. **Princips**

Ūdenī izšķīdušos hlorīdus skābā vidē izgulsnē ar sudraba nitrāta standartšķīduma pārākumu. Pārākumu attitrē ar amonija tiocianāta šķīdumu dzelzs (III) amonija sulfātu (Volāra metode).

4. **Reaģenti**

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur hlorīdus.

4.1. Nitrobenzols vai dietilēteris

4.2. Slāpekļskābe: 10 mol/l

4.3. *Indikatora šķīdums*

Izšķīdina ūdenī 40 g dzelzs amonija sulfāta $Fe_2(SO_4)_3.(NH_4)_2SO_4.24H_2O$ un uzpilda līdz vienam litram.

4.4. *Sudraba nitrāta standartšķīdums: 0,1 mol/l*

Pagatavošana

Tā kā šis sāls ir higroskopisks un to nevar žāvēt bez sadalīšanās riska, iesaka nosvērt apmēram 9 g sāls, izšķīdināt ūdenī un uzpildīt tilpumu līdz vienam litram. Pieregulē līdz 0,1 mol/l titram, titrējot ar 0,1 mol/l $AgNO_3$.

5. **Iekārta**

5.1. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezienu minūtē)

5.2. Biretes

5.3. 500 ml mērkolba

5.4. 250 ml koniska (Erlenmeijera) kolba

▼B

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Paraugs un šķīduma pagatavošana*

Ievieto 5 g parauga, kas nosvērts ar 0,001 g precizitāti, 500 ml mērkolbā un pievieno 450 ml ūdens. Maisa pusstundu kratītājā (5.1.); uzpilda līdz 500 ml ar destilētu ūdeni; samaisa un filtrē vārglāzē.

7.2. *Noteikšana*

Ņem filtrāta alikvoto daļu, kas satur ne vairāk par 0,150 g hlorīdu. Piemēram, 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) vai 100 ml (1 g). Ja ņemtais paraugs ir mazāks par 50 ml, tad tilpumu uzpilda līdz 50 ml ar destilētu ūdeni.

Pievieno 5 ml 10 mol/l slāpekļskābes (4.2.), 20 ml indikatora šķīduma (4.3.) un divus pilienus amonija tiocianāta standartšķīduma (šā pēdējā reaģenta paraugu ņem ar bireti, kas šim mērķim ieregulēta uz nulli).

Tad ar bireti pievieno sudraba nitrāta standartšķīdumu (4.4.) līdz 2 līdz 5 ml pārākumam. Pievieno 5 ml nitrobenzola vai 5 ml dietilētera (4.1.) un labi sakrata, lai izkristu nogulsnes. Sudraba nitrāta pārākumu titrē ar 0,1 mol/l amonija tiocianātu (4.5.), līdz parādās sarkanbrūns krāsojums, kas neatkrāsojas pēc nelielas kolbas sakratīšanas.

Piezīme

Nitrobenzols vai dietilēteris (labāk nitrobenzols) kavē sudraba hlorīdam reaģēt ar tiocianāta joniem. Šādā veidā panāk izteiktu krāsu pāreju.

7.3. *Tukšā analīze*

Tukšo analīzi (bez analizējamā parauga) izdara tādos pašos apstākļos un ņem vērā galīgā rezultāta aprēķinos.

7.4. *Kontrolizmēģinājums*

Pirms noteikšanas pārbauda metodes pareizību, ņemot alikvoto daļu svaigi pagatavota kālija hlorīda šķīduma, kas satur zināmu daudzumu hlorīda daudzumā ap 100 mg.

8. **Rezultātu izteikšana**

Analīzes rezultātus izsaka kā hlora procentuālo daudzumu, ko satur analīzei saņemtais paraugs.

Hlora (Cl) procentuālo daudzumu aprēķina, izmantojot formulu

$$\% \text{ hlora} = 0,003546 \times \frac{(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M},$$

kur

V_z = mililitri 0,1 mol/l sudraba nitrāta,

V_{cz} = mililitri 0,1 mol/l sudraba nitrāta, kas izlietoti tukšajā analīzē,

V_a = mililitri 0,1 mol/l amonija tiocianāta,

V_{ca} = mililitri 0,1 mol/l amonija tiocianāta, kas izlietoti tukšajā analīzē,

M = analizējamā parauga (7.2.) masa gramos.

7. metode

Maluma smalkums

7.1. metode

Maluma smalkuma noteikšana

(sausā metode)

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka sauso metodi maluma smalkuma noteikšanai.

▼B

2. **Pielietošanas joma**

Visi EK tipa mēslošanas līdzekļi, par kuriem ir prasība uzrādīt maluma smalkumu ar 0,630 un 0,160 mm sietiem.

3. **Princips**

Sietu mehāniski kratot, nosaka produkta daudzumu ar granulu izmēru lielāku par 0,630 un starp 0,160 un 0,630 mm un aprēķina maluma smalkumu.

4. **Iekārta**

4.1. Mehānisks sieta kratītājs

4.2. Standartizmēra sieti (20 cm diametrā un 5 cm augsti) ar 0,160 un 0,630 mm acojumu

5. **Analīzes gaita**

Nosver ar 0,05 g precizitāti 50 g vielas. Ievieto abus sietus un savācēju kratītājā (4.1.), sietu ar lielāko acojumu novietojot augšpusē. Augšā uzliek analizējamo paraugu. Sijā 10 minūtes un noņem daļu, kas sakrājusies apakšā. Ieslēdz atkal kratītāju un pēc vienas minūtes pārbauda, ka daudzums, kas sakrājas apakšā nav lielāks par 250 mg. Procesu atkārto (katrreiz vienu minūti), līdz savāktais daudzums ir mazāks par 250 mg. Nosver atlikumu uz abiem sietiem atsevišķi.

6. **Rezultātu izteikšana**

$$\% \text{ maluma smalkums no sieta ar } 0,630 \text{ mm acojumu} = (50 - M_1) \times 2,$$

$$\% \text{ maluma smalkums no sieta ar } 0,160 \text{ mm acojumu} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2,$$

kur

M_1 = atlikuma masa uz sieta ar 0,630 mm acojumu,

M_2 = atlikuma masa uz sieta ar 0,160 mm acojumu.

Atlikums no sieta ar 0,630 mm acojumu jau ir novākts.

Aprēķinu rezultātus noapaļo līdz tuvākajam veselam skaitlim.

7.2. metode

Mīksto dabīgo fosfātu maluma smalkuma noteikšana

1. **Darbības joma**

Pēc šīs metodes nosaka mīksto dabīgo fosfātu maluma smalkumu.

2. **Pielietošanas joma**

Mīkstie dabīgie fosfāti.

3. **Princips**

Paraugos ar smalku daļiņu izmēru var notikt salipšana, un tas var apgrūtināt sijāšanu. Šā iemesla dēļ parasti lieto mitro sijāšanu.

4. **Reaģenti**

Nātrija heksametafosfāta šķīdums: 1 %.

5. **Iekārta**

5.1. Standartizmēra sieti (20 cm diametrā un 5 cm augsti) ar 0,063 un 0,125 mm acojumu; savācēji

5.2. Stikla piltuve ar 20 cm diametru, ievietota statīvā

5.3. 250 ml vārglāzes

5.4. Termostats

6. **Analīzes metode**

6.1. *Paraugu ņemšana*

Nosver ar 0,05 g precizitāti 50 g vielas. Noskalo abas sieta puses ar ūdeni un novieto sietu ar 0,125 mm acojumu virs sieta ar 0,063 mm acojumu.

▼B

6.2. *Analīzes gaita*

Uz augšējā sieta uzliek analizējamo paraugu. Sijā zem nelielas auksta ūdens strūklas (var izmantot krāna ūdeni), līdz cauri tekošais ūdens ir praktiski dzidrs. Jāraugās, lai apakšējais siets nekad nepiepildās ar ūdeni.

Kad atlikums uz augšējā sieta liekas vairāk vai mazāk nemainīgs, noņem šo sietu un novieto virs savācēja.

Turpina dažas minūtes mitro sijāšanu caur apakšējo sietu, līdz cauri tekošais ūdens šķiet praktiski dzidrs.

Novieto 0,125 mm sietu virs 0,063 mm sieta. Jebkuras nogulsnes no savācēja novieto uz augšējā sieta un sāk atkal sijāšanu zem nelielas ūdens strūklas, līdz ūdens atkal kļūst gandrīz dzidrs.

Kvantitatīvi caur piltuvi pārnes katru atlikumu atsevišķā vārglāzē. Katru atlikumu suspendē, uzpildot vārglāzes ar ūdeni. Ļauj apmēram vienu minūti stāvēt un dekantē cik iespējams daudz ūdens.

Ievieto vārglāzes uz divām stundām termostatā 150 °C temperatūrā.

Atdzesē, izber atlikumus ar birsti un nosver.

7. **Rezultātu izteikšana**

Aprēķinu rezultātus noapaļo līdz tuvākajam veselam skaitlim.

$$\%\ \text{malumasmalkumsnoatlikumauzsietaar}\ 0,125\ \text{mmacojumu} = (50 - M_1) \times 2,$$

$$\%\ \text{malumasmalkumsnoatlikumauzsietaar}\ 0,063\ \text{mmacojumu} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2,$$

kur

M_1 = atlikuma masa uz 0,125 mm sieta gramos,

M_2 = atlikuma masa uz 0,063 mm sieta gramos.

8. **Piezīmes**

Ja pēc sijāšanas novēro kunkuļus, tad analīze ir jāatkārto šādi:

Lēnām, nepārtraukti maisot, ieber 50 g parauga viena litra kolbā, kas satur 500 ml nātrija heksametafosfāta šķīduma. Kolbu noslēdz un enerģiski krata ar roku, lai sasmalcinātu kunkuļus. Pārnes visu suspensiju uz augšējā sieta un kolbu rūpīgi izskalo. Turpina analīzi, kā aprakstīts 6.2. punktā.

8. metode

Sekundārās barības vielas

8.1. metode

Kopējā kalcija, kopējā magnija, kopējā nātrija un kopējā sēra ekstrakcija sulfātu formā

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru kopējā kalcija, kopējā magnija, kopējā nātrija un kopējā sēra ekstrakcijai sulfātu formā, lai to pašu ekstraktu varētu izmantot katras vajadzīgās barības vielas noteikšanai.

2. **Pielietošanas joma**

Šo metodi piemēro EK mēslošanas līdzekļiem, par kuriem ar šo regulu ir deklarēts kopējais kalcijs, kopējais magnijs, kopējais nātrijs un kopējais sērs sulfātu formā.

3. **Princips**

Izšķīdināšana vārot atšķaidītā sālsskābē.

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīta sālsskābe*

Viens tilpums sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) plus viens tilpums ūdens.

▼B

5. **Iekārta**

Elektriskā plītiņa ar regulējamu temperatūru.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Analizējamais paraugs*

Kalciju, magniju, nātriju un sēru sulfātu formā ekstrahē no 5 g analizējamā parauga, ko nosver ar 1 mg precizitāti.

Tomēr, ja analizējamais paraugs satur vairāk par 15 % sēra, t. i., 37,5 % SO_3, un vairāk par 18,8 % kalcija, t. i., 26,3 % CaO, tad kalcija un sēra ekstrakcijai ņem vienu gramu parauga, nosverot ar 1 mg precizitāti. Analizējamo paraugu ievieto 600 ml vārglāzē.

7.2. *Šķīduma pagatavošana*

Pievieno apmēram 400 ml ūdens un uzmanīgi, jo paraugs var saturēt karbonātus, nelielām porcijām pievieno 50 ml atšķaidītas sālsskābes (4.1.). Uzkarsē līdz viršanai un vāra 30 minūtes. Atdzesē, laiku pa laikam apmaisot. Kvantitatīvi dekantē 500 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un samaisa. Filtrē caur sausu filtru sausā traukā, izlejot pirmo porciju. Ekstraktam ir jābūt pilnīgi caurspīdīgam. Ja filtrātu tūlīt neizlieto, kolbu noslēdz.

8.2. metode

Kopējā dažādu formu sēra ekstrakcija

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru kopējā sēra ekstrakcijai, ko satur mēslošanas līdzekļi elementārā formā un/vai citās ķīmisko savienojumu formās.

2. **Pielietošanas joma**

Šī metode attiecas uz EK mēslošanas līdzekļiem, par kuriem ar šo regulu ir deklarēts kopējais sērs dažādās formās (elementārs sērs, tiosulfāts, sulfīts, sulfāts).

3. **Princips**

Elementāro sēru sārmainā vidē pārvērš par polisulfīdiem un tiosulfātu; tos līdz ar sulfītiem, kas var būt klātesoši, oksidē ar ūdeņraža peroksīdu. Dažādas sēra formas šādā veidā pārvērš par sulfātiem, kurus nosaka, izgulsnējot ar bārija sulfātu (8.9. metode).

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīta sālsskābe:*

Viens tilpums sālsskābes (d = 1,18 g/ml) plus viens tilpums ūdens.

4.2. Nātrija hidroksīda šķīdums, NaOH, vismaz 30 % (d = 1,33)

4.3. Ūdeņraža peroksīda šķīdums, 30 % m/m

4.4. Bārija hlorīda $BaCl_2.2H_2O$ ūdens šķīdums, 122 g litrā

5. **Iekārta**

Elektriskā plītiņa ar regulējamu temperatūru.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Analizējamais paraugs*

Nosver ar 1 mg precizitāti mēslošanas līdzekļa daudzumu starp 80 un 350 mg sēra (S) vai 200 un 875 mg SO_3.

Kā likums, ja S < 15 %, sver 2,5 gramus. Analizējamo paraugu ievieto 400 ml vārglāzē.

▼B

7.2. *Oksidēšana*

Pievieno 20 ml nātrija hidroksīda šķīduma (4.2.) un 20 ml ūdens. Nosedz ar pulksteņstikliņu. Piecas minūtes vāra uz elektriskā plītiņas (5.1.). Noņem no plītiņas. Ar karsta ūdens strūklu savāc sēru, kas pielipis pie vārglāzes sieniņām un vāra 20 minūtes. Atdzesē.

Pievieno pa 2 ml ūdeņraža peroksīdu (4.3.), līdz vairs nenovēro reakciju. Vajadzīgi seši līdz astoņi ml ūdeņraža peroksīda. Oksidēšanu turpina vienu stundu, tad pusstundu vāra. Atdzesē.

7.3. *Analizējamā šķīduma pagatavošana*

Pievieno apmēram 50 ml ūdens un 50 ml sālsskābes šķīduma (4.1.).

— Ja sēra (S) saturs ir mazāks par 5 %:

filtrē 600 ml vārglāzē. Atlikumu uz filtra vairākas reizes skalo ar aukstu ūdeni. Pēc skalošanas ar bārija hlorīda šķīdumu (4.4) pārbauda, ka filtrāta pēdējos pilienos nav sulfātu. Filtrātam ir jābūt pilnībā dzidram. Sulfātus nosaka visā filtrātā pēc 8.9. metodes.

— Ja sēra (S) saturs pārsniedz 5 %:

pārnes kvantitatīvi 250 ml mērkolbā, uzpilda tilpumu ar ūdeni un samaisa. Filtrē caur sausu filtru sausā traukā; filtrātam ir jābūt pilnībā dzidram. Kolbu noslēdz, ja filtrātu tūlīt neizlieto. Nosaka sulfātus šķīduma alikvotajā daļā, izgulsnējot kā bārija sulfātu (8.9. metode).

8.3. metode

Ūdenī šķīstošā kalcija, magnija, nātrija un sēra ekstrakcija (sulfātu formā)

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru ūdenī šķīstošā kalcija, magnija, nātrija un sēra (sulfātu formā) ekstrahēšanai, lai to pašu ekstraktu varētu izmantot katras vajadzīgās barības vielas noteikšanai.

2. **Pielietošanas joma**

Metodi pielieto tikai mēslošanas līdzekļiem, par kuriem I pielikumā ir deklarēts ūdenī šķīstošais kalcijs, magnijs, nātrijs un sērs (sulfātu formā).

3. **Princips**

Barības vielas šķīdina verdošā ūdenī.

4. **Reaģenti**

Destilēts vai līdzīgas kvalitātes demineralizēts ūdens.

5. **Iekārta**

Elektriskā plītiņa ar regulējamu temperatūru.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Analizējamais paraugs*

a) Ja mēslošanas līdzekļi nesatur sēru vai satur ne vairāk par 3 % sēra (S), t. i., 7,5 % SO_3, un ne vairāk par 4 % kalcija (Ca), t. i., 5,6 % CaO, nosver piecus gramus mēslošanas līdzekļa ar precizitāti līdz 1 mg.

b) Ja mēslošanas līdzekļi satur vairāk par 3 % sēra (S) un vairāk par 4 % kalcija (Ca), nosver vienu gramu mēslošanas līdzekļa ar 1 mg precizitāti.

Analizējamo paraugu ievieto 600 ml vārglāzē.

▼B

7.2. *Šķīduma pagatavošana*

Pievieno apmēram 400 ml ūdens un vāra 30 minūtes. Ļauj atdzist, laiku pa laikam apmaisot, un kvantitatīvi dekantē 500 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un samaisa.

Filtrē caur sausu filtru sausā traukā; Izlej pirmo filtrāta porciju. Filtrātam ir jābūt pilnībā caurspīdīgam.

Kolbu noslēdz, ja filtrātu tūlīt neizlieto.

8.4. metode

Ūdenī šķīstošā sēra ekstrakcija, ja sērs ir dažādās formās

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru ūdenī šķīstošā sēra ekstrahēšanai, ko dažādās formās satur mēslošanas līdzekļi.

2. **Pielietošanas joma**

Šo metodi pielieto mēslošanas līdzekļiem, par kuriem I pielikumā ir deklarēts ūdenī šķīstošais sēra trioksīds.

3. **Princips**

Sēru izšķīdina aukstā ūdenī un pārvērš par sulfātu, sārmainā vidē oksidējot ar ūdeņraža peroksīdu.

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīta sālsskābe*

Viens tilpums sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) plus viens tilpums ūdens.

4.2. Nātrija hidroksīda šķīdums, kas satur vismaz 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml).

4.3. Ūdeņraža peroksīda šķīdums, 30 % m/m

5. **Iekārta**

5.1. 500 ml Štomaņa mērkolba

5.2. Rotācijas kratītājs, 30 līdz 40 apgriezienu minūtē

5.3. Elektriskā plītiņa ar regulējamu temperatūru.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Analizējamais paraugs*

a) Ja mēslošanas līdzeklis satur maksimāli 3 % sēra (S), t. i., 7,5 % SO_3, kā arī maksimāli 4 % kalcija (Ca), t. i., 5,6 % CaO, nosver 5 g mēslošanas līdzekļa ar 1 mg precizitāti.

b) Ja mēslošanas līdzekļi satur vairāk par 3 % sēra (S) un vairāk par 4 % kalcija (Ca), nosver vienu gramu mēslošanas līdzekļa ar 1 mg precizitāti.

Analizējamo paraugu ievieto 500 ml kolbā (5.1.).

7.2. *Šķīduma pagatavošana*

Pievieno apmēram 400 ml ūdens. Noslēdz. Krata (5.2.) 30 minūtes. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa. Filtrē caur sausu filtru sausā traukā. Kolbu noslēdz, ja filtrātu tūlīt neizlieto.

7.3. *Analizējamās alikvotās daļas oksidēšana*

Ņem alikvoto daļu ekstrakcijas šķīduma, ne lielāku par 50 ml un, ja iespējams, kas satur starp 20 un 100 mg sēra (S).

Uzpilda tilpumu līdz 50 ml, ja nepieciešams. Pievieno 3 ml nātrija hidroksīda šķīduma (4.2) un divus mililitrus ūdeņraža peroksīda šķīduma (4.3.). Nosedz ar pulksteņstikliņu un saudzīgi vāra viena stundu uz elektriskās plītiņas (5.3.). Kamēr notiek reakcija, pievieno pa vienam mililitram ūdeņraža peroksīda šķīduma (maksimālais daudzums 5 ml).

▼B

Atstāj atdzist. Noņem pulksteņstikliņu un ieskalo vārglāzē. Pievieno apmēram 20 ml atšķaidītas sālsskābes (4.1.). Uzpilda apmēram līdz 300 mililitriem ar ūdeni.

Nosaka sulfātu saturu visā oksidētajā šķīdumā pēc 8.9. metodes.

8.5. metode

Elementārā sēra ekstrakcija un noteikšana

Brīdinājums

Šī analīzes metode ietver oglekļa disulfīda (CS_2) izmantošanu. Tādēļ ir jāievēro īpaši drošības pasākumi, it īpaši attiecībā uz:

— CS_2 uzglabāšanu,

— personāla aizsardzības iekārtām,

— darba higiēnu,

— ugunsgrēku un sprādzienu profilaksi,

— reaģenta apglabāšanu.

Šai metodei ir vajadzīgs labi apmācīts personāls un piemērots laboratorijas aprīkojums.

1. **Darbības joma**

Tiek noteikta procedūra elementārā sēra ekstrakcijai un noteikšanai mēslošanas līdzekļos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo metodi pielieto EK mēslošanas līdzekļiem, par kuriem I pielikumā ir deklarēts kopējais sērs elementārā formā.

3. **Princips**

Pēc organisko šķīstošo sastāvdaļu atdalīšanas elementāro sēru ekstrahē ar oglekļa disulfīdu, un ekstrahēto sēru nosaka gravimetriski.

4. **Reaģenti**

Oglekļa disulfīds (sērogleklis).

5. **Iekārta**

5.1. 100 ml ekstrakcijas kolba ar šlifa aizbāzni.

5.2. Soksleta iekārta ar attiecīgām filtrēšanas patronām.

5.3. Rotācijas vakuumietvaicētājs

5.4. Elektriskais termostats ar ventilatoru, iestādīts 90 (± 2) °C temperatūrā.

5.5. Porcelāna Petrī trauciņi, pieci septiņi centimetri diametrā, ne augstāki par pieciem centimetriem.

5.6. Elektriskā plītiņa ar regulējamu temperatūru.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Analizējamais paraugs*

Nosver piecus līdz desmit gramus parauga ar precizitāti līdz vienam miligramam un ievieto Soksleta aparāta (5.2) patronā.

7.2. *Sēra ekstrakcija*

Uzmanīgi skalo saturu ar karstu ūdeni, lai atdalītu visas šķīstošās sastāvdaļas. Žāvē termostatā (5.4.) 90 °C temperatūrā vismaz vienu stundu. Ievieto filtru Soksleta aparātā (5.2.).

Ievieto dažas stikla lodītes iekārtas (5.1.) kolbā un nosver (P_0), tad pievieno 50 ml oglekļa disulfīda (4.1.).

▼B

Saslēdz iekārt un sešas stundas ekstrahē elementāro sēru. Atslēdz sildīšanu un pēc atdzišanas atvieno kolbu. Pievieno kolbu pie rotācijas ietvaicētāja (5.3.) un ietvaicē, līdz kolbas saturs pārvērties par porainu masu.

Kolbu žāvē termostatā (5.4.) 90 °C temperatūrā (parasti vajadzīga viena stunda), līdz iegūst nemainīgu masu P_1.

7.3. *Elementārā sēra tīrības noteikšana*

Oglekļa disulfīds var ekstrahēt kopā ar elementāro sēru vairākas citas vielas. Elementārā sēra tīrību nosaka šādi:

cik iespējams samaisa kolbas saturu un ņem divus trīs gramus, ko nosver ar 1 mg precizitāti (n). Ievieto Petrī trauciņā (5.5.). Nosver trauciņu kopā ar saturu (P_2). Liek uz elektriskās plītiņas (5.6), kas ieregulēta, nepārsniedzot 220 °C, lai sērs neaizdegtos. Turpina sublimēšanu trīs vai četras stundas, līdz iegūst nemainīgu masu (P_3).

P i e z ī m e

Dažiem mēslošanas līdzekļiem var nebūt vajadzības noteikt, cik sērs ir tīrs. Šajā gadījumā izlaiž 7.2. punktu.

8. **Rezultātu izteikšana**

Elementārā sēra (S) procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka šādi:

$$\text{S \% mēslošanas līdzeklī ar piemaisījumiem} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

▼M4

$$\text{Ekstrahētā sēra tīrība (\%)} = \frac{P_2 - P_3}{n} \times 100$$

▼B

$$\text{Tīrs S mēslošanas līdzeklī} = \frac{(P_1 - P_0)\ (P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100,$$

kur

m = mēslošanas līdzekļa analizējamā parauga masa gramos,

P_0 = Soksleta kolbas masa gramos,

P_1 = Soksleta kolbas masa un sērs ar piemaisījumiem pēc žāvēšanas gramos,

n = sēra masa ar piemaisījumiem, ko paredzēts attīrīt, gramos,

P_2 = Petrī trauciņa masa gramos,

P_3 = Petrī trauciņa masa gramos pēc sēra sublimācijas.

8.6. metode

Manganometriska ekstrahētā kalcija noteikšana pēc izgulsnēšanas oksalāta formā

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru kalcija noteikšanai mēslošanas līdzekļa ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo metodi pielieto EK mēslošanas līdzekļiem, par kuriem I pielikumā ir deklarēts kopējais un/vai ūdenī šķīstošais kalcijs.

▼M4

3. **Princips**

Kalcija, ko satur ekstrakta šķīduma alikvotā daļa, izgulsnēšana oksalāta formā, pēc tā atdalīšanas un izšķīdināšanas, ko nosaka titrējot skābeņskābi ar kālija permanganātu.

▼B

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīta sālsskābe*

Viens tilpums sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) plus viens tilpums ūdens.

4.2. *1:10 atšķaidīta sērskābe*

Viens tilpums sērskābes (d_{20} = 1,84 g/ml) plus desmit tilpumi ūdens.

4.3. *1:1 atšķaidīts amonjaka šķīdums*

Viens tilpums amonjaka šķīduma (d_{20} = 0,88 g/ml) plus viens tilpums ūdens.

4.4. Piesātināts amonija oksalāta šķīdums [$(NH_4)C_2O_4.H_2O$] istabas temperatūrā (apmēram 40 g litrā)

4.5. Citronskābes šķīdums, 30 % (m/V)

4.6. Amonija hlorīda šķīdums, 5 % (m/V)

4.7. Bromtimolzilā šķīdums etanolā, 95 %, 0,1 % (m/V)

4.8. Bromkrezolzaļā šķīdums etanolā, 95 %, 0,04 % (m/V)

4.9. Kālija permanganāta standartšķīdums, 0,02 mol/l

5. **Iekārta**

5.1. Filtrtīģelis ar 5 līdz 20 μ saķepinātā stikla porainību

5.2. Karsta ūdens vanna

6. **Analizējamās alikvotās daļas pagatavošana**

Ar pipeti ņem alikvoto daļu ekstrakcijas šķīduma, kas iegūts pēc 8.1. vai 8.3. metodes un kas satur starp 15 un 50 mg Ca (= 21 līdz 70 mg CaO). V_2 ir alikvotās daļas tilpums. Ielej 400 ml vārglāzē. Ja nepieciešams, neitralizē (indikatora (4.7.) pāreja no zaļa uz zilu) ar dažiem pilieniem amonija šķīduma (4.3.).

Pievieno vienu mililitru citronskābes šķīduma (4.5) un piecus mililitrus amonija hlorīda šķīduma (4.6.).

7. **Kalcija oksalāta izgulsnēšana**

Pievieno apmēram 100 mililitrus ūdens. Uzkarsē līdz viršanai, pievieno astoņus līdz desmit pilienus indikatora šķīduma (4.8.) un lēnām 50 mililitrus karsta amonija oksalāta šķīduma (4.4.). Ja veidojas nogulsnes, tās izšķīdina, pievienojot dažus pilienus sālsskābes (4.1.). Neitralizē ļoti lēnām ar amonija šķīduma (4.3.), nepārtraukti maisot līdz pH 4,4 līdz 4,6 (indikatora (4.8.) krāsu pāreja no zaļa uz zilu). Ievieto vārglāzi uz apmēram 30 minūtēm verdošā ūdens vannā (5.2.).

Izņem vārglāzi no vannas, atstāj stundu stāvēt un filtrē caur filtrtīģeli (5.1.).

8. **Oksalāta nogulšņu titrēšana**

Skalo vārglāzi un filtrtīģeli, līdz atdalīts amonija oksalāta pārākums (to var pārbaudīt ar to, ka skalojamā ūdenī nav hlorīda jonu). ievieto filtrtīģeli 400 ml vārglāzē un atšķaida nogulsnes ar 50 mililitriem karstas sērskābes (4.2.). Pievieno vārglāzei ūdeni, lai tilpums būtu apmēram 100 mililitru. Uzkarsē līdz 70 līdz 80 °C temperatūrai un titrē ar permanganāta šķīdumu (4.9), līdz rozā krāsojums saglabājas vienu minūti. Šo tilpumu apzīmē ar n.

9. **Rezultātu izteikšana**

Kalcija (Ca) saturs mēslošanas līdzekļi ir šāds:

$$\text{Ca}\ (\%) = n \times 0,2004 \times \frac{t}{0,02} \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

kur

n = izlietotā permanganāta mililitri,

m = analizējamā parauga masa gramos,

v_2 = alikvotās daļas tilpums mililitros,

▼B

v_1 = ekstrakcijas šķīduma tilpums mililitros,

t = permanganāta šķīduma koncentrācija mol/l.

CaO (%) = Ca (%) × 1,400

8.7. metode

Magnija noteikšana ar atomu absorbcijas spektrometriju

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru magnija noteikšanai mēslošanas līdzekļa ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo metodi lieto EK mēslošanas līdzekļu ekstraktiem, ko iegūst pēc 8.1 un 8.3. metodes un par kuriem ir prasība deklarēt kopējo magniju un/vai ūdenī šķīstošo magniju, izņemot šādus mēslošanas līdzekļus, kas minēti I.D pielikumā attiecībā uz sekundārajām barības vielām.

— 4. tips (kizerīts),

— 5. tips (magnija sulfāts) un 5.1. tips (magnija sulfāta šķīdums),

— un izņemot šādus mēslošanas līdzekļus, kas minēti I.A pielikuma 3. daļā attiecībā uz kālija mēslošanas līdzekļiem:

— 7. tips (kizerīts ar kālija sulfātu)

— kuriem piemēro 8.8. metodi.

Turpmāk aprakstīto metodi pielieto visiem mēslošanas līdzekļu ekstraktiem, kas satur elementus tādos daudzumos, kas var traucēt magnija kompleksometrisku noteikšanu.

3. **Princips**

Magnija noteikšana ar atomu absorbcijas spektrometriju pēc ekstrakta atšķaidīšanas.

4. **Reaģenti**

4.1. Sālsskābe, 1 mol/l šķīdums

4.2. Sālsskābe, 0,5 mol/l šķīdums

4.3. *Magnija standartšķīdums, 1,00 mg/ml*

4.3.1. Izšķīdina 1,013 g magnija sulfāta ($MgSO_4.7H_2O$) 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumā (4.2.)

4.3.2. Nosver 1,658 g magnija oksīda (MgO), kas iepriekš izkarsēts, lai atdalītu karbonātu zīmes. Ievieto vārglāzē ar 100 ml ūdens un 120 ml 1 mol/l sālsskābes (4.1.). Kad izšķīdis, kvantitatīvi dekantē 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu un samaisa.

vai

4.3.3. Nopērkams standartšķīdums.

Laboratorija ir atbildīga par šādu šķīdumu testēšanu.

4.4. *Stroncija hlorīda šķīdums*

Izšķīdina 75 g stroncija hlorīda ($SrCl_2.6H_2O$) sālsskābes šķīdumā (4.2.) un uzpilda līdz 500 ml ar to pašu skābes šķīdumu.

5. **Iekārta**

Spektrometrs, pielāgots atomu absorbcijai, ar magnija lampu, kas iestādīta uz 285,2 nm.

Gaisa – acetilēna liesma.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 8.1 un 8.3. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. Ja mēslošanas līdzeklī ir deklarēts magnija (Mg) saturs virs 6 % (t. i., 10 % MgO), ņem 25 ml (V_1) ekstrakcijas šķīduma (6.). Pārnes kvan-

▼B

titatīvi 100 ml mērkolbā, uzpilda tilpumu ar ūdeni un samaisa. Atšķaidījuma koeficients ir $D_1 = 100/V_1$

7.2. Ar pipeti paņem 10 ml ekstrakcijas šķīduma (6.) vai šķīduma (7.1.). Pārnes 200 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un samaisa. Atšķaidījuma koeficients ir 200/10.

7.3. Atšķaida šo šķīdumu (7.2.) ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.), lai iegūtu koncentrāciju spektrometra (5.1.) optimālajā mērīšanas diapazonā. V2 ir parauga tilpums, kas ņemts no līdz 100 mililitriem atšķaidītā šķīduma. Atšķaidījuma koeficients ir $D_2 = 100/V_2$

Beigu šķīdumam ir jāsatur 10 % V/V stroncija hlorīda šķīduma (4.4.).

7.4. *Tukšā šķīduma pagatavošana*

Gatavo tukšo šķīdumu, atkārtojot visu procedūru no ekstrakcijas (8.1. vai 8.3. metode), izņemot mēslošanas līdzekļa analizējamo paraugu.

7.5. *Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana*

Atšķaidot standartšķīdumu (4.3.) ar 0,5 mol/l sālsskābi, gatavo vismaz piecus augošas koncentrācijas kalibrēšanas šķīdumus iekārtas (5.1.) optimālajā mērīšanas diapazonā.

Šiem šķīdumiem ir jāsatur 10 % V/V stroncija hlorīda šķīduma (4.4.).

7.6. *Mērījumi*

Iestāda spektrometru (5.1.) uz 285,2 nm viļņu garumu.

Pēc kārtas iesmidzina kalibrēšanas šķīdumus (7.5.), parauga šķīdumu (7.3.) un tukšo šķīdumu (7.4.), izskalojot instrumentu ar nākamo mērāmo šķīdumu. Šo darbību atkārto trīs reizes. Zīmē kalibrēšanas līkni, atzīmējot vidējās kalibrēšanas šķīdumu (7.5.) ekstinkcijas uz ordinātu ass un attiecīgās magnija koncentrācijas µg/ml uz abscisu ass. No kalibrēšanas līknes nosaka magnija koncentrāciju paraugā (7.3.) X_s un tukšajā šķīdumā (7.4.) X_b.

8. **Rezultātu izteikšana**

Aprēķina magnija (Mg) vai magnija oksīda (MgO) daudzumu paraugā, izejot no kalibrēšanas šķīdumiem un ņemot vērā tukšo šķīdumu.

Magnija (Mg) procentuālais daudzums mēslošanas līdzekļi ir:

$$\text{Mg}\ (\%) = \frac{(X_s - X_b)\ D_1(200/10)\ D_2 500,100}{1000.1000\,\text{M}},$$

kur

X_s = no kalibrēšanas līknes nolasītā analizējamā šķīduma koncentrācija µg/ml.

X_b = no kalibrēšanas līknes nolasītā tukšā šķīduma koncentrācija µg/ml.

D_1 = atšķaidījuma koeficients, kad šķīdums ir atšķaidīts (7.1.).

— Tas ir 4, ja analīzei ņem 25 ml šķīduma.

— Tas ir 1, ja šķīdumu neatšķaida.

— D_2 = atšķaidījuma koeficients ir 7.3.

— M = analizējamā parauga masa ekstrakcijas laikā.

— MgO (%) = Mg (%)/0,6.

8.8. metode

Magnija kompleksometriska noteikšana

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru magnija noteikšanai mēslošanas līdzekļa ekstraktos.

▼B

2. **Pielietošanas joma**

Šo metodi pielieto šādiem EK mēslošanas līdzekļu ekstraktiem, kuriem prasa kopējā magnija un/vai ūdenī šķīstošā magnija noteikšanu:

— I pielikumā minētie mēslošanas līdzekļi: vienkāršie slāpekļa mēslošanas līdzekļi, 1b + 1c tips (kalcija magnija nitrāts), 7. tips (magnija sulfonitrāts), 8. tips (slāpekļa mēslošanas līdzekļi ar magniju) un vienkāršie kālija mēslošanas līdzekļi, 2. tips (bagātināts kainīts), 4. tips (kālija hlorīds, kas satur magniju), 6. tips (kālija sulfāts, kas satur magnija sāli),

— I.D pielikumā minētie mēslošanas līdzekļi, kas attiecas uz sekundārajām barības vielām.

3. **Princips**

Magniju izšķīdina pēc 8.1. un/vai 8.3. metodes. Pirmā titrēšana: ar *EDTA* Ca un Mg summu erihrommelnā T klātbūtnē. Otrā titrēšana: ar *EDTA* Ca kalceīna vai kalceīna vai kalkonkarbonskābes klātbūtnē. Magniju nosaka pēc starpības.

4. **Reaģenti**

4.1. *Magnija 0,05 mol/l standartšķīdums:*

4.1.1. Izšķīdina 1,232 gramus magnija sulfāta ($MgSO_4.7H_2O$) 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumā (4.11.) un uzpilda līdz 100 ml ar to pašu skābi

vai

4.1.2. Nosver 2,016 g magnija oksīda, kas iepriekš izkarsēts, lai atdalītu karbonātu zīmes. Ievieto vārglāzē ar 100 ml ūdens.

Maisot pievieno apmēram 120 ml aptuveni 1 mol/l sālsskābes (4.12.).

Pēc izšķīšanas kvantitatīvi pārnes 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu un samaisa.

Vienam mililitram šo šķīdumu ir jāsatur 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO).

Laboratorija atbild par standartšķīduma koncentrācijas pārbaudi.

4.2. *0,05 molārs EDTA šķīdums*

Nosver 18,61 g etilēndiamīntetraetiķskābes dinātrija sāls dihidrātu ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8.2H_2O$), ievieto 1 000 ml vārglāzē un izšķīdina 600 līdz 800 mililitros ūdens. Šķīdumu kvantitatīvi pārnes 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu un samaisa. Pārbauda šķīdumu ar standartšķīdumu (4.1.), ņemot 20 ml standartšķīduma un titrējot, kā aprakstīts analīzes gaitā (7.2.).

Vienam mililitram *EDTA* šķīduma jāatbilst 1,216 miligramiem Mg (= 2,016 mg MgO) un 2,004 miligramiem Ca (= 2,804 mg CaO) (skatīt 10.l. un 10.6. piezīmi).

4.3. *0,05 molārs kalcija standartšķīdums*

Nosver 5,004 g sausa kalcija karbonāta. Ievieto vārglāzē ar 100 ml ūdens. Pakāpeniski maisot, pievieno 120 mililitrus aptuveni 1 mol/l sālsskābes (4.12.).

Uzkarsē līdz viršanai, lai atdalītu oglekļa dioksīdu, atdzesē, kvantitatīvi pārnes viena litra mērkolbā, uzpilda tilpumu ar ūdeni un samaisa. Pārbauda šo šķīdumu pret *EDTA* šķīdumu (4.2.) pēc analīzes gaitas (7.3.). Vienam mililitram šā šķīduma jāsatur 2,004 miligrami kalcija (= 2,804 mg CaO) un jāatbilst vienam mililitram 0,05 molāra *EDTA* šķīduma (4.2.).

4.4. *Kalceīna indikators*

Piestā rūpīgi saberž vienu gramu kalceīna ar 100 gramiem nātrija hlorīda. Izmanto 10 miligramus šā maisījuma. Indikators mainās no zaļa uz oranžu. Titrēšana jāturpina, līdz iegūst oranžu krāsojumu bez zaļas nokrāsas.

4.5. *Kalkonkarbonskābes indikators*

Izšķīdina 400 mg kalkonkarbonskābes 100 mililitros metanola. Šo šķīdumu var uzglabāt tikai apmēram četras nedēļas. Lietot trīs šā

▼B

šķīduma pilienus. Indikators mainās no sarkana uz zilu. Titrēšana jāturpina, līdz iegūst zilu krāsojumu bez sarkanas nokrāsas.

4.6. *Eriohrommelnais T indikators*

Izšķīdina 300 mg eriohrommelnā T maisījumā, kas sastāv no 25 ml propanola-1 un 15 ml trietanolamīna. Šo šķīdumu var uzglabāt tikai apmēram četras nedēļas. Lietot trīs šā šķīduma pilienus. Šis indikators maina krāsu no sarkana uz zilu un titrēšana jāveic, līdz iegūst zilu krāsojumu bez sarkanas nokrāsas. Krāsu pāreja notiek tikai magnija klātbūtnē. Ja nepieciešams, pievieno vienu mililitru standartšķīduma (4.1.).

Kalcija un magnija klātbūtnē *EDTA* vispirms veido kompleksu ar kalciju un pēc tam ar magniju. Šādā gadījumā abus elementus nosaka vienlaicīgi.

4.7. *Kālija cianīda šķīdums*

KCN 2 % šķīdums ūdenī. (Nesūkt pipetē ar muti un skatīt 10.7. punktu).

4.8. *Kālija hidroksīda un kālija cianīda šķīdums*

Izšķīdina ūdenī 280 gramus KOH un 66 gramus KCN, uzpilda tilpumu līdz vienam litram un samaisa.

4.9. *pH 10,5 buferšķīdums*

500 ml mērkolbā izšķīdina 33 g amonija hlorīda 200 mililitros ūdens, pievieno 250 ml amonjaka šķīduma (d_{20} = 0,91 g/ml), uzpilda tilpumu ar ūdeni un samaisa. Periodiski pārbauda šķīduma pH.

4.10. Atšķaidīta sālsskābe: viens tilpums sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) plus viens tilpums ūdens.

4.11. Sālsskābes šķīdums, aptuveni 0,5 mol/l

4.12. Sālsskābes šķīdums, aptuveni 1 mol/l

4.13. Nātrija hidroksīda šķīdums, 5 mol/l

5. **Iekārta**

5.1. Magnētisks vai mehānisks maisītājs

5.2. pH metrs

6. **Kontrolanalīze**

Veic noteikšanu šķīdumu (4.1. un 4.3.) alikvotajās daļās, lai Ca/Mg attiecība būtu aptuveni vienāda ar attiecību analizējamā šķīdumā. Ņem (a) mililitrus Mg standartšķīduma (4.3.) un (b–a) mililitrus standartšķīduma (4.1.). (a) un (b) ir *EDTA* šķīduma mililitru daudzums, ko izlieto divās analizējamā šķīduma titrēšanās. Šī procedūra ir pareiza tikai tad, ja *EDTA*, kalcija un magnija šķīdumi ir precīzi ekvivalenti. Ja tas tā nav, tad ir jāveic korekcijas.

7. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

Skatīt 8.1 un 8.3. metodes.

8. **Noteikšana**

8.1. *Ņemtie alikvotie paraugi*

Alikvotajai daļai cik iespējams jāsatur starp 9 un 18 miligramiem magnija (= 15 līdz 30 miligramiem MgO).

8.2. *Titrēšana eriohrommelnā T klātbūtnē*

Ar pipeti ievada analizējamā šķīduma alikvoto daļu (8.1.) 400 ml vārglāzē. Neitralizē skābes pārākumu ar 5 mol/l nātrija hidroksīda šķīdumu (4.12.), pārbaudot ar pH metru. Atšķaida ar ūdeni līdz apmēram 100 mililitriem. Pievieno 5 ml buferšķīduma (4.9.). Nomērītajam pH ir jābūt 10,5 ± 0,1.Pievieno 2 ml kālija cianīda šķīduma (4.7.) un trīs pilienus eriohrommelnā T indikatora (4.6.). Titrē ar *EDTA* šķīdumu (4.2.). Maisa uzmanīgi ar maisītāju (5.1.) (skatīt 10.2., 10.3. un 10.4. punktu). "b" ir 0,05 mol/l *EDTA* šķīduma mililitru daudzums.

8.3. *Titrēšana kalceīna vai kalkonkarbonskābes šķīduma klātbūtnē*

Ar pipeti ņem analizējamā šķīduma alikvoto daļu, kas vienāda ar iepriekšējās titrēšanas daudzumu, un ievada 400 ml vārglāzē. Neitra-

▼B

lizē skābes pārākumu ar 5 mol/l nātrija hidroksīda šķīdumu (4.13.), pārbaudot ar pH metru. Atšķaida ar ūdeni līdz apmēram 100 mililitriem. Pievieno 10 mililitrus KOH/KCN šķīduma (4.8.) un indikatoru (4.4. vai 4.5.). Maisa uzmanīgi ar maisītāju (5.1.) un titrē ar *EDTA* šķīdumu (4.2.) (skatīt 10.2., 10.3. un 10.4. punktu). "a" ir 0,05 mol/l *EDTA* šķīduma mililitru daudzums.

9. **Rezultātu izteikšana**

EK mēslošanas līdzekļiem, kam pielietojama metode (5 g mēslošanas līdzekļa 500 mililitros ekstrakta), procentuālais saturs mēslošanas līdzeklī ir

$$\text{MgO (\%) mēslošanas līdzeklī} = \frac{(b - a) \times T}{M}$$

$$\text{MgO (\%) mēslošanas līdzeklī} = \frac{(b - a) \times T'}{M},$$

kur

a = mililitru daudzums 0,05 mol/l *EDTA* šķīduma, ko izlieto titrēšanai kalceīna vai kalkonkarbonskābes klātbūtnē,

b = mililitru daudzums 0,05 mol/l *EDTA* šķīduma, ko izlieto titrēšanai eriohrommelnā T klātbūtnē,

M = parauga masa ņemtajā alikvotajā daļā (gramos),

T = 0,2016 × mol/l *EDTA* šķīdumam/0,05 (sk. 4.2. punktu),

T′ = 0,1216 × mol/l *EDTA* šķīdumam/0,05 (sk. 4.2. punktu).

10. **Piezīmes**

10.1. Stehiometriskā *EDTA* — metāla attiecība kompleksometriskajās analīzēs vienmēr ir 1:1 neatkarīgi no metāla vērtības un no tā, ka *EDTA* ir četrvērtīga. Tādēļ *EDTA* titrēšanas šķīdumam un standartšķīdumiem ir jābūt molāriem, nevis normāliem.

10.2. Kompleksometrijas indikatori bieži ir jutīgi uz gaisu. Šķīdums titrēšanas laikā var zaudēt krāsu. Šādā gadījumā pievieno vienu vai divus pilienus indikatora. Tas jo īpaši attiecas uz erohrommelno un kalkonkarbonskābi.

10.3. Metāla-indikatora kompleksi bieži ir relatīvi stabili, un krāsas pārejai bieži ir vajadzīgs laiks. Pēdējie *EDTA* pilieni tādēļ ir jāpievieno lēnām, un ir jāpievieno piliens 0,05 mol/l magnija (4.1.) vai kalcija (4.3.) šķīduma, lai pārliecinātos, ka krāsu pāreja jau nav notikusi. Tas ir jo īpaši svarīgi attiecībā uz eriohrommelnā-magnija kompleksiem.

10.4. Indikatora krāsu pāreja ir jānovēro nevis vertikāli, bet horizontāli caur šķīdumu, un vārglāze jānovieto pret baltu fonu labā apgaismojumā. Indikatora pāreju var arī labi novērot, novietojot vārglāzi uz stikla, ko izgaismo no apakšas (25 vatu spuldzītes).

10.5. Lai izdarītu šo analīzi, vajadzīga zināma pieredze. Cita starpā, jānovēro arī standartšķīdumu (4.1.) un (4.3.) krāsu pārejas. Ieteicams, lai visas noteikšanas izdarītu viens un tas pats laboratorijas darbinieks.

10.6. Lietojot *EDTA* šķīdumu ar drošu titru (piemēram, *Titrisol*, *Normex*), tas var atvieglot standartšķīdumu (4.1., 4.2. un 4.3.) ekvivalences kontroli.

10.7. Šķīdumus, kas satur kālija cianīdu, nedrīkst liet izlietnē, kamēr cianīds nav pavērsts par nekaitīgu vielu, piemēram, oksidējot ar nātrija hipohlorītu pēc pasārminināšanas.

8.9. metode

Sulfātu noteikšana

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru sēra noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos sulfātu formā.

▼B

2. **Pielietošanas joma**

Šo metodi lieto sulfātu noteikšanai ekstrakcijās pēc 8.1., 8.2., 8.3. un 8.4. metodes.

3. **Princips**

Gravimetriska noteikšana bārija sulfāta formā.

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīta sālsskābe*

Viens tilpums sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) plus viens tilpums ūdens.

4.2. Bārija hlorīda šķīdums $BaCl_2.2H_2O$: 122 grami litrā

4.3. Sudraba nitrāta šķīdums: 5 grami litrā

5. **Iekārta**

5.1. Porcelāna tīģeļi

5.2. Karsta ūdens vanna

5.3. Termostats, iestādīts 105 (± 1) °C temperatūrā

5.4. Termostats, iestādīts 800 (± 50) °C temperatūrā

6. **Analīzes gaita**

6.1. *Paraugs*

Ar pipeti paņem alikvoto daļu no viena ekstrakcijas šķīduma, kas norādīts 2. punktā un satur 20 līdz 100 miligramu sēra vai 50 līdz 250 miligramu SO_3.

Ievada alikvoto daļu piemērota tilpuma vārglāzē. Pievieno 20 ml atšķaidītas sālsskābes (4.1.). Uzpilda apmēram līdz 300 mililitriem ar ūdeni.

6.2. *Izgulsnēšana*

Uzkarsē šķīdumu līdz viršanai. Pa pilienam pievieno apmēram 20 ml bārija hlorīda šķīduma (4.2.), šķīdumu enerģiski maisot. Vāra dažas minūtes.

Pārsegtu ar pulksteņstikliņu vārglāzi uz vienu stundu ievieto verdošā ūdens vannā (5.2.). Tad atstāj siltumā (apmēram 60 °C temperatūrā), līdz augšējais šķīdums ir dzidrs. Dekantē dzidro šķīdumu, lēni filtrējot caur bezpelnu filtru. Nogulsnes vairākas reizes skalo ar karstu ūdeni. Turpina skalot nogulsnes uz filtra, līdz filtrātā nav hlorīdu. To var pārbaudīt ar sudraba nitrāta šķīdumu (4.3.).

6.3. *Nogulšņu pārpelnošana un svēršana*

Ievieto filtrpapīru un nogulsnes porcelāna tīģelī (5.1.), kas iepriekš nosvērts ar 0,1 mg precizitāti. Žāvē termostatā (5.3.) un pārpelno apmēram 800 °C temperatūrā pusotru stundu (5.4.). Ļauj eksikatorā atdzist un nosver ar 0,1 mg precizitāti.

7. **Rezultātu izteikšana**

Viens miligrams bārija sulfāta atbilst 0,137 miligramiem S vai 0,343 miligramiem SO_3.

S procentuālais saturs mēslošanas līdzekļi ir šāds:

$$S\ (\%) = w \times 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3\ (\%) = S(\%) \times 2,5,$$

kur

w = bārija sulfāta nogulšņu masa, miligramos,

v_1 = ekstrakcijas šķīduma tilpums mililitros,

v_2 = alikvotās daļas tilpums mililitros,

m = analizējamā parauga masa gramos.

▼B

8.10. metode

Ekstrahētā nātrija noteikšana

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka procedūru nātrija noteikšanai mēslošanas līdzekļa ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo metodi izmanto EK mēslošanas līdzekļiem, kuriem I pielikumā paredzēts deklarēt nātriju.

3. **Princips**

Pēc tam, kad attiecīgi atšķaidīts ekstrakts, kas iegūts pēc 8.1. un/vai 8.3. metodes, nātrija saturu šķīdumā nosaka ar liesmas emisijas spektrometriju.

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīta sālsskābe*

Viens tilpums sālsskābes analīzei (d_{20} = 1,18 g/ml) plus viens tilpums ūdens.

4.2. Alumīnija nitrāts $Al(NO_3)_3.9H_2O$

4.3. Cēzija hlorīds CsCl

4.4. Bezūdens nātrija hlorīds NaCl

4.5. *Cēzija hlorīda un alumīnija nitrāta šķīdums*

Izšķīdina ūdenī 50 gramus cēzija hlorīda (4.3.) un 250 gramus alumīnija nitrāta (4.2.) 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un samaisa.

4.6. *Nātrija standartšķīdums 1 mg/ml Na*

Izšķīdina ūdenī 2,542 gramus nātrija hlorīda (4.4.) 1 000 ml mērkolbā. Pievieno 10 ml sālsskābes (4.1.). Uzpilda tilpumu ar ūdeni un samaisa.

5. **Iekārta**

Spektrometrs ar liesmas emisiju, iestādīts 589,3 nm.

6. **Kalibrēšanas šķīdumi**

6.1. Ievieto 10 ml standartšķīduma (4.6.) 250 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu un samaisa. Šķīduma koncentrācija: 40 µg/ml Na

6.2. Ievada 0, 5, 10, 15, 20 un 25 ml šķīduma (6.1.) 100 ml mērkolbās. Pievieno 10 ml šķīduma (4.5.). Uzpilda tilpumu un samaisa. Šķīdumu koncentrācija: 0, 2, 4, 6, 8, 10 µg/ml Na

7. **Mērāmo šķīdumu pagatavošana**

Atkarībā no paredzamā nātrija satura ekstrakcijas šķīdumā pēc 8.1. vai 8.3. metodes (pieci grami mēslošanas līdzekļa 500 mililitros) izdara atšķaidīšanu saskaņā ar šādu tabulu:

Na_2O (%)	Na (%)	Starpatšķaidījums		Galīgais atšķaidījums		Atšķaidījuma pakāpe
		Paraugs (ml) (v_2)	Atšķaidījums līdz ml (v_3)	Paraugs (ml) (v_4)	Atšķaidījums līdz 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

Uzpilda starpatšķaidījumu ar ūdeni. Galīgajam atšķaidījumam pievieno 100 ml mērkolbā desmit mililitrus šķīduma (4.5.).

▼B

Attiecībā uz analizējamā parauga daudzumu, kas ir viens grams, galīgā atšķaidījuma tilpumu (v_4) reizina ar pieci.

8. **Noteikšana**

Sagatavo spektrometru (5.1.) mērīšanai 589,3 nanometros. Instrumentu kalibrē, mērot kalibrēšanas šķīdumu (6.2.) starojuma intensitāti. Tad pieregulē instrumenta jutību uz visu skalu ar viskoncentrētāko kalibrēšanas šķīdumu. Tad mēra analizējamā parauga šķīduma (7.) starojuma intensitāti. Šo darbību atkārto trīs reizes.

9. **Rezultātu aprēķināšana**

Zīmē kalibrēšanas līkni, atzīmējot vidējo starojuma intensitāti katram kalibrēšanas šķīdumam uz ordinātu ass un atbilstošās koncentrācija µg/ml uz abscisu ass. No līknes nolasa nātrija koncentrāciju analizējamajā šķīdumā. Nātrija daudzumu aprēķina no standartšķīdumiem, ņemot vērā atšķaidījuma līmeņus. Rezultātu izsaka procentos no parauga masas.

Nātrija (Na) procentuālais saturs mēslošanas līdzeklī ir šāds

$$\text{Na } \% = \text{x.} \frac{v_3}{v_4} \frac{v_1}{v_2} \frac{10^{-2}}{\text{m}}$$

$$\text{Na}_2\text{O } (\%) = \text{Na } (\%) \times 1,348$$

kur

x = spektrometra ievadītā šķīduma koncentrācija µg/ml,

v_1 = ekstrakcijas šķīduma tilpums mililitros,

v_2 = alikvotais tilpums starpatšķaidījumā mililitros,

v_3 = starpatšķaidījuma tilpums mililitros,

v_4 = galīgā atšķaidījuma (līdz 100 ml) alikvotās daļas tilpums mililitros,

m = analizējamā parauga masa gramos.

9. metode

Mikroelementi 10 % vai mazākā koncentrācijā

9.1. metode

Kopējo mikroelementu ekstrakcija

1. **Darbības joma**

Ar šo metodi nosaka procedūru šādu mikroelementu ekstrakcijai: kopējais bors, kopējais kobalts, kopējais varš, kopējā dzelzs, kopējais mangāns, kopējais molibdēns un kopējais cinks. Mērķis ir neliels ekstrakciju skaits, lai cik iespējams vienā un tajā pašā ekstraktā noteiktu katra minētā mikroelementa kopējo saturu.

2. **Pielietošanas joma**

Šī procedūra attiecas uz EK mēslošanas līdzekļiem, uz kuriem attiecas I pielikuma E iedaļa un kuri satur vienu vai vairākus no šādiem mikroelementiem: bors, kobalts, varš, dzelzs, mangāns, molibdēns un cinks. Tā ir piemērojama katram mikroelementam, kura deklarētais saturs ir 10 % vai mazāks.

3. **Princips**

Izšķīdināšana verdošā atšķaidītā sālsskābē.

Piezīme

Ekstrakcija ir empīriska un nevar būt kvantitatīva atkarībā no produkta vai mēslošanas līdzekļa sastāvdaļām. Jo īpaši attiecībā uz dažiem mangāna oksīdiem ekstrahētais daudzums var būt būtiski mazāks nekā kopējais mangāna daudzums, ko satur produkts. Mēslošanas līdz-

▼B

ekļa ražotāji ir atbildīgi, lai deklarētais saturs tiešām atbilstu daudzumam, ko var ekstrahēt metodē noteiktajos apstākļos.

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, apmēram 6 mol/l*

Samaisa vienu tilpumu sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) ar vienu tilpumu ūdens.

4.2. Koncentrēts amonjaka šķīdums (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml)

5. **Iekārta**

Elektriskā plītiņa ar regulējamu temperatūru

Piezīme

Ja ekstraktā jānosaka bora saturs, nedrīkst lietot borsilikāta stikla traukus. Tā kā metode ietver vārīšanu, labāk izvēlēties teflona vai kvarca traukus. Ja stikla trauki mazgāti ar mazgāšanas līdzekli, kas satur borātus, tie rūpīgi jāizskalo.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Analizējamais paraugs*

Ņem mēslošanas līdzekļa daudzumu, kas sver 2 līdz 10 g atkarībā no deklarētā elementa satura produktā. Galīgā šķīduma iegūšanai izmanto šādu tabulu, lai tas pēc attiecīgas atšķaidīšanas iekļautos katras metodes mērīšanas diapazonā. Paraugi jāsver ar 1 mg precizitāti.

Deklarētais mikroelementa saturs mēslošanas līdzeklī (%)	< 0,01	0,01— < 5	≥ 5—10
Analizējamā parauga masa (g)	10	5	2
Elementa masa paraugā (g)	1	0,5—250	100—200
Ekstrakta tilpums V (ml)	250	500	500
Elementa koncentrācija ekstraktā (mg/l)	4	1—500	200—400

Paraugu ievieto 250 ml vārglāzē.

7.2. *Šķīduma pagatavošana*

Ja nepieciešams, paraugu samitrina ar nelielu daudzumu ūdens, uzmanīgi, nelielām porcijām pievieno 10 ml atšķaidītas sālsskābes (4.1.) uz vienu gramu mēslošanas līdzekļa, tad pievieno ūdeni līdz apmēram 50 ml. Vārglāzi nosedz ar pulksteņstikliņu un paraugu samaisa. Uzkarsē uz plītiņas līdz viršanai un vāra 30 minūtes. Dzesē, laiku pa laikam apmaisot. Kvantitatīvi pārnes 250 vai 500 ml mērkolbā (skatīt tabulu). Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa. Filtrē caur sausu filtru sausā traukā. Izlej pirmo porciju. Ekstraktam jābūt pilnīgi dzidram.

Vēlams, lai noteikšanu izdarītu nekavējoties dzidrā filtrāta alikvotajās daļās, citādi trauki jānoslēdz.

Piezīme

Ekstraktiem, kuros nosaka bora saturu ar koncentrētu amonjaka šķīdumu (4.2.) pieregulē pH starp 4 un 6.

8. **Noteikšana**

Katra mikroelementa noteikšanu izdara alikvotajās daļās, kas norādītas metodē katram atsevišķam mikroelementam.

Ja nepieciešams, organiskās helātus un kompleksus veidojošās vielas no ekstrakta alikvotās daļas atdala pēc 9.3. metodes. Nosakot ar atomu absorbcijas spektrometriju, šāda atdalīšana var nebūt nepieciešama.

▼B

9.2. metode

Ūdenī šķīstošo mikroelementu ekstrakcija

1. **Darbības joma**

Ar šo metodi nosaka procedūru šādu mikroelementu ūdenī šķīstošo formu ekstrahēšanai: bors, kobalts, varš, dzelzs, mangāns, molibdēns un cinks. Mērķis ir minimāls ekstrakciju skaits, lai cik iespējams vienā un tajā pašā ekstraktā noteiktu katra minētā mikroelementa saturu.

2. **Pielietošanas joma**

Šī procedūra attiecas uz EK mēslošanas līdzekļiem, uz kuriem attiecas I pielikums un kuri satur vienu vai vairākus no šādiem mikroelementiem: bors, kobalts, varš, dzelzs, mangāns, molibdēns un cinks. Tā ir piemērojama katram mikroelementam, kura deklarētais saturs ir 10 % vai mazāks.

3. **Princips**

Mikroelementus ekstrahē, kratot mēslošanas līdzekļus ūdenī 20 (± 2) ° C temperatūrā.

Piezīme

Ekstrakcija ir empīriska, un tā var būt un var nebūt kvantitatīva.

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, apmēram 6 mol/l*

Samaisa vienu tilpumu sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) ar vienu tilpumu ūdens.

5. **Iekārta**

5.1. Rotācijas kratītājs, apmēram 35 līdz 40 apgriezienu minūtē

5.2. pH metrs

Piezīme

Ja ekstraktā jānosaka bora saturs, nedrīkst lietot borsilikāta stikla traukus. Šādai ekstrakcijai vēlami teflona vai kvarca trauki. Ja stikla trauki mazgāti ar mazgāšanas līdzekli, kas satur borātus, tie rūpīgi jāizskalo.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Analizējamais paraugs*

Ņem mēslošanas līdzekļa daudzumu, kas sver 2 līdz 10 g atkarībā no deklarētā elementa satura produktā. Galīgā šķīduma iegūšanai izmanto šādu tabulu, lai tas pēc attiecīgas atšķaidīšanas iekļautos katras metodes mērīšanas diapazonā. Paraugi jāsver ar 1 mg precizitāti.

Deklarētais mikroelementa saturs mēslošanas līdzeklī (%)	< 0,01	0,01—< 5	≥ 5—10
Analizējamā parauga masa (g)	10	5	2
Elementa masa paraugā (g)	1	0,5—250	100—200
Ekstrakta tilpums V (ml)	250	500	500
Elementa koncentrācija ekstraktā (mg/l)	4	1—500	200—400

Paraugu ievieto 250 vai 500 ml kolbā (pēc tabulas).

7.2. *Šķīduma pagatavošana*

Pievieno apmēram 200 mililitrus ūdens 250 ml kolbā vai 400 mililitrus ūdens 500 ml kolbā.

▼B

Kolbu labi noslēdz. Krata enerģiski ar roku, lai paraugu disperģētu, tad ievieto kolbu kratītājā un krata 30 minūtes.

Uzpilda līdz tilpumam ar ūdeni un samaisa.

7.3. *Analizējamā šķīduma sagatavošana*

Nekavējoties filtrē tīrā, sausā kolbā. Kolbu noslēdz ar aizbāzni. Pēc filtrēšanas nekavējoties izdara noteikšanu.

P i e z ī m e

Ja filtrāts pakāpeniski kļūst duļķains, veic citu ekstrahēšanu saskaņā ar 7.1. un 7.2. punktu kolbā ar tilpumu Ve. Filtrē mērkolbā ar tilpumu W, kas iepriekš izžāvēta un kurā ielieti 5 ml atšķaidītas sālsskābes (4.1.). Filtrēšanu pārtrauc tieši tajā brīdī, kad sasniegta kalibrēšanas atzīme. Rūpīgi samaisa.

Šādos apstākļos V vērtība, izsakot rezultātus, ir

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Atšķaidījumi, izsakot rezultātus, ir atkarīgi no V vērtības.

8. **Noteikšana**

Katra mikroelementa noteikšanu izdara alikvotajās daļās, kas norādītas metodē par katru atsevišķu mikroelementu.

Ja nepieciešams, organiskās helātus un kompleksus veidojošās vielas no alikvotās daļas atdala pēc 9.3. metodes. Nosakot ar atomu absorbcijas spektrometriju, šāda atdalīšana var nebūt nepieciešama.

9.3. metode

Organisko savienojumu atdalīšana no mēslošanas līdzekļu ekstraktiem

1. **Darbības joma**

Ar šo metodi nosaka procedūru organisko savienojumu atdalīšanai no mēslošanas līdzekļu ekstraktiem.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto, lai analizētu mēslošanas līdzekļu ekstraktus, kas iegūti saskaņā ar 9.1. un 9.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt kopējos un/vai ūdenī šķīstošos elementus.

P i e z ī m e

Nelielu organisko vielu daudzumu klātbūtne parasti neietekmē noteikšanu ar atomu absorbcijas spektrometru.

3. **Princips**

Organiskos savienojumus ekstrakta alikvotajā daļā oksidē ar ūdeņraža peroksīdu.

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, apmēram 0,5 mol/l*

Samaisa 1 tilpumu sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) ar 20 tilpumiem ūdens.

4.2. Ūdeņraža peroksīda šķīdums (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), kas nesatur mikroelementus

5. **Iekārta**

Elektriskā plītiņa ar regulējamu temperatūru.

6. **Analīzes gaita**

Ņem 25 ml ekstrakta šķīduma, kas iegūts pēc 9.1. vai 9.2. metodes, un ievieto 100 ml vārglāzē. Ja izmanto 9.2. metodi, pievieno 5 ml atšķaidītas sālsskābes šķīduma (4.1.). Tad pievieno 5 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma (4.2.). Nosedz ar pulksteņstikliņu. Apmēram stundu ļauj oksidēties istabas temperatūrā, tad pakāpeniski uzsilda līdz viršanai un

▼B

pusstundu vāra. Ja nepieciešams, atdzisušam šķīdumam pievieno vēl 5 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma. Tad uzvāra, lai atdalītu ūdeņraža peroksīda pārākumu. Atdzesē un kvantitatīvi pārnes 50 ml mērkolbā un uzpilda tilpumu. Nepieciešamības gadījumā filtrē.

Ņemot alikvotās daļas un aprēķinot mikroelementa procentuālo saturu produktā, jāņem vērā atšķaidījums.

9.4. metode

Mikroelementu noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometru

(parastā procedūra)

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka parasto procedūru dažu mikroelementu satura noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju.

2. **Pielietošanas joma**

Šī procedūra izmantojama to mēslošanas līdzekļu ekstraktu analizēšanai pēc 9.1. un 9.2. metodes, par kuriem šīs regulas I.E pielikumā ir prasība deklarēt kopējos un/vai ūdenī šķīstošos elementus.

Šīs procedūras pielāgojumi dažādiem mikroelementiem ir detalizēti aprakstīti katram elementam specifiskās metodēs.

Piezīme

Parasti neliels organisko vielu daudzums neietekmē noteikšanu ar atomu absorbcijas spektrometriju.

3. **Princips**

Kad ekstrakts apstrādāts, samazinot vai atdalot traucējošās ķīmiskās vielas, ekstraktu atšķaida, lai tā koncentrācija būtu spektrometra optimālajā diapazonā ar viļņu garumu, kas atbilst katram nosakāmajam mikroelementam.

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, apmēram 6 mol/l*

Samaisa vienu tilpumu sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) ar vienu tilpumu ūdens.

4.2. *Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, apmēram 0,5 mol/l*

Samaisa 1 tilpumu sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) ar 20 tilpumiem ūdens.

4.3. *Lantāna sāls šķīdumi (10 g La litrā)*

Šo reaģentu izmanto kobalta, dzelzs, mangāna un cinka noteikšanai. To var pagatavot vai nu:

a) lantāna oksīdu izšķīdinot sālsskābē (4.1.). Ievieto 11,73 g lantāna oksīda (La_2O_3) 150 mililitros ūdens viena litra mērkolbā un pievieno 120 ml 6 mol/l sālsskābes (4.1.). Izšķīdina un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni un rūpīgi samaisa. Šis šķīdums ir apmēram 0,5 mol/l sālsskābes šķīdums;

b) vai ar lantāna hlorīda, sulfāta vai nitrāta šķīdumiem. Izšķīdina 26,7 g lantāna hlorīda heptahidrāta ($LaCl_3.7H_2O$) vai 31,2 g lantāna nitrāta heksahidrāta [$La(NO_3)_3.6H_2O$], vai lantāna sulfāta nonahidrāta [$La_2(SO_4)_3.9H_2O$] 150 mililitros ūdens un pievieno 85 ml 6 mol/l sālsskābes (4.1.). Izšķīdina un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni. Rūpīgi samaisa. Šis šķīdums ir apmēram 0,5 mol/l sālsskābes šķīdums.

4.4. *Kalibrēšanas šķīdumi*

Šo šķīdumu pagatavošanai skatīt katra atsevišķa mikroelementa noteikšanas metodi..

5. **Iekārta**

Atomu absorbcijas spektrometrs, kas emitē nosakāmajiem mikroelementiem raksturīgu starojumu.

▼B

Analizētājam ir jāievēro ražotāja instrukcijas un jāiepazīstas ar aparātu. Aparātam ir jāļauj izdarīt fona korekciju, lai to varētu lietot, kad vien nepieciešams (Co un Zn). Lietojamās gāzes ir gaiss un acetilēns.

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Nosakāmo mikroelementu ekstraktu šķīdumu pagatavošana*

Skatīt 9.1. un/vai 9.2. un, ja vajadzīgs, 9.3. metodi.

6.2. *Analizējamā šķīdumā apstrāde*

Atšķaida pēc 9.1., 9.2. vai 9.3. metodes ar ūdeni un/vai sālsskābi (4.1. vai 4.2.) iegūto ekstrakta alikvoto daļu, lai mērāmajā šķīdumā būtu nosakāmā elementa koncentrācija, kas iekļaujas kalibrēšanas diapazonā (7.2.), un sālsskābes koncentrācija vismaz 0,5 mol/l un ne lielāka par 2,5 mol/l. Lai veiktu šo darbību, var būt vajadzīga viena vai vairākas atšķaidīšanas.

Ņem ekstrakta galīgā atšķaidījuma alikvoto daļu, (a) ir tilpums mililitros, un ielej 100 ml mērkolbā. Nosakot kobalta, dzelzs, mangāna vai cinka saturu, pievieno 10 ml lantāna sāls šķīduma (4.3.). Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa. Tas ir galīgais šķīdums mērīšanai. D ir atšķaidījuma koeficients.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Tukšā šķīduma pagatavošana*

Gatavo tukšo šķīdumu, atkārtojot visu procedūru no ekstrakcijas stadijas, izņemot mēslošanas līdzekļa analizējamo paraugu.

7.2. *Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana*

No darba kalibrēšanas šķīdumiem, kas pagatavoti atbilstīgi katra mikroelementa metodei, sagatavo 100 ml mērkolbās vismaz piecu kalibrēšanas paraugu sēriju pieaugošā koncentrācijā spektrometra optimālajā mērīšanas diapazonā. Ja nepieciešams, pielāgo sālsskābes koncentrāciju, lai tā būtu cik iespējams tuva atšķaidītajam analizējamam paraugam (6.2.). Kobalta, dzelzs, mangāna un cinka noteikšanai pievieno 10 ml tā paša lantāna sāls šķīduma (4.3.), ko lieto 6.2. punktā. Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa.

7.3. *Noteikšana*

Sagatavo spektrometru (5.) noteikšanai un pieregulē metodē norādīto viļņu garumu katram atsevišķam mikroelementam.

Trīs reizes iesmidzina kalibrēšanas šķīdumus (7.2.), analizējamo šķīdumu (6.2.) un tukšo šķīdumu (7.1.), atzīmējot katru rezultātu un izskalojot instrumentu starp atsevišķām iesmidzināšanas reizēm.

Zīmē kalibrēšanas līkni, atzīmējot vidējos spektrometra nolasījumus katram kalibrēšanas šķīdumam (7.2.) uz ordinātu ass un atbilstošās elementa koncentrācijas μg/ml uz abscisu ass.

No šīs līknes nosaka attiecīgā mikroelementa koncentrācijas analizējamā šķīdumā x_s (6.2.) un tukšajā šķīdumā x_b (7.1.) μg/ml.

8. **Rezultātu izteikšana**

Mikroelementa (E) procentuālais daudzums mēslošanas līdzekļi ir

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ja lietota 9.3. metode:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kur

E ir noteiktais mikroelementa daudzums, izteikts kā procentuālais daudzums no mēslošanas līdzekļa;

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija μg/ml;

▼B

x_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija µg/ml;

V ir pēc 9.1. vai 9.2. metodes iegūtā ekstrakta tilpums ml;

D ir atšķaidījuma koeficients, kas atbilst atšķaidīšanai, kas izdarīta atbilstīgi 6.2. punktam;

M ir pēc 9.1. vai 9.2. metodes ņemtā analizējamā parauga masa g.

Atšķaidījuma koeficienta D aprēķināšana:

Ja (a1), (a2), (a3), …,(ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3), …, (vi) un (100) to atšķaidīšanām atbilstošie tilpumi, tad atšķaidījuma koeficients

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times .\times .\times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

9.5. metode

Bora spektrometriska noteikšana ar azometīnu-H mēslošanas līdzekļu ekstraktos

1. **Darbības joma**

Šī metode apraksta procedūru bora noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto, lai analizētu mēslošanas līdzekļu ekstraktus, kas iegūti saskaņā ar 9.1 un 9.2. metodi un uz ko attiecas prasība regulas I pielikumā deklarēt kopējo un/vai ūdenī šķīstošo boru.

3. **Princips**

Azometīna-H šķīdumā borātu joni veido dzeltenu kompleksu, kura koncentrāciju nosaka spektrometriski 410 nanometros. Traucējošos jonus maskē ar *EDTA*.

4. **Reaģenti**

4.1. *EDTA buferšķīdums*

500 ml mērkolbā, kas satur 300 ml ūdens ievieto

— 75 g amonija acetāta (NH_4OOCCH_3);

— 10 g etilēndiamīntetraetiķskābes dinātrija sāls (Na_2*EDTA*);

— 40 ml etiķskābes (CH_3COOH, d_{20} = 1,05 g/ml).

Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa. Šķīduma pH, ko pārbauda ar stikla elektrodu, jābūt 4,8 ± 0,1.

4.2. *Azometīna-H šķīdums*

Ievieto 200 ml mērkolbā

— 10 ml buferšķīduma (4.1.);

— 400 mg azometīna-H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$);

— 2 g askorbīnskābes ($C_6H_8O_6$);

— Uzpilda tilpumu un rūpīgi samaisa. Negatavot lielus šā reaģenta daudzumus, jo tas ir stabils tikai dažas dienas.

4.3. *Bora kalibrēšanas šķīdumi*

4.3.1. Bora standartšķīdums (100 µg/ml).

Izšķīdina 0,5719 g borskābes (H_2BO_3) ūdenī 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa. Pārlej plastmasas pudelē uzglabāšanai ledusskapī.

4.3.2. Bora darba šķīdums (10 µg/ml).

Ielej 50 ml standartšķīduma (4.3.1.) 500 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa.

▼B

5. **Iekārta**

Spektrometrs molekulārajai absorbcijai ar kivetēm, kuru optiskais ceļš ir 10 mm, un kas ieregulēts 410 nm viļņu garumā.

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Bora šķīduma pagatavošana*

Skatīt 9.1. un/vai 9.2. un, ja vajadzīgs, 9.3. metodi.

6.2. *Analizējamā šķīduma pagatavošana*

Atšķaida ekstrakta (6.1.) alikvoto daļu, lai iegūtu 7.2. punktā noteikto bora koncentrāciju. Var būt nepieciešamas divas secīgas atšķaidīšanas. D ir atšķaidījuma koeficients.

6.3. *Korekcijas šķīduma pagatavošana*

Ja analizējamais šķīdums (6.2.) ir krāsains, gatavo attiecīgu korekcijas šķīdumu, plastmasas pudelē ielejot 5 ml analizējamā šķīduma (6.2.), 5 ml RDTA buferšķīduma (4.1.) un 5 ml ūdens un rūpīgi samaisa.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Tukšā šķīduma pagatavošana*

Gatavo tukšo šķīdumu, atkārtojot visu procedūru no ekstrakcijas stadijas, izņemot mēslošanas līdzekļa analizējamo paraugu.

7.2. *Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana*

Pārnes 0, 5, 10, 15, 20 un 25 ml darba kalibrēšanas šķīduma (4.3.3.) uz 100 ml mērkolbu sēriju. Uzpilda līdz 100 ml ar ūdeni un rūpīgi samaisa. Šie šķīdumi satur starp 0 un 2,5 μg/ml bora.

7.3. *Krāsas attīstīšana*

Pārnes 5 ml kalibrēšanas šķīdumu (7.2.), analizējamos šķīdumus (6.2.) un tukšo šķīdumu (7.1.) uz plastmasas pudeļu sēriju. Pievieno 5 ml *EDTA* buferšķīduma (4.1.). Pievieno 5 ml azometīna-H šķīduma (4.2.).

Rūpīgi samaisa un ļauj krāsai attīstīties 2½ līdz trīs stundas tumšā vietā.

7.4. *Noteikšana*

Mēra ekstinkciju šķīdumiem, kas iegūti 7.3. punktā, un, ja vajadzīgs, korekcijas šķīdumam (6.3.) pret ūdeni 410 nm viļņu garumā. Pirms katra jauna nolasījuma kivetes izskalo ar ūdeni.

8. **Rezultātu izteikšana**

Zīmē kalibrēšanas līkni, atzīmējot kalibrēšanas šķīdumu (7.2.) koncentrāciju uz abscisu ass un no spektrometra (7.4.) nolasītās ekstinkcijas uz ordinātu ass.

No kalibrēšanas līknes nolasa bora koncentrāciju tukšajā analīzē (7.1.), bora koncentrāciju analizējamā šķīdumā (6.2.) un, ja analizējamais šķīdums ir krāsains, analizējamā šķīduma koriģēto koncentrāciju. Lai aprēķinātu pēdējo, atņem korekcijas šķīduma (6.3.) ekstinkciju no analizējamā šķīduma (6.2.) ekstinkcijas un nosaka analizējamā šķīduma koriģēto koncentrāciju. Atzīmē analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrāciju ar vai bez korekcijas, $X(x_s)$, un tukšā šķīduma koncentrāciju (x_b).

Bora procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ja lieto 9.3. metodi:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kur

B ir bora daudzums, izteikts kā procentuālais daudzums mēslošanas līdzeklī;

▼B

x_s ir koncentrācija (μg/ml) analizējamā šķīdumā (6.2.), ar vai bez korekcijas;

x_b ir koncentrācija (μg/ml) tukšajā šķīdumā (7.1.);

V ir ekstrakta tilpums ml, kas iegūts pēc 9.1. vai 9.2. metodes;

D ir atšķaidījuma koeficients, kas atbilst 6.2. punktā veiktajai atšķaidīšanai;

M ir pēc 9.1 vai 9.2. metodes ņemtā analizējamā parauga masa g.

Atšķaidījuma koeficienta D aprēķināšana: ja (a1) un (a2) ir secīgas alikvotās daļas un (v1) un (v2) attiecīgo atšķaidījumu tilpumi, tad atšķaidījuma koeficients D ir:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

9.6. metode

Kobalta noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju

1. **Darbības joma**

Šī metode apraksta procedūru kobalta noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto, lai analizētu mēslošanas līdzekļu paraugus, kas ekstrahēti saskaņā ar 9.1 un 9.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt kopējo un/vai ūdenī šķīstošo kobaltu.

3. **Princips**

Pēc attiecīgas apstrādes un ekstraktu atšķaidīšanas kobalta saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometriju.

4. **Reaģenti**

4.1. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 6 mol/l*

Skatīt 9.4. metodi (4.1.).

4.2. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 0,5 mol/l*

Skatīt 9.4 metodi (4.2.).

4.3. *Lantāna sāls šķīdumi (10 g La litrā)*

Skatīt 9.4 metodi (4.3.).

4.4. *Kobalta kalibrēšanas šķīdumi*

4.4.1. Kobalta standartšķīdums (1 000 μg/ml).

250 ml vārglāzē nosver ar 0,1 mg precizitāti 1 g kobalta, pievieno 25 ml 6 mol/l sālsskābes (4.1.) un karsē uz plītiņas, līdz kobalts pilnībā izšķīdis. Kad atdzisis, kvantitatīvi pārnes 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa.

4.4.2. Kobalta darba šķīdums (100 μg/ml).

Ielej 10 ml standartšķīduma (4.4.1.) 100 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa.

5. **Iekārta**

Atomu absorbcijas spektrometrs: Skatīt 9.4 (5.) metodi. Instrumentam jābūt apgādātam ar starojuma avotu, kas raksturīgs kobaltam (240,7 nm). Spektrometram vajadzīga iespēja veikt fona korekciju.

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Kobalta ekstrakta šķīdums*

Skatīt 9.1. un/vai 9.2. un, ja vajadzīgs, 9.3. metodi.

▼B

6.2. *Analizējamā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 9.4. (6.2.) metodi. Analizējamam šķīdumam jāsatur 10 % (V/V) lantāna sāls šķīduma (4.3.).

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Tukšā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 9.4. (7.1.) metodi. Tukšajam šķīdumam jāsatur 10 % (V/V) lantāna sāls šķīduma, ko lieto 6.2. punktā.

7.2. *Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana*

Skatīt 9.4. (7.2.) metodi.

Optimālajam noteikšanas diapazonam no 0 līdz 5 μg/ml kobalta, ievieto 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 ml darba šķīduma (4.4.2.) 100 ml mērkolbu sērijā. Ja nepieciešams, pieregulē sālsskābes koncentrāciju cik iespējams tuvu analizējamā šķīduma koncentrācijai. Katrā kolbā pievieno 10 ml lantāna sāls šķīduma, ko lieto 6.2. punktā. Uzpilda līdz 100 ml ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa. Šie šķīdumi satur attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 μg/ml kobalta.

7.3. *Noteikšana*

Skatīt 9.4. (7.3.) metodi. Sagatavo spektrometru (5.) mērīšanai 240,7 nm viļņu garumā.

8. **Rezultātu izteikšana**

Skatīt 9.4. (8.) metodi.

Kobalta procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka:

$$\text{Co } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ja lieto 9.3. metodi

$$\text{Co } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kur

Co ir kobalta daudzums, izteikts kā procentuālais daudzums mēslošanas līdzeklī;

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija μg/ml;

x_s ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija μg/ml;

V ir ekstrakta tilpums ml, kas iegūts pēc 9.1. vai 9.2. metodes;

D ir atšķaidījuma koeficients, kas atbilst 6.2. punktā veiktajai atšķaidīšanai;

M ir pēc 9.1. vai 9.2. metodes ņemtā analizējamā parauga masa g.

Atšķaidījuma koeficienta D aprēķināšana: ja (a1), (a2), (a3), …,(ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3), …, (vi) un (100) to atšķaidīšanām atbilstošie tilpumi ml, tad atšķaidījuma koeficients ir vienāds ar:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

9.7. metode

Vara noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju

1. **Darbības joma**

Šī metode apraksta procedūru vara noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

▼B

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto, lai analizētu mēslošanas līdzekļu ekstraktus, kas iegūti saskaņā ar 9.1. un 9.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt kopējo un/vai ūdenī šķīstošo varu.

3. **Princips**

Pēc attiecīgas apstrādes un ekstraktu atšķaidīšanas vara saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometriju.

4. **Reaģenti**

4.1. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 6 mol/l*

Skatīt 9.4. (4.1.) metodi.

4.2. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 0,5 mol/l*

Skatīt 9.4. (4.2.) metodi.

4.3. Ūdeņraža peroksīda šķīdums (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), kas nesatur mikroelementus

4.4. *Vara kalibrēšanas šķīdumi*

4.4.1. Vara standartšķīdums (1 000 μg/ml)

250 ml vārglāzē nosver ar 0,1 mg precizitāti 1 g vara, pievieno 25 ml 6 mol/l sālsskābes (4.1.) un 5 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma (4.3.) un karsē uz plītiņas, līdz varš pilnībā izšķīdis. Kvantitatīvi pārnes 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa.

4.4.2. Vara darba šķīdums (100 μg/ml)

Ielej 20 ml standartšķīduma (4.4.1.) 200 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa.

5. **Iekārta**

Atomu absorbcijas spektrometrs: Skatīt 9.4. (5.) metodi. Instrumentam jābūt apgādātam ar starojuma avotu, kas raksturīgs varam (324,8 nm).

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Vara ekstrakta šķīdums*

Skatīt 9.1. un/vai 9.2. un, ja vajadzīgs, 9.3. metodi.

6.2. *Analizējamā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 9.4. (6.2.) metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Tukšā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 9.4. (7.1.) metodi.

7.2. *Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana*

Skatīt 9.4. (7.2.) metodi.

Optimālajam noteikšanas diapazonam no 0 līdz 5 μg/ml vara, ievieto 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 ml darba šķīduma (4.4.2.) 100 ml mērkolbu sērijā. Ja nepieciešams, pieregulē sālsskābes koncentrāciju cik iespējams tuvu analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācijai. Uzpilda līdz 100 ml ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa. Šie šķīdumi satur attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 μg/ml vara.

7.3. *Noteikšana*

Skatīt 9.4. (7.3.) metodi. Sagatavo spektrometru (5.) mērīšanai 324,8 nm viļņu garumā.

8. **Rezultātu izteikšana**

Skatīt 9.4. (8.) metodi.

Vara procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka:

$$Cu\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

▼B

Ja lieto 9.3. metodi:

$$Cu\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kur

Cu ir vara daudzums, izteikts kā procentuālais daudzums mēslošanas līdzeklī;

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija μg/ml;

x_s ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija μg/ml;

V ir ekstrakta tilpums ml, kas iegūts pēc 9.1. vai 9.2. metodes;

D ir atšķaidījuma koeficients, kas atbilst 6.2. punktā veiktajai atšķaidīšanai;

M ir pēc 9.1. vai 9.2. metodes ņemtā analizējamā parauga masa g.

Atšķaidījuma koeficienta D aprēķināšana: ja (a1), (a2), (a3), …,.(ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3), …, (vi) un (100) to atšķaidīšanām atbilstošie tilpumi, tad atšķaidījuma koeficients ir

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a4) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

9.8. metode

Dzelzs noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju

1. **Darbības joma**

Šī metode apraksta procedūru dzelzs noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto, lai analizētu mēslošanas līdzekļu ekstraktus, kas iegūti saskaņā ar 9.1. un 9.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt kopējo un/vai ūdenī šķīstošo dzelzi.

3. **Princips**

Pēc attiecīgas apstrādes un ekstraktu atšķaidīšanas dzelzs saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometriju.

4. **Reaģenti**

4.1. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 6 mol/l*

Skatīt 9.4. (4.1.) metodi.

4.2. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 0,5 mol/l*

Skatīt 9.4. (4.2.) metodi.

4.3. Ūdeņraža peroksīda šķīdums (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), kas nesatur mikroelementus

4.4. *Lantāna sāls šķīdumi (10 g La litrā)*

Skatīt 9.4. (4.3.) metodi.

4.5. *Dzelzs kalibrēšanas šķīdumi*

4.5.1. Dzelzs standartšķīdums (1 000 μg/ml)

500 ml vārglāzē ar 0,1 mg precizitāti nosver 1 g dzelzs stieples, pievieno 200 ml 6 mol/l sālsskābes (4.1.) un 15 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma (4.3.) Karsē uz plītiņas, līdz dzelzs pilnībā izšķīdusi. Kad atdzisis, kvantitatīvi pārnes 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa.

4.5.2. Dzelzs darba šķīdums (100 μg/ml)

Ielej 20 ml standartšķīduma (4.5.1.) 200 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa.

▼B

5. **Iekārta**

Atomu absorbcijas spektrometrs: skatīt 9.4. (5.) metodi. Instrumentam jābūt apgādātam ar starojuma avotu, kas raksturīgs dzelzij (248,3 nm).

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Dzelzs ekstrakta šķīdums*

Skatīt 9.1. un/vai 9.2. un, ja vajadzīgs, 9.3. metodi.

6.2. *Analizējamā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 9.4. (6.2.) metodi. Analizējamam šķīdumam jāsatur 10 % (v/v) lantāna sāls šķīduma.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Tukšā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 9.4. (7.1.) metodi. Analizējamam šķīdumam jāsatur 10 % (v/v) lantāna sāls šķīduma, ko lieto 6.2. punktā.

7.2. *Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana*

Skatīt 9.4. (7.2.) metodi.

Optimālajam noteikšanas diapazonam no 0 līdz 10 μg/ml dzelzs, ievieto 0, 2, 4, 6, 8 un 10 ml darba šķīduma (4.5.2.) 100 ml mērkolbu sērijā. Ja nepieciešams, pieregulē sālsskābes koncentrāciju cik iespējams tuvu analizējamā šķīduma koncentrācijai. Pievieno 10 ml lantāna sāls šķīduma, ko lieto 6.2. punktā. Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa. Šie šķīdumi satur attiecīgi 0, 2, 4, 6, 8 un 10 μg/ml dzelzs.

7.3. *Noteikšana*

Skatīt 9.4. (7.3.) metodi. Sagatavo spektrometru (5.) mērīšanai 248,3 nm viļņu garumā.

8. **Rezultātu izteikšana**

Skatīt 9.4. (8.) metodi.

Dzelzs procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka:

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ja lieto 9.3. metodi:

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kur

Fe ir dzelzs daudzums, izteikts kā procentuālais daudzums mēslošanas līdzeklī;

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija μg/ml;

x_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija μg/ml;

V ir ekstrakta tilpums ml, kas iegūts pēc 9.1. vai 9.2. metodes;

D ir atšķaidījuma koeficients, kas atbilst 6.2. punktā veiktajai atšķaidīšanai;

M ir pēc 9.1. vai 9.2. metodes ņemtā analizējamā parauga masa g.

Atšķaidījuma koeficienta D aprēķināšana: ja (a1), (a2), (a3), …,(ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3), …, (vi) un (100) to atšķaidīšanām atbilstošie tilpumi, tad atšķaidījuma koeficients

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

9.9. metode

Mangāna noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju

1. **Darbības joma**

Šī metode apraksta procedūru mangāna noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto, lai analizētu mēslošanas līdzekļu paraugus, kas ekstrahēti saskaņā ar 9.1. un 9.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt kopējo un/vai ūdenī šķīstošo mangānu.

3. **Princips**

Pēc attiecīgas apstrādes un ekstraktu atšķaidīšanas mangāna saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometriju.

4. **Reaģenti**

4.1. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 6 mol/l*

Skatīt 9.4. (4.1.) metodi.

4.2. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 0,5 mol/l*

Skatīt 9.4. (4.2.) metodi.

4.3. *Lantāna sāls šķīdumi (10 g La litrā)*

Skatīt 9.4. (4.3.) metodi.

4.4. *Mangāna kalibrēšanas šķīdumi*

4.4.1. Mangāna standartšķīdums (1 000 μg/ml)

250 ml vārglāzē nosver ar 0,1 mg precizitāti 1 g mangāna, pievieno 25 ml 6 mol/l sālsskābes (4.1.). Karsē uz plītiņas, līdz mangāns pilnībā izšķīdis. Pēc atdzišanas kvantitatīvi pārnes 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa.

4.4.2. Mangāna darba šķīdums (100 μg/ml)

Atšķaida 20 ml standartšķīduma (4.4.1.) ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) 200 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa.

5. **Iekārta**

Atomu absorbcijas spektrometrs: skatīt 9.4. (5.) metodi. Instrumentam jābūt apgādātam ar starojuma avotu, kas raksturīgs mangānam (279,6 nm).

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Mangāna ekstrakta šķīdums*

Skatīt 9.1. un/vai 9.2. un, ja vajadzīgs, 9.3. metodi.

6.2. *Analizējamā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 9.4. (6.2.) metodi. Analizējamam šķīdumam jāsatur 10 % (v/v) lantāna sāls šķīduma (4.3.).

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Tukšā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 9.4. (7.1.) metodi. Analizējamam šķīdumam jāsatur 10 tilpuma % (V/V) lantāna sāls šķīduma, ko lieto saskaņā ar 6.2. punktu.

7.2. *Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana*

Skatīt 9.4. (7.2.) metodi.

Optimālajam noteikšanas diapazonam no 0 līdz 5 μg/ml mangāna ievieto attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 ml darba šķīduma (4.4.2.) 100 ml mērkolbu sērijā. Ja nepieciešams, pieregulē sālsskābes koncentrāciju cik iespējams tuvu analizējamā šķīduma koncentrācijai. Katrā kolbā pievieno 10 ml lantāna sāls šķīduma, ko lieto saskaņā ar 6.2.

▼B

punktu. Uzpilda līdz 100 ml ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa. Šie šķīdumi satur attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 μg/ml mangāna.

7.3. *Noteikšana*

Skatīt 9.4. (7.3.) metodi. Sagatavo spektrometru (5.) mērīšanai 279,6 nm viļņu garumā.

8. **Rezultātu izteikšana**

Skatīt 9.4. (8.) metodi.

Mangāna procentuālais saturs mēslošanas līdzekļi ir šāds:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ja lieto 9.3. metodi:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kur

Mn ir mangāna daudzums, izteikts kā procentuālais daudzums mēslošanas līdzeklī;

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija μg/ml;

x_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija μg/ml;

V ir ekstrakta tilpums ml, kas iegūts pēc 9.1. vai 9.2. metodes;

D ir atšķaidījuma koeficients, kas atbilst 6.2. punktā izdarītajai atšķaidīšanai;

M ir pēc 9.1. vai 9.2. metodes ņemtā analizējamā parauga masa g.

Atšķaidījuma koeficienta D aprēķināšana: ja (a1), (a2), (a3), …,(ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3), …, (vi) un (100) to atšķaidīšanām atbilstošie tilpumi, tad atšķaidījuma koeficients

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

9.10. metode

Molibdēna noteikšana mēslošanas līdzekļa ekstraktos spektrometriski ar amonija tiocianāta kompleksu

1. **Darbības joma**

Šī metode apraksta procedūru molibdēna noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto, lai analizētu mēslošanas līdzekļu ekstraktus, kas iegūti saskaņā ar 9.1 un 9.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt kopējo un/vai ūdenī šķīstošo molibdēnu.

3. **Princips**

Molibdēns(V) skābā vidē ar SCN^- joniem veido kompleksu $[MoO(SCN)_5]^-$.

Kompleksu ekstrahē ar n-butilacetātu. Traucējošie, piemēram, dzelzs joni paliek ūdens fāzē. Dzeltenīgi oranžā kompleksa koncentrāciju nosaka spektrometriski 470 nanometros.

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, apmēram 6 mol/l*

Skatīt 9.4. (4.1.) metodi.

▼B

4.2. *Vara šķīdums (70 mg/l) 1,5 mol/l sālsskābē*

Izšķīdina 275 mg vara sulfāta ($CuSO_4.5H_2O$), ko nosver ar 0,1 mg precizitāti, 250 mililitros 6 mol/l sālsskābes šķīduma (4.1.) 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa.

4.3. *Askorbīnskābes šķīdums (50 g/l)*

Izšķīdina 50 g askorbīnskābes ($C_6H_8O_6$) ūdenī 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni, rūpīgi samaisa un uzglabā ledusskapī.

4.4. n-butilacetāts

4.5. *Amonija tiocianāta šķīdums, 0,2 mol/l*

Izšķīdina 15,224 g NH_4SCN ūdenī 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni; rūpīgi samaisa un uzglabā pudelē no tumša stikla.

4.6. *Alvas (II) hlorīda šķīdums (50 g/l) 2 mol/l sālsskābē*

Šim šķīdumam ir jābūt nevainojami dzidram un gatavotam tieši pirms lietošanas. Ir jālieto ļoti tīrs alvas (II) hlorīds, citādi šķīdums nebūs dzidrs.

Lai pagatavotu 100 ml šķīduma, izšķīdina 5 g $SnCl_2.H_2O$ 35 mililitros 6 mol/l HCl šķīduma (4.1.). Pievieno 10 ml vara šķīduma (4.2.). Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa.

4.7. *Molibdēna kalibrēšanas šķīdumi*

4.7.1. Molibdēna standartšķīdums (500 μg/ml)

Izšķīdina 0,920 g amonija molibdāta [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$], ko nosver ar 0,1 mg precizitāti, 6 mol/l sālsskābes šķīdumā (4.1.) 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar to pašu šķīdumu un rūpīgi samaisa.

4.7.2. Molibdēna starpatšķaidījums (25 μg/ml)

Ielej 25 ml standartšķīduma (4.7.1.) 500 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar 6 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.1.) un rūpīgi samaisa.

4.7.3. Molibdēna darba šķīdums (2,5 μg/ml)

Ielej 10 ml starpatšķaidījuma (4.7.2.) 100 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar 6 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.1.) un rūpīgi samaisa.

5. **Iekārta**

5.1. Spektrometrs molekulārajai absorbcijai ar kivetēm, kuru optiskais ceļš ir 20 mm, un kas ieregulēts 470 nm viļņu garumā.

5.2. 200 vai 250 ml dalāmpiltuves

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Molibdēna ekstrakta šķīdums*

Skatīt 9.1. un/vai 9.2. un, ja vajadzīgs, 9.3. metodi.

6.2. *Analizējamā šķīduma pagatavošana*

Atšķaida ekstrakta (6.1.) alikvoto daļu ar 6 mol/l sālsskābes šķīduma (4.1.), lai iegūt attiecīgo molibdēna koncentrāciju. D ir atšķaidījuma koeficients.

Ņem no ekstrakta, kas satur 1 līdz 12 μg molibdēna, alikvoto daļu (a) un ielej dalāmpiltuvē (5.2.). Uzpilda tilpumu līdz 50 ml ar 6 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.1.).

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Tukšā šķīduma pagatavošana*

Gatavo tukšo šķīdumu, atkārtojot visu procedūru no ekstrakcijas stadijas, izņemot tikai mēslošanas līdzekļa analizējamo paraugu.

7.2. *Kalibrēšanas šķīdumu sērijas pagatavošana*

Gatavo vismaz sešu kalibrēšanas šķīdumu sēriju pieaugošā koncentrāciju secībā, kas atbilst optimālajam spektrometra mērīšanas diapazonam.

▼B

Molibdēna intervālam 0—12,5 μg ielej attiecīgi 0, 1, 2, 3, 4 un 5 ml darba šķīduma (4.7.3.) dalāmpiltuvēs (5.2.). Uzpilda līdz 50 ml ar 6 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.1.). Piltuves satur attiecīgi 0, 2,5, 5, 7, 5, 10 un 12,5 μg molibdēna.

7.3. *Kompleksa attīstīšana un atdalīšana*

Katrai dalāmpiltuvei (6.2., 7.1. un 7.2.) šādā secībā pievieno:

— 10 ml vara šķīduma (4.2.),

— 20 ml askorbīnskābes šķīduma (4.3.),

rūpīgi samaisa un pagaida divas trīs minūtes. Tad pievieno:

— 10 ml n-butilacetāta (4.4.), ar precīzu pipeti,

— 20 ml tiocianāta šķīduma (4.5.).

Krata vienu minūti, lai ekstrahētu kompleksu organiskajā fāzē; ļauj nostādināties; pēc divu fāžu atdalīšanās, nolej visu ūdens fāzi. Tad skalo organisko fāzi ar:

— 10 ml alvas(II) hlorīda šķīduma (4.6.).

Krata vienu minūti. Ļauj nostādināties un nolej visu ūdens fāzi. Savāc organisko fāzi mēģenē; tas ļauj savākt suspendētos ūdens pilienus.

7.4. *Noteikšana*

Mēra šķīdumu (7.3.) ekstinkcijas 470 nm viļņu garumā pret 0 μg/ml molibdēna kalibrēšanas šķīdumu (7.2.)

8. **Rezultātu izteikšana**

Zīmē kalibrēšanas līkni, atzīmējot attiecīgās molibdēna masas kalibrēšanas šķīdumos (7.2.) μg uz abscisu ass un attiecīgās ar spektrometru nolasītās ekstinkcijas (7.4.) vērtības uz ordinātu ass.

No šīs līknes nosaka molibdēna masu analizējamā šķīdumā (6.2.) un tukšajā šķīdumā (7.1.). Šīs masas attiecīgi apzīmē ar x_s un x_b.

Molibdēna procentuālais saturs mēslošanas līdzeklī ir:

$$\text{Mo}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V/a \times D]/(M \times 10^4)$$

Ja lieto 9.3. metodi:

$$\text{Mo}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kur

Mo ir molibdēna daudzums, izteikts kā procentuālais daudzums mēslošanas līdzeklī;

a ir alikvotās daļas tilpums no pēdējā atšķaidījuma (6.2.) ml;

x_s ir Mo masa analizējamā šķīdumā (6.2.), μg;

x_b ir Mo masa μg tukšajā šķīdumā (7.1.), kura tilpums atbilst analizējamā šķīduma (6.2.) alikvotās daļas tilpumam a;

V ir ekstrakta šķīduma tilpums ml kas iegūts pēc 9.1. vai 9.2. metodes;

D ir koeficients, kas atbilst 6.2. punktā veiktajai atšķaidīšanai;

M ir pēc 9.1. vai 9.2. metodes ņemtā analizējamā parauga masa g.

Atšķaidījuma koeficienta D aprēķināšana: ja (a1) un (a2) ir secīgas alikvotās daļas un (v1) un (v2) attiecīgo atšķaidījumu tilpumi, tad atšķaidījuma koeficients

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

▼B

9.11. metode

Cinka noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju

1. **Darbības joma**

Šī metode apraksta procedūru cinka noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto, lai analizētu mēslošanas līdzekļu ekstraktus, kas iegūti saskaņā ar 9.1. un 9.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs Regulas I.E pielikumā deklarēt kopējo un/vai ūdenī šķīstošo cinku.

3. **Princips**

Pēc attiecīgas apstrādes un ekstraktu atšķaidīšanas cinka saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometriju.

4. **Reaģenti**

4.1. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 6 mol/l*

Skatīt 9.4. (4.1.) metodi.

4.2. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 0,5 mol/l*

Skatīt 9.4. (4.2.) metodi.

4.3. *Lantāna sāls šķīdumi (10 g La litrā)*

Skatīt 9.4. (4.3.) metodi.

4.4. *Cinka kalibrēšanas šķīdumi*

4.4.1. Cinka standartšķīdums (1 000 μg/ml)

1 000 ml mērkolbā 1 g cinka pulvera vai pārslu, ko nosver ar 0,1 mg precizitāti, izšķīdina 25 mililitros 6 mol/l sālsskābes (4.1.). Pēc pilnīgas izšķīšanas uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa.

4.4.2. Cinka darba šķīdums (100 μg/ml)

Atšķaida 20 ml standartšķīduma (4.4.1.) ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) 200 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa.

5. **Iekārta**

Atomu absorbcijas spektrometrs: skatīt 9.4. (5.) metodi. Instrumentam jābūt apgādātam ar starojuma avotu, kas raksturīgs cinkam (213,8 nm), un jābūt iespējamam veikt fona korekciju.

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Cinka ekstrakta šķīdums*

Skatīt 9.1. un/vai 9.2. un, ja vajadzīgs, 9.3. metodi.

6.2. *Analizējamā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 9.4. (6.2.) metodi. Analizējamam šķīdumam jāsatur 10 tilpuma % lantāna sāls šķīduma (4.3.).

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Tukšā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 9.4. (7.1.) metodi. Analizējamam šķīdumam jāsatur 10 tilpuma % lantāna sāls šķīduma, ko lieto saskaņā ar 6.2. punktu.

7.2. *Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana*

Skatīt 9.4. (7.2.) metodi.

Optimālajam noteikšanas diapazonam no 0 līdz 5 μg/ml cinka, ievieto attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 ml darba šķīduma (4.4.2.) 100 ml mērkolbu sērijā. Ja nepieciešams, pieregulē sālsskābes koncentrāciju cik iespējams tuvu analizējamā šķīduma koncentrācijai. Katrā kolbā pievieno 10 ml lantāna sāls šķīduma, ko lieto 6.2. punktā. Uzpilda

▼B

līdz 100 ml ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa. Šie šķīdumi satur attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 μg/ml cinka.

7.3. *Noteikšana*

Skatīt 9.4. (7.3.) metodi. Sagatavo spektrometru (5.) mērīšanai 213,8 nm viļņu garumā.

8. **Rezultātu izteikšana**

Skatīt 9.4. (8.) metodi.

Cinka procentuālais saturs mēslošanas līdzeklī ir šāds:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ja lieto 9.3. metodi:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kur

Zn ir cinka daudzums, izteikts kā procentuālais daudzums mēslošanas līdzeklī;

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija μg/ml;

x_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija μg/ml;

V ir ekstrakta tilpums ml, kas iegūts pēc 9.1. vai 9.2. metodes;

D ir atšķaidījuma koeficients, kas atbilst 6.2. punktā veiktajai atšķaidīšanai;

M ir pēc 9.1. vai 9.2. metodes ņemtā analizējamā parauga masa g.

Atšķaidījuma koeficienta D aprēķināšana: ja (a1), (a2), (a3), …,(ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3), …, (vi) un (100) to atšķaidīšanām atbilstošie tilpumi, tad atšķaidījuma koeficients

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

10. metode

Mikroelementi koncentrācijā, kas pārsniedz 10 %

10.1. metode

Kopējo mikroelementu ekstrakcija

1. **Darbības joma**

Ar šo metodi nosaka procedūru, lai ekstrahēt šādus mikroelementus: kopējo boru, kopējo kobaltu, kopējo varu, kopējo dzelzi, kopējo mangānu, kopējo molibdēnu un kopējo cinku. Mērķis ir neliels ekstrakciju skaits, lai cik iespējams vienā un tajā pašā ekstraktā noteiktu katra minētā mikroelementa kopējo saturu.

2. **Pielietošanas joma**

Šī procedūra attiecas uz EK mēslošanas līdzekļiem, uz kuriem attiecas I.E pielikums un kuri satur vienu vai vairākus no šādiem mikroelementiem: boru, kobaltu, varu, dzelzi, mangānu, molibdēnu un cinku. Tā ir piemērojama katram mikroelementam, kura deklarētais saturs ir lielāks par 10 %.

3. **Princips**

Izšķīdināšana verdošā atšķaidītā sālsskābē.

▼B

Piezīme

Ekstrakcija ir empīriska un nevar būt kvantitatīva atkarībā no produkta vai mēslošanas līdzekļa sastāvdaļām. It īpaši dažu mangāna oksīdu gadījumā ekstrahētais daudzums var būt būtiski mazāks nekā kopējais mangāna daudzums, ko satur produkts. Mēslošanas līdzekļa ražotāji ir atbildīgi, lai deklarētais saturs tiešām atbilstu daudzumam, ko var ekstrahēt metodē noteiktajos apstākļos.

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, apmēram 6 mol/l*

Samaisa vienu tilpumu sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) ar vienu tilpumu ūdens.

4.2. Koncentrēts amonjaka šķīdums (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml)

5. **Iekārta**

5.1. Elektriskā plītiņa ar regulējamu temperatūru

5.2. pH metrs

Piezīme

Ja ekstraktā jānosaka bora saturs, nelietot borsilikāta stikla traukus. Tā kā metode ietver vārīšanu, labāk izvēlēties teflona vai kvarca traukus. Izskalot rūpīgi stikla traukus, ja tie mazgāti ar mazgāšanas līdzekli, kas satur borātus.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Analizējamais paraugs*

Ņem mēslošanas līdzekļa daudzumu, kas sver 1 līdz 2 g atkarībā no deklarētā elementa satura produktā. Galīgā šķīduma iegūšanai izmanto šādu tabulu, lai tas pēc attiecīgas atšķaidīšanas iekļautos katras metodes mērīšanas diapazonā. Paraugi jāsver ar 1 mg precizitāti.

Deklarētais mikroelementa saturs mēslošanas līdzeklī (%)	> 10 < 25	≥ 25
Analizējamā parauga masa (g)	2	1
Elementa masa paraugā (g)	> 200 < 500	≥ 250
Ekstrakta tilpums V (ml)	500	500
Elementa koncentrācija ekstraktā (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Paraugu ievieto 250 ml vārglāzē.

7.2. *Šķīduma pagatavošana*

Ja nepieciešams, paraugu samitrina ar nelielu daudzumu ūdens, uzmanīgi, nelielām porcijām pievieno 10 ml atšķaidītas sālsskābes (4.1.) uz vienu gramu mēslošanas līdzekļa, tad pievieno apmēram 50 ml ūdens. Vārglāzi nosedz ar pulksteņstikliņu un samaisa. Uzkarsē uz plītiņas līdz viršanai un vāra 30 minūtes. Atdzesē, laiku pa laikam apmaisot. Kvantitatīvi pārnes 500 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa. Filtrē caur sausu filtru sausā traukā. Izlej pirmo porciju. Ekstraktam ir jābūt pilnīgi dzidram.

Vēlams, lai noteikšana tiktu izdarīta nekavējoties dzidrā filtrāta alikvotajās daļās, citādi trauki ir jānoslēdz.

Piezīme

Ekstraktiem, kuros nosaka bora saturu: pieregulēt pH starp 4 un 6 ar koncentrētu amonjaka šķīdumu (4.2.).

▼B

8. **Noteikšana**

Katra mikroelementa noteikšanu izdara alikvotajās daļās, kas norādītas metodē par katru atsevišķu mikroelementu.

10.5, 10.6, 10.7, 10.9 un 10.10. metodi nevar lietot, lai noteiktu elementus, kas ir helatētā vai kompleksētā formā. Šādos gadījumos pirms noteikšanas jālieto 10.3. metode.

Nosakot ar atomu absorbcijas spektrometriju (10.8. un 10.11. metode), šāda apstrāde var nebūt vajadzīga.

10.2. metode

Ūdenī šķīstošo mikroelementu ekstrakcija

1. **Darbības joma**

Ar šo metodi nosaka procedūru, lai ekstrahētu šādu mikroelementu ūdenī šķīstošās formas: boru, kobaltu, varu, dzelzi, mangānu, molibdēnu un cinku. Mērķis ir minimāls ekstrakciju skaits, lai cik iespējams vienā un tajā pašā ekstraktā noteiktu katra minētā mikroelementa saturu.

2. **Pielietošanas joma**

Šī procedūra attiecas uz EK mēslošanas līdzekļiem, uz kuriem attiecas šīs regulas I.E pielikums un kuri satur vienu vai vairākus no šādiem mikroelementiem: boru, kobaltu, varu, dzelzi, mangānu, molibdēnu un cinku. Tā ir piemērojama katram mikroelementam, kura deklarētais saturs ir lielāks par 10 %.

3. **Princips**

Mikroelementus ekstrahē, kratot mēslošanas līdzekļus ūdenī 20 (± 2) ° C temperatūrā.

Piezīme

Ekstrakcija ir empīriska, un tā var būt un var nebūt kvantitatīva.

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, apmēram 6 mol/l*

Samaisa vienu tilpumu sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) ar vienu tilpumu ūdens.

5. **Iekārta**

5.1. Rotācijas kratītājs, apmēram 35 līdz 40 apgriezienu minūtē

Piezīme

Ja ekstraktā jānosaka bora saturs, nelietot borsilikāta stikla traukus. Šādai ekstrakcijai vēlami teflona vai kvarca trauki. Izskalot rūpīgi stikla traukus, ja tie mazgāti ar mazgāšanas līdzekli, kas satur borātus.

6. **Parauga sagatavošana**

Skatīt 1. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Analizējamais paraugs*

Ņem mēslošanas līdzekļa daudzumu, kas sver 1 līdz 2 g atkarībā no deklarētā elementa satura produktā. Galīgā šķīduma iegūšanai izmanto šādu tabulu, lai tas pēc attiecīgas atšķaidīšanas iekļautos katras metodes mērīšanas diapazonā. Paraugi jāsver ar 1 mg precizitāti.

Deklarētais mikroelementa saturs mēslošanas līdzeklī (%)	> 10 < 25	≥ 25
Analizējamā parauga masa (g)	2	1
Elementa masa paraugā (g)	> 200 < 500	≥ 250
Ekstrakta tilpums V (ml)	500	500
Elementa koncentrācija ekstraktā (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

▼B

Paraugu ievieto 500 ml vārglāzē.

7.2. *Šķīduma pagatavošana*

Pievieno apmēram 400 ml ūdens.

Kolbu labi noslēdz. Krata enerģiski ar roku, lai paraugu disperģētu, tad ievieto kolbu kratītājā un krata 30 minūtes.

Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa.

7.3. *Analizējamā šķīduma pagatavošana*

Nekavējoties filtrē tīrā, sausā kolbā. Kolbu noslēdz ar aizbāzni. Pēc filtrēšanas nekavējoties izdara noteikšanu.

P i e z ī m e

Ja filtrāts pakāpeniski kļūst duļķains, veic citu ekstrahēšanu pēc 7.1. un 7.2. punkta kolbā ar tilpumu Ve. Filtrē mērkolbā ar tilpumu W, kas iepriekš izžāvēta un kurā ielieti 5 ml atšķaidītas sālsskābes (4.1.). Filtrēšanu pārtrauc tieši tajā brīdī, kad sasniegta kalibrēšanas atzīme. Rūpīgi samaisa.

Šādos apstākļos V vērtība, izsakot rezultātus, ir

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Atšķaidījumi, izsakot rezultātus, ir atkarīgi no V vērtības.

8. **Noteikšana**

Katra mikroelementa noteikšanu izdara alikvotajās daļās, kas norādītas metodē par katru atsevišķu mikroelementu.

10.5., 10.6., 10.7., 10.9. un 10.10. metodi nevar lietot, lai noteiktu elementus, kas ir helatētā vai kompleksētā formā. Šādos gadījumos pirms noteikšanas jālieto 10.3. metode.

Nosakot ar atomu absorbcijas spektrometriju (10.8. un 10.11. metode), šāda apstrāde var nebūt vajadzīga.

10.3. metode

Organisko savienojumu atdalīšana no mēslošanas līdzekļu ekstraktiem

1. **Darbības joma**

Ar šo metodi nosaka procedūru organisko savienojumu atdalīšanai no mēslošanas līdzekļu ekstraktiem.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto, lai analizētu mēslošanas līdzekļu ekstraktus, kas iegūti saskaņā ar 10.1. un 10.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt kopējos un/vai ūdenī šķīstošos elementus.

P i e z ī m e

Nelielu organisko vielu daudzumu klātbūtne parasti neietekmē noteikšanu ar atomu absorbcijas spektrometru.

3. **Princips**

Organiskos savienojumus ekstrakta alikvotajā daļā oksidē ar ūdeņraža peroksīdu.

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, apmēram 0,5 mol/l*

Samaisa 1 tilpumu sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) ar 20 tilpumiem ūdens.

4.2. Ūdeņraža peroksīda šķīdums (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), kas nesatur mikroelementus

▼B

5. **Iekārta**

Elektriskā plītiņa ar regulējamu temperatūru.

6. **Analīzes gaita**

Ņem 25 ml ekstrakta šķīduma, kas iegūts pēc 10.1. vai 10.2. metodes, un ievieto 100 ml vārglāzē. 10.2. metodes gadījumā pievieno 5 ml atšķaidītas sālsskābes šķīduma (4.1.). Tad pievieno 5 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma (4.2.). Nosedz ar pulksteņstikliņu. Ļauj oksidēties apmēram stundu istabas temperatūrā, tad pakāpeniski uzsilda līdz vīršanai un pusstundu vāra. Ja nepieciešams, atdzisušam šķīdumam pievieno vēl 5 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma. Tad uzvāra, lai atdalītu ūdeņraža peroksīda pārākumu. Atdzesē un kvantitatīvi pārnes 50 ml mērkolbā un uzpilda tilpumu. Nepieciešamības gadījumā filtrē.

Ņemot alikvotās daļas un aprēķinot mikroelementa procentuālo saturu produktā, ir jāņem vērā atšķaidījums.

10.4. metode

Mikroelementu noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometru

(vispārējā procedūra)

1. **Darbības joma**

Ar šo dokumentu nosaka vispārējo procedūru dzelzs un cinka līmeņu noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto, lai analizētu mēslošanas līdzekļu paraugus, kas ekstrahēti saskaņā ar 10.1. un 10.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt kopējo un/vai ūdenī šķīstošo dzelzi vai cinku.

Šīs procedūras pielāgošana dažādiem mikroelementiem ir detalizēti aprakstīta katram elementam specifiskās metodēs.

Piezīme

Parasti neliels organisko vielu daudzums neietekmē noteikšanu ar atomu absorbcijas spektrometriju.

3. **Princips**

Pēc ekstrakta apstrādes, ko izdara, lai samazinātu vai atdalītu traucējošās ķīmiskās vielas, ekstraktu atšķaida, lai tā koncentrācija būtu spektrometra optimālajā diapazonā viļņu garumā, kas atbilst nosakāmajam mikroelementam.

4. **Reaģenti**

4.1. *Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, apmēram 6 mol/l*

Samaisa vienu tilpumu sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) ar vienu tilpumu ūdens.

4.2. *Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, apmēram 0,5 mol/l*

Samaisa 1 tilpumu sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) ar 20 tilpumiem ūdens.

4.3. *Lantāna sāls šķīdumi (10 g La litrā)*

Šo reaģentu izmanto dzelzs un cinka noteikšanai. To var pagatavot vai nu:

a) lantāna oksīdu izšķīdinot sālsskābē (4.1.). Ievieto 11,73 g lantāna oksīda (La_2O_3) 150 mililitros ūdens viena litra mērkolbā un pievieno 120 ml 6 mol/l sālsskābes (4.1.). Izšķīdina un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni un rūpīgi samaisa. Šis šķīdums ir apmēram 0,5 mol/l sālsskābes šķīdums; vai

b) vai ar lantāna hlorīda, sulfāta vai nitrāta šķīdumiem. Izšķīdina 26,7 g lantāna hlorīda heptahidrāta ($LaCl_3.7H_2O$) vai 31,2 g lantāna nitrāta heksahidrāta [$La(NO_3)_3.6H_2O$], vai lantāna sulfāta nonahidrāta [$La_2(SO_4)_3.9H_2O$] 150 ml ūdens un pievieno 85 ml 6 mol/l

▼B

sālsskābes (4.1.). Izšķīdina un uzpilda līdz vienam litram ar ūdeni. Rūpīgi samaisa. Šis šķīdums ir apmēram 0,5 mol/l sālsskābes šķīdums.

4.4. *Kalibrēšanas šķīdumi*

Šo šķīdumu pagatavošanai skatīt katra atsevišķa mikroelementa noteikšanas metodi.

5. **Iekārta**

Atomu absorbcijas spektrometrs, kas emitē nosakāmajiem mikroelementiem raksturīgu starojumu.

Analizētājam ir jāievēro ražotāja instrukcijas un jāiepazīstas ar aparātu. Aparātam ir jāļauj izdarīt fona korekciju, lai to varētu lietot, kad vien nepieciešams (piemēram, Zn noteikšanai). Lietojamās gāzes ir gaiss un acetilēns.

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Nosakāmo mikroelementu ekstraktu šķīdumu pagatavošana*

Skatīt 10.1. un/vai 10.2. un, ja vajadzīgs, 10.3. metodi.

6.2. *Analizējamā šķīdumā apstrāde*

Atšķaida pēc 10.1., 10.2. vai 10.3. metodes ar ūdeni un/vai sālsskābi (4.1. vai 4.2.) iegūto ekstrakta alikvoto daļu, lai mērāmajā šķīdumā būtu nosakāmā elementa koncentrācija, kas iekļaujas kalibrēšanas diapazonā (7.2.), un sālsskābes koncentrācija vismaz 0,5 mol/l un ne lielāka par 2,5 mol/l. Lai veiktu šo darbību, var būt vajadzīga viena vai vairākas atšķaidīšanas.

Galīgo šķīdumu iegūst, ielejot atšķaidīta ekstrakta alikvoto daļu 100 ml mērkolbā. (a) ir alikvotās daļas tilpums ml. Pievieno 10 ml lantāna sāls šķīduma (4.3.). Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2) un rūpīgi samaisa. D ir atšķaidījuma koeficients.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Tukšā šķīduma pagatavošana*

Gatavo tukšo šķīdumu, atkārtojot visu procedūru no ekstrakcijas stadijas, izņemot tikai mēslošanas līdzekļa analizējamo paraugu.

7.2. *Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana*

No pēc metodes katram atsevišķam mikroelementam pagatavotajiem darba kalibrēšanas šķīdumiem sagatavo 100 ml mērkolbās vismaz piecu kalibrēšanas paraugu sēriju pieaugošā koncentrācijā spektrometra optimālajā mērīšanas diapazonā. Ja nepieciešams, pieregulē sālsskābes koncentrāciju, lai tā būtu cik iespējams tuva atšķaidītajam analizējamam paraugam (6.2.). Dzelzs vai cinka noteikšanai pievieno 10 ml tā paša lantāna sāls šķīduma (4.3.), ko lieto 6.2. punktā. Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa.

7.3. *Noteikšana*

Sagatavo spektrometru (5) noteikšanai un pieregulē metodē doto viļņu garumu atsevišķi nosakāmajam mikroelementam.

Trīs reizes iesmidzina kalibrēšanas šķīdumus (7.2.), analizējamo šķīdumu (6.2.) un tukšo šķīdumu (7.1.), atzīmējot katru rezultātu un izskalojot mērinstrumentu starp atsevišķām iesmidzināšanas reizēm.

Zīmē kalibrēšanas līkni, atzīmējot vidējos spektrometra nolasījumus katram kalibrēšanas šķīdumam (7.2.) uz ordinātu ass un atbilstošās elementa koncentrācijas μg/ml uz abscisu ass.

No šīs līknes nosaka attiecīgā mikroelementa koncentrācijas analizējamā šķīdumā x_s (6.2.) un tukšajā šķīdumā x_b (7.1.), μg/ml.

8. **Rezultātu izteikšana**

Mikroelementa (E) procentuālais daudzums mēslošanas līdzeklī ir:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

▼B

Ja lietota 10.3. metode:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kur

E ir noteiktais mikroelementa daudzums, izteikts kā procentuālais daudzums no mēslošanas līdzekļa;

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija μg/ml;

x_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija μg/ml;

V ir pēc 10.1. vai 10.2. metodes iegūtā ekstrakta tilpums ml;

D ir atšķaidījuma koeficients, kas atbilst 6.2. punktā veiktajai atšķaidīšanai;

M ir pēc 10.1. vai 10.2. metodes ņemtā analizējamā parauga masa g.

Atšķaidījuma koeficienta D aprēķināšana:

Ja (a1), (a2), (a3), …,.(ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3), …, (vi) un (100) to atšķaidīšanām atbilstošie tilpumi, tad atšķaidījuma koeficients:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a).$$

10.5. metode

Bora noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar acidimetrisku titrēšanu

1. **Darbības joma**

Šī metode nosaka procedūru bora satura noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto, lai analizētu mēslošanas līdzekļu ekstraktus, kas iegūti saskaņā ar 10.1. un 10.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt kopējo un/vai ūdenī šķīstošo boru.

3. **Princips**

Mannīta-bora komplekss veidojas šādā borāta reakcijā ar mannītu:

$$C_6H_8(OH)_6 + H_3BO_3C_6H_{15}O_8B + H_2O$$

Kompleksu titrē ar nātrija hidroksīda šķīdumu līdz pH 6,3.

4. **Reaģenti**

4.1. *Metilsarkanā indikatora šķīdums*

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) 50 mililitros etanola (95 % 100 ml mērkolbā). Uzpilda tilpumu līdz 100 ml ar ūdeni. Rūpīgi samaisa.

4.2. *Atšķaidīts sālsskābes šķīdums, apmēram 0,5 mol/l*

Sajauc 1 tilpumu sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) ar 20 tilpumiem ūdens.

4.3. *Nātrija hidroksīda šķīdums, apmēram 0,5 mol/l*

Nedrīkst saturēt oglekļa dioksīdu. Izšķīdina 20 g granulveida nātrija hidroksīda (NaOH) 1 l mērkolbā, kas satur apmēram 800 ml uzvārīta ūdens. Kad šķīdums atdzisis, uzpilda līdz 1 000 ml ar vārītu ūdeni un rūpīgi samaisa.

4.4. *Nātrija hidroksīda standartšķīdums, apmēram 0,025 mol/l*

Nedrīkst saturēt oglekļa dioksīdu. Atšķaida 0,5 mol/l nātrija hidroksīda šķīdumu (4.3.) 20 reizes ar vārītu ūdeni un rūpīgi samaisa. Vēlāk jānosaka šķīduma borekvivalences vērtība (skatīt 9. punktu).

▼B

4.5. *Bora kalibrēšanas šķīdums (100 μg/ml B)*

Izšķīdina 0,5719 g borskābes (H_2BO_3), kas nosvērta ar 0,1 mg precizitāti, ūdenī 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa. Pārlej plastmasas pudelē uzglabāšanai ledusskapī.

4.6. *D*-mannīta ($C_6H_{14}O_6$) pulveris

4.7. Nātrija hlorīds (NaCl)

5. **Iekārta**

5.1. pH metrs ar stikla elektrodu

5.2. Magnētiskais maisītājs

5.3. 400 ml vārglāze ar teflona spieķīti

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Bora šķīduma pagatavošana*

Skatīt 10.1. un/vai 10.2. un, ja vajadzīgs, 10.3. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Analīze*

Ievieto 400 ml vārglāzē (5.3.) ekstrakta (6.1.) alikvoto daļu (a), kas satur 2 līdz 4 mg bora. Pievieno 150 ml ūdens.

Pievieno vairākus pilienus metilsarkanā indikatora šķīduma (4.1.).

Ekstrahējot pēc 10.2. metodes, paskābina ar 0,5 mol/l sālsskābi (4.2.) līdz indikatora krāsas pārejas punktam, tad pievieno vēl 0,5 ml 0,5 mol/l sālsskābes (4.2.).

Pēc 3 g nātrija hlorīda (4.7.) pievienošanas, uzkarsē līdz viršanai, lai atdalītu oglekļa dioksīdu. Atdzesē. Novieto vārglāzi uz magnētiskā maisītāja (5.2.) un ievieto iepriekš kalibrētus pH metra elektrodus (5.1.).

Pieregulē pH precīzi līdz 6,3, vispirms ar 0,5 mol/l nātrija hidroksīda šķīdumu (4.3.), tad ar 0,025 mol/l šķīdumu (4.4.).

Pievieno 20 g *D*-mannīta (4.6.), pilnīgi izšķīdina un rūpīgi samaisa. Titrē ar 0,025 mol/l nātrija hidroksīda šķīdumu (4.4.) līdz pH 6,3 (vismaz 1 minūti šķīdumam jābūt stabilam). X_1 ir vajadzīgais tilpums.

8. **Tukšais šķīdums**

Gatavo tukšo šķīdumu, atkārtojot visu procedūru no šķīduma pagatavošanas stadijas, izņemot tikai mēslošanas līdzekli. X_0 ir vajadzīgais tilpums.

9. **Nātrija hidroksīda šķīduma (4.4.) borekvivalences vērtība**

Ar pipeti ievada 20 ml (2,0 mg B) kalibrēšanas šķīduma (4.5.) 400 ml vārglāzē un pievieno vairākus pilienus metilsarkanā indikatora šķīduma (4.1.). Pievieno 3 g nātrija hlorīda (4.7.) un sālsskābes šķīdumu (4.2.) līdz indikatora šķīduma (4.1.) krāsas pārejas punktam.

Uzpilda tilpumu līdz apmēram 150 mililitriem un pakāpeniski uzkarsē līdz viršanai, lai atdalītu oglekļa dioksīdu. Atdzesē. Novieto vārglāzi uz magnētiskā maisītāja (5.2.) un ievieto iepriekš kalibrētus pH metra elektrodus (5.1.). Pieregulē pH precīzi līdz 6,3, vispirms ar 0,5 mol/l nātrija hidroksīda šķīdumu (4.3.), tad ar 0,025 mol/l šķīdumu (4.4.).

Pievieno 20 g *D*-mannīta (4.6.), pilnīgi izšķīdina un rūpīgi samaisa. Titrē ar 0,025 mol/l nātrija hidroksīda šķīdumu (4.4.) līdz pH 6,3 (vismaz 1 minūti šķīdumam jābūt stabilam). V_1 ir vajadzīgais tilpums.

Līdzīgi gatavo tukšo šķīdumu, aizvietojot kalibrēšanas šķīdumu ar 20 ml ūdens. V_0 ir vajadzīgais tilpums.

Borekvivalences vērtība (F) pēc NaOH standartšķīduma (4.4.), mg/ml, ir šāda:

$$F\ (\text{in mg/ml}) = 2/(V_1 - V_0)$$

1 ml precīzi pagatavota 0,025mol/l nātrija hidroksīda šķīduma atbilst 0,27025 mg bora.

▼B

10. **Rezultātu izteikšana**

Bora procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka šādi:

$$B\ (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

kur:

B (%) ir bora procentuālais saturs mēslošanas līdzeklī;

X_1 ir 0,025 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma (4.4.) tilpums ml, ko patērē analizējamam šķīdumam;

X_0 0,025 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma (4.4.) tilpums ml, ko patērē tukšajam šķīdumam;

F ir borekvivalnces vērtība pēc 0,025 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma (4.4.), mg/ml;

V ir ekstrakta šķīduma tilpums, kas iegūts pēc 10.1. vai 10.2. metodes ml;

a ir alikvotās daļas (7.1.) tilpums, kas ņemts no ekstrakta šķīduma (6.1.) ml;

M ir pēc 10.1. vai 10.2. metodes ņemtā analizējamā parauga masa g.

10.6. metode

Kobalta noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos gravimetriski ar 1-nitrozo-2-naftolu

1. **Darbības joma**

Šis dokuments nosaka procedūru kobalta noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto mēslošanas līdzekļu ekstraktiem, kas iegūti saskaņā ar 10.1. un 10.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt kobalta saturu.

3. **Princips**

Kobalts (III) ar 1-nitrozo-2-naftolu veido sarkanas nogulsnes Co $(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$. Pēc ekstraktā esošā kobalta pārvēršanas par kobaltu (III), kobaltu etiķskābā vidē izgulsnē ar 1-nitrozo-2-naftolu. Pēc filtrēšanas nogulsnes mazgā un žāvē līdz nemainīgai masai un nosver kā $Co(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$.

4. **Reaģenti**

4.1. 30 % ūdeņraža peroksīda šķīdums (H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml)

4.2. *Nātrija hidroksīda šķīdums, apmēram 2 mol/l*

Izšķīdina 8 g granulveida nātrija hidroksīda 100 mililitros ūdens.

4.3. *Atšķaidīts sālsskābes šķīdums, aptuveni 6 mol/l*

Sajauc 1 tilpumu sālsskābes (d_{20} = 1,18 g/ml) ar 1 tilpumu ūdens.

4.4. 99,7 % etiķskābe (CH_3COOH, d_{20} = 1,05 g/ml)

4.5. *Etiķskābes šķīdums (1:2), aptuveni 6 mol/l*

Sajauc 1 tilpumu etiķskābes (4.4.) ar 2 tilpumiem ūdens.

4.6. 1-nitrozo-2-naftola šķīduma 100 mililitros etiķskābes (4.4.). Pievieno 100 ml remdena ūdens. Rūpīgi samaisa. Tūlīt filtrē. Iegūtais šķīdums tūlīt jāizlieto.

5. **Iekārta**

5.1. Filtrtīģelis P 16/ISO 4 793, porainība 4, 30 vai 50 ml tilpums

5.2. Termostats ar 130 (± 2) °C temperatūru

▼B

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Kobalta šķīduma pagatavošana*

Skatīt 10.1. un 10.2. metodi.

6.2. *Analizējamā šķīduma pagatavošana*

Ekstrakta alikvoto daļu, kas satur ne vairāk par 20 mg Co, ievieto 400 ml vārglāzē. Ja ekstrakts ir iegūts pēc 10.2. metodes, paskābina ar pieciem pilieniem sālsskābes (4.3.). Pievieno apmēram 10 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma (4.1.). Ļauj oksidētājam nesildot darboties 15 minūtes, tad uzpilda līdz apmēram 100 ml ar ūdeni. Nosedz vārglāzi ar pulksteņstikliņu. Uzkarsē šķīdumu līdz viršanas temperatūrai un vāra apmēram 10 minūtes. Atdzesē. Pasārmina pilienu pa pilienam ar nātrija hidroksīda šķīdumu (4.2.), līdz sāk izkrist melnas kobalta hidroksīda nogulsnes.

7. **Analīzes gaita**

Pievieno 10 ml etiķskābes (4.4.) un uzpilda šķīdumu ar ūdeni līdz apmēram 200 ml. Karsē līdz vārīšanai. Ar bireti vienmērīgi maisot pilienu pa pilienam pievieno 20 ml 1-nitrozo-2-naftola šķīduma (4.6.). Beigās maisa enerģiski, lai nogulsnes koagulētu.

Filtrē caur iepriekš nosvērtu filtrtīģeli (5.1.), cenšoties izvairīties no tīģeļa aizsišanas. Šā iemesla dēļ jācenšas, lai filtrēšanas laikā virs nogulsnēm būtu šķidrums.

Skalo vārglāzi ar atšķaidītu sālsskābi (4.5.), lai atdalītu visas nogulsnes, skalo nogulsnes uz filtra ar atšķaidītu etiķskābi (4.5.) un trīs reizes ar karstu ūdeni.

Žāvē termostatā (5.2.) 130 (± 2) °C temperatūrā līdz nemainīgai masai.

8. **Rezultātu izteikšana**

1 mg Co $(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$ nogulšņu atbilst 0,096381 mg Co.

Kobalta (Co) procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka:

$$\text{Co}\ (\%) = X \times 0,0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M},$$

kur

X ir nogulšņu masa mg;

V ir ekstrakta šķīduma tilpums, kas iegūts pēc 10.1. vai 10.2. metodes ml;

a ir alikvotās daļas tilpums no pēdējā atšķaidījuma ml;

D ir šīs alikvotās daļas atšķaidījuma koeficients;

M analizējamā parauga masa g.

10.7. metode

Vara titrimetriska noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos

1. **Darbības joma**

Šis dokuments nosaka procedūru vara noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto mēslošanas līdzekļu ekstraktiem, kas iegūti saskaņā ar 10.1. un 10.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt vara saturu.

3. **Princips**

Vara jonus skābā vidē reducē ar kālija jodīdu.

$$2Cu^{++} + 4I^- \rightarrow 2CuI + I_2$$

▼B

Izdalījušos jodu titrē ar nātrija tiosulfāta standartšķīdumu cietes indikatora klātbūtnē:

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

4. **Reaģenti**

4.1. Slāpekļskābe (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml)

4.2. Urīnviela [$(NH_2)_2$ C = 0]

4.3. *Amonija bifluorīda (NH_4HF_2) 10 % šķīdums, m/V*

Šo šķīdumu uzglabā plastmasas traukā.

4.4. *Amonija hidroksīda šķīdums (1 + 1)*

Sajauc vienu tilpumu amonjaka šķīduma (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) ar vienu tilpumu ūdens.

4.5. *Nātrija tiosulfāta standartšķīdums*

Izšķīdina 7,812 g nātrija tiosulfāta pentahidrāta ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) ūdenī 1 litra mērkolbā. Šis šķīdums ir jāgatavo, lai 1 ml = 2 mg Cu. Stabilizēšanai pievieno vairākus pilienus hloroforma. Šķīdums jāuzglabā stikla traukā tumšā vietā.

4.6. Kālija jodīds (KI)

4.7. *Kālija tiocianāta (KSCN) šķīdums (25 % m/V)*

Šo šķīdumu uzglabā plastmasas traukā.

4.8. *Cietes šķīdums (apmēram 0,5 %)*

Ievieto 2,5 g cietes 600 ml vārglāzē. Pievieno apmēram 500 ml ūdens. Maisot uzvāra. Atdzesē līdz istabas temperatūrai. Šķīdumam ir īss uzglabāšanas laiks. Uzglabāšanas laiku var paildzināt, pievienojot apmēram 10 mg dzīvsudraba jodīda.

5. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

Vara šķīduma pagatavošana

Skatīt 10.1. un 10.2. metodi.

6. **Analīzes gaita**

6.1. *Titrējamā šķīduma pagatavošana*

Ievieto alikvoto daļu šķīduma, kas satur ne mazāk par 20—40 mg Cu, 500 ml Erlenmeijera kolbā.

Atdala skābekļa pārākumu, uz īsu brīdi uzvārot. Uzpilda ar ūdeni līdz apmēram 100 ml tilpumam. Pievieno 5 ml slāpekļskābes (4.1.), uzkarsē līdz viršanai un vāra apmēram pusminūti.

Noņem Erlenmeijera kolbu no plītiņas, pievieno 3 g urīnvielas (4.2.) un vēl pusminūti pavāra.

Noņem no plītiņas un pievieno 200 ml auksta ūdens. Ja nepieciešams, atdzesē Erlenmeijera kolbas satur līdz istabas temperatūrai.

Pakāpeniski pievieno amonija hidroksīda šķīdumu (4.4.), līdz šķīdums kļūst zils, tad pievieno vēl 1 ml pārākumam.

Pievieno 50 ml amonija bifluorīda šķīduma (4.3.) un samaisa.

Pievieno 10 g kālija jodīda (4.6.) un izšķīdina.

6.2. *Šķīduma titrēšana*

Novieto Erlenmeijera kolbu uz magnētiskā maisītāja. Ievieto Erlenmeijera kolbā stienīti un iestāda vēlamo ātrumu.

Ar bireti pievieno nātrija tiosulfāta standartšķīdumu (4.5.), līdz brūnais joda krāsojums kļūst mazāk intensīvs.

Pievieno 10 ml cietes šķīduma (4.8.).

Turpina titrēt ar nātrija tiosulfāta šķīdumu (4.5.), līdz purpursarkanā krāsa gandrīz izzudusi.

▼B

Pievieno 20 ml kālija tiocianāta šķīduma (4.7.) un turpina titrēt, līdz violeti zilā krāsa pilnībā izzudusi.

Atzīmē izlietotā tiosulfāta šķīduma tilpumu.

7. **Rezultātu izteikšana**

1 ml nātrija tiosulfāta standartšķīduma (4.5.) atbilst 2 miligramiem Cu.

Vara procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka:

$$\text{Cu}\ (\%) = \text{X}\frac{\text{V}}{\text{a} \times \text{M} \times 5}$$

kur:

ir izlietotā nātrija tiosulfāta tilpums ml;

V ir ekstrakta šķīduma tilpums ml, kas iegūts pēc 10.1. vai 10.2. metodes;

a ir alikvotās daļas tilpums ml;

M ir pēc 10.1. vai 10.2. metodes apstrādāta analizējamā parauga masa g.

10.8. metode

Dzelzs noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju

1. **Darbības joma**

Šī metode apraksta procedūru dzelzs noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto, lai analizētu mēslošanas līdzekļu ekstraktus, kas iegūti saskaņā ar 10.1. un 10.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt kopējo un/vai ūdenī šķīstošo dzelzi.

3. **Princips**

Pēc attiecīgas apstrādes un ekstrakta atšķaidīšanas dzelzs saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometriju.

4. **Reaģenti**

4.1. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 6 mol/l*

Skatīt 10.4. (4.1.) metodi.

4.2. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 0,5 mol/l*

Skatīt 10.4. (4.2.) metodi.

4.3. Ūdeņraža peroksīda šķīdums (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), kas nesatur mikroelementus

4.4. *Lantāna sāls šķīdumi (10 g La litrā)*

Skatīt 10.4. (4.3.) metodi.

4.5. *Dzelzs kalibrēšanas šķīdums*

4.5.1. Dzelzs standartšķīdums (1 000 μg/ml)

500 ml vārglāzē ar 0,1 mg precizitāti nosver 1 g tīras dzelzs stieples, pievieno 200 ml 6 mol/l sālsskābes (4.1.) un 15 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma (4.3.). Karsē uz plītiņas, līdz dzelzs pilnībā izšķīdusi. Pēc atdzišanas kvantitatīvi pārnes 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa.

4.5.2. Dzelzs darba šķīdums (100 μg/ml)

Ielej 20 ml standartšķīduma (4.5.1.) 200 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa.

▼B

5. **Iekārta**

Atomu absorbcijas spektrometrs: skatīt 10.4. (5.) metodi. Instrumentam jābūt apgādātam ar starojuma avotu, kas raksturīgs dzelzij (248,3 nm).

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Dzelzs ekstrakta šķīdums*

Skatīt 10.1. un/vai 10.2. un, ja vajadzīgs, 10.3. metodi.

6.2. *Analizējamā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 10.4. (6.2). metodi. Analizējamam šķīdumam jāsatur 10 % (V/V) lantāna sāls šķīduma.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Tukšā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 10.4. (7.1). metodi. Analizējamam šķīdumam jāsatur 10 % (V/V) lantāna sāls šķīduma, ko lieto 6.2. punktā.

7.2. *Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana*

Skatīt 10.4. (7.2). metodi.

Optimālajam noteikšanas diapazonam no 0 līdz 10 μg/ml dzelzs, ievieto 0, 2, 4, 6, 8 un 10 ml darba šķīduma (4.5.2.) 100 ml mērkolbu sērijā. Ja nepieciešams, pieregulē sālsskābes koncentrāciju cik iespējams tuvu analizējamā šķīduma koncentrācijai. Pievieno 10 ml lantāna sāls šķīduma, ko lieto 6.2. punktā. Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa. Šie šķīdumi satur attiecīgi 0, 2, 4, 6, 8 un 10 μg/ml dzelzs.

7.3. *Noteikšana*

Skatīt 10.4. (7.3). metodi. Sagatavo spektrometru (5.) mērīšanai 248,3 nm viļņu garumā.

8. **Rezultātu izteikšana**

Skatīt 10.4. (8). metodi.

Dzelzs procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka šādi:

$$\mathrm{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ja lieto 10.3. metodi,

$$\mathrm{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kur

Fe ir dzelzs daudzums, izteikts kā procentuālais daudzums mēslošanas līdzeklī;

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija μg/ml;

x_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija μg/ml;

V ir ekstrakta tilpums ml, kas iegūts pēc 10.1. vai 10.2. metodes;

D ir koeficients atšķaidīšanai, ko izdara saskaņā ar 6.2. punktu;

M ir pēc 10.1. vai 10.2. metodes ņemtā analizējamā parauga masa g.

Atšķaidījuma koeficienta D aprēķināšana: ja (a1), (a2), (a3), …,.(ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3), …, (vi) un (100) to atšķaidīšanām atbilstošie tilpumi, tad atšķaidījuma koeficients

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a).$$

▼B

10.9. metode

Mangāna titrimetriska noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos

1. **Darbības joma**

Šī metode apraksta procedūru mangāna noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto mēslošanas līdzekļu ekstraktiem, kas iegūti saskaņā ar 10.1. un 10.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt mangāna saturu.

3. **Princips**

Ja ekstraktā ir hlorīda joni, tos atdala, ekstraktu vārot ar sērskābi. Mangānu oksidē ar nātrija bismutātu slāpekļskābā vidē. Iegūto permanganātu reducē ar dzelzs (II) sulfāta pārākumu. Pārākumu attitrē ar kālija permanganāta šķīdumu.

4. **Reaģenti**

4.1. Koncentrēta sērskābe (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. *Sērskābe, aptuveni 9 mol/l*

Uzmanīgi samaisa 1 tilpumu koncentrētas sērskābes (4.1.) ar 1 tilpumu ūdens.

4.3. *Slāpekļskābe, 6 mol/l*

Sajauc 3 tilpumus slāpekļskābes (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml) ar 4 tilpumiem ūdens.

4.4. *Slāpekļskābe, 0,3 mol/l*

Sajauc 1 tilpumu 6 mol/l slāpekļskābes ar 19 tilpumiem ūdens.

4.5. 85 % nātrija bismutāts ($NaBiO_3$).

4.6. Kizelgūrs

4.7. Ortofosforskābe, 15 mol/l (H_3PO_4, d_{20} = 1,71 g/ml)

4.8. *Dzelzs (II) sulfāta šķīdums, 0,15 mol/l*

Izšķīdina 41,6 g dzelzs(II) sulfāta heptahidrāta ($FeSO_4$.7HO) 1 l mērkolbā.

Pievieno 25 ml koncentrētas sērskābes (4.1.) un 25 ml fosforskābes (4.7). Uzpilda līdz 1 000 ml. Samaisa.

4.9. *Kālija permanganāta šķīdums, 0,020 mol/l*

Nosver 3,160 g kālija permanganāta ($KMnO_4$) ar 0,1 mg precizitāti. Izšķīdina un uzpilda līdz 1 000 ml ar ūdeni.

4.10. *Sudraba nitrāta šķīdums, 0,1 mol/l*

Izšķīdina ūdenī 1,7 g sudraba nitrāta ($AgNO_3$) un uzpilda līdz 100 ml.

5. **Iekārta**

5.1. Filtrtīģelis P16/ISO 4 793, porainība 4, 50 ml tilpums, pievienots pie 500 ml Bunzena kolbas.

5.2. Magnētiskais maisītājs

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Mangāna ekstrakta šķīdums*

Skatīt 10.1. un 10.2. metodi. Ja nav zināms, ka šķīdumā ir hlorīda joni, šķīdumu pārbauda ar vienu pilienu sudraba nitrāta šķīduma (4.10.).

6.2. Ja hlora jonu nav, alikvoto ekstrakta daļu, kas satur 10 līdz 20 mg mangāna, ievieto 400 ml augstas formas vārglāzē. Uzpilda tilpumu līdz apmēram 25 ml ietvaicējot vai pievienojot ūdeni. Pievieno 2 ml koncentrētas sērskābes (4.1.).

▼B

6.3. *Ja šķīdumā ir hlorīda joni, tie ir jāatdala šādā veidā:*

Alikvoto ekstrakta daļu, kas satur 10 līdz 20 mg mangāna, ievieto 400 ml augstas formas vārglāzē. Pievieno 5 ml 9 mol/l sērskābes (4.2.). Uzkarsē velkmē uz plītiņas un ļauj vārīties, līdz izdalās biezi balti dūmi. Turpina, līdz tilpums samazinās līdz apmēram 2 ml (plāns sīrupveida šķidruma slānis vārglāzes dibenā). Atdzesē līdz istabas temperatūrai.

Uzmanīgi pievieno 25 ml ūdens un vēlreiz pārbauda hlorīdu jonu klātbūtni ar vienu pilienu sudraba nitrāta šķīduma (4.10.). Ja hlorīdi joprojām ir šķīdumā, pēc 5 ml 9 mol/l sērskābes (4.2.) pievienošanas darbību atkārto.

7. **Analīzes gaita**

400 ml vārglāzē pie analizējamā šķīduma pievieno 25 ml 6 mol/l slāpekļskābes (4.3.) un 2,5 g nātrija bismutāta (4.5.). Enerģiski maisa trīs minūtes ar magnētisko maisītāju (5.2.).

Pievieno 50 ml 0,3 mol/l slāpekļskābes (4.4.) un atkal maisa. Filtrē vakuumā caur filtrtīģeli (5.1.), kura dibenā izklāts kizelgūrs (4.6.). Skalo filtrtīģeli vairākas reizes ar 0,3 mol/l slāpekļskābi (4.4.), līdz iegūst bezkrāsainu filtrātu.

Filtrātu un skalojamo šķīdumu pārnes 500 ml vārglāzē. Samaisa un pievieno 25 ml 0,15 mol/l dzelzs (II) sulfāta šķīduma (4.8.). Ja filtrāts pēc dzelzs (II) sulfāta pievienošanas kļūst dzeltens, pievieno 3 ml 15 mol/l ortofosforskābes (4.7.).

Dzelzs (II) sulfāta pārākumu titrē no biretes ar 0,02 mol/l kālija permanganāta šķīduma (4.9.), līdz šķīdums kļūst rozā un krāsa paliek stabila vienu minūti. Izdara tukšo analīzi tādos pašos apstākļos, izlaižot analizējamo paraugu.

P i e z ī m e

Oksidētais šķīdums nedrīkst nonākt saskarē ar gumiju.

8. **Rezultātu izteikšana**

1 ml 0,02 mol/l kālija permanganāta šķīduma atbilst 1,099 mg mangāna (Mn).

Mangāna procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka šādi:

$$\mathrm{Mn}\ (\%) = (x_b - x_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M},$$

kur

x_b ir permanganāta tilpums tukšajā analīzē ml;

x_s ir permanganāta tilpums analizējamā parauga titrēšanai ml;

V ir ekstrakta šķīduma tilpums ml, kas iegūts pēc 10.1. vai 10.2. metodes;

a ir ekstrakta alikvotās daļas tilpums ml;

M ir analizējamā parauga masa g.

10.10. metode

Molibdēna gravimetriska noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar 8-hidorksihinolīnu

1. **Darbības joma**

Šis dokuments apraksta procedūru molibdēna noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto pēc 10.1. un 10.2. metodes iegūto mēslošanas līdzekļu ekstraktiem, par kuriem šīs regulas I.E pielikumā ir prasība deklarēt molibdēna saturu.

3. **Princips**

Molibdēna saturu nosaka, izgulsnējot ar molibdēniloksinātu specifiskos apstākļos.

▼B

4. **Reaģenti**

4.1. *Sērskābes šķīdums, aptuveni 1 mol/l*

Uzmanīgi lej 55 ml sērskābes (H_2SO_4), d_{20} = 1,84 g/ml) 1 l mērkolbā, kurā ieliets 800 ml ūdens. Samaisa. Pēc atdzišanas uzpilda līdz vienam litram. Samaisa.

4.2. *Atšķaidīts amonjaka šķīdums (1:3)*

Samaisa vienu tilpumu amonjaka šķīduma (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) ar 3 tilpumiem ūdens.

4.3. *Atšķaidīts etiķskābes šķīdums (1:3)*

Samaisa vienu tilpumu koncentrētas etiķskābes (99,7 %, CH_3COOH, d_{20} = 1,049 g/ml) ar 3 tilpumiem ūdens.

4.4. *Etilēndiamīntetraetiķskābes (EDTA) dinātrija sāls*

Izšķīdina 5 g Na_2*EDTA* ūdenī 100 ml mērkolbā. Uzpilda līdz atzīmei un samaisa.

4.5. *Buferšķīdums*

100 ml mērkolbā izšķīdina ūdenī 15 ml koncentrētas etiķskābes un 30 g amonija acetāta. Uzpilda līdz 100 ml.

4.6. *7-hidroksihinolīna (oksīna) šķīdums*

100 ml mērkolbā 5 mililitros koncentrētas etiķskābes izšķīdina 3 g 8-hidroksihinolīna. Pievieno 80 ml ūdens. Pa pilienam pievieno amonjaka šķīdumu (4.2.), līdz šķīdums kļūst duļķains, tad pievieno etiķskābi (4.3.), līdz šķīdums atkal kļūst dzidrs.

Uzpilda ar ūdeni līdz 100 ml.

5. **Iekārta**

5.1. Filtrtīģelis P16/ISO 4 793, porainība 4, 30 ml tilpums

5.2. pH metrs ar stikla elektrodu

5.3. Termostats 130 līdz 135 °C temperatūrā

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. Molibdēna šķīduma pagatavošana. Sk. 10.1. un 10.2. metodi.

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Analizējamā šķīduma pagatavošana*

Vārglāzē ievieto alikvoto daļu, kas satur 25 līdz 100 mg Mo 250 ml. Uzpilda tilpumu līdz 50 ml ar ūdeni.

Pieregulē šķīduma pH 5, pievienojot pa pilienam sērskābes šķīdumu (4.1.). Pievieno 15 ml *EDTA* šķīduma (4.4.) un 5 ml buferšķīduma (4.5.). Uzpilda līdz apmēram 80 ml ar ūdeni.

7.2. *Nogulšņu iegūšana un skalošana*

Nogulšņu iegūšana

Šķīdumu mazliet uzkarsē. Nepārtraukti maisot, pievieno oksīna šķīdumu (4.6.). Turpina izgulsnēšanu, līdz vairs nenovēro nogulšņu veidošanos. Pievieno vēl reaģentu, līdz virsējais šķīdums kļūst mazliet dzeltens. Parasti pietiek ar 20 ml. Turpina nogulsnes viegli karsēt divas vai trīs minūtes.

Filtrēšana un skalošana

Filtrē caur filtrtīģeli (5.1.). Skalo vairākas reizes ar 20 ml karsta ūdens. Skalojamam ūdenim pakāpeniski jākļūst bezkrāsainam, kas norāda, ka tajā vairs nav oksīna.

7.3. *Nogulšņu svēršana*

Nogulsnes žāvē 130 līdz 135 °C temperatūrā līdz nemainīgai masai (vismaz vienu stundu).

Atdzesē eksikatorā un nosver.

▼B

8. **Rezultātu izteikšana**

1 mg molibdēna oksināta $MoO_2(C_9H_6ON)_2$ atbilst 0,2305 mg Mo.

Molibdēna procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka:

$$\text{Mo (\%)} = X \times 0,02305 \times \frac{V \times D}{a \times M},$$

kur

X ir molibdēna oksināta nogulšņu masa mg;

V ir ekstrakta šķīduma tilpums ml pēc 10.1. vai 10.2. metodes;

a ir alikvotās daļas tilpums no pēdējā atšķaidījuma ml;

D ir alikvotās daļas atšķaidījuma koeficients;

M ir analizējamā parauga masa g.

10.11. metode

Cinka noteikšana mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju

1. **Darbības joma**

Šī metode apraksta procedūru cinka noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. **Pielietošanas joma**

Šo procedūru izmanto mēslošanas līdzekļu ekstraktiem, kas iegūti saskaņā ar 10.1. un 10.2. metodi un uz ko attiecas prasība šīs regulas I.E pielikumā deklarēt cinka saturu.

3. **Princips**

Pēc attiecīgas apstrādes un ekstraktu atšķaidīšanas cinka saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometriju.

4. **Reaģenti**

4.1. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 6 mol/l*

Skatīt 10.4. (4.1.) metodi.

4.2. *Sālsskābes šķīdums, aptuveni 0,5 mol/l*

Skatīt 10.4. (4.2.) metodi.

4.3. *Lantāna sāls šķīdumi (10 g La litrā)*

Skatīt 10.4. (4.3.) metodi.

4.4. *Cinka kalibrēšanas šķīdumi*

4.4.1. Cinka standartšķīdums (1 000 μg/ml)

1 000 ml mērkolbā 1 g cinka pulvera vai pārslu, ko nosver ar 0,1 mg precizitāti, izšķīdina 25 mililitros 6 mol/l sālsskābes (4.1.). Pēc pilnīgas izšķīšanas uzpilda tilpumu ar ūdeni un rūpīgi samaisa.

4.4.2. Cinka darba šķīdums (100 μg/ml)

Atšķaida 20 ml standartšķīduma (4.4.1.) ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) 200 ml mērkolbā. Uzpilda tilpumu ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu un rūpīgi samaisa.

5. **Iekārta**

Atomu absorbcijas spektrometrs.

Skatīt 10.4. (5). metodi. Aparātam jābūt apgādātam ar starojuma avotu, kas raksturīgs cinkam (213,8 nm). Spektrometram vajadzīga iespējai veikt fona korekciju.

6. **Analizējamā šķīduma pagatavošana**

6.1. *Cinka ekstrakta šķīdums*

Skatīt 10.1. un/vai 10.2. metodi.

▼B

6.2. *Analizējamā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 10.4. (6.2.) metodi. Analizējamam šķīdumam jāsatur 10 tilpuma % lantāna sāls šķīduma (4.3.).

7. **Analīzes gaita**

7.1. *Tukšā šķīduma pagatavošana*

Skatīt 10.4. (7.1.) metodi. Tukšajam šķīdumam jāsatur 10 tilpuma % lantāna sāls šķīduma, ko lieto saskaņā ar 6.2. punktu.

7.2. *Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana*

Skatīt 10.4. (7.2.) metodi. Optimālajam noteikšanas diapazonam no 0 līdz 5 μg/ml cinka, ievieto attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 ml darba šķīduma (4.4.2.) 100 ml mērkolbu sērijā. Ja nepieciešams, pieregulē sālsskābes koncentrāciju cik iespējams tuvu analizējamā šķīduma koncentrācijai. Katrā mērkolbā pievieno 10 ml lantāna sāls šķīduma, ko lieto saskaņā ar 6.2. punktu. Uzpilda līdz 100 ml ar 0,5 mol/l sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi samaisa.

Šie šķīdumi satur attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 μg/ml cinka.

7.3. *Noteikšana*

Skatīt 10.4. (7.3.) metodi. Sagatavo spektrometru (5.) mērījumiem 213,8 nm viļņu garumā.

8. **Rezultātu izteikšana**

Skatīt 10.4. (8.) metodi.

Cinka procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka šādi:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Ja lietota 10.3. metode —

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kur

Zn ir cinka daudzums, izteikts kā procentuālais daudzums mēslošanas līdzeklī;

x_s ir analizējamā šķīduma koncentrācija μg/ml;

x_b ir tukšā šķīduma koncentrācija μg/ml;

V ir ekstrakta šķīduma tilpums ml, kas iegūts saskaņā ar 10.1. vai 10.2. metodi;

D ir koeficients, kas atbilst saskaņā ar 6.2. punktu izdarīto atšķaidīšanu;

M ir pēc 10.1. vai 10.2. metodes ņemtā analizējamā parauga masa g.

Atšķaidījuma koeficienta D aprēķināšana:

ja (a1), (a2), (a3), …, (ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3), …, (vi) un (100) to atšķaidījumiem atbilstošie tilpumi, tad atšķaidījuma koeficientu D iegūst šādi:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a).$$

▼B

V PIELIKUMS

A. **TO DOKUMENTU SARAKSTS, KAS JĀIEVĒRO RAŽOTĀJIEM VAI TO PĀRSTĀVJIEM, LAI APKOPOTU TEHNISKO DOKUMENTĀCIJU PAR JAUNU MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU TIPU, KURŠ JĀPIEVIENO ŠĪS REGULAS I PIELIKUMAM**

1. Norādījumi tehniskās dokumentācijas apkopošanai par mēslošanas līdzekļiem ar apzīmējumu "EK mēslošanas līdzeklis".

Eiropas Kopienu Oficiālais Vēstnesis, C 138, 20.5.1994., 4. lpp.

2. Komisijas Direktīva 91/155/EEK (1991. gada 5. marts), ar ko nosaka un izklāsta sīki izstrādātu kārtību, kādā izveidojama īpašas informācijas sistēma attiecībā uz bīstamiem preparātiem, īstenojot Direktīvas 88/379/EEK 10. pantu.

Eiropas Kopienu Oficiālais Vēstnesis, L 76/35, 22.3.1991., 35. lpp.

3. Komisijas Direktīva 93/112/EK (1993. gada 10. decembris), ar kuru groza Komisijas Direktīvu 91/155/EEK, ar ko nosaka un izklāsta sīki izstrādātu kārtību, kādā izveidojama īpašas informācijas sistēma attiecībā uz bīstamiem preparātiem, īstenojot Direktīvas 88/379/EEK 10. pantu.

Eiropas Kopienu Oficiālais Vēstnesis, L 314, 16.12.1993., 38. lpp.

B. **AKREDITĀCIJAS STANDARTI LABORATORIJĀM, KAS IR KOMPETENTAS SNIEGT VAJADZĪGOS PAKALPOJUMUS ATTIECĪBĀ UZ EK MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU ATBILSTĪBAS PĀRBAUDI ŠĪS REGULAS UN TĀS PIELIKUMU PRASĪBĀM**

1. Laboratoriju līmenī piemērojamais standarts —

EN *ISO/IEC* 17025, Testēšanas un kalibrēšanas laboratoriju kompetences vispārīgās prasības.

2. Akreditācijas iestāžu līmenī piemērojamais standarts —

EN 45003, Kalibrēšanas un testēšanas laboratoriju akreditēšanas sistēma, darbības un atzīšanas vispārīgās prasības.