Ta dokument je mišljen zgolj kot dokumentacijsko orodje in institucije za njegovo vsebino ne prevzemajo nobene odgovornosti

►B **UREDBA (ES) št. 2003/2003 EVROPSKEGA PARLAMENTA IN SVETA**

z dne 13. oktobra 2003

o gnojilih

(Besedilo velja za EGP)

(UL L 304, 21.11.2003, str. 1)

spremenjena z:

		Uradni list		
		št.	stran	datum
►M1	Uredba sveta 2004/885/ES z dne 26. aprila 2004	L 168	1	1.5.2004
►M2	Uredba Komisije (ES) št. 2076/2004 z dne 3. decembra 2004	L 359	25	4.12.2004
►M3	Uredba Sveta (ES) št. 1791/2006 z dne 20. novembra 2006	L 363	1	20.12.2006
►M4	Uredba Komisije (ES) št. 162/2007 z dne 19. februarja 2007	L 51	7	20.2.2007

popravljena z:

►C1 Popravek, UL L 267, 12.10.2007, str. 23 (2003/2003)

▼B

UREDBA (ES) št. 2003/2003 EVROPSKEGA PARLAMENTA IN SVETA

z dne 13. oktobra 2003

o gnojilih

(Besedilo velja za EGP)

EVROPSKI PARLAMENT IN SVET EVROPSKE UNIJE STA –

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske skupnosti in zlasti člena 95 Pogodbe,

ob upoštevanju predloga Komisije ([1]),

ob upoštevanju mnenja Ekonomsko-socialnega odbora ([2]),

v skladu s postopkom, določenim v členu 251 Pogodbe ([3]),

ob upoštevanju naslednjega:

(1) Direktiva Sveta 76/116/EGS z dne 18. decembra 1975 o približevanju zakonodaj držav članic v zvezi z gnojili ([4]), Direktiva Sveta 80/876/EGS z dne 15. julija 1980 o približevanju zakonodaj držav članic v zvezi z enojnimi gnojili iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika ([5]), Direktiva Komisije 87/94/EGS z dne 8. decembra 1986 o približevanju zakonodaj držav članic v zvezi s postopki nadzora značilnosti, omejitev in odpornosti proti eksploziji enojnih gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika ([6]) in Direktiva Komisije 77/535/EGS z dne 22. junija 1977 o približevanju zakonodaj držav članic v zvezi z metodami vzorčenja in analize gnojil ([7]) so bile večkrat bistveno spremenjene. Skladno s sporočilom Komisije Evropskemu parlamentu in Svetu „Enostavnejša zakonodaja za notranji trg“ (SLIM) in Program dejavnosti za enotni trg naj se zaradi jasnosti razveljavijo in nadomestijo z enotnim pravnim instrumentom.

(2) Določbe Skupnosti o gnojilih so po vsebini zelo tehnične. Zato je uredba najprimernejši pravni instrument, ker izdelovalcem neposredno nalaga natančne zahteve, ki se na enak način hkrati uporabljajo v celotni Skupnosti.

(3) V vseh državah članicah morajo umetna gnojila izkazovati nekatere tehnične lastnosti, določene z obveznimi določbami. Te določbe, ki natančno zadevajo sestavo in opredelitev tipov gnojil, označevanje teh tipov, njihovo identifikacijo in pakiranje, se razlikujejo od ene države članice do druge. Z neusklajenostjo ovirajo trgovino v Skupnosti in jih je zato treba uskladiti.

([1]) UL C 51 E, 26.2.2002, str. 1 in UL C 227 E, 24.9.2002, str. 503.
([2]) UL C 80, 3.4.2002, str 6.
([3]) Mnenje Evropskega parlamenta z dne 10. aprila 2002 (UL C 127 E, 29.5.2002, str. 160), Skupno stališče Sveta z dne 14. aprila 2003 (UL C 153 E, 1.7.2003, str. 56) in Sklep Evropskega parlamenta z dne 2. septembra 2003 (še ni objavljeno v Uradnem listu).
([4]) UL L 24, 30.1.1976, str. 21. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Direktivo 98/97/ES Evropskega parlamenta in Sveta (UL L 18, 23.1.1999, str. 60).
([5]) UL L 250, 23.9.1980, str. 7. Direktiva, kakor je bila spremenjena z Direktivo 97/63/ES Evropskega parlamenta in Sveta (UL L 335, 6.12.1997, str. 15).
([6]) UL L 38, 7.2.1987, str. 1. Direktiva, spremenjena z direktivo 88/126/EGS (UL L 63, 9.3.1988, str. 12).
([7]) UL L 213, 22.8.1977, str. 1. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Direktivo 95/8/ES (UL L 86, 20.4.1995, str. 41).

▼B

(4) Ker cilja predlaganih ukrepov, namreč zagotavljanje notranjega trga z gnojili, države članice ne morejo zadovoljivo dosegati, če ni splošnih tehničnih meril in ga je zato, zaradi obsega ukrepov, lažje dosegati na ravni Skupnosti, ta lahko sprejme ukrepe v skladu z načelom subsidiarnosti, določenim v členu 5 Pogodbe. Za doseganje navedenega cilja skladno z načelom sorazmernosti, določenim v navedenem členu, ta uredba ne posega dlje, kakor je potrebno.

(5) Na ravni Skupnosti je treba določiti označevanje, opredelitev in sestavo nekaterih gnojil (gnojila ES).

(6) Določiti je treba tudi pravila Skupnosti o identifikaciji, sledljivosti in označevanju gnojil ES ter o pakiranju.

(7) Na ravni Skupnosti je treba uvesti postopek, ki ga je treba upoštevati, kadar država članica meni, da je treba omejiti dajanje gnojil ES na trg.

(8) Za proizvodnjo gnojil veljajo različne stopnje odstopanj zaradi proizvodne tehnologije ali vhodnih materialov. Tudi postopki vzorčenja in analizni postopki lahko odstopajo. Zato je treba odobriti dovoljena odstopanja od navedenih vsebnosti hranil. Priporočljivo in v interesu uporabnikov v kmetijstvu je, da se odstopanja dovolijo v zelo ozkih mejah.

(9) Uradni nadzor nad skladnostjo gnojil ES z zahtevami te uredbe v zvezi s kakovostjo in sestavo naj se opravljajo v laboratorijih, ki jih odobrijo države članice, in o njih uradno obvestijo Komisijo.

(10) Amonijev nitrat je glavna sestavina več proizvodov, od katerih se nekateri uporabljajo kot gnojila, drugi pa kot razstreliva. Ob upoštevanju posebne narave gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika in posledičnimi zahtevami glede javne varnosti, zdravja in zaščite delavcev je treba za tovrstna gnojila ES določiti dodatna pravila Skupnosti.

(11) Nekateri od navedenih proizvodov bi lahko bili nevarni in bi se v nekaterih primerih lahko uporabljali za druge namene, za katere niso predvideni. To bi lahko precej ogrozilo varnost ljudi in premoženja. Zato naj bi proizvajalci obvezno ustrezno ukrepali, da se prepreči taka uporaba in zlasti zagotovi sledljivost takih gnojil.

(12) V interesu javne varnosti je posebej pomembno na ravni Skupnosti določiti značilnosti in lastnosti, po katerih se gnojila ES iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika razlikujejo od amonijevega nitrata za proizvodnjo proizvodov, ki se uporabljajo kot razstreliva.

(13) Gnojila ES iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika morajo ustrezati določenim lastnostim, s katerimi se zagotovi, da so neškodljiva. Proizvajalci naj zagotovijo, da se na vseh gnojilih iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika opravijo preskusi odpornosti proti eksplozivnosti, preden se gnojila dajo na trg.

(14) Uvesti je treba pravila o metodah zaprtih toplotnih ciklov, četudi te metode ne morejo v celoti umetno ustvariti vseh pogojev, ki nastajajo med prevozom in shranjevanjem.

(15) Gnojila je mogoče onesnažiti s snovmi, ki potencialno lahko predstavljajo tveganje za zdravje ljudi in živali ter za okolje. Razen mnenja Znanstvenega odbora za toksičnost, ekotoksičnost in okolje (SCTEE) Komisija namerava obravnavati vprašanje nenamerne vsebnosti kadmija v mineralnih gnojilih, in bo, če bo to primerno, pripravila predlog uredbe, ki jo bo predložila Evropskemu parlamentu in Svetu. Če bo primerno, bo opravila podoben pregled za druge onesnaževalce.

▼B

(16) Primerno je uvesti postopek, ki ga bodo upoštevali vsi proizvajalci ali njihovi predstavniki, ki želijo vključiti novo vrsto gnojila v Prilogo I zaradi uporabe oznake „gnojilo ES“.

(17) Ukrepe, potrebne za izvajanje te uredbe, je treba sprejeti v skladu s Sklepom Sveta 1999/468/ES z dne 28. junija 1999 o določitvi postopkov za uresničevanje Komisiji podeljenih izvedbenih pooblastil ([1]).

(18) Države članice določijo kazni v zvezi s kršitvami določb te uredbe. Države članice lahko predvidijo, da se proizvajalca, ki krši člen 27, lahko kaznuje z denarno kaznijo, enako desetkratni tržni vrednosti neustrezne pošiljke.

(19) Direktive 76/116/EGS, 77/535/EGS, 80/876/EGS in 87/94/EGS se razveljavijo –

SPREJELA NASLEDNJO UREDBO:

NASLOV I

SPLOŠNE DOLOČBE

POGLAVJE I

Področje uporabe in opredelitev pojmov

Člen 1

Področje uporabe

Ta uredba se uporablja za proizvode, ki se dajejo na trg kot gnojila, označena z „gnojilo ES“.

Člen 2

Opredelitev pojmov

V tej uredbi se uporabljajo naslednje opredelitve pojmov:

(a) „Gnojilo“ je snov, katere glavni namen je zagotavljanje hranil za rastline.

(b) „Primarno hranilo“ so elementi dušik, fosfor in kalij.

(c) „Sekundarno hranilo“ so elementi kalcij, magnezij, natrij in žveplo.

(d) „Mikrohranila“ so elementi bor, kobalt, baker, železo, mangan, molibden in cink, ki so pomembni za rast rastlin, v količinah, ki so majhne v primerjavi s količinami primarnih in sekundarnih hranil.

(e) „Mineralno gnojilo“ je gnojilo, v katerem so navedena hranila v obliki mineralov, pridobljenih z ekstrakcijo ali s fizikalnimi in/ali kemijskimi industrijskimi postopki. Po dogovoru, se med mineralna gnojila lahko uvrščajo kalcijev cianamid, sečnina in njeni kondenzirani in združeni proizvodi, ter gnojila, ki vsebujejo kelatirana ali kompleksirana mikrohranila.

(f) „Kelatirano mikrohranilo“ je mikrohranilo, ki je vezano z eno od organskih molekul iz seznama oddelka E.3.1 Priloge I.

(g) „Kompleksirano mikrohranilo“ je mikrohranilo, ki je vezano z eno od organskih molekul iz seznama oddelka E.3.2 Priloge I.

([1]) UL L 184, 17.7.1999, str. 23.

▼B

(h) „Tipi gnojil“ so gnojila s splošno tipsko oznako, kakor je navedeno v Prilogi I.

(i) „Enostavno gnojilo“ je dušikovo, fosforno ali kalijevo gnojilo, z navedeno vsebnostjo enega izmed primarnih hranil.

(j) „Sestavljeno gnojilo“ je gnojilo, ki vsebuje najmanj dve primarni hranili z navedeno vsebnostjo,ki se pridobiva kemijsko ali z mešanjem, ali s kombinacijo obeh.

(k) „Kompleksno gnojilo“ je sestavljeno gnojilo, ki se pridobiva s kemijsko reakcijo, z raztapljanjem, ali v trdnem stanju z granuliranjem in ki vsebuje najmanj dve primarni hranili z navedeno vsebnostjo. V trdnem stanju vsako zrnce vsebuje vsa hranila v navedeni sestavi.

(l) „Mešano gnojilo“ je gnojilo, ki se pridobiva s suhim mešanjem več gnojil, brez kemijske reakcije.

(m) „Listno (foliarno) gnojilo“ je gnojilo, primerno za uporabo preko listne površine pridelka..

(n) „Tekoče gnojilo“ je gnojilo v obliki suspenzije ali raztopine.

(o) „Gnojilo v raztopini“ je tekoče gnojilo brez trdnih delcev.

(p) „Gnojilo v suspenziji“ je dvofazno gnojilo, v katerem so trdni delci ohranjeni v suspenziji.

(q) „Deklaracija“ je navedba vsebnosti hranil, vključno z njihovimi oblikami in topnostjo, zajamčena z določenimi dovoljenimi odstopanji.

(r) „Navedena vsebnost“ je vsebnost elementa, ali njegovega oksida, ki je, v skladu z zakonodajo Skupnosti, navedena na etiketi gnojila ES ali na ustreznem spremljajočem dokumentu.

(s) „Dovoljeno odstopanje“ je dovoljen odklon izmerjene vsebnosti hranila od navedene vsebnosti.

(t) „Evropski standard“ CEN (Evropski odbor za standardizacijo) je standard, ki ga je Skupnost uradno priznala, standard pa je bil objavljen v *Uradnem listu Evropskih skupnosti.*

(u) „Embalaža“ je paketni material, ki ne vsebuje več kot 1 000 kg in ga je mogoče zatesniti; uporablja se za prenos in zaščito gnojil, rokovanje z njimi ter distribucijo gnojil.

(v) „Razsuto gnojilo“ pomeni gnojilo, ki ni pakirano, kakor je predpisano s to uredbo.

(w) „Dajanje na trg“ je oskrba z gnojilom, za plačilo ali zastonj, ali skladiščenje za namen oskrbe. Uvoz gnojila v carinsko območje Evropske skupnosti se šteje za dajanje na trg.

(x) „Proizvajalec“ je fizična ali pravna oseba, odgovorna za dajanje gnojila na trg; zlasti proizvajalec, uvoznik ali izvajalec pakiranja, ki delajo za svoj račun, ali katera koli oseba, ki spremeni lastnosti gnojila, se šteje za proizvajalca. Distributer, ki ne spremeni značilnosti gnojila, se ne šteje za proizvajalca.

POGLAVJE II

Dajanje na trg

Člen 3

Gnojilo ES

Gnojilo, ki pripada gnojilom s seznama v Prilogi I in je v skladu s pogoji, določenimi v tej uredbi, se lahko označi kot „gnojilo ES“.

▼B

Oznaka „gnojilo ES“ se ne uporablja za gnojilo, ki ni v skladu s to uredbo.

Člen 4

Obrat v Skupnosti

Proizvajalec mora imeti sedež v Skupnosti in je odgovoren za skladnost „gnojila ES“ z določbami te uredbe.

Člen 5

Prost promet

1. Brez poseganja v člen 15 in drugo zakonodajo Skupnosti države članice na podlagi sestave, identifikacije, označevanja ali pakiranja ter ostalih določb iz te uredbe ne prepovejo, omejijo ali zadržijo dajanja gnojil označenih z „gnojilo ES“, ki so v skladu z določbami te uredbe, na trg.

2. Gnojila, označena z „gnojilo ES“ v skladu s to uredbo, se v Skupnosti prosto prodajajo.

Člen 6

Obvezne navedbe

1. Za izpolnjevanje zahtev člena 9 države članice lahko predpišejo, da je navedba vsebnosti dušika, fosforja in kalija v gnojilih, ki se dajejo na njihov trg, izražena na naslednji način:

(a) izključno dušik v elementarni obliki (N); in ali

(b) izključno fosfor in kalij v elementarni obliki (P, K); ali

(c) izključno fosfor in kalij v oksidni obliki (P_2O_5, K_2O); ali

(d) fosfor in kalij v elementarnih in oksidnih oblikah hkrati.

Kadar se izbere možnost, da države članice predpišejo, da se vsebnost fosforja in kalija izrazi v obliki elementov, vsa sklicevanja v prilogah na oksid pomenijo, da sta v elementarni obliki, vrednosti pa se preračunata s pomočjo naslednjih faktorjev:

(a) fosfor (P) = fosforjev pentoksid (P_2O_5) ×0,436;

(b) kalij (K) = kalijev oksid (K_2O) × 0,830.

2. Države članice lahko predpišejo, da se vsebnost kalcija, magnezija, natrija in žvepla v gnojilih s sekundarnimi hranili ter, če so izpolnjeni pogoji člena 17, v gnojilih s primarnimi hranili, ki se dajejo na trg, izrazi:

(a) kot oksid (CaO, MgO, Na_2O, SO_3); ali

(b) kot element (Ca, Mg, Na, S); ali

(c) v obeh navedenih oblikah.

Pri preračunavanju vsebnosti kalcijevega oksida, magnezijevega oksida, natrijevega oksida in žveplovega trioksida v vsebnost kalcija, magnezija, natrija in žvepla, se uporabljajo naslednji faktorji:

(a) kalcij (Ca) = kalcijev oksid (CaO) × 0,715;

(b) magnezij (Mg) = magnezijev oksid (MgO) × 0,603;

(c) natrij (Na) = natrijev oksid (Na_2O) × 0,742;

(d) žveplo (S) = žveplov trioksid (SO_3) × 0,400.

▼B

Pri izračunani vsebnosti oksida ali elementa, se navedena številka zaokroži na najbližje decimalno mesto.

3. Države članice ne preprečijo dajanja „gnojil ES“, označenih v obeh oblikah, navedenih v odstavkih 1 in 2, na trg.

4. Vsebnost enega ali več mikrohranil bora, kobalta, bakra, železa, mangana, molibdena ali cinka v gnojilih ES, ki spadajo k tipom iz oddelkov A, B, C in D Priloge I, se navede, če so izpolnjeni naslednji pogoji:

(a) mikrohranila so dodana najmanj v najmanjših količinah, določenih v oddelku E.2.2 in E.2.3 Priloge I;

(b) gnojilo ES še naprej izpolnjuje zahteve oddelkov A, B, C in D Priloge I.

5. Kadar so mikrohranila običajne sestavine surovin, ki so namenjena za oskrbo s primarnimi (N, P, K) in sekundarnimi (Ca, Mg, Na, S) hranili, se jih lahko navede, če so prisotni v najmanj najmanjših vsebnostih, določenih v oddelkih E.2.2 in E.2.3 Priloge I.

6. Vsebnost mikrohranila se izrazi:

(a) pri gnojilih, ki spadajo k tipom gnojil iz oddelka E.1 Priloge I, v skladu z zahtevami, določenimi v stolpcu 6 navedenega oddelka;

(b) pri mešanih gnojilih iz (a), ki vsebujejo najmanj dve različni mikrohranili in izpolnjujejo zahteve oddelka E.2.1 Priloge I in pri gnojilih, ki spadajo k tipom gnojil iz oddelkov A, B, C in D Priloge I, z navedbo:

  (i) skupne vsebnosti, izražene kot utežni odstotek gnojila;

  (ii) vsebnost, topna v vodi, izražena kot utežni odstotek gnojila, kadar je topni delež vsaj polovica skupne vsebnosti.

Kadar je mikrohranilo v celoti topno v vodi, se navede samo vsebnost, topna v vodi.

Kadar je mikrohranilo kemijsko vezano na organsko molekulo, se vsebnost mikrohranila, navzočega v gnojilu navede takoj za vsebnostjo, topno v vodi, kot utežni odstotek gnojila, ki mu sledi eden od izrazov „kelatiran z“ ali „kompleksiran z“, z imenom organske molekule, kakor je določeno v oddelku E.3 Priloge I. Ime organske molekule se lahko nadomesti z njenimi začetnicami.

Člen 7

Identifikacija

1. Proizvajalec zagotovi gnojila ES z identifikacijskimi oznakami iz člena 9.

2. Če so gnojila pakirana, se identifikacijske oznake navedejo na embalaži ali priloženih etiketah. Če so gnojila razsuta, se oznake navedejo na spremnih dokumentih.

Člen 8

Sledljivost

Brez poseganja v člen 26(3) ter za zagotovitev sledljivosti gnojil ES, proizvajalec hrani evidenco o izvoru gnojil. Evidenca je na voljo inšpekciji držav članic, dokler se trg oskrbuje z gnojilom, ter še dodatni dve leti potem, ko je proizvajalec prenehal oskrbovati trg.

▼B

Člen 9

Oznake

1. Brez poseganja v druge določbe Skupnosti se na embalaži, etiketah in spremnih dokumentih iz člena 7 navedejo naslednje oznake:

(a) Obvezna identifikacija

— Izraz „GNOJILO ES“ z velikimi črkami;

— Tipska oznaka gnojila, kadar obstaja, kakor je določeno v Prilogi I;

— Pri mešanih gnojilih, oznaka „mešano gnojilo“ po tipski oznaki;

— Dodatne oznake, določene v členih 19, 21 ali 23;

— Hranila se navedejo z besedami in ustreznim kemijskimi simboli, npr. dušik (N), fosfor (P), fosforjev pentoksid (P_2O_5), kalij (K), kalijev oksid (K_2O), kalcij (Ca), kalcijev oksid (CaO), magnezij (Mg), magnezijev oksid (MgO), natrij (Na), natrijev oksid (Na_2O), žveplo (S), žveplov trioksid (SO_3), bor (B), baker (Cu), kobalt (Co), železo (Fe), mangan (Mn), molibden (Mo), cink (Zn);

— Če gnojilo vsebuje mikrohranila, od katerih so vsa ali samo del teh kemijsko vezana z organsko molekulo, imenu hranila sledi eno od naslednjih določil:

(i) „kelatiran z …“ (ime kelatnega reagenta ali njegova okrajšava, kakor je določeno v oddelku E.3.1 Priloge I);

(ii) „kompleksiran z …“ (ime kompleksirajočega reagenta, kakor je določeno v oddelku E.3.2 Priloge I);

— Mikrohranila, ki jih gnojilo vsebuje, navedena po abecednem vrstnem redu njihovih kemijskih simbolov: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn;

— Pri proizvodih, navedenih v oddelkih E.1 in E.2 Priloge I, posebna navodila za uporabo;

— Količine tekočih gnojil, izražene z utežnim odstotkom. Neobvezno je izražanje vsebnosti tekočih gnojil z volumskim odstotkom ali z izražanjem utežnega odstotka na volumen (kilogrami na hektoliter ali grami na liter);

— Neto ali bruto teža in, neobvezno, volumen pri tekočih gnojilih. Če je podana bruto teža, je treba težo embalaže navesti poleg bruto teže;

— Ime ali firma ter naslov proizvajalca.

(b) Neobvezna identifikacija

— Kakor je navedena v Prilogi I;

— Navodila za skladiščenje in ravnanje, ter posebna navodila za uporabo gnojil, ki niso navedena v oddelkih E.1 in E.2 Priloge I;

— Navedbe odmerkov in pogojev uporabe, primernih za posamezne tipe tal in pridelke;

— Oznaka proizvajalca in trgovski opis proizvoda.

Oznake iz (b) ne smejo biti v nasprotju z oznakami iz (a) in morajo biti od njih jasno ločene.

2. Vse oznake iz odstavka 1 morajo biti jasno ločene od vseh drugih podatkov na embalaži, etiketah in spremnih dokumentih.

▼B

3. Tekoča gnojila se lahko dajejo na trg samo, če proizvajalec poskrbi za ustrezna dodatna navodila, ki zajemajo zlasti temperaturo skladiščenja in preprečevanje nesreč med skladiščenjem.

4. Podrobna pravila za uporabo tega člena se sprejmejo po postopku iz člena 32(2).

Člen 10

Označevanje

1. Etikete ali oznake, odtisnjene na embalaži, s podatki, navedenimi v členu 9, je treba namestiti na vidno mesto. Etikete morajo biti pritrjene na embalažo ali na kakršenkoli sistem, ki se uporablja za zapiranje embalaže. Če je sistem sestavljen iz plombe, mora biti na plombi ime ali oznaka izvajalca pakiranja.

2. Oznake iz odstavka 1 morajo ostati neizbrisne in jasno čitljive.

3. Pri razsutih gnojilih iz drugega stavka člena 7(2) mora blago spremljati izvod dokumentov z identifikacijskimi oznakami, ki mora biti dostopen za pregled.

Člen 11

Jeziki

Etiketa, oznake na embalaži in spremni dokumenti morajo biti v najmanj nacionalnem/-ih jeziku/ih države članice, v kateri se gnojilo ES trži.

Člen 12

Pakiranje

Pri pakiranih gnojilih ES mora biti embalaža zaprta na tak način, da se zapiralna plomba ali embalaža pri odpiranju nepopravljivo poškoduje. Lahko se uporabljajo vreče z zaklopom.

Člen 13

Dovoljena odstopanja

1. Vsebnost hranil v gnojilih ES mora biti v skladu z dovoljenimi odstopanji, določenimi v Prilogi II, katerih namen je omogočiti odmike pri proizvodnji, vzorčenju in analizi.

2. Dovoljenih odstopanj, navedenih v Prilogi II, proizvajalec ne sme sistematično izkoriščati.

3. Odstopanja v zvezi z najmanjšimi in največjimi vsebnostmi, določenimi v Prilogi I, niso dovoljena.

Člen 14

Zahteve v zvezi z gnojili

Tip gnojila se lahko vključi v Prilogo I, če:

(a) na učinkovit način zagotavlja hranila;

(b) so zagotovljeni ustrezno vzorčenje, analiza, in po potrebi, preskusne metode.

(c) v običajnih pogojih uporabe ne vpliva škodljivo na zdravje ljudi, živali ali rastlin, ali na okolje.

▼B

Člen 15

Zaščitna klavzula

1. Kadar katera koli država članica upravičeno domneva, da določeno gnojilo ES, čeprav izpolnjuje zahteve te uredbe, predstavlja tveganje za varnost ali zdravje ljudi, živali ali rastlin, ali tveganje za okolje, lahko začasno prepove dajanje takega gnojila na trg na svojem ozemlju ali zanj določi posebne pogoje. O tem takoj obvesti ostale države članice in Komisijo ter navede razloge za svojo odločitev.

2. Komisija sprejme odločitev o zadevi v 90 dneh po prejemu obvestila v skladu s postopkom iz člena 32(2).

3. Določbe te uredbe Komisiji ali katerikoli državi članici ne smejo onemogočiti sprejetja upravičenih ukrepov na podlagi javne varnosti, da prepovejo, omejijo ali zadržijo dajanje gnojil ES na trg.

NASLOV II

DOLOČBE ZA POSEBNE VRSTE GNOJIL

POGLAVJE I

Mineralna gnojila s primarnimi hranili

Člen 16

Področje uporabe

To poglavje se uporablja za na mineralna gnojila s primarnimi hranili, trdna ali tekoča, enostavna ali sestavljena, vključno z gnojili, ki vsebujejo sekundarna hranila in/ali mikrohranila, z najmanjšo vsebnostjo hranil, določenih v oddelkih A, B, C, E.2.2 ali E.2.3 Priloge I.

Člen 17

Navedba sekundarnih hranil v gnojilih s primarnimi hranili

Vsebnost kalcija, magnezija, natrija in žvepla se lahko navede kot vsebnost sekundarnih hranil v gnojilih ES, ki spadajo k tipom gnojil iz oddelkov A, B in C Priloge I, če je vsebnost navedenih sekundarnih hranil najmanj:

(a) 2 % kalcijevega oksida (CaO), t.j. 1,4 % Ca;

(b) 2 % magnezijevega oksida (MgO), t.j. 1,2 % Mg;

(c) 3 % natrijevega oksida (Na_2O), t.j. 2,2 % Na;

(d) 5 % žveplovega trioksida (SO_3), t.j. 2 % S.

V tem primeru se tipski oznaki doda še oznaka, določena v členu 19(2)(ii).

Člen 18

Kalcij, magnezij, natrij in žveplo

1. Vsebnost magnezija, natrija in žvepla v gnojilih iz oddelkov A, B in C Priloge I se izrazi na enega od naslednjih načinov:

(a) celotna vsebnost, izražena kot utežni odstotek gnojila;

(b) celotna vsebnost in odstotek, topen v vodi, izražen kot utežni odstotek gnojila, kadar je topni delež vsaj četrtina celotne vsebnosti;

▼B

(c) kadar je element v celoti topen v vodi, se kot utežni odstotek navede samo odstotek, topen v vodi.

2. Če ni drugače navedeno v Prilogi I, se vsebnost kalcija navede samo, če je topen v vodi in se izrazi kot utežni odstotek gnojila.

Člen 19

Identifikacija

1. Razen obveznih identifikacijskih oznak iz člena 9(1)(a), se navedejo tudi oznake iz odstavkov 2, 3, 4, 5 in 6 tega člena.

2. Pri tipski oznaki sestavljenih gnojil se navede naslednje:

(i) Kemijski simboli navedenih sekundarnih hranil, v oklepaju in za simboli primarnih hranil.

(ii) Številke, ki označujejo odstotek primarnih hranil. Navedeni odstotek sekundarnih hranil se navede v oklepaju za odstotkom primarnih hranil.

3. Tipski oznaki gnojila sledijo samo številke, ki označujejo odstotek primarnih in sekundarnih hranil.

4. Kadar se navedejo mikrohranila, se navede izraz „z mikrohranili“ ali predlog „z“, ki mu sledi/-jo ime ali imena in kemijski simboli navzočih mikrohranil.

5. Navedena vsebnost primarnih hranil in sekundarnih hranil se označi kot utežni odstotek, kot cele številke, ali, po potrebi, kadar obstaja ustrezna analizna metoda, na eno decimalno mesto.

Pri gnojilih z več kot enim navedenim hranilom, se primarna hranila navedejo po naslednjem vrstnem redu: N, P_2O_5 in/ali P, K_2O in/ali K, in sekundarna hranila: CaO in/ali Ca, MgO in/ali Mg, Na_2O in/ali Na, SO_3 in/ali S.

Pri navedeni vsebnosti mikrohranil se navedejo ime in simbol posameznega mikrohranila z navedbo utežnega odstotka, kakor je določeno v oddelkih E.2.2 in E.2.3 Priloge I, ter glede na topnost.

6. Oblike in topnost hranil se izrazijo tudi kot utežni odstotek gnojila, razen če Priloga I izrecno določa, da se ta odstotek izrazi drugače.

Izrazi se na eno decimalno mesto, razen pri mikrohranilih, kjer se izrazi, kakor je določeno v oddelkih E.2.2 in E.2.3 Priloge I.

POGLAVJE II

Mineralna gnojila s sekundarnimi hranili

Člen 20

Področje uporabe

To poglavje se uporablja za mineralna gnojila s sekundarnimi hranili, trdna ali tekoča, vključno z gnojili, ki vsebujejo mikrohranila z najmanjšo vsebnostjo hranil, določeno v oddelkih D, E.2.2 in E.2.3 Priloge I.

Člen 21

Identifikacija

1. Poleg obveznih identifikacijskih oznak iz člena 9(1)(a), se navedejo tudi oznake iz odstavkov 2, 3, 4 in 5 tega člena.

▼B

2. Kadar se navedejo mikrohranila, se navede izraz „z mikrohranili“ ali predlog „z“, ki mu sledi/-jo ime ali imena in kemijski simboli navzočih mikrohranil.

3. Navedena vsebnost sekundarnih hranil se navede kot utežni odstotek, kot cele številke ali, po potrebi, kadar obstaja ustrezna analizna metoda, na eno decimalno mesto.

Kadar je navzoče več kot eno sekundarno hranilo, je vrstni red naslednji:

CaO in/ali Ca, MgO in/ali Mg, Na_2O in/ali Na, SO_3 in/ali S.

Pri navedeni vsebnosti mikrohranil se navedejo ime in simbol posameznega mikrohranila z navedbo utežnega odstotka, kakor je določeno v oddelkih E.2.2 in E.2.3 Priloge I, ter glede na topnost.

4. Oblike in topnost hranil se izrazijo tudi kot utežni odstotek gnojila, razen če Priloga I izrecno določa, da se ta odstotek izrazi drugače.

Izrazi se na eno decimalno mesto, razen pri mikrohranilih, kjer se izrazi, kakor je določeno v oddelkih E.2.2 in E.2.3 Priloge I.

5. Če ni drugače navedeno v Prilogi I, se vsebnost kalcija navede samo, če je topen v vodi in se izrazi kot utežni odstotek gnojila.

POGLAVJE III

Mineralna gnojila z mikrohranili

Člen 22

Področje uporabe

To poglavje se uporablja za mineralna gnojila z mikrohranili, trdna ali tekoča z najnižjo vsebnostjo hranil določeno v oddelkih E.1 in E.2.1 Priloge I.

Člen 23

Identifikacija

1. Poleg obveznih identifikacijskih oznak iz člena 9(1)(a), se navedejo tudi oznake iz odstavkov 2, 3, 4 in 5 tega člena.

2. Kadar gnojilo vsebuje več kot eno mikrohranilo, se navede tipska oznaka „mešanica mikrohranil“, ki ji sledijo imena navzočih mikrohranil in njihovi kemijski simboli.

3. Pri gnojilih, ki vsebujejo samo eno mikrohranilo (oddelek E.1 Priloge I), se odstotek mikrohranila navede kot utežni odstotek, v celih številkah ali, po potrebi, na eno decimalno mesto.

4. Oblike in topnost mikrohranil se izrazijo tudi kot utežni odstotek gnojila, razen če Priloga I izrecno določa, da se ta vsebnost izrazi drugače.

Število decimalnih mest za mikrohranila je določeno v oddelku E.2.1 Priloge I.

5. V zvezi s proizvodi iz oddelkov E.1 in E.2.1 Priloge I se pod obveznimi ali neobveznimi deklaracijami na etiketi ali v spremnih dokumentih navede naslednje:

„Uporabljati samo v skladu s potrebami rastlin. Priporočenih odmerkov se ne sme presegati.“

▼B

Člen 24

Pakiranje

Gnojila ES, zajeta v določbah tega poglavja, se pakirajo.

POGLAVJE IV

Gnojila iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika

Člen 25

Področje uporabe

Za namen tega poglavja so gnojila iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika, enostavna ali sestavljena, proizvodi na osnovi amonijevega nitrata, ki se proizvajajo kot gnojila, ki vsebujejo več kot 28 utežnih % dušika v obliki amonijevega nitrata.

Tovrstno gnojilo lahko vsebuje mineralne ali inertne snovi.

Snovi, ki se uporabljajo za proizvodnjo tovrstnega gnojila, ne smejo povečati občutljivosti gnojila na vročino ali nagnjenost k eksplozivnosti.

Člen 26

Zaščitni ukrepi in nadzor

1. Proizvajalec zagotovi, da so enostavna gnojila iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika v skladu z določbami oddelka 1 Priloge III.

2. Preverjanje, analiza in preskušanje enostavnih gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika zaradi uradnega nadzora, ki ga predvideva to poglavje, se izvajajo v skladu z metodami, opisanimi v oddelku 3 Priloge III.

3. Da se zagotovi sledljivost gnojil ES iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika, ki se dajejo na trg, proizvajalec hrani evidenco imen in naslovov lokacij, ter upravljavcev lokacij, kjer so bili gnojilo in glavne sestavine proizvedeni. Evidenca je na voljo inšpekciji držav članic, dokler se trg oskrbuje z gnojilom, ter še dodatni dve leti potem, ko je proizvajalec prenehal oskrbovati trg.

Člen 27

Preskus odpornosti proti eksplozivnosti

Brez poseganja v ukrepe iz člena 26, proizvajalec zagotovi, da se na posameznem tipu gnojila ES iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika, ki se daje na trg, uspešno preskusi odpornost proti eksplozivnosti, opisani v oddelkih 2, 3 (metoda 1, točka 3) in 4 Priloge III te uredbe. Preskus se opravi v enem izmed odobrenih laboratorijev iz člena 30(1) ali 33(1). Proizvajalci rezultate preskusov predložijo pristojnemu organu zadevne države članice vsaj 5 dni pred začetkom dajanja gnojila na trg, ali, če gre za uvoz, vsaj 5 dni pred prispetjem gnojila na meje Evropske skupnosti. Proizvajalec nato še naprej zagotavlja, da so vse pošiljke gnojila, ki se dajejo na trg, sposobne uspešno opraviti zgoraj navedeni preskus.

▼B

Člen 28

Pakiranje

Gnojila iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika so končnemu uporabniku na voljo samo pakirana.

NASLOV III

UGOTAVLJANJE USTREZNOSTI GNOJIL

Člen 29

Nadzorni ukrepi

1. Pri gnojilih, označenih z „gnojilo ES“, države članice lahko izvajajo uradne nadzorne ukrepe za preverjanje, njihove ustreznosti uredbi.

Države članice lahko zaračunajo pristojbine, ki ne presegajo stroškov preskusov zaradi ukrepov nadzora, to pa proizvajalcev ne zavezuje, da preskuse ponovijo, ali da plačajo ponovljene preskuse, kadar je bil prvi preskus opravljen v laboratoriju, ki izpolnjuje pogoje člena 30, ali kadar preskus dokazuje ustreznost zadevnega gnojila.

2. Države članice zagotovijo, da se vzorčenje in analiza za uradni nadzor gnojil ES, ki spadajo k tipom gnojil iz Priloge I, izvajajo v skladu z metodami, opisanimi v Prilogah III in IV.

3. Skladnost s to uredbo glede ustreznosti tipa gnojila in skladnosti z navedeno vsebnostjo hranil in/ali navedeno vsebnostjo, izraženo kot oblike in topnost hranil, se lahko preverjajo pri uradnih pregledih samo s pomočjo metod vzorčenja in analiznih metod, določenih v skladu s Prilogama III in IV in ob upoštevanju dovoljenih odstopanj iz Priloge II.

4. Pri prilagajanju in posodabljanju merilnih metod in metod vzorčenja ter analiznih metod se upošteva postopek iz člena 32(2); kjerkoli je mogoče, se uporabljajo evropski standardi. Isti postopek se uporablja za sprejetje izvršilnih predpisov, ki so potrebni za določitev ukrepov nadzora, predvidenih v tem členu ter v členih 8, 26 in 27 te uredbe. Navedeni predpisi zlasti obravnavajo vprašanje pogostosti potrebnega ponavljanja preskusov, kot tudi ukrepe, ki zagotavljajo, da je gnojilo, dano na trg, enako preskušanemu gnojilu.

Člen 30

Laboratoriji

1. Države članice Komisijo uradno obvestijo o seznamu tistih odobrenih laboratorijev na svojih ozemljih, ki so pristojni za opravljanje potrebnih storitev preverjanja ustreznosti gnojil ES zahtevam te uredbe. Navedeni laboratoriji morajo izpolnjevati standarde iz oddelka B Priloge V. Uradno obvestilo se pošlje do 11. junija 2004 in ob vsaki poznejši spremembi.

2. Komisija objavi seznam odobrenih laboratorijev v *Uradnem listu Evropske unije*.

3. Kadar država članica upravičeno sumi, da nek odobren laboratorij ne izpolnjuje standardov iz odstavka 1, zadevo predloži odboru iz člena 32. Če odbor soglaša, da laboratorij ne izpolnjuje standardov, Komisija umakne ime iz seznama, navedenega v odstavku 2.

4. Komisija sprejme odločitev o zadevi v 90 dneh po prejemu obvestila v skladu s postopkom iz člena 32(2).

5. Spremenjeni seznam Komisija objavi v *Uradnem listu Evropske unije*.

▼B

NASLOV IV

KONČNE DOLOČBE

POGLAVJE I

Prilagoditev prilog

Člen 31

Nova gnojila ES

1. Vključitev novega tipa gnojila v Prilogo I te uredbe se sprejme v skladu s postopkom iz člena 32(2).

2. Proizvajalec ali njegov zastopnik, ki želi predlagati nov tip gnojila za vključitev v Prilogo I, in v ta namen obvezno sestavi spis tehnične dokumentacije, to stori ob upoštevanju tehnične dokumentacije, navedene v oddelku A Priloge V.

3. Spremembe, potrebne za prilagoditev prilog tehničnemu napredku, se sprejmejo v skladu s postopkom iz člena 32(2).

Člen 32

Postopek v odboru

1. Komisiji pomaga odbor.

2. Pri sklicevanju na ta odstavek se uporabljata člena 5 in 7 Sklepa 1999/468/ES, ob upoštevanju določb člena 8 Sklepa.

Obdobje iz člena 5(6) Sklepa 1999/468/ES znaša tri mesece.

3. Odbor sprejme svoj poslovnik.

POGLAVJE II

Prehodne določbe

Člen 33

Pristojni laboratoriji

1. Brez poseganja v določbe člena 30(1) v prehodnem obdobju do 11. decembra 2007 države članice lahko še naprej uporabljajo svoje nacionalne določbe pri pooblaščanju pristojnih laboratorijev za opravljanje potrebnih storitev preverjanja ustreznosti gnojil ES zahtevam te uredbe.

2. O seznamu teh laboratorijev države članice uradno obvestijo Komisijo, pri čemer podajo tudi svoj program pooblaščanja. Uradno obvestilo pošljejo do 11. junija 2004 in ob vsaki poznejši spremembi.

Člen 34

Pakiranje in označevanje

Ne glede na člen 35(1) se oznake gnojil ES, pakiranje, etikete in spremni dokumenti, predvideni v prejšnjih direktivah, še naprej lahko uporabljajo do 11. junija 2005.

▼B

POGLAVJE III

Končne določbe

Člen 35

Razveljavljene direktive

1. Direktive 76/116/EGS, 77/535/EGS, 80/876/EGS in 87/94/EGS se razveljavijo.

2. Sklicevanja na razveljavljene direktive se štejejo za sklicevanja na to uredbo. Zlasti odstopanja od člena 7 Direktive 76/116/EGS, ki jih je Komisija odobrila na podlagi člena 95(6) Pogodbe, se razlagajo kot odstopanja od člena 5 te uredbe in še naprej učinkujejo ne glede na začetek veljavnosti te uredbe. Do sprejetja kazni v skladu s členom 36 države članice še naprej lahko uporabljajo kazni za kršitve nacionalnih predpisov pri izvajanju direktiv, navedenih v odstavku 1.

Člen 36

Kazni

Države članice določijo predpise o kaznih, ki se uporabljajo za kršitve določb te uredbe, in sprejmejo vse potrebne ukrepe, da zagotovijo izvajanje predpisov. Predvidene kazni morajo biti učinkovite, sorazmerne in odvračilne.

Člen 37

Nacionalni predpisi

Do 11. junija 2004 države članice Komisijo uradno obvestijo o vseh nacionalnih predpisih, sprejetih na podlagi členov 6(1), 6(2), 29(1) in 36 te uredbe; brez odlašanja jo tudi obvestijo o vsaki poznejši spremembi nacionalnih predpisov.

Člen 38

Začetek veljavnosti

Ta uredba začne veljati dvajseti dan po objavi v *Uradnem listu Evropske unije*, razen členov 8 in 26(3), ki začneta veljati 11. junija 2005.

Ta uredba je v celoti zavezujoča in se neposredno uporablja v vseh državah članicah.

▼B

VSEBINA

PRILOGA I – **Seznam vrst gnojil ES**

A. Enostavna mineralna gnojila s primarnimi hranili

A.1 Dušikova gnojila

A.2 Fosfatna gnojila

A.3 Kalijeva gnojila

B. Sestavljena mineralna gnojila s primarnimi hranili

B.1 Gnojila NPK

B.2 Gnojila NP

B.3 Gnojila NK

B.4 Gnojila PK

C. Tekoča mineralna gnojila

C.1 Enostavna tekoča gnojila

C.2 Sestavljena tekoča gnojila

D. Mineralna gnojila s sekundarnimi hranili

E. Mineralna gnojila z mikrohranili

E.1 Gnojila s samo enim mikrohranilom

E.1.1 Bor

E.1.2 Kobalt

E.1.3 Baker

E.1.4 Železo

E.1.5 Mangan

E.1.6 Molibden

E.1.7 Cink

E.2 Najmanjša vsebnost mikrohranila, utežni odstotek gnojila

E.3 Seznam dovoljenih organskih kelatnih in kompleksirajočih reagentov za mikrohranila

PRILOGA II – **Dovoljena odstopanja**

1. Enostavna mineralna gnojila s primarnimi hranili – absolutna vrednost v utežnem odstotku, izražena kot N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl

2. Sestavljena mineralna gnojila s primarnimi hranili

3. Sekundarna hranila v gnojilih

4. Mikrohranila v gnojilih

PRILOGA III – **Tehnične določbe za gnojila iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika**

1. Lastnosti in omejitve enostavnih gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika

2. Opis preskusa odpornosti na eksplozivnost gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika

3. Metode preverjanja ustreznosti mejnim vrednostim, določenim v Prilogah III-1 in III-2

4. Določitev odpornosti proti eksplozivnosti

PRILOGA IV – **Metode vzorčenja in analize**

A Metode vzorčenja za kontrolo gnojil

▼B

1. Namen in področje uporabe
2. Pooblaščeni uslužbenci, ki opravljajo vzorčenje
3. Opredelitev pojmov
4. Laboratorijske naprave
5. Zahteve v zvezi s količino
6. Navodila za jemanje, pripravo in pakiranje vzorcev
7. Pakiranje končnih vzorcev
8. Zapis/Poročilo o vzorčenju
9. Pošiljanje vzorcev

B. Metode za analizo gnojil

Splošne pripombe

Splošne določbe v zvezi z metodo analize gnojil

Metoda 1 — Priprava vzorca za analizo

Metoda 2 — Dušik

Metoda 2.1 — Določanje amonijskega dušika

Metoda 2.2 — Določanje nitratnega in amonijskega dušika

Metoda 2.2.1 — Določanje nitratnega in amonijskega dušika po Ulschu

Metoda 2.2.2 — Določanje nitratnega in amonijskega dušika po Arndu

Metoda 2.2.3 — Določanje nitratnega in amonijskega dušika po Davardaju

Metoda 2.3 — Določanje skupnega dušika

Metoda 2.3.1 — Določanje skupnega dušika v kalcijevem cianamidu brez nitratov

Metoda 2.3.2 — Določanje skupnega dušika v kalcijevem cianamidu, ki vsebuje nitrate

Metoda 2.3.3 — Določanje skupnega dušika v sečnini

Metoda 2.4 — Določanje cianamidovega dušika

Metoda 2.5 — Spektrofotometrično določanje biureta v sečnini

Metoda 2.6 — Določanje različnih oblik dušika v istem vzorcu

Metoda 2.6.1 — Določanje različnih oblik dušika v istem vzorcu v gnojilih, ki vsebujejo dušik kot nitratni, amonijski, sečninski in cianamidov dušik

Metoda 2.6.2 — Določanje različnih oblik dušika v gnojilih, ki vsebujejo dušik samo kot nitratni, amonijski in sečninski dušik

Metode 3 — Fosfor

Metode 3.1 — Ekstrakcije

Metoda 3.1.1 — Ekstrakcija fosforja topnega v anorganskih kislinah

Metoda 3.1.2 — Ekstrakcija fosforja topnega v 2 % mravljični kislini (20 g na liter)

Metoda 3.1.3 — Ekstrakcija fosforja topnega v 2 % citronski kislini (20 g na liter)

Metoda 3.1.4 — Ekstrakcija fosforja, ki je topen v nevtralnem amonijevem citratu

Metoda 3.1.5 — Ekstrakcija z alkalnim amonijevim citratom

Metoda 3.1.5.1 — Ekstrakcija topnega fosforja po Petermannu pri 65 °C

Metoda 3.1.5.2 — Ekstrakcija topnega fosforja po Petermannu pri temperaturi okolice

Metoda 3.1.5.3 — Ekstrakcija fosforja, topnega v joulijevem alkalnem

▼B

	amonijevem citratu
Metoda 3.1.6	— Ekstrakcija vodotopnega fosforja
Metoda 3.2	— Določanje ekstrahiranega fosforja (gravimetrična metoda s pomočjo kinolin fosfomo-libdata)
Metoda 4	— Kalij
Metoda 4.1	— Določanje vsebnosti vodotopnega kalija
Metoda 5	—
Metoda 6	— Klor 116
Metoda 6.1	— Določanje kloridov, če niso navzoče organske snovi
Metoda 7	— Drobnost/finoča mletja
Metoda 7.1	— Določanje drobnosti/finoče mletja (suhi postopek)
Metoda 7.2	— Določanje drobnosti/finoče mletja mehkih naravnih fosfatov
Metoda 8	— Sekundarna hranila
Metoda 8.1	— Ekstrakcija skupnega kalcija, skupnega magnezija, skupnega natrija in skupnega žvepla v obliki sulfatov
Metoda 8.2	— Ekstrakcija skupnega žvepla, ki je navzoč v različnih oblikah
Metoda 8.3	— Ekstrakcija vodotopnega kalcija, magnezija, natrija in žvepla (v obliki sulfatov)
Metoda 8.4	— Ekstrakcija vodotopnega žvepla, kadar je navzoč v različnih oblikah
Metoda 8.5	— Ekstrakcija in določanje elementarnega žvepla
Metoda 8.6	— Manganimetrično določanje ekstrahiranega kalcija po obarjanju v obliki oksalata
Metoda 8.7	— Določanje magnezija z atomsko absorpcijsko spektrometrijo
Metoda 8.8	— Določanje magnezija s kompleksometrijo
Metoda 8.9	— Določanje sulfatov
Metoda 8.10	— Določanje ekstrahiranega natrija
Metoda 9	— Mikrohranila v koncentraciji enaki ali manjši od 10 %
Metoda 9.1	— Ekstrakcija skupnih mikrohranil
Metoda 9.2	— Ekstrakcija vodotopnih mikrohranil
Metoda 9.3	— Odstranitev organskih sestavin iz ekstraktov gnojil
Metoda 9.4	— Določanje mikrohranil v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo (splošni postopek)
Metoda 9.5	— Določanje bora v ekstraktih gnojil s pomočjo spektrometrije z azometinom-H
Metoda 9.6	— Določanje kobalta v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo
Metoda 9.7	— Določanje bakra v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo
Metoda 9.8	— Določanje železa v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo
Metoda 9.9	— Določanje mangana v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo
Metoda 9.10	— Določanje molibdena v ekstraktih gnojil s spektrometrijo kompleksa z amonijevim tiocianatom

▼B

Metoda 9.11	— Določanje cinka v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo
Metode 10	— Mikrohranila v koncentraciji večji od 10 %
Metoda 10.1	— Ekstrakcija skupnih mikrohranil
Metoda 10.2	— Ekstrakcija vodotopnih mikrohranil
Metoda 10.3	— Odstranitev organskih sestavin iz ekstraktov gnojil
Metoda 10.4	— Določanje mikrohranil v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo (splošni postopek)
Metoda 10.5	— Določanje bora v ekstraktih gnojil s pomočjo acidimetrične titracije
Metoda 10.6	— Določanje kobalta v ektraktih gnojil z gravimetrično metodo z 1-nitrozo-2-naftholom
Metoda 10.7	— Določanje bakra v ekstraktih gnojil s tirimetrično metodo
Metoda 10.8	— Določanje železa v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo
Metoda 10.9	— Določanje mangana v ekstraktih gnojil s titracijo
Metoda 10.10	— Določanje molibdena v ekstraktih gnojil z gravimetrično metodo z 8-hidroksikinolinom
Metoda 10.11	— Določanje cinka v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo

PRILOGA V

A.	Seznam dokumentov, ki jih proizvajalci ali njihovi predstavniki upoštevajo pri pripravi spisa tehnične dokumentacije za novo vrsto gnojil, ki se bodo dodala k prilogi I te uredbe
B.	Standardi za akreditacijo laboratorijev, ki s pristojni in pooblaščeni za opravljanje potrebnih storitev pri preverjanju ustreznosti gnojil ES zahtevam te uredbe in prilog k uredbi

PRILOGA I

SEZNAM VRST GNOJIL ES

A. **Enostavna mineralna gnojila s primarnimi hranili**

A.1 *Dušikova gnojila*

Št.	Tipska oznaka	Podatki o metodi pridobivanja in bistvenih sestavinah	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) Podatki o izražanju hranil Druge zahteve	Drugi podatki o tipski oznaki	Deklarirana vsebnost hranil Oblike in topnost hranil Druga merila
1	2	3	4	5	6
1(a)	Kalcijev nitrat (apnenčev nitrat)	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot glavno sestavino vsebuje kalcijev nitrat, lahko tudi amonijev nitrat	15 % N Dušik, izražen kot skupni dušik ali kot nitratni in amonijski dušik. Največja vsebnost amonijskega dušika: 1,5 % N		Skupni dušik Dodatne neobvezne posebnosti: Nitratni dušik Amonijski dušik
1(b)	Kalcijev magnezijev nitrat (apnenčev nitrat in magnezij)	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot glavni sestavini vsebuje kalcijev nitrat in magnezijev nitrat	13 % N Dušik, izražen kot nitratni dušik. Najmanjša vsebnost magnezija v obliki vodotopnih soli, izraženih kot magnezijev oksid: 5 % MgO		Nitratni dušik Magnezijev oksid, topen v vodi
1(c)	Magnezijev nitrat	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot glavno sestavino vsebuje heksahidratni magnezijev nitrat	10 % N Dušik, izražen kot nitratni dušik 14 % MgO Magnezij, izražen kot magnezijev oksid, topen v vodi	Če se prodaja v obliki kristalov, se lahko doda opomba „v kristalizirani obliki“.	Nitratni dušik Magnezijev oksid, topen v vodi

▼B

1	2	3	4	5	6
2(a)	Natrijev nitrat	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot glavno sestavino vsebuje natrijev nitrat	15 % N Dušik, izražen kot nitratni dušik		Nitratni dušik
2(b)	Čilski soliter	Proizvod se pridobiva iz surovine caliche, ki kot glavno sestavino vsebuje natrijev nitrat	15 % N Dušik, izražen kot nitratni dušik		Nitratni dušik
3(a)	Kalcijev cianamid	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot glavno sestavino vsebuje kalcijev cianamid, kalcijev oksid in morda majhne količine amonijevih soli in sečnine	18 % N Dušik, izražen kot skupni dušik, najmanj 75 % deklariranega dušika vezanega v obliki cianamida.		Skupni dušik
3(b)	Dušikov kalcijev cianamid	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot glavno sestavino vsebuje kalcijev cianamid, kalcijev oksid, lahko tudi majhne količine amonijevih soli in sečnine, ter dodani nitrat	18 % N Dušik, izražen kot skupni dušik, najmanj 75 % nenitratnega dušika, vezanega v obliki cianamida. Vsebnost nitratnega dušika: — najmanj: 1 % N — največ: 3 % N		Skupni dušik Nitratni dušik
4	Amonsulfat	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot glavno sestavino vsebuje amonijev sulfat	20 % N Dušik, izražen kot amonijski dušik		Amonijski dušik
5	Amonijev nitrat ali kalcijev amonijev nitrat	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot glavno sestavino vsebuje amonijev nitrat, lahko vsebuje polnila, kot so mleti apnenec, kalcijev sulfat, mleti dolomit, magnezijev sulfat, kizerit	20 % N Dušik, izražen kot nitratni dušik in amonijski dušik, vsaka od teh oblik pa prispeva približno polovico navzočega dušika. Po potrebi glej Prilogo III.1 in III.2 te uredbe.	Oznaka „kalcijev N amonijev nitrat“ je namenjena izključno gnojilu, ki poleg amonijevega nitrata vsebuje samo kalcijev karbonat (npr. apnenec) in/ali magnezijev karbonat ter kalcijev karbonat (npr. dolomit). Najmanjša vsebnost teh karbonatov mora biti 20 %, raven čistote pa vsaj 90 %	Skupni dušik Nitratni dušik Amonijski dušik

▼B

1	2	3	4	5	6
6	Amonijev sulfat Amonijev nitrat	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot glavni sestavini vsebuje amonijev nitrat in amonijev sulfat	25 % N Dušik, izražen kot amonijski in nitratni dušik. Najmanjša vsebnost nitratnega dušika: 5 %		Skupni dušik Amonijski dušik Nitratni dušik
7	Magnezijev sulfonitrat	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot glavne sestavine vsebuje amonijev nitrat, amonijev sulfat in magnezijev sulfat	19 % N Dušik, izražen kot amonijski in nitratni dušik. Najmanjša vsebnost nitratnega dušika: 6 % N 5 % MgO Magnezij v obliki soli, topnih v vodi, izražen kot magnezijev oksid		Skupni dušik Amonijski dušik Nitratni dušik Magnezijev oksid, topen v vodi
8	Magnezij-amonijev nitrat	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot glavne sestavine vsebuje amonijeve nitrate in magnezijeve sestavljene soli (dolomitni magnezijev karbonat in/ali magnezijev sulfat)	19 % N Dušik, izražen kot amonijski in nitratni dušik. Najmanjša vsebnost nitratnega dušika 6 % N 5 % MgO Magnezij, izražen kot skupni magnezijev oksid		Skupni dušik Amonijski dušik Nitratni dušik Skupni magnezijev oksid, lahko tudi magnezijev oksid, topen v vodi
9	Sečnina	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot glavno sestavino vsebuje karbonildiamid (karbamid)	44 % N Skupni amidni dušik (skupaj z biuretom). Največja vsebnost biureta: 1,2 %		Skupni dušik, izražen kot amidni dušik
10	Krotonildien diurea	Proizvod, pridobljen z reakcijo sečnine s krotonaldehidom Sestavljen iz monomer	28 % N Dušik, izražen kot skupni dušik Vsaj 25 % N iz krotonildien diuree Največja vsebnost sečninskega dušika: 3 %		Skupni dušik Sečninski dušik, kadar je to vsaj 1 masni % Dušik iz krotonildein diuree
11	Izobutiliden diurea	Proizvod, pridobljen z reakcijo sečnine z izobutiraldehidom Sestavljen iz monomer	28 % Dušik, izražen kot skupni dušik Vsaj 25 % N iz izobutilden diuree Največja vsebnost sečninskega dušika: 3 %		Skupni dušik Sečninski dušik, kadar je to vsaj 1 masni % Dušik iz izobutilden diuree

▼B

1	2	3	4	5	6
12	Urea formaldehid	Proizvod, ki se pridobiva z reakcijo sečnine s formaldehidom in kot osnovno sestavino vsebuje molekule urea- formaldehid Sestavljen iz monomer	36 % skupnega dušika Dušik, izražen kot skupni dušik Vsaj 3/5navedene vsebnosti skupnega dušika mora biti topne v vroči vodi Vsaj 31 % N iz urea- formaldehida Največja vsebnost sečninskega dušika: 5 %		Skupni dušik Sečninski dušik, kadar ga je vsaj 1 masni % Dušik iz formaldehid-uree, ki je topen v hladni vodi Dušik iz formaldehid-uree, ki je topen samo v vroči vodi
13	Dušikovo gnojilo s krotonilden diureo	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, vsebuje krotoniliden diureo in enostavno dušikovo gnojilo. (Seznam A-1 razen proizvodov 3(a), 3(b) in 5)	18 % N, izraženega kot skupni dušik Vsaj 3 % N v amonijski in/ali nitratni in/ali sečninski obliki Vsaj 1/3 navedene vsebnosti skupnega dušika mora izhajati iz krotoniliden diuree Največja vsebnost biureta: (sečninski N + krotoniliden diurea N) × 0,026		Skupni dušik Za vsako obliko, ki dosega vsaj 1 %: — nitratni dušik — amonijski dušik — sečninski dušik Dušik iz krotoniliden diuree
14	Dušikovo gnojilo z izobutiliden diureo	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, vsebuje izobutiliden diureo in enostavno dušikovo gnojilo. (Seznam A-1, razen proizvodov 3(a), 3(b) in 5)	18 % N, izraženega kot skupni dušik Vsaj 3 % N v amonijski in/ali nitratni in/ali sečninski obliki Vsaj 1/3 navedene vsebnosti skupnega dušika mora biti pridobljena iz izobutiliden diuree Največja vsebnost biureta: (sečninski N + izobutiliden diurea N) × 0,026		Skupni dušik Za vsako obliko, ki znaša vsaj 1 %: — nitratni dušik — amonijski dušik — sečninski dušik Dušik iz izobutiliden diuree

▼B

1	2	3	4	5	6
15	Dušikovo gnojilo z urea formaldehidom	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, vsebuje urea formaldehid in enostavno dušikovo gnojilo. (Seznam A-1 razen proizvodov 3(a), 3(b) in 5)	18 % N, izraženega kot skupni dušik Vsaj 3 % dušika v amonijski in/ali nitratni in/ali sečninski obliki Vsaj 1/3navedene vsebnosti skupnega dušika mora izhajati iz urea formaldehida Dušik iz urea formaldehida mora vsebovati vsaj 3/5 dušika, ki je topen v vroči vodi Največja vsebnost biureta: (sečninski N + urea formaldehid) × 0,026		Skupni dušik Za vsako obliko, ki znaša vsaj 1 %: — nitratni dušik — amonijski dušik — sečninski dušik Dušik iz urea formaldehida Dušik iz urea formaldehida, ki je topen v hladni vodi Dušik iz urea formaldehida, ki je topen samo v vroči vodi
16	Amonijev sulfat z inhibitorjem nitrifikacije (dician-diamid)	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, vsebuje amonijev sulfat in diciandiamid.	20 % N Dušik, izražen kot skupni dušik Najmanjša vsebnost amonijskega dušika: 18 % Najmanjša vsebnost dušika iz diciandiamida: 1,5 %		Skupni dušik Amonijski dušik Dušik iz diciandiamida Tehnični podatki ([a])
17	Amonijev sulfonitrat z inhibitorjem nitrifikacije (dician-diamid)	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, vsebuje amonijev sulfonitrat in diciandiamid.	24 % N Dušik, izražen kot skupni dušik Najmanjša vsebnost nitratnega dušika: 3 % Najmanjša vsebnost dušika iz diciandiamida: 1,5 %		Skupni dušik Nitratni dušik Amonijski dušik Dušik iz diciandiamida Tehnični podatki ([a])
18	Sečninsko-amonijev sulfat	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod iz sečnine in amonijevega sulfata	30 % N Dušik, izražen kot amonijski in sečninski dušik Najmanjša vsebnost amonijskega dušika: 4 % Najmanjša vsebnost žvepla, izražena kot žveplov trioksid: 12 % Največja vsebnost biureta: 0,9 %		Skupni dušik Amonijski dušik Sečninski dušik Žveplov trioksid, topen v vodi

([a]) Oseba, odgovorna za prodajo, mora vsakemu zavitku ali pošiljki v razsutem stanju priložiti čim bolj popolne tehnične podatke. Ti morajo uporabniku zlasti omogočati, da določi odmerke in čas uporabe glede na vrsto rastočega posevka.

A.2 *Fosfatna gnojila*

Kadar je za osnovne sestavine gnojil, ki se prodajajo v obliki zrnc (gnojila 1, 3, 4, 5, 6 in 7) predpisano merilo za velikost delcev, se to ugotavlja z ustrezno analizno metodo.

Št.	Tipska oznaka	Podatki o metodi pridobivanja in bistvenih sestavinah	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) Podatki o izražanju hranil Druge zahteve	Drugi podatki o tipski oznaki	Deklarirana vsebnost hranil Oblike in topnost hranil Druga merila
1	2	3	4	5	6
1	Bazična žlindra: — Tomasovi fosfati — Tomasova žlindra	Proizvod se pridobiva pri taljenju železove rude z obdelavo fosfornih talin in kot glavno sestavino vsebuje kalcijeve silikofosfate	12 % P_2O_5 Fosfor, izražen kot fosforjev pentoksid, topen v anorganskih kislinah, vsaj 75 % deklarirane vsebnosti P_2O_5 topne v 2 % citronski kislini ali P_2O_5 Fosfor, izražen kot fosforjev pentoksid, topen v 2 % citronski kislini Velikost delcev: — vsaj 75 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm — vsaj 96 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,630 mm		Skupni fosforjev pentoksid (topen v anorganskih kislinah), od katerega je 75 % (navedeno kot masni odstotek) topnih v 2 % citronski kislini (za trženje v Franciji, Italiji, Španiji, Portugalski, Grčiji ►**M1** , na Češkem, v Estoniji, na Cipru, v Latviji, v Litvi, na Madžarskem, na Malti, na Poljskem, v Sloveniji, na Slovaškem, ◄ ►**M3** Bolgarija, Romunija ◄) Skupni fosforjev pentoksid (topen v anorganskih kislinah) in fosforjev pentoksid, topen v 2 % citronski kislini (za trženje v Združenem kraljestvu). Fosforjev pentoksid, topen v 2 % citronski kislini (za trženje v Nemčiji, Belgiji, na Danskem, Irskem, v Luksemburgu, na Nizozemskem in v Avstriji).

▼B

1	2	3	4	5	6
2(a)	Normalni superfosfat	Proizvod se pridobiva z reakcijo mletega mineralnega fosfata in žveplove kisline in kot glavno sestavino vsebuje monokalcijev fosfat in kalcijev sulfat	16 % P_2O_5 Fosfor, izražen kot P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu, vsaj 93 % deklarirane vsebnosti P_2O_5 topne v vodi. Preskusni vzorec: 1 g		Fosforjev pentoksid, topen v nevtralnem amonijevem citratu Fosforjev pentoksid, topen v vodi
2(b)	Koncentrirani superfosfat	Proizvod se pridobiva z reakcijo mletega mineralnega fosfata z žveplovo in fosforno kislino ter kot glavno sestavino vsebuje monokalcijev fosfat in kalcijev sulfat.	25 % P_2O_5 Fosfor, izražen kot P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu, vsaj 93 % deklarirane vsebnosti P_2O_5 topne v vodi. Preskusni vzorec: 1 g		Fosforjev pentoksid, topen v nevtralnem amonijevem citratu Fosforjev pentoksid, topen v vodi
▼M2 2(c)	Trojni superfosfat	Proizvod se pridobiva z reakcijo mletega naravnega fosfata s fosforno kislino in kot glavno sestavino vsebuje monokalcijev fosfat	38 % P_2O_5 Fosfor, izražen kot P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu, vsaj 85 % deklarirane vsebnosti P_2O_5 topne v vodi Preskusni vzorec: 3 g		Fosforjev pentoksid, topen v nevtralnem amonijevem citratu Fosforjev pentoksid, topen v vodi
▼B 3	Delno topen naravni fosfat	Proizvod se pridobiva z delno reakcijo mletega naravnega fosfata z žveplovo ali fosforno kislino in kot glavne sestavine vsebuje monokalcijev fosfat, trikalcijev fosfat in kalcijev sulfat.	20 % P_2O_5 Fosfor, izražen kot P_2O_5, topen v anorganskih kislinah, vsaj 40 % deklarirane vsebnosti P_2O_5 topne v vodi Velikost delcev: — vsaj 90 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm — vsaj 98 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,630 mm		Skupni fosforjev pentoksid (topen v anorganskih kislinah) Fosforjev pentoksid, topen v vodi

▼B

1	2	3	4	5	6
4	Dikalcijev fosfat	Proizvod se pridobiva z obarjanjem topne fosforne kisline iz naravnih fosfatov ali kosti in kot glavno sestavino vsebuje dikalcijev fosfat dihidrat	38 % P_2O_5 Fosfor, izražen kot P_2O_5, topen v alkalnem amonijevem citratu (Petermann) Velikost delcev: — vsaj 90 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm — vsaj 98 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,630 mm		Fosforjev pentoksid, topen v alkalnem amonijevem citratu
5	Kalcinirani fosfat	Proizvod se pridobiva s toplotno obdelavo mletega naravnega fosfata z alkalnimi spojinami in silicijevo kislino ter kot glavni sestavini vsebuje alkalen kalcijev fosfat in kalcijev silikat	25 % P_2O_5 Fosfor, izražen kot P_2O_5, topen v alkalnem amonijevem citratu (Petermann) Velikost delcev: — vsaj 75 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm — vsaj 96 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,630 mm		Fosforjev pentoksid, topen v alkalnem amonijevem citratu
6	Aluminijev kalcijev fosfat	Proizvod se pridobiva v amorfni obliki s toplotno obdelavo in mletjem ter kot glavni sestavini vsebuje aluminijev in kalcijev fosfat	30 % P_2O_5 Fosfor, izražen kot P_2O_5, topen v anorganskih kislinah, vsaj 75 % deklarirane vsebnosti P_2O_5 topne v alkalnem amonijevem citratu (Joulie) Velikost delcev: — vsaj 90 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm — vsaj 98 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,630 mm		Skupni fosforjev pentoksid (topen v anorganskih kislinah) Fosforjev pentoksid, topen v alkalnem amonijevem citratu

▼B

1	2	3	4	5	6
7	Mehki mleti naravni fosfat	Proizvod se pridobiva z mletjem mehkih anorganskih fosfatov ter kot glavni sestavini vsebuje trikalcijev fosfat in kalcijev karbonat	25 % P_2O_5 Fosfor, izražen kot P_2O_5, topen v anorganskih kislinah, vsaj 55 % navedene vsebnosti P_2O_5 topne v 2 % mravljični kislini Velikost delcev: — vsaj 90 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,063 mm — vsaj 99 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,125 mm		Skupni fosforjev pentoksid (topen v anorganskih kislinah) Fosforjev pentoksid, topen v 2 % mravljični kislini Masni odstotek snovi, ki ga je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,063 mm

A.3 *Kalijeva gnojila*

Št.	Tipska oznaka	Podatki o metodi pridobivanja in bistvenih sestavinah	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) Podatki o izražanju hranil Druge zahteve	Drugi podatki o tipski oznaki	Deklarirana vsebnost hranil Oblike in topnost hranil Druga merila
1	2	3	4	5	6
1	Kajnit	Proizvod se pridobiva iz naravnih kalijevih soli	10 % K_2O Kalij, izražen kot K_2O, topen v vodi 5 % MgO Magnezij v obliki soli, topnih v vodi, izražen kot magnezijev oksid	Lahko se dodajo običajna trgovska imena.	Kalijev oksid, topen v vodi Magnezijev oksid, topen v vodi
2	Obogatena kajnitna sol	Proizvod se pridobiva iz naravnih kalijevih soli in je obogaten s primesjo kalijevega klorida	18 % K_2O Kalij, izražen kot K_2O, topen v vodi	Lahko se dodajo običajna trgovska imena.	Kalijev oksid, topen v vodi Neobvezna navedba vsebnosti magnezijevega oksida, topnega v vodi, kadar ga je vsebnost večja od 5 %

▼B

1	2	3	4	5	6
3	Kalijev klorid	Proizvod se pridobiva iz naravnih kalijevih soli in kot glavno sestavino vsebuje kalijev klorid	37 % K_2O Kalij, izražen kot K_2O, topen v vodi	Lahko se dodajo običajna trgovska imena.	Kalijev oksid, topen v vodi
4	Kalijev klorid z magnezijevo soljo	Proizvod se pridobiva iz naravnih kalijevih soli z dodanimi magnezijevimi solmi in kot glavni sestavini vsebuje kalijev klorid in magnezijeve soli	37 % K_2O Kalij, izražen kot K_2O, topen v vodi 5 % MgO Magnezij v obliki soli, topnih v vodi, izražen kot magnezijev oksid		Kalijev oksid, topen v vodi Magnezijev oksid, topen v vodi
5	Kalijev sulfat	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom iz kalijevih soli in kot glavno sestavino vsebuje kalijev sulfat	47 % K_2O Kalij, izražen kot K_2O, topen v vodi Največja vsebnost klora: 3 % Cl		Kalijev oksid, topen v vodi Neobvezna navedba vsebnosti klorida
6	Kalijev sulfat, ki vsebuje magnezijevo sol	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom iz kalijevih soli, lahko z dodatkom magnezijevih soli in kot glavni sestavini vsebuje kalijev sulfat in magnezijev sulfat	22 % K_2O Kalij, izražen kot K_2O, topen v vodi 8 % MgO Magnezij v obliki soli, topnih v vodi, izražen kot magnezijev oksid Največja vsebnost klora: 3 % Cl	Lahko se dodajo običajna trgovska imena.	Vodotopen kalijev oksid Vodotopen magnezijev oksid Neobvezna navedba vsebnosti klora
7	Kizerit s kalijevim sulfatom	Proizvod se pridobiva iz kizerita z dodatkom kalijevega sulfata	8 % MgO Magnezij, izražen kot MgO, topen v vodi 6 % K_2O Kalij, izražen kot K_2O, topen v vodi Skupni MgO + K_2O: 20 % Največja vsebnost klora: 3 % Cl	Lahko se dodajo običajna trgovska imena.	Neobvezna navedba vsebnosti klora Magnezijev oksid, topen v vodi Kalijev oksid, topen v vodi

▼B

B. **Sestavljena mineralna gnojila s primarnimi hranili**

B.1 *Gnojila NPK*

B.1.1	Tipska oznaka	Gnojila NPK
	Podatki o metodi pridobivanja	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom ali z mešanjem, brez dodajanja organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora.
	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek)	— Skupaj: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O) — Hranila ločeno: 3 % N, 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Oblike, topnost in vsebnost hranila se deklarirajo, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojila Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Skupni dušik (2) Nitratni dušik (3) Amonijski dušik (4) Amidni dušik (5) Cianamidni dušik	(1) P_2O_5, topen v vodi (2) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu (3) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu in vodi (4) P_2O_5, topen samo v anorganskih kislinah (5) P_2O_5, topen v alkalnem amonijevem citratu (Petermann) (6a) P_2O_5, topen v anorganskih kislinah, od tega je vsaj 75 % deklarirane vsebnosti P_2O_5 topne v 2 % citronski kislini (6b) P_2O_5, topen v 2 % citronski kislini	K_2O, topen v vodi	(1) Skupni dušik (2) Če je katere od dušikovih oblik od (2) do (5) vsaj 1 %, jo je treba dekolarirati. (3) Če je katere od oblik nad 28 %, glej Prilogo III .2	1. Gnojilo NPK brez Thomasove žlindre, kalciniranega fosfata, aluminijevega kalcijevega fosfata, delno topnega naravnega fosfata in mehkega mletega naravnega fosfata je treba deklarirati glede na topnosti iz (1), (2) ali (3): — pri manj kot 2 % P_2O_5, topnega v vodi, se deklarira samo topnost (2); — pri vsaj 2 % P_2O_5, topnega v vodi, se deklarira topnost (3) in navede vsebnost P_2O_5, topnega v vodi (topnost (1)).	(1) Kalijev oksid, topen v vodi (2) Oznaka „nizka vsebnost klora“ pomeni največ 2 % vsebnost Cl.

1	2	3	4	5	6
	(7) P_2O_5, topen v anorganskih kislinah, od tega je vsaj 75 % deklarirane vsebnosti P_2O_5 topne v alkalnem amonijevem citratu (Joulie) (8) P_2O_5, topen v anorganskih kislinah, od tega je vsaj 55 % deklarirane vsebnosti P_2O_5 topne v 2 % mravljični kislini.			Vsebnost P_2O_5, topnega samo v anorganskih kislinah, ne sme presegati 2 %. Pri tem tipu 1 se topnost (2) in (3) določata na 1 g vzorca. 2 (a) Gnojilo NPK z mehkim mletim naravnim fosfatom ali delno topnim naravnim fosfatom mora biti brez Thomasove žlindre, kalciniranega fosfata in aluminijevega kalcijevega fosfata. Deklarira se v skladu s topnostjo (1), (3) in (4). Ta vrsta gnojila mora vsebovati: — vsaj 2 % P_2O_5, topnega samo v anorganskih kislinah (topnost (4)); — vsaj 5 % P_2O_5, topnega v vodi in nevtralnem amonijevem citratu (topnost (3)); — vsaj 2,5 % P_2O_5, topnega v vodi (topnost (1)); Ta vrsta gnojila se mora prodajati z oznako „gnojilo NPK, ki vsebuje mehki mleti naravni fosfat“ ali „gnojilo NPK, ki vsebuje delno topen naravni fosfat“. Pri tipu 2(a) vzorec za določanje topnosti (3) tehta 3 g.	(3) Vsebnost klora se lahko deklarira
Velikost delcev osnovnih fosfatnih sestavin Thomasova žlindra: vsaj 75 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm Aluminij-kalcijev fosfat: vsaj 90 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm Kalcinirani fosfat: vsaj 75 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm Mehki mleti naravni fosfat: vsaj 90 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,063 mm Delno topen naravni fosfat: vsaj 90 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm				2 (b) V gnojilu NPK, ki vsebuje aluminijev kalcijev fosfat, ne sme biti Thomasove žlindre, kalciniranega fosfata, mehkega mletega naravnega fosfata in delno topnega naravnega fosfata. To se deklarira v skladu s topnostjo (1) in (7), slednja se uporablja po sklepanju o topnosti v vodi. Ta vrsta gnojila mora vsebovati: — vsaj 2 % P_2O_5, topnega v vodi (topnost (1)),	

1	2	3	4	5	6
				— vsaj 5 % P_2O_5 glede na topnost (7).To vrsto gnojila je treba prodajati z oznako „gnojilo NPK, ki vsebuje aluminijev kalcijev fosfat“. 3. Pri gnojilih NPK, ki vsebujejo samo eno od naslednjih vrst fosfatnega gnojila: Thomasovo žlindro, kalcinirani fosfat, aluminijev kalcijev fosfat, mehki mleti naravni fosfat, mora tipski oznaki slediti označba fosfatne sestavine. Deklaracijo topnosti P_2O_5 je treba podati v skladu z naslednjimi topnostmi: — pri gnojilih iz Thomasove žlindre: topnost (6a) (Francija, Italija, Španija, Portugalska, Grčija ►M1 , Češka, Estonija, Ciper, Latvija, Litva, Madžarska, Malta, Poljska, Slovenija, Slovaška, ◄ ►M3 Bolgarija, Romunija ◄) (6b) (Nemčija, Belgija, Danska, Irska, Luksemburg, Nizozemska, Združeno kraljestvo in Avstrija); — pri gnojilih iz kalciniranega fosfata: topnost (5); — pri gnojilih iz aluminijevega kalcijevega fosfata: topnost (7); — pri gnojilih iz mehkega mletega naravnega fosfata: topnost (8).	

B.1.2	Tipska oznaka: Podatki o metodi pridobivanja: Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek)	Gnojilo NPK, ki vsebuje krotoniliden diureo ali izobutiliden diureo ali urea formaldehid (kakor je primerno) S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, brez dodatka organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora, vsebuje krotoniliden diureo ali izobutiliden diureo ali urea formaldehid. — Skupaj: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O) — Hranila ločeno: — 5 % N. Vsaj 1/4 deklarirane vsebnosti skupnega dušika mora izvirati iz dušikove oblike (5), (6) ali (7). Vsaj 3/5 deklarirane vsebnosti dušika (7) mora biti topne v vroči vodi — 5 % P_2O_5, — 5 % K_2O.

Oblike, topnost in vsebnost hranila se deklarirajo, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojil Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Skupni dušik (2) Nitratni dušik (3) Amonijski dušik (4) Sečninski dušik (5) Dušik iz krotoniliden diuree (6) Dušik iz izobutiliden diuree (7) Dušik iz urea formaldehida (8) Dušik iz urea formaldehida, ki je topen samo v vroči vodi (9) Dušik iz urea formaldehida, ki je topen v hladni vodi	(1) P_2O_5, topen v vodi (2) P_2O_5 topen v nevtralnem amonijevem citratu (3) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu in vodi	K_2O, topen v vodi	(1) Skupni dušik (2) Če je katere od dušikovih oblik iz (2), (3) in (4) vsaj 1 masni %, jo je treba navesti. (3) Ena od dušikovih oblik iz (5), (6) in(7) (kakor je primerno). Dušikovo obliko iz (7) je treba navesti v dušikovi obliki (8) in (9)	Gnojilo NPK brez Thomasove žlindre, kalciniranega fosfata, aluminijevega kalcijevega fosfata, delno raztopljenega naravnega fosfata in naravnega fosfata je treba navesti v skladu s topnostjo iz (1), (2) ali (3): — kadar vsebnost P_2O_5, topnega v vodi,ne presega 2 %, se navede samo topnost (2), — kadar je vsebnost P_2O_5, topnega v vodi,vsaj 2 %, se navede topnost iz (3) in vsebnost raztopljenega P_2O_5 (topnost (1)) Vsebnost P_2O_5, topnega samo v anorganskih kislinah, ne sme presegati 2 %. Preskusni vzorec za določanje topnosti iz (2) in (3) je 1 g.	(1) Kalijev oksid, topen v vodi (2) Oznaka „majhna vsebnost klora“ se lahko uporabi samo, kadar vsebnost klora ne presega 2 % (3) Vsebnost klora se lahko deklarira

B.2 *Gnojila NP*

B.2.1	Tipska oznaka:	Gnojila NP
	Podatki o metodi pridobivanja:	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom ali mešanjem, brez dodajanja organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora
	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek)	— Skupaj: 18 % (N + P_2O_5) — Hranila ločeno: 3 % N, 5 % P_2O_5.

Oblike, topnosti in vsebnost hranil se deklarirajo, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojil Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Skupni dušik (2) Nitratni dušik (3) Amonijski dušik (4) Amidni dušik (5) Cianamidni dušik	(1) P_2O_5, topen v vodi (2) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu (3) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu in vodi (4) P_2O_5, topen samo v anorganskih kislinah (5) P_2O_5, topen v alkalnem amonijevem citratu (Petermann) (6a) P_2O_5, topen v anorganskih kislinah, od tega je vsaj 75 % deklarirane vsebnosti P_2O_5 topne v 2 % citronski kislini (6b) P_2O_5, topen v 2 % citronski kislini (7) P_2O_5, topen v anorganskih kislinah, od tega je vsaj 75 % navedene vsebnosti P_2O_5 topne v alkalnem amonijevem citratu (Joulie)		(1) Skupni dušik (2) Če je katere od dušikovih oblik dušika iz (2) do (5) vsaj 1 masni %, jo je treba deklarirati.	1. Gnojilo NP brez Thomasove žlindre, kalciniranega fosfata, aluminijevega kalcijevega fosfata, delno raztopljenega naravnega fosfata in mehkega mletega naravnega fosfata je treba deklarirati glede na topnost iz (1), (2) ali (3): — če je P_2O_5, topnega v vodi, manj od 2 %, se deklarira samo topnost (2); — če je P_2O_5, topnega v vodi, vsaj 2 %, se deklarira topnost (3) in navesti je treba vsebnost P_2O_5, topnega v vodi (topnost (1)). Vsebnost P_2O_5, topnega samo v anorganskih kislinah, ne sme presegati 2 %. Za ta tip 1 se topnosti (2) in (3) določata na 1 g vzorcu.	

1	2	3	4	5	6
	(8) P_2O_5, topen v anorganskih kislinah, od tega je vsaj 55 % navedene vsebnosti P_2O_5 topne v 2 % mravljični kislini.			2 (a) Gnojilo NP z mehkim mletim naravnim fosfatom ali delno topnim naravnim fosfatom mora biti brez Thomasove žlindre, kalciniranega fosfata in aluminijevega kalcijevega fosfata. Deklarira se v skladu s topnostmi (1), (3), in (4). Ta vrsta gnojila mora vsebovati: — vsaj 2 % P_2O_5, topnega samo v anorganskih kislinah (topnost (4)); — vsaj 5 % P_2O_5, topnega v vodi in nevtralnem amonijevem citratu (topnost (3)); — vsaj 2,5 % P_2O_5, topnega v vodi (topnost (1)); Ta vrsta gnojila se mora prodajati z oznako „gnojilo NP, ki vsebuje mehki mleti naravni fosfat“ ali „gnojilo NP, ki vsebuje delno topen naravni fosfat“ Pri tem tipu 2(a) preskusni vzorec za določanje topnosti iz (3) tehta 3 g.	
	Velikost delcev osnovnih fosfatnih sestavin: Tomasova žlindra vsaj 75 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm Aluminij-kalcijev fosfat vsaj 90 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm Calcinirani fosfat vsaj 75 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm Mehki mleti naravni fosfat vsaj 90 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,063 mm Delno topni naravni fosfat vsaj 90 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm			2 (b) V gnojilu NP, ki vsebuje aluminijev kalcijev fosfat, ne sme biti Thomasove žlindre, kalciniranega fosfata, mehkega mletega naravnega fosfata in delno topnega naravnega fosfata. Deklarira se v skladu s topnostjo (1) in (7), slednja po sklepanju o topnosti v vodi. Ta vrsta gnojila mora vsebovati: — vsaj 2 % P_2O_5, topnega v vodi (topnost (1)); — vsaj 5 % P_2O_5 glede na topnost (7).	

1	2	3	4	5	6
				To vrsto gnojila je treba prodajati z oznako „gnojilo NP, ki vsebuje aluminijev kalcijev fosfat“. 3. Pri gnojilihm! NP, ki vsebujejo samo eno od naslednjih vrst fosfatnega gnojila: Thomasovo žlindro, kalcinirani fosfat, aluminijev kalcijev fosfat, mehki mleti kalcijev fosfat, mora tipski oznaki slediti navedba fosfatne sestavine. Deklaracijo topnosti P_2O_5 je treba podati v skladu s topnostmi: — pri gnojilih iz Thomasove žlindre: topnost (6a) (Francija, Italija, Španija, Portugalska, Grčija ►M1 , Češka, Estonija, Ciper, Latvija, Litva, Madžarska, Malta, Poljska, Slovenija, Slovaška, ◄ ►M3 Bolgarija, Romunija ◄) (6b) (Nemčija, Belgija, Danska, Irska, Luksemburg, Nizozemska, Združeno kraljestvo in Avstrija); — pri gnojilih iz kalciniranega fosfata: topnost (5); — pri gnojilih iz aluminijevega kalcijevega fosfata: topnost (7); — pri gnojilih iz mehkega mletega naravnega fosfata: topnost (8).	

B.2.2	Tipska oznaka:	Gnojilo NP, ki vsebuje krotoniliden diureo ali izobutiliden diureo ali ureo formaldehid (kakor je primerno)
	Podatki o metodi pridobivanja:	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, brez dodatka organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora, vsebuje krotoniliden diureo ali izobutiliden diureo ali ureo formaldehid.
	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek)	— Skupaj: 18 % (N + P_2O_5) — Hranila ločeno: — 5 % N. Vsaj 1/4 deklarirane vsebnosti skupnega dušika mora izvirati iz dušikove oblike (5) ali (6) ali (7). Vsaj 3/5 navedene vsebnosti dušika (7) mora biti topne v vroči vodi, — 5 % P_2O_5.

Oblike, topnost in vsebnost hranila se deklarirajo, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojil Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Skupni dušik (2) Nitratni dušik (3) Amonijski dušik (4) Sečninski dušik (5) Dušik iz krotoniliden diuree (6) Dušik iz izobutiliden diuree (7) Dušik iz urea formaldehida (8) Dušik iz urea formaldehida, ki je topen samo v vroči vodi (9) Dušik iz urea formaldehida, ki je topen v hladni vodi	(1) P_2O_5, topen v vodi (2) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu (3) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu in vodi		(1) Skupni dušik (2) Če je katere od dušikovih oblik iz (2), (3) in(4) vsaj 1 masni %, jo je treba deklarirati. (3) Ena od dušikovih oblik iz (5), (6) in (7) (kakor je primerno). Dušikovo obliko (7) je treba deklarirati v dušikovi obliki (8) in (9)	Gnojilo NP brez Thomasove žlindre, kalciniranega fosfata, aluminijevega kalcijevega fosfata, delno topnega naravnega fosfata in naravnega fosfata je treba deklarirati v skladu s topnostjo (1), (2) ali (3): — kadar vsebnost P_2O_5, topnega v vodi, ne presega 2 %, se deklarira samo topnost (2); — kadar je vsebnost P_2O_5, topnega v vodi, vsaj 2 %, se deklarira topnost (3) in navesti je treba vsebnost P_2O_5, topnega v vodi (topnost (1)). Vsebnost P_2O_5, topnega samo v anorganskih kislinah ne sme presegati 2 %. Preskusni vzorec za določanje topnosti iz (2) in (3) tehta 1 g.	

▼B

B.3 *Gnojila NK*

B.3.1	Tipska oznaka:	Gnojila NK.
	Podatki o metodi pridobivanja:	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom ali z mešanjem, brez dodajanja organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora
	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek)	— Skupaj: 18 % (N + K_2O); — Hranila ločeno: 3 % N, 5 % K_2O.

Oblike, topnost in vsebnost hranila se deklarirajo, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojila Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Skupni dušik (2) Nitratni dušik (3) Amonijski dušik (4) Amidni dušik (5) Cianamidov dušik		K_2O, topen v vodi	(1) Skupni dušik (2) Če je katere od dušikovih oblik iz (2) do (5) vsaj 1 masni %, jo je treba navesti.		(1) Kalijev oksid, topen v vodi (2) Oznaka „majhna vsebnost klora“ pomeni največ 2 % vsebnost Cl. (3) Vsebnost klora se lahko dekklarira

B.3.2	Tipska oznaka:	Gnojilo NK, ki vsebuje krotoniliden diureo ali izobutiliden diureo ali ureo formaldehid (kakor je primerno).
	Podatki o metodi pridobivanja:	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, brez dodatka organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora, ki vsebuje krotoniliden diureo ali izobutiliden diureo ali ureo formaldehid.
	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek)	— Skupaj: 18 % ($N + K_2O$); — Hranila ločeno: — 5 % N Vsaj 1/4 deklarirane vsebnosti skupnega dušika mora izvirati iz dušikove oblike (5) ali (6) ali (7). Vsaj 3/5 deklarirane vsebnosti dušika (7) mora biti topne v vroči vodi. — 5 % K_2O

Oblike, topnost in vsebnost hranila se deklarirajo, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojil Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Skupni dušik (2) Nitratni dušik (3) Amonijski dušik (4) Amidni dušik (5) Dušik iz krotoniliden diuree (6) Dušik iz izobutiliden diuree (7) Dušik iz urea formaldehida (8) Dušik iz urea formaldehida, ki je topen samo v vroči vodi (9) Dušik iz urea formaldehida, ki je topen v mrzli vodi		K_2O, topen v vodi	(1) Skupni dušik (2) Če je katere od dušikovih oblik iz (2) do (4) vsaj 1 masni % jo je treba deklarirati (3) Ena od dušikovih oblik iz (5) do (7) (kakor je primerno). Dušikovo obliko (7) je treba deklarirati v dušikovi obliki (8) in (9)		(1) Kalijev oksid, topen v vodi (2) Izraz „majhna vsebnost klora“ se lahko uporabi samo, kadar vsebnost klora ne presega 2 %. (3) Vsebnost klora se lahko deklarira

B.4 *Gnojila PK*

Tipska oznaka:	Gnojila PK.
Podatki o metodi pridobivanja:	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom ali z mešanjem, brez dodatka organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora.
Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek):	— Skupaj: 18 % (P_2O_5 + K_2O); — Hranila ločeno: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Oblike, topnost in vsebnost hranila se deklarira, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojil Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) P_2O_5, topen v vodi (2) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu (3) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu in vodi (4) P_2O_5, topen samo v anorganskih kislinah (5) P_2O_5, topen v alkalnem amonijevem citratu (Petermann) (6a) P_2O_5, topen v anorganskih kislinah, od tega je vsaj 75 % deklarirane vsebnosti P_2O_5 topne v 2 % citronski kislini (6b) P_2O_5, topen v 2 % citronski kislini (7) P_2O_5, topen v anorganskih kislinah, od tega je vsaj 75 % navedene vsebnosti P_2O_5 topne v alkalnem amonijevem citratu (Joulie)	K_2O, topen v vodi		1. Gnojilo PK brez Tomasove žlindre, kalciniranega fosfata, aluminijevega kalcijevega fosfata, delno topnega naravnega fosfata in mehkega mletega naravnega fosfata je treba deklarirati v skladu s topnostjo iz (1), (2) ali (3): — kadar vsebnost P_2O_5, topnega v vodi, ne presega 2 %, se deklarira samo topnost (2); — kadar je vsebnost P_2O_5, topnega v vodi, vsaj 2 %, se deklarira topnost (3) in označiti je treba vsebnost P_2O_5, topnega v vodi (topnost (1)). Vsebnost P_2O_5, topnega samo v anorganskih kislinah, ne sme presegati 2 %. Za ta tip 1 preskusni vzorec za določanje topnosti (2) in (3) tehta 1 g.	(1) Kalijev oksid, topen v vodi (2) Oznaka „majhna vsebnost klora“ pomeni največ 2 % vsebnost Cl. (3) Vsebnost klora se lahko deklarira

1	2	3	4	5	6
	(8) P_2O_5, topen v anorganskih kislinah, od tega je vsaj 55 % deklarirane vsebnosti P_2O_5 topne v 2 % mravljični kislini			2 (a) Gnojilo PK z mehkim mletim naravnim fosfatom ali delno topnim naravnim fosfatom mora biti brez Thomasove žlindre, kalciniranega fosfata in aluminijevega kalcijevega fosfata. Deklarira se v skladu s topnostjo (1), (3) in (4). Ta vrsta gnojila mora vsebovati: — vsaj 2 % P_2O_5, topnega samo v anorganskih kislinah (topnost (4)); — vsaj 5 % P_2O_5, topnega v vodi in nevtralnem amonijevem citratu (topnost (3)); — vsaj 2,5 % P_2O_5, topnega v vodi (topnost (1)).To vrsta gnojila je treba prodajati z oznako „gnojilo PK, ki vsebuje mehki mleti naravni fosfat“ ali „gnojilo PK, ki vsebuje delno topni naravni fosfat“. Pri tem tipu 2(a) preskusni vzorec za določanje topnosti (3) tehta 3 g	
Velikost delcev osnovnih fosfatnih sestavin: Tomasova žlindra uminijev kalcijev fosfat Calcinirani fosfat Mehki mleti naravni fosfat Delno topni naravni fosfat	vsaj 75 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,063 mm Alvsaj 90 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm vsaj 75 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm vsaj 90 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,063 mm vsaj 90 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,160 mm			2(b) V gnojilu PK, ki vsebuje aluminijev kalcijev fosfat, ne sme biti Thomasove žlindre, kalciniranega fosfata in delno topnega naravnega fosfata. Deklarira se v skladu s topnostjo (1) in (7), slednja se uporablja po sklepanju o topnosti v vodi. Ta tip gnojila mora vsebovati: — vsaj 2 % P_2O_5, topnega v vodi (topnost (1)); — vsaj 5 % P_2O_5 glede na topnost (7). To vrsto gnojila je treba prodajati z oznako „gnojilo PK, ki vsebuje aluminijev kalcijev fosfat“.	

1	2	3	4	5	6
				3. Pri gnojilih PK, ki vsebujejo samo eno od naslednjih vrst fosfatnega gnojila: Thomasovo žlindro, kalcinirani fosfat, aluminijev kalcijev fosfat, mehki mleti naravni fosfat, mora tipski oznaki slediti navedba fosfatne sestavine. Topnost P_2O_5 je treba deklarirati v skladu s topnostmi: — pri gnojilih iz Thomasove žlindre: topnost (6a) (Francija, Italija, Španija, Portugalska, Grčija ►M1 , Češka, Estonija, Ciper, Latvija, Litva, Madžarska, Malta, Poljska, Slovenija, Slovaška, ◄ ►M3 Bolgarija, Romunija ◄), (6b) (Nemčija, Belgija, Danska, Irska, Luksemburg, Nizozemska, Združeno kraljestvo in Avstrija); — pri gnojilih iz kalciniranega fosfata: topnost (5); — pri gnojilih iz aluminijevega kalcijevega fosfata: topnost (7); — pri gnojilh iz mehkega mletega naravnega fosfata: topnost (8).	

▼B

C. **Mineralna tekoča gnojila**

C.1 *Enostavna tekoča gnojila*

Št.	Tipska oznaka	Podatki o metodi pridobivanja in osnovne sestavine	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) Podatki o izražanju hranil Druge zahteve	Drugi podatki ali tipske oznake	Deklarirana vsebnost hranil Oblike in topnost hranil Druga merila
1	2	3	4	5	6
1	Raztopina dušikovega gnojila	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom in z raztapljanjem v vodi v obliki, obstojni pri atmosferskem tlaku, brez dodatka organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora	15 % N Dušik, izražen kot skupni dušik, ali, če je v samo v eni obliki, kot nitratni dušik ali amonijski dušik ali sečninski dušik. Največja vsebnost biureta: sečninski N × 0,026		Skupni dušik in pri vseh oblikah, ki ga vsebujejo ne manj kot 1 %, nitratni dušik, amonijski dušik in/ali sečninski dušik. Če je vsebnost biureta manjša od 0,2 %, se lahko uporabi izraz „nizka vsebnost biureta“.
2	Raztopina amonijevega nitrata in sečnine	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom in z raztapljanjem v vodi, vsebuje amonijev nitrat in sečnino.	26 % N Dušik, izražen kot skupni dušik, od tega je približno polovica navzočega dušika sečninski dušik. Največja vsebnost biureta: 0,5 %		Skupni dušik Nitratni dušik, amonijski dušik in sečninski dušik Če je vsebnost biureta manjša od 0,2 %, se lahko uporabi izraz „majhna vsebnost biureta“.
3	Raztopina kalcijevega nitrata	Proizvod se pridobiva z raztapljanjem kalcijevega nitrata v vodi	8 % N Dušik, izražen kot dušik v nitratni obliki z največ 1 % dušika kot amonijak Kalcij, izražen kot CaO, topen v vodi	Tipski oznaki, po potrebi, lahko sledi ena od navedb: — za foliarno gnojenje, — za pripravo hranilnih raztopin; — za fertigacijo.	Skupni dušik Kalcijev oksid, topen v vodi, za uporabe, določene v stolpcu 5 Neobvezno: — dušik v nitratni obliki; — dušik kot amonijak.

▼B

1	2	3	4	5	6
4	Raztopina magnezijevega nitrata	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom in z raztapljanjem magnezijevega nitrata v vodi	6 % N Dušik, izražen kot nitratni dušik 9 % MgO Magnezij, izražen kot magnezijev oksid, topen v vodi Najmanjši pH: 4		Nitratni dušik Magnezijev oksid, topen v vodi
5	Suspenzija kalcijevega nitrata	Proizvod se pridobiva s pripravo suspenzije kalcijevega nitrata v vodi	8 % N Dušik, izražen kot skupni dušik ali nitratni ali amonijski dušik največja vsebnost amonijskega dušika: 1,0 % 14 % CaO Kalcij, izražen kot CaO, topen v vodi	Tipski oznaki lahko sledi ena od navedb: — za foliarno gnojenje, — za pripravo hranilnih raztopin in suspenzij, — za fertigacijo.	Skupni dušik Nitratni dušik Kalcijev oksid, topen v vodi, za uporabe, določene v stolpcu 5
6	Raztopina dušikovega gnojila s sečninskim formaldehidom	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom ali z raztapljanjem sečninskega formaldehida in dušikovega gnojila iz seznama A-1 v tej uredbi, razen proizvodov 3(a), 3(b) in 5, v vodi	18 % N, izražen kot skupni dušik Vsaj tretjina vsebnosti deklariranega skupnega dušika mora izvirati iz sečninskega formaldehida Največja vsebnost biureta: (sečninski N + sečninski formaldehid N) × 0,026		Skupni dušik Za vse oblike, ki vsebujejo vsaj 1 %: — nitratnega dušika; — amonijskega dušika; — sečninskega dušika. Dušik iz sečninskega formaldehida

▼B

1	2	3	4	5	6
7	Suspenzija dušikovega gnojila s sečninskim formaldehidom	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom ali s pripravo suspenzije sečninskega formaldehida in dušikovega gnojila iz seznama A-1 v tej uredbi, razen proizvodov 3(a), 3(b) in 5, v vodi	18 % N, izražen kot skupni dušik Vsaj tretjina vsebnosti deklariranega skupnega dušika mora izvirati iz sečninskega formaldehida, od katerega mora biti vsaj tri petine topnega v vroči vodi. Največja vsebnost biureta: (sečninski N + sečninski formaldehid N) × 0,026		Skupni dušik Za vse oblike, ki vsebujejo vsaj 1 %: — nitratnega dušika; — amonijskega dušika; — sečninskega dušika. Dušik iz sečninskega formaldehida Dušik iz sečninskega formaldehida, ki je topen v hladni vodi Dušik iz sečninskega formaldehida, ki je topen samo v vroči vodi

C.2 *Sestavljena tekoča gnojila*

C.2.1	Tipska oznaka:	Raztopina gnojila NPK.
	Podatki o metodi pridobivanja:	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom in z raztapljanjem v vodi v obliki, obstojni pri atmosferskem tlaku, brez dodatka organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora.
	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) in druge zahteve:	— Skupaj: 15 % ($N + P_2O_5 + K_2O$); — Hranila ločeno: 2 % N, 3 % P_2O_5, 3 % K_2O; — Največja vsebnost biureta: sečninski N × 0,026

▼B

Oblike, topnost in vsebnost hranil se deklarirajo, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojil Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Skupni dušik (2) Nitratni dušik (3) Amonijski dušik (4) Sečninski dušik	P_2O_5, topen v vodi	K_2O, topen v vodi	(1) Skupni dušik (2) Če je katere od dušikovih oblik iz (2) do (4) vsaj 1 masni %, jo je treba deklarirati. (3) Če je vsebnost biureta manjša od 0,2 %, se lahko doda izraz „majhna vsebnost biureta“.	P_2O_5, topen v vodi	(1) Kalijev oksid, topen v vodi (2) Izraz „majhna vsebnost klora“ se lahko uporabi samo, kadar vsebnost klora ne presega 2 % (3) Vsebnost klora se lahko deklarira

C.2.2	Tipska oznaka:	Suspenzija gnojila NPK
	Podatki o metodi pridobivanja:	Proizvod v tekoči obliki, v katerem hranila izvirajo iz snovi v vodni suspenziji in iz raztopine brez dodatka organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora.
	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) in druge zahteve:	— Skupaj: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O); — Hranila ločeno: 3 % N, 4 % P_2O_5, 4 % K_2O; — Največja vsebnost biureta: sečninski N × 0,026.

Oblike, topnost in vsebnost hranil se deklarirajo, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojil Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Skupni dušik (2) Nitratni dušik (3) Amonijski dušik (4) Sečninski dušik	(1) P_2O_5, topen v vodi (2) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu (3) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu in vodi	K_2O, topen v vodi	(1) Skupni dušik (2) Če je katere od dušikovih oblik iz (2) do (4) vsaj 1 masni %, jo je treba deklarirati (3) Če je vsebnost biureta manjša od 0,2 %, se lahko doda izraz „majhna vsebnost biureta“.	Gnojila ne smejo vsebovati Thomasove žlindre, aluminijevega kalcijevega fosfata, kalciniranih fosfatov, delno topnih fosfatov ali naravnih fosfatov. (1) Če je P_2O_5, topnega v vodi, manj kot 2 %, se deklarira samo topnost (2) (2) Če je P_2O_5, topnega v vodi, vsaj 2 %, se deklarira topnost 3 in vsebnost P_2O_5, topnega v vodi.	(1) Kalijev oksid, topen v vodi (2) Izraz „majhna vsebnost klora“ se lahko uporabi samo, kadar vsebnost klora ne presega 2 % (3) Vsebnost klora se lahko deklarira

C.2.3	Tipska oznaka:	Raztopina gnojila NP.
	Podatki o metodi pridobivanja:	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom in z raztapljanjem v vodi v obliki, obstojni pri atmosferskem tlaku, brez dodatka organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora.
	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek):	— Skupaj: 18 % (N + P_2O_5) — Hranila ločeno: 3 % N, 5 % P_2O_5. — Največja vsebnost biureta: sečninski N × 0,026.

▼B

Oblike, topnost in vsebnost hranil se deklarirajo, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojil Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Skupni dušik (2) Nitratni dušik (3) Amonijski dušik (4) Sečninski dušik	P_2O_5, topen v vodi		(1) Skupni dušik (2) Če je katere od dušikovih oblik iz (2) do (4) vsaj 1 masni %, jo je treba deklarirati (3) Če je vsebnost biureta manjša od 0,2 %, se lahko doda izraz „majhna vsebnost biureta“	P_2O_5, topen v vodi	

C.2.4	Tipska oznaka:	Suspenzija gnojila NP
	Podatki o metodi pridobivanja:	Proizvod v tekoči obliki, v katerem hranila izvirajo iz snovi v vodni raztopini in suspenziji brez dodatka organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora
	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek):	— Skupaj: 18 % (N + P_2O_5) — Hranila ločeno: 3 % N, 5 % P_2O_5. — Največja vsebnost biureta: sečninski N × 0,026.

▼B

Oblike, topnost in vsebnost hranil se deklarirajo, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikosti delcev			Podatki za identifikacijo gnojil Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Skupni dušik (2) Nitratni dušik (3) Amonijski dušik (4) Sečninski dušik	(1) P_2O_5, topen v vodi (2) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu (3) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu in vodi		(1) Skupni dušik (2) Če je katere od dušikovih oblik iz (2) do (4) vsaj1 masni %, jo je treba deklarirati. (3) Če je vsebnost biureta manjša od 0,2 %, se lahko doda izraz „majhna vsebnost biureta“	(1) Če je P_2O_5, topnega v vodi, manj kot 2 %, se deklarira samo topnost (2) (2) Če je P_2O_5, topnega v vodi, vsaj 2 %, se deklarira topnost (3) in navesti je treba vsebnost P_2O_5, topnega v vodi. Gnojila ne smejo vsebovati Thomasove žlindre, aluminijevega kalcijevega fosfata, kalciniranih fosfatov, delno topnih fosfatov ali naravnih fosfatov	

C.2.5	Tipska oznaka:	Raztopina gnojila NK.
	Podatki o metodi pridobivanja:	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom in z raztapljanjem v vodi v obliki, obstojni pri atmosferskem tlaku, brez dodatka organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora.
	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek):	— Skupaj: 15 % (N + K_2O); — Hranila ločeno: 3 % N, 5 % K_2O; — Največja vsebnost biureta: sečninski N × 0,026.

▼B

Oblike, topnost in vsebnost hranil se deklarirajo, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojil Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Skupni dušik (2) Nitratni dušik (3) Amonijski dušik (4) Sečninski dušik		K_2O, topen v vodi	(1) Skupni dušik (2) Če je katere od dušikovih oblik iz (2) do (4) vsaj 1 masni %, jo je treba deklarirati. (3) Če je vsebnost biureta manjša od 0,2 %, se lahko doda izraz „majhna vsebnost biureta“		(1) Kalijev oksid, topen v vodi (2) Izraz „majhna vsebnost klora“ se lahko uporabi samo, kadar vsebnost klora ne presega 2 % (3) Vsebnost klora se lahko deklarira

C.2.6	Tipska oznaka:	Suspenzija gnojila NK.
	Podatki o metodi pridobivanja:	Proizvod v tekoči obliki, v katerem hranila izvirajo iz snovi v vodni raztopini in suspenziji brez dodatka organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora.
	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek):	— Skupaj: 18 % ($N + K_2O$); — Hranila ločeno: 3 % N, 5 % K_2O; — Največja vsebnost biureta: sečninski N × 0,026.

Oblike, topnost in vsebnost hranil se deklarira, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojil Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Skupni dušik (2) Nitratni dušik (3) Amonijski dušik (4) Sečninski dušik		K_2O, topen v vodi	(1) Skupni dušik (2) Če je katere od dušikovih oblik iz (2) do (4) vsaj 1 masni %, jo je treba deklarirati (3) Če je vsebnost biureta manjša od 0,2 %, se lahko doda izraz „majhna vsebnost biureta“		(1) Kalijev oksid, topen v vodi (2) Izraz „majhna vsebnost klora“ se lahko uporabi samo kadar vsebnost Cl nepresega 2 % (3) Vsebnost klora se lahko deklarira

C.2.7	Tipska oznaka:	Raztopina gnojila PK.
	Podatki o metodi pridobivanja:	Proizvod se pridobiva s kemičnim postopkom in z raztapljanjem v vodi, brez dodatka organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora.
	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek):	— Skupaj: 18 % (P_2O_5 + K_2O); — Hranila ločeno: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

▼B

Oblike, topnost in vsebnost hranil se deklarirajo, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojil Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	P_2O_5, topen v vodi	K_2O, topen v vodi		P_2O_5, topen v vodi	(1) Kalijev oksid, topen v vodi (2) Izraz „majhna vsebnost klora“ se lahko uporabi samo, kadar vsebnost klora ne presega 2 % (3) Vsebnost klora se lahko deklarira

C.2.8	Tipska oznaka:	Suspenzija gnojila PK
	Podatki o metodi pridobivanja:	Proizvod v tekoči obliki, v katerem hranila izvirajo iz snovi v vodni raztopini in suspenziji, brez dodatka organskih hranil živalskega ali rastlinskega izvora.
	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek):	— Skupaj: 18 % (P_2O_5 + K_2O); — Hranila ločeno: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

▼B

Oblike, topnost in vsebnost hranil se deklarirajo, kakor je določeno v stolpcih 4, 5 in 6 Velikost delcev			Podatki za identifikacijo gnojil Druge zahteve		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) P_2O_5, topen v vodi (2) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu (3) P_2O_5, topen v nevtralnem amonijevem citratu in vodi	K_2O, topen v vodi		(1) Če je P_2O_5, topnega v vodi, manj kakor 2 %, se deklarira samo topnost (2). (2) Če je P_2O_5, topnega v vodi, vsaj 2 %, se deklarira topnost 3 in vsebnost P_2O_5, topnega v vodi. Gnojila ne smejo vsebovati Thomasove žlindre, aluminijevega kalcijevega fosfata, kalciniranih fosfatov, delno topnih fosfatov ali naravnih fosfatov	(1) Kalijev oksid, topen v vodi (2) Izraz „majhna vsebnost klora“ se lahko uporabi samo, kadar vsebnost klora ne presega 2 % (3) Vsebnost klora se lahko deklarira

D. **Mineralna gnojila s sekundarnimi hranili**

Št.	Tipska oznaka	Podatki o metodi pridobivanja in osnovne sestavine	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) Podatki o izražanju hranil Druge zahteve	Drugi podatki o tipski oznaki	Deklarirana vsebnost hranil Oblike in topnost hranil Druga merila
1	2	3	4	5	6
1	Kalcijev sulfat	Proizvod naravnega ali industrijskega izvora, ki vsebuje kalcijev sulfat v različnih stopnjah hidratacije	25 % CaO 35 % SO_3 Kalcij in žveplo, izražena kot skupni CaO + SO_3 Velikost zrnc: — vsaj 80 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 2 mm, — vsaj 99 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 10 mm	Lahko se dodajo običajna trgovska imena.	Skupni žveplov trioksid Neobvezno: skupni CaO

▼B

1	2	3	4	5	6
2	Raztopina kalcijevega klorida	Industrijsko pridobljena raztopina kalcijevega klorida	12 % CaO Kalcij, izražen kot CaO, topen v vodi		Kalcijev oksid Neobvezno: za pršenje rastlin
3	Elementarno žveplo	Primerjalno prečiščeni naravni ali industrijski proizvod	98 % S (245 %: SO_3) Žveplo, izraženo kot skupni SO_3		Skupni žveplov trioksid
4	Kizerit	Proizvod mineralnega izvora, ki kot glavno sestavino vsebuje monohidratiran magnezijev sulfat	24 % MgO 45 % SO_3 Magnezij in žveplo, izražena kot magnezijev oksid, topen v vodi, in žveplov trioksid,	Lahko se dodajo običajna trgovska imena.	Magnezijev oksid, topen v vodi Neobvezno: žveplov trioksid, topen v vodi
5	Magnezijev sulfat	Proizvod kot glavno sestavino vsebuje heptahidratiran magnezijev sulfat	15 % MgO 28 % SO_3 Magnezij in žveplo, izražena kot magnezijev oksid in žveplov trioksid, topna v vodi	Lahko se dodajo običajna trgovska imena.	Magnezijev oksid, topen v vodi Neobvezno: žveplov trioksid, topen v vodi
5.1	Raztopina magnezijevega sulfata	Proizvod se pridobiva z raztapljanjem magnezijevega sulfata industrijskega izvora v vodi	5 % MgO 10 % SO_3 Magnezij in žveplo, izražena kot magnezijev oksid in žveplov anhidrid, topna v vodi	Lahko se dodajo običajna trgovska imena.	Magnezijev oksid, topen v vodi Neobvezno: žveplov anhidrid, topen v vodi
5.2	Magnezijev hidroksid	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot osnovno sestavino vsebuje magnezijev hidroksid	60 % MgO Velikost delcev: vsaj 99 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,063 mm		Skupni magnezijev oksid
5.3	Suspenzija magnezijevega hidroksida	Proizvod se pridobiva s pripravo suspenzije tipa 5.2	24 % MgO		Skupni magnezijev oksid
6	Raztopina magnezijevega klorida	Proizvod se pridobiva z raztapljanjem magnezijevega klorida industrijskega izvora	13 % MgO Magnezij, izražen kot magnezijev oksid Največja vsebnost kalcija: 3 % CaO		Magnezijev oksid

▼B

E. **Mineralna gnojila z mikrohranili**

Pojasnilo: Naslednje opombe veljajo za celotni del E.

Opomba 1: Kelatni reagenti se lahko označijo z začetnicami, kakor je določeno v E.3.

Opomba 2: Če po raztapljanju v vodi proizvod ne pušča trdnega ostanka, se ga lahko opiše kot „za raztapljanje“.

Opomba 3: Kadar je mikrohranilo navzoče v kelatirani obliki, se navede pH stopnjo, pri kateri se zagotavlja sprejemljiva obstojnost kelatne frakcije

E.1 *Gnojila s samo enim mikrohranilom*

E.1.1 *Bor*

Št.	Tipska oznaka	Podatki o metodi pridobivanja in osnovne sestavine	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) Podatki o izražanju hranil Druge zahteve	Drugi podatki o tipski oznaki	Deklarirana vsebnost hranil Oblike in topnost hranil Druga merila
1	2	3	4	5	6
1a	Borova kislina	Proizvod se pridobiva z delovanjem kisline na boratu	14 % B, topnega v vodi	Lahko se dodajo običajna trgovska imena.	Bor (B), topen v vodi
1b	Natrijev borat	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot osnovno sestavino vsebuje natrijevi borat	10 % B, topnega v vodi	Lahko se dodajo običajna trgovska imena.	Bor (B), topen v vodi
1c	Kalcijev borat	Proizvod se pridobiva iz kolemanita ali pandermita in kot osnovno sestavino vsebuje kalcijeve borate	7 % skupnega B Velikost delcev: vsaj 98 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,063 mm	Lahko se dodajo običajna trgovska imena.	Skupni bor (B)
1d	Borov etanol amin	Proizvod se pridobiva z reakcijo med borovo kislino in etanol aminom	8 % B, topnega v vodi		Bor (B), topen v vodi

▼B

1	2	3	4	5	6
1e	Borirano gnojilo v raztopini	Proizvod se pridobiva z raztapljanjem tipov 1a in/ali 1b in/ali 1d	2 % B, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati imena navzočih sestavin.	Bor (B), topen v vodi
1f	Borirano gnojilo v suspenziji	Proizvod se pridobiva s pripravo suspenzij iz tipov 1a in/ali 1b in/ali 1d v vodi	2 % B, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati imena navzočih sestavin.	Bor (B), topen v vodi

E.1.2 *Kobalt*

Št.	Tipska oznaka	Podatki o metodi pridobivanja in osnovne sestavine	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) Podatki o izražanju hranil Druge zahteve	Drugi podatki o tipski oznaki	Deklarirana vsebnost hranil Oblike in topnost hranil Druga merila
1	2	3	4	5	6
2a	Kobaltova sol	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot osnovno sestavino vsebuje mineralno sol kobalta	19 % Co, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati ime mineralnega aniona.	Kobalt (Co), topen v vodi
2b	Kobaltov kelat	Proizvod, topen v vodi topen, se pridobiva s kemijsko kombinacijo kobalta s kelatnim reagentom	2 % Co, topnega v vodi, od tega vsaj 8/10 deklarirane vrednosti kelatiranega	Ime kelatnega reagenta	Kobalt (Co), topen v vodi Kelatirani kobalt (Co)
2c	Raztopina kobaltovega gnojila	Proizvod se pridobiva z raztapljanjem tipov 2a in/ali 2b v vodi	2 % Co, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati: (1) ime(-na) mineralnega(-ih) aniona(-ov), (2) ime kelatnega reagenta, če je navzoč	Kobalt (Co), topen v vodi Kelatirani kobalt (Co), če je navzoč.

▼B

E.1.3 *Baker*

Št.	Tipska oznaka	Podatki o metodi pridobivanja in osnovne sestavine	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) Podatki o izražanju hranil Druge zahteve	Drugi podatki o tipski oznaki	Deklarirana vsebnost hranil Oblike in topnost hranil Druga merila
1	2	3	4	5	6
3a	Bakrova sol	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot osnovno sestavino vsebuje mineralno sol bakra	20 % Cu, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati ime mineralnega aniona.	Baker (Cu), topen v vodi
3b	Bakrov oksid	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot osnovno sestavino vsebuje bakrov oksid	70 % skupnega Cu Velikost delcev: vsaj 98 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,063 mm		Skupni baker (Cu)
3c	Bakrov hidroksid	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot osnovno sestavino vsebuje bakrov hidroksid	45 % skupnega Cu Velikost delcev: vsaj 98 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,063 mm		Skupni baker (Cu)
3d	Bakrov kelat	Proizvod, topen v vodi se pridobiva kemično s kombinacijo bakra s kelatnim reagentom	9 % Cu, topnega v vodi, vsaj 8/10 od deklarirane vrednosti je kelatiranega	Ime kelatnega reagenta	Baker (Cu), topen v vodi Kelatirani baker (Cu)
3e	Gnojilo na podlagi bakra	Proizvod se pridobiva z mešanjem tipov 3a in/ali 3b in/ali 3c in/ali enostavnega tipa 3d, in po potrebi, polnila, ki ni hranilo in tudi ni strupeno.	5 % skupnega Cu	Oznaka mora vključevati: (1) ime(-na) bakrovih sestavin, (2) ime kelatnega reagenta, če je navzoč	Skupni baker (Cu) Baker (Cu), topen v vodi, če je vsaj 1/4 skupnega.bakra Kelatirani baker (Cu), če je navzoč

▼B

1	2	3	4	5	6
3f	Raztopina bakrovega gnojila	►C1 Proizvod se pridobiva z raztapljanjem tipov 3a in/ali enega od tipov 3d v vodi ◄	3 % Cu, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati: (1) ime(-na) mineralnega(-ih) aniona(-ov), (2) ime kelatnega reagenta, če je navzoč	Baker (Cu), topen v vodi Kelatirani baker (Cu), če je navzoč
3g	Bakrov oksiklorid	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot osnovno sestavino vsebuje bakrov oksiklorid ($Cu_2Cl(OH)_3$)	50 % skupnega Cu Velikost delcev: vsaj 98 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,063 mm		Skupni baker (Cu)
3h	Suspenzija bakrovega oksiklorida	Proizvod se pridobiva s pripravo suspenzije tipa 3 g	17 % skupnega Cu		Skupni baker (Cu)

▼M4

E.1.4 *Železo*

Št.	Tipska oznaka	Podatki o metodi pridobivanja in osnovne sestavine	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) Podatki o izražanju hranil Druge zahteve	Drugi podatki o tipski oznaki	Vsebnost hranil za navedbo Oblika in topnost hranil Druga merila
1	2	3	4	5	6
4a	Železova sol	Kemijsko pridobljen produkt z mineralno železovo soljo kot osnovno sestavino	12 % Fe, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati ime mineralnega aniona.	Železo (Fe), topno v vodi
4b	Železov kelat	Produkt, topen v vodi, pridobljen s kemijsko reakcijo železa s kelatnim(-i) reagentom(-i), naštetim(-i) v seznamu oddelka E.3 Priloge I	5 % železa, topnega v vodi, vsaj 80 % je kelatna frakcija in vsaj 50 % železa, topnega v vodi, je kleatiranega z navedenim(-i) kelatnim(-i) reagentom(-i)	Ime vsakega kelatnega reagenta, naštetega v seznamu oddelka E.3.1 Priloge I, ki kelatira vsaj 1 % železa, topnega v vodi	Železo (Fe), topno v vodi Železo (Fe), kelatirano z vsakim kelatnim reagentom, ki je naveden v tipski oznaki in ki ga je možno identificirati in količinsko opredeliti z evropskim standardom

▼M4

1	2	3	4	5	6
4c	Raztopina železovega gnojila	Produkt, pridobljen z raztapljanjem tipov 4a in/ali 4b v vodi	2 % Fe, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati: (1) ime(na) mineralnega(-ih) aniona(-ov); (2) ime katerega koli kelatnega reagenta, če je prisoten, ki kelatira vsaj 1 % železa (Fe), topnega v vodi	Železo (Fe), topno v vodi Kelatirano železo (Fe), če je prisotno Železo (Fe), kelatirano z vsakim kelatnim reagentom, ki je naveden v tipski oznaki in ki ga je možno identificirati in količinsko opredeliti z evropskim standardom

▼B

E.1.5 *Mangan*

Št.	Tipska oznaka	Podatki o metodi pridobivanja in osnovne sestavine	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) Podatki o izražanju hranil Druge zahteve	Drugi podatki o tipski oznaki	Deklarirana vsebnost hranil Oblike in topnost hranil Druga merila
1	2	3	4	5	6
5a	Manganova sol	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot osnovno sestavino vsebuje mineralno manganovo sol (Mn II)	17 % Mn, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati ime kombiniranega aniona.	Mangan (Mn), topen v vodi
5b	Manganov kelat	Proizvod, topen v vodi se pridobiva s kemično kombinacijo mangana s kelatnim reagentom	5 % Mn, topnega v vodi, vsaj 8/10 od deklarirane vrednosti je kelatiranega	Ime kelatnega reagenta	Mangan (Mn), topen v vodi Kelatirani mangan (Mn)

▼B

1	2	3	4	5	6
5c	Manganov oksid	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot osnovne sestavine vsebuje manganove okside	40 % skupnega Mn Velikost delcev: vsaj 80 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,063 mm		Skupni mangan (Mn)
5d	Gnojilo na podlagi mangana	Proizvod se pridobiva z mešanjem vrst 5a in 5c	17 % skupnega Mn	Oznaka mora vključevati imena manganovih sestavin	Skupni mangan (Mn) Mangan (Mn), topen v vodi, če je vsaj 1/4 skupnega mangana
5e	Raztopina gnojila na podlagi mangana	Proizvod se pridobiva z raztapljanjem tipa 5a in/ali enega od tipa 5b v vodi	3 % Mn, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati: (1) ime(-na) mineralnega(-ih) aniona(-ov) (2) ime kelatnega reagenta, če je navzoč	Mangan (Mn), topen v vodi Kelatirani mangan (Mn), če je navzoč

E.1.6 *Molibden*

Št.	Tipska oznaka	Podatki o metodi pridobivanja in osnovne sestavine	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) Podatki o izražanju hranil Druge zahteve	Drugi podatki o tipski oznaki	Deklarirana vsebnost hranil Oblike in topnost hranil Druga merila
1	2	3	4	5	6
6a	Natrijev molibdat	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot osnovno sestavino vsebuje natrijev molibdat	35 % Mo, topnega v vodi		Molibden (Mo), topen v vodi

▼B

1	2	3	4	5	6
6b	Amonijev molibdat	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot osnovno sestavino vsebuje amonijev molibdat	50 % Mo, topnega v vodi		Molibden (Mo), topen v vodi
6c	Gnojilo na molibdenovi podlagi	Proizvod se pridobiva z mešanjem tipov 6a in 6b	35 % Mo, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati imena molibdenovih sestavin	Molibden (Mo), topen v vodi
6d	Raztopina molibdenovega gnojila	Proizvod se pridobiva z raztapljanjem tipov 6a in/ali enega od tipa 6b v vodi	3 % Mo, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati ime(-na) molibdenove(-ih) sestavine (sestavin).	Molibden (Mo), topen v vodi

E.1.7 *Cink*

Št.	Tipska oznaka	Podatki o metodi pridobivanja in osnovne sestavine	Najmanjša vsebnost hranil (masni odstotek) Podatki o izražanju hranil Druge zahteve	Drugi podatki o tipski oznaki	Deklarirana vsebnost hranil Oblike in topnost hranil Druga merila
1	2	3	4	5	6
7a	Cinkova sol	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot osnovno sestavino vsebuje mineralno sol cinka	15 % Zn, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati ime mineralnega aniona.	Cink (Zn), topen v vodi
7b	Cinkov kelat	Proizvod, topen v vodi se pridobiva s kemično kombinacijo cinka s kelatnim reagentom	5 % Zn, topnega v vodi, vsaj 8/10 od deklarirane vrednosti je kelatiranega	Ime kelatnega reagenta	Cink (Zn), topen v vodi Kelatirani cink (Zn)
7c	Cinkov oksid	S kemičnim postopkom pridobljen proizvod, ki kot osnovno sestavino vsebuje cinkov oksid	70 % skupnega Zn Velikost delcev: vsaj 80 % je mogoče presejati skozi sito, velikost luknjic 0,063 mm		Skupni cink (Zn)

▼B

1	2	3	4	5	6
7d	Gnojilo na cinkovi podlagi	Proizvod se pridobiva z mešanjem tipov 7a in 7c	30 % skupnega Zn	Oznaka mora vključevati imena navzočih cinkovih sestavin.	Skupni cink (Zn) Cink (Zn), topen v vodi, če ga je vsaj četrtino skupnega cinka
7e	Raztopina cinkovega gnojila	Proizvod se pridobiva z raztapljanjem tipov 7a in/ali enega od tipa 7b v vodi	3 % Zn, topnega v vodi	Oznaka mora vključevati: (1) ime(-na) mineralnega(-ih) aniona(-ov) (2) ime kelatnega reagenta, če je navzoč	Cink (Zn), topen v vodi Kelatirani cink (Zn), če je navzoč.

▼B

E.2 *Najnižja vsebnost mikrohranila, masni odstotek gnojila*

E.2.1 *Trdne ali tekoče mešanice mikrohranil*

	Kadar je mikrohranilo navzoče v obliki, ki je	
	izključno mineralna	kelatirana ali kompleksirana
Za mikrohranilo:		
Bor (B)	0,2	0,2
Kobalt (Co)	0,02	0,02
Baker (Cu)	0,5	0,1
Železo (Fe)	2,0	0,3
Mangan (Mn)	0,5	0,1
Molibden (Mo)	0,02	-
Cink (Zn)	0,5	0,1

Najmanjša skupna vsebnost mikrohranil v trdni mešanici: 5 % mase gnojila.

Najmanjša skupna vsebnost mikrohranil v tekoči mešanici: 2 % mase gnojila.

E.2.2 *Gnojila ES, ki vsebujejo primarno in/ali sekundarno hranilo z mikrohranili, ki se uporabljajo za tla*

	Za poljščine ali travinje	Za hortikulturo
Bor (B)	0,01	0,01
Kobalt (Co)	0,002	-
Baker (Cu)	0,01	0,002
Železo (Fe)	0,5	0,02
Mangan (Mn)	0,1	0,01
Molibden (Mo)	0,001	0,001
Cink (Zn)	0,01	0,002

E.2.2 *Gnojila ES, ki vsebujejo primarno in/ali sekundarno hranilo z mikrohranili, ki se uporabljajo za folirano gnojenje*

Bor (B)	0,010
Kobalt (Co)	0,002
Baker (Cu)	0,002
Železo (Fe)	0,020
Mangan (Mn)	0,010
Molibden (Mo)	0,001
Cink (Zn)	0,002

▼M4

E.3 *Seznam dovoljenih organskih kelatnih in kompleksirajočih reagentov za mikrohranila*

Naslednje snovi so dovoljene, pod pogojem, da je njihov hranilni kelat v skladu z zahtevami Direktive Sveta 67/548/EGS ([1]).

E.3.1 *Kelatni reagenti* ([2])

Kisline ali natrijeve, kalijeve ali amonijeve soli naslednjih spojin:

			Številka CAS kisline ([3])
Etilendiamintetraocetna kislina	EDTA	$C_{10}H_{16}O_8N_2$	60-00-4
2-hidroksietiletilendiamintriocetna kislina	HEEDTA	$C_{10}H_{18}O_7N_2$	150-39-0
dietilentriaminpentaocetna kislina	DTPA	$C_{14}H_{23}O_{10}N_3$	67-43-6
etilendiamin-N,N'-di [(orto-hidroksifenil) ocetna kislina]	[o,o] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	1170-02-1
etilendiamin-N-[(orto-hidroksifenil)ocetna kislina]N-[(orto-hidroksifenil)ocetna kislina]	[o,p] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	475475-49-1
etilendiamin-N,N'-di [(orto-hidroksi-metilfenil)ocetna kislina]	[o,o] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641632-90-8
etilendiamin-N-[(orto-hidroksi-metilfenil) ocetna kislina]N'-[(para-hidroksi-metilfenil) ocetna kislina]	[o,p] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641633-41-2
etilendiamin-N,N'-di[(5-karboksi-2-hidorksifenil) ocetna kislina]	EDDCHA	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$	85120-53-2
etilendiamin-N,N'-di[(2-hidroksi-5-sulfofenil) ocetna kislina] in njeni kondenzacijski produkti	EDDHSA	$C_{18}H_{20}O_{12}N_2S_2$ + n* ($C_{12}H_{14}O_8N_2S$)	57368-07-7 in 642045-40-7

E.3.2 *Kompleksirajoči reagenti:* Seznam je treba še pripraviti.

▼B

([1]) UL 196, 16.8.1967, str. 1.
([2]) Kelatni reagenti morajo biti identificirani in količinsko opredeljeni z evropskimi standardi, ki vključujejo omenjene kelatne reagente.
([3]) Zgolj informativno.

▼B

PRILOGA II

DOVOLJENA ODSTOPANJA

Dovoljena odstopanja, navedena v tej prilogi, so negativne vrednosti izražene v masnih odstotkih.

Dovoljena odstopanja glede na navedene vsebnosti hranil v različnih vrstah gnojil ES so naslednja:

1. **Enostavna mineralna gnojila s primarnimi hranili – absolutna vrednost v masnih odstotkih, izražena kot N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl.**

1.1 *Dušična gnojila*

kalcijev nitrat	0,4
kalcij-magnezijev nitrat	0,4
natrijev nitrat	0,4
čilski soliter	0,4
kalcijev cianamid	1,0
dušikov-kalcijev cianamid	1,0
amonsulfat	0,3
amonijev nitrat ali kalcijev-amonijev nitrat:	
— do vključno 32 %	0,8
— več kakor 32 %	0,6
amonijev sulfat-nitrat	0,8
magnezijev sulfonitrat	0,8
magnezijev-amonijev nitrat	0,8
sečnina	0,4
suspenzija kalcijevega nitrata	0,4
raztopina dušičnega gnojila s sečninskim formaldehidom	0,4
suspenzija dušičnega gnojila s sečninskim formaldehidom	0,4
sečninski-amonijev sulfat	0,5
raztopina dušičnega gnojila	0,6
raztopina amonijevega nitrata in sečnine	0,6

1.2 *Fosfatna gnojila*

Thomasova žlindra:	
— navedba, izražena kot obseg 2 masnih odstotkov	0,0
— navedba, izražena kot eno število	1,0

▼B

Druga fosfatna gnojila

topnost P_2O_5 v:	(številka gnojila v Prilogi I)	
— anorganski kislini	(3, 6, 7)	0,8
— mravljični kislini.	(7)	0,8
— nevtralnem amonijevem citratu	(2a, 2b, 2c)	0,8
— alkalnem amonijevem citratu	(4, 5, 6)	0,8
— vodi	(2a, 2b, 3)	0,9
	(2c)	1,3

1.3 *Kalijeva gnojila*

kajnit	1,5
obogatena kajnitna sol	1,0
kalijev klorid:	
— do vključno 55 %	1,0
— več kakor 55 %	0,5
kalijev klorid z magnezijevo soljo	1,5
kalijev sulfat	0,5
kalijev sulfat z magnezijevo soljo	1,5

1.4 *Druge sestavine*

klorid	0,2

2. **Sestavljena mineralna gnojila s primarnimi hranili**

2.1 *Hranilne prvine*

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

2.2 *Skupni negativni odmiki od navedene vrednosti*

dvokomponentna gnojila	1,5
trokomponentna gnojila	1,9

3. **Sekundarna hranila v gnojilih**

Glede na navedeno vsebnost kalcija, magnezija, natrija in žvepla so dovoljena odstopanja četrtina navedene vsebnosti teh elementov do največ 0,9 %, izraženo absolutno za CaO, MgO, Na_2O in SO_3, to je 0,64 za Ca, 0,55 za Mg, 0,67 za Na in 0,36 za S.

4. **Mikrohranila v gnojilih**

Glede na navedeno vsebnost mikrohranil je dovoljeno odstopanje:

▼B

— 0,4 %, izraženo absolutno za vsebnost večjo od 2 %,

— petina navedene vrednosti za vsebnost, ki ne presega 2 %.

Glede na navedeno vsebnost za različne oblike dušika ali navedene topnosti fosforjevega pentoksida je dovoljeno odstopanje vrednosti za desetino celotne vsebnosti zadevnega hranila do največ dveh masnih odstotkov (2 %), če je celotna vsebnost tega hranila v mejah, določenih v Prilogi I, in znotraj dovoljenih odstopanj določenih zgoraj.

▼B

PRILOGA III

TEHNIČNE DOLOČBE ZA GNOJILA IZ AMONIJEVEGA NITRATA Z VISOKO VSEBNOSTJO DUŠIKA

1. **Lastnosti in omejitve za enostavna gnojila iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika**

1.1 *Poroznost (zadrževanje olja)*

Olje, ki ga zadržuje gnojilo, potem ko je to šlo skozi dva temperaturna cikla v območju od 25 do 50°C in ustreza določbam dela 2 oddelka 3 te priloge, ne sme presegati 4 masne %.

1.2 *Gorljive sestavine*

Masni odstotek gorljivih snovi, merjenih kot ogljik, ne sme presegati 0,2 % za gnojila, ki vsebujejo najmanj 31,3 masnega % dušika, in ne sme presegati 0,4 % za gnojila, ki vsebujejo vsaj 28 %, vendar manj kot 31,5 masnih % dušika.

1.3 *pH*

pH raztopine 10 g gnojila v 100 ml vode mora biti vsaj 4,5.

1.4 *Analiza velikosti zrn*

Skozi sito z velikostjo luknjic 1 mm ne sme preiti več kot 5 masnih % gnojila, skozi sito z velikostjo luknjic 0,5 mm pa ne smejo preiti več kot 3 masne % gnojila.

1.5 *Klor*

Največja dovoljena vsebnost klora je 0,02 masnega %.

1.6 *Težke kovine*

Težke kovine se ne smejo dodajati namenoma, majhne količine, ki nastanejo naključno med proizvodnim postopkom, pa ne smejo presegati mejne vrednosti, ki jo določi Odbor.

Vsebnost bakra ne sme biti višja od 10 mg/kg.

Mejne vrednosti za druge težke kovine niso določene.

2. **Opis preskusa odpornosti proti eksploziji za gnojila iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika**

Preskus je treba opraviti na reprezentativnem vzorcu gnojila. Preden se preskusi odpornost gnojila proti eksploziji mora celotna masa vzorca petkrat skozi toplotni cikel v skladu z določbami oddelka 3 dela 3 te priloge.

Preskus gnojila glede odpornosti proti eksploziji poteka v vodoravni jekleni cevi pod naslednjimi pogoji:

— brezšivna jeklena cev,

— dolžina cevi: vsaj 1 000 mm,

— nominalni zunanji premer: vsaj 114 mm,

— nominalna debelina stene: vsaj 5 mm,

— ojačevalnik: vrsta in masa izbranega ojačevalnika naj bosta taki, da čim bolj povečata tlak eksplozije, uporabljen na vzorcu, zaradi določitve njegove dovzetnosti za prenos eksplozije,

— temperatura preskusa: 15-25 °C,

— dokazni svinčeni valji za ugotavljanje eksplozije: premer 50 mm in višina 100 mm,

— nameščeni na vsakih 150 mm in vodoravno podpirajo cev. Preskus se izvede dvakrat. Za preskus se šteje, da je prepričljiv, če se pri obeh preskusih en ali več podpornih svinčenih valjev zmečka za manj kakor 5 %.

▼B

3. **Metode za preverjanje ustreznosti mejnim vrednostim, določenim v prilogah III-1 in III-2**

Metoda 1

Metode za uporabo toplotnih ciklov

1. **Namen in področje uporabe**

V tem dokumentu so opredeljeni postopki uporabe toplotnih ciklov pred izvajanjem preskusa zadrževanja olja na enostavnih gnojilih iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika in preskusa odpornosti proti eksploziji na enostavnem in sestavljenem gnojilu iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

Šteje se, da metode zaprtih toplotnih ciklov, kakor so opisane v tem oddelku, dovolj simulirajo pogoje, ki jih je treba upoštevati na področju uporabe naslova II, poglavja IV, pri čemer pa ni nujno, da simulirajo vse okoliščine, ki nastajajo med transportom in shranjevanjem.

2. **Toplotni cikli, navedeni v Prilogi III-1**

2.1 *Področje uporabe*

Ta postopek je namenjen toplotnim ciklom pred določanjem zadrževanja olja v gnojilu.

2.2 *Princip in opredelitev*

V erlenmajerici segrejemo preskusni vzorec s sobne temperature na 50 °C in ga pri tej temperaturi vzdržujemo dve uri (faza pri 50 °C). Nato vzorec ohlajamo dokler ne doseže temperature 25 °C in ga pri tej temperaturi vzdržujemo dve uri (faza pri 25 °C). Kombinacija zaporednih faz pri 50 °C in 25 °C tvori en toplotni cikel. Po dveh toplotnih ciklih se preskusni vzorec vzdržuje pri temperaturi 20 ± 3 °C za določitev vrednosti zadrževanja olja.

2.3 *Aparature*

Običajne laboratorijske aparature, zlasti:

— vodne kopeli, termostatirane na 25 (± 1) °C in 50 (± 1) °C ločeno,

— erlenmajerice s prostornino 150 ml.

2.4 *Postopek*

Vsak preskusni vzorec po 70 (± 5) g prenesemo v erlenmajerico in jo zamašimo.

Posamezne erlenmajerice prenesemo vsaki dve uri iz kopeli, segrete na 50 °C, v kopel, segreto na 25 °C, in obratno.

Vodo v obeh kopelih vzdržujemo pri stalni temperaturi in v neprestanem gibanju s hitrim mešanjem, da zagotovimo višino vode nad višino vzorca. Zamašek zavarujemo pred kondenzacijo s pokrovčkom iz penaste gume.

3. **Toplotni cikli, ki se uporabljajo za Prilogo III-2**

3.1 *Področje uporabe*

Ta postopek je namenjen toplotnim ciklom pred izvajanjem preskusa eksplozivnosti.

3.2 *Princip in opredelitev*

V posodi, ki je neprepustna za vodo, segrejemo vzorec s sobne temperature na 50 °C in ga pri tej temperaturi vzdržujemo dve uri (faza pri 50 °C). Nato vzorec ohlajamo dokler ne doseže temperature 25 °C in ga pri tej temperaturi vzdržujemo eno uro (faza pri 25 °C). Kombinacija zaporednih faz pri 50 °C in 25 °C tvori en toplotni cikel. Po opravljenem zahtevanem številu toplotnih ciklov se preskusni vzorec vzdržuje pri temperaturi 20 (± 3) °C, do izvedbe preskusa eksplozivnosti.

▼B

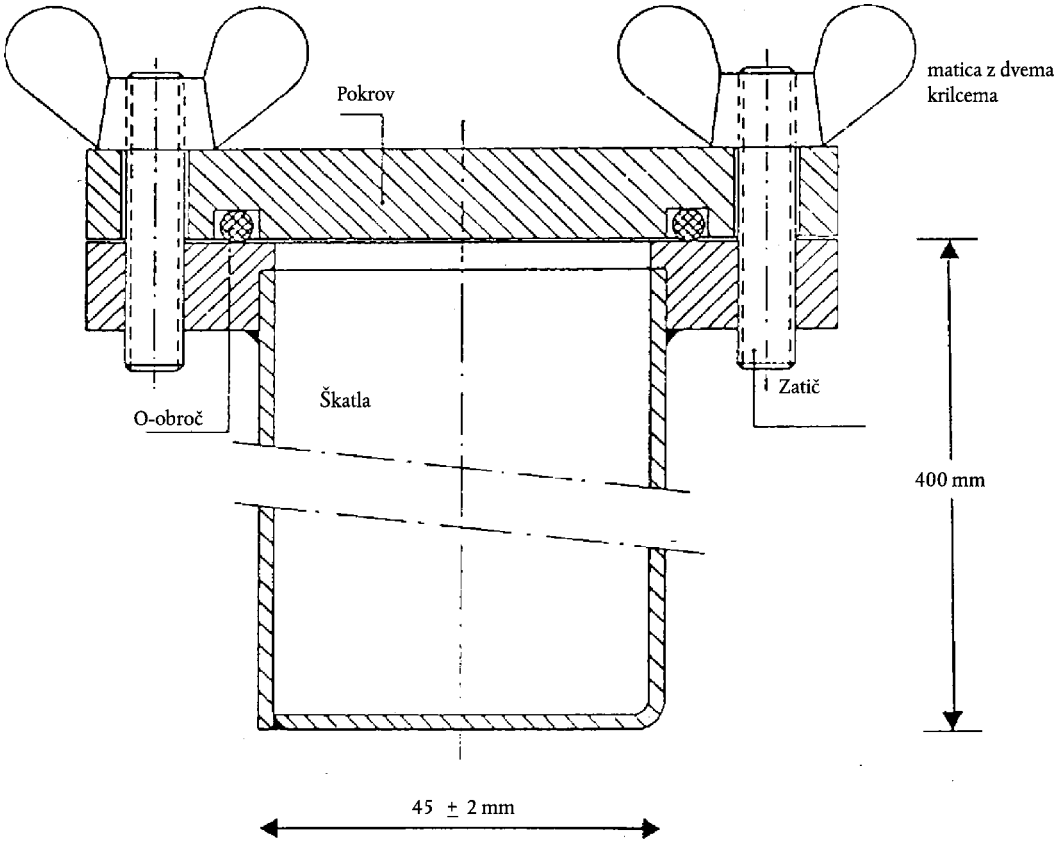
3.3 *Aparature*

— Vodna kopel, termostatirana v temperaturnem območju od 20 do 51 °C z najmanjšo hitrostjo segrevanja in ohlajanja 10 °C/h ali dve vodni kopeli, prva termostatirana pri temperaturi 20 °C in druga pri 51 °C. Voda v kopeli/-ih se stalno meša: prostornina kopeli mora biti dovolj velika, da se zagotovi zadostno kroženje vode.

— Škatla iz nerjavečega jekla, za vodo neprepustna na vseh mestih in opremljena s termoelementom na sredini. Zunanja širina te škatle je 45 (± 2) mm, debelina sten pa 1,5 mm (glej sliko 1). Višino in dolžino škatle je mogoče izbrati tako, da ustrezata dimenzijam vodne kopeli, tj. dolžina 600 mm in višina 400 mm.

3.4 *Postopek*

Količino gnojila, ki zadošča za eno eksplozijo, prenesemo v škatlo in zapremo pokrov. Škatlo postavimo v vodno kopel. Vodo segrejemo na 51 °C in izmerimo temperaturo v sredini gnojila. Po eni uri, ko temperatura v sredini gnojila doseže 50 °C, vodo ohladimo. Po eni uri, ko temperatura v sredini gnojila doseže 25 °C, vodo segrejemo za začetek drugega cikla. Pri dveh vodnih kopelih, škatlo po vsakem obdobju segrevanja/ohlajanja prenesemo v drugo kopel.



Slika 1

▼B

Metoda 2

Določevanje zadrževanja olja

1. **Namen in področje uporabe**

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja zadrževanja olja enostavnih gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

Metoda je uporabna tako za gnojila v kepah (prilirana) kot tudi za granulirana gnojila, ki ne vsebujejo v olju topnih snovi.

2. **Opredelitev**

Zadrževanje olja v gnojilu: količina olja, ki ga gnojilo zadrži; določa se pod natančno določenimi delovnimi pogoji ter izrazi v masnih odstotkih.

3. **Princip**

Popolna potopitev preskusnega deleža v plinsko olje za natančno določeno obdobje, čemur sledi izsušitev presežka olja pod natančno določenimi pogoji. Merjenje povečanja mase preskusnega deleža.

4. **Reagent**

Plinsko olje

Najvišja viskoznost: 5 mPas pri 40 °C

Gostota: od 0,8 do 0,85 g/ml pri 20 °C

Vsebnost žvepla: 1,0 % (m/m)

Pepel: 0,1 % (m/m)

5. **Aparature**

Običajne laboratorijske aparature in:

5.1 Tehtnica, z natančnostjo tehtanja 0,01 g.

5.2 Čaše, s prostornino 500 ml.

5.3 Plastičen lij, po možnosti z valjasto steno na zgornjem koncu in premerom približno 200 mm.

5.4 Preskusno sito, velikost luknjic 0,5 mm, ki se prilega liju (5.3).

Opomba:Velikost lija in sita zagotavlja, da le nekaj zrnc leži drugo na drugem, tako da olje lažje odteče.

5.5 Filtrirni papir z veliko hitrostjo filtriranja, naguban, mehek, masa 150 g/m^2.

5.6 Vpojna tkanina (laboratorijska čistoča).

6. **Postopek**

6.1 Na ločenih deležih istega preskusnega vzorca se hitro druga za drugo opravita dve posamezni določanji.

6.2 S preskusnim sitom (5.4) odstranimo delce, manjše od 0,5 mm. V čašo (5.2) na 0,01 g natančno odtehtamo približno 50 gramov vzorca. Dodamo dovolj plinskega olja (razdelek 4), da z njim popolnoma prekrijemo kepe in previdno premešamo, da zagotovimo popolno namočenost površin vseh kep. Čašo prekrijemo z urnim steklom in pustimo stati eno uro pri 25 (± 2) °C.

6.3 Celotno vsebino čaše filtriramo skozi lij (5.3) s preskusnim sitom (5.4). Delež, ki ga zadrži sito, pustimo na situ eno uro, da večina presežka olja lahko odteče.

6.4 Dva lista filtrirnega papirja (5.5) (približno 500 × 500 mm) na gladki površini položimo drugega na drugega; vse štiri robove obeh filtrirnih papirjev prepognemo do višine približno 40 mm, da se prepreči uhajanje kep. Na sredino filtrirnih papirjev položimo dva sloja vpojne tkanine (5.6). Celotno vsebino sita (5.4) polijemo po vpojni tkanini in z mehkim, ploščatim čopičem enakomerno razporedimo kepe. Po dveh minutah dvignemo eno stran robčkov, da se kepe prenesejo na filtrirna papirja pod robčki, in jih s čopičem enakomerno razporedimo po papirju. Na vzorec položimo še en list filtrirnega papirja, katerega

▼B

robove podobno zavihamo navzgor, ter s krožnimi gibi in rahlim pritiskom povaljamo kepe med listi filtrirnega papirja. Na vsakih osem krožnih gibov naredimo premor, medtem dvignemo nasprotne robove filtrirnega papirja in v sredino vrnemo kepe, ki so se skotalile na rob. Upošteva se naslednji postopek: naredimo štiri polne krožne gibe, najprej v smeri urinega kazalca in nato še v nasprotno smer. Za tem vrnemo kepe v sredino, kakor je opisano zgoraj. Postopek je treba ponoviti trikrat (24 krožnih gibov, dve privzdigovanji robov). Med list papirja na dnu in listom, ki leži na njem, previdno vstavimo list filtrirnega papirja in z dvigom robov vrhnjega lista pustimo, da se kepe skotalijo na nov list. Kepe prekrijemo z novim listom filtrirnega papirja in ponovimo zgoraj opisani postopek. Takoj po kotaljenju kepe stresemo v tarirano posodo, jih znova stehtamo na 0,01 g natančno in tako določimo količino zadržanega plinskega olja.

6.5 *Ponavljanje postopka valjanja in ponovno tehtanje*

Če je količina zadržanega plinskega olja večja od 2 gramov, delež postavimo na skupek svežih filtrirnih papirjev ter ponovimo postopek valjanja in dvigovanja robov papirjev v skladu z oddelkom 6.4 (dvakrat po osem krožnih gibov in eno privzdigovanje). Nato delež znova stehtamo.

7. **Navedba rezultatov**

7.1 *Metoda izračuna in formula*

Zadrževanje olja se iz vsakega določanja (6.1) izrazi kot masni odstotek presejanega preskusnega deleža in izračuna po enačbi:

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

pri čemer je:

m_1 masa presejanega preskusnega deleža (6.2), v gramih,

m_2 masa preskusnega deleža v skladu z razdelkom 6.4 ali 6.5, kot rezultat zadnjega tehtanja, v gramih.

Kot rezultat vzamemo aritmetično sredino dveh posameznih določitev.

Metoda 3

Določanje gorljivih sestavin

1. **Namen in področje uporabe**

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja gorljive vsebine enostavnih gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

2. **Princip**

Ogljikov dioksid, pridobljen iz anorganskih polnil, se vnaprej odstrani s kislino. Organske spojine se oksidirajo z mešanico kromove in žveplove kisline. Nastali ogljikov dioksid absorbira raztopina barijevega hidroksida. Oborina se raztopi v raztopini klorovodikove kisline in določi z retitracijo z raztopino natrijevega hidroksida.

3. **Reagenti**

3.1 Kromov (VI) trioksid, Cr_2O_3,analitske čistote;

3.2 Žveplova kislina, 60 % (V/V): V 1-litrsko čašo vlijemo 360 ml vode in previdno dodamo 640 ml žveplove kisline (gostota pri 20 °C = 1,83 g/ml).

3.3 Srebrov nitrat: 0,1 mol/l raztopina.

3.4 *Barijev hidroksid*

Odtehtamo 15 gramov barijevega hidroksida ($Ba(OH)_2 \times 8H_2O$) in ga popolnoma raztopimo v vroči vodi. Pustimo, da se ohladi in ga prenesemo v litrsko bučko. Dopolnimo do oznake in premešamo. Filtriramo skozi naguban filtrirni papir.

3.5 Žveplova kislina: 0,1 mol/l standardna raztopina.

▼B

3.6 Natrijev hidroksid: 0,1 mol/l standardna raztopina.

3.7 Bromofenol modro: raztopina 0,4 grama na liter v vodi.

3.8 Fenolftalein: raztopina 2 gramov na liter v 60 % (V/V) etanolu.

3.9 Mešanica natrijevega hidroksida in kalcijevega hidroksida: velikost delcev približno od 1,0 do 1,5 mm.

3.10 Demineralizirana voda, sveže prevreta, da se odstrani ogljikov dioksid.

4. **Aparature**

4.1 *Običajne laboratorijske aparature, zlasti*:

— filtrirni lonček s frito iz taljenega stekla in prostornino 15 ml; premer frite: 20 mm; skupna višina: 50 mm; poroznost 4 (premer por od 5 do 15 μm),

— 600 ml čaša.

4.2 Dovod dušika pod pritiskom.

4.3 Aparat, izdelan iz naslednjih delov in sestavljen, če je mogoče, s pomočjo okroglih obrušenih spojk (*glej sliko 2*).

4.3.1 Absorpcijska cev A, dolga približno 200 mm in s premerom 30 mm, napolnjena z mešanico natrijevega hidroksida in kalcijevega hidroksida (3.9) in pritrjena s prižemami iz fiberglasa.

4.3.2 500 ml reakcijska bučka B s stransko cevko in okroglim dnom.

4.3.3 Kolona za frakcioniranje Vigreux, dolga približno 150 mm (C').

4.3.4 Kondenzator z dvojno površino C, dolg 200 mm.

4.3.5 Drechslova steklenička D, ki deluje kot zbiralnik za odvečno kislino, ki lahko destilira preko kolone.

4.3.6 Ledena kopel E za hlajenje Drechslove stekleničke.

4.3.7 Dve absorpcijski posodi F_1 in F_2 s premerom od 32 do 35 mm, katerih plinski razdelilnik je sestavljen iz 10-milimetrskega diska iz slabo poroznega taljenega stekla.

4.3.8 Sesalna črpalka in priprava za uravnavanje sesanja G, ki jo sestavlja stekleni del v obliki T, vstavljen v sklop, katerega prosta ročica je s kratko gumijasto cevjo, opremljeno s prižemo, povezana s tanko kapilarno cevjo.

Opozorilo:Uporaba vrele raztopine kromove kisline v aparaturi pod znižanim tlakom je zelo nevarna in zahteva ustrezne previdnostne ukrepe.

5. **Postopek**

5.1 *Vzorec za analizo*

Na 0,001 grama natančno odtehtamo približno 10 gramov amonijevega nitrata.

5.2 *Odstranjevanje karbonatov*

Vzorec za analizo prenesemo v reakcijsko bučko B. Dodamo 100 ml H_2SO_4 (3.2). Kepe se pri sobni temperaturi raztopijo v približno 10 minutah. Laboratorijsko napravo sestavimo, kakor je prikazano na sliki: en konec absorpcijske cevi (A) povežemo prek priprave, ki preprečuje povratni tok in je pod tlakom enakim 5 do 6 mm živega srebra, z virom dušika (4.2), drugi konec pa z dovodno cevjo reakcijske bučke. Namestimo kolono za frakcioniranje Vigreux (C') in kondenzator (C) z dovodom hladilne vode. Pretok dušika uravnamo tako, da skozi raztopino teče v zmernih količinah, raztopino segrejemo do vrelišča, in segrevamo še dve minuti..Po tem času naj bi se plini prenehali razvijati. Če se plini še vedno razvijajo, segrevamo še 30 minut. Pustimo, da se raztopina hladi vsaj 20 minut, pri tem pa naj skozi njo teče dušik.

Dokončamo postopek sestavljanja laboratorijske naprave, kakor je prikazano na sliki, tako da povežemo cev kondenzatorja z Drechslovo stekleničko (D), to pa z absorpcijskima posodama F_1 in F_2. Med postopkom sestavljanja se mora dušik še naprej pretakati skozi razto-

▼B

pino. V obe absorpcijski posodi (F_1 in F_2) hitro uvedemo 50 ml raztopine barijevega hidroksida (3.4).

Skozi raztopino približno 10 minut uvajamo tok dušika v obliki mehurčkov. Raztopina v absorpcijskih posodah mora ostati bistra. Če se to ne zgodi, postopek odstranjevanja ogljika ponovimo.

5.3 *Oksidacija in absorpcija*

Po odstranitvi cevi za dovod dušika prek stranske ročice reakcijske bučke (B) hitro uvedemo 20 gramov kromovega trioksida (3.1) in 6 ml raztopine srebrovega nitrata (3.3). Aparat priključimo na sesalno črpalko, tok dušika pa prilagodimo tako, da skozi absorpcijski posodi iz taljenega stekla F_1 in F_2 teče enakomeren tok plinskih mehurčkov.

Reakcijsko bučko (B) segrevamo, dokler tekočina ne zavre, ki jo nato pustimo vreti eno uro in pol ([1]) Za nadzor pretoka dušika bo morda bo treba uravnati ventil za nadzor sesanja (G), saj je mogoče, da barijev karbonat, oborjen med preskusom, zamaši plošče iz taljenega stekla. Postopek je zadovoljiv, če raztopina barijevega hidroksida v absorpcijski posodi F_2 ostane bistra. Sicer preskus ponovimo. Prenehamo s segrevanjem in razstavimo laboratorijsko napravo. Vsak razdelilnik (3.10) speremo z zunanje in notranje strani, da odstranimo barijev hidroksid in zberemo vodo, s katero smo spirali, v ustrezno absorpcijsko posodo. Razdelilnike postavimo drugega za drugim v 600 ml čašo, ki jo bomo pozneje uporabili za določanje.

Z vakuumom prek filtrirnega lončka iz taljenega stekla hitro filtriramo najprej vsebino absorpcijske posode F_2 in nato še vsebino absorpcijske posode F_1. Oborino zberemo s spiranjem absorpcijskih posod z vodo (3.10), filtrirni lonček pa očistimo s 50 ml iste vode. Postavimo ga v 600 ml čašo in dodamo približno 100 ml vrele vode (3.10). V vsako absorpcijsko posodo vlijemo 50 ml vrele vode in nato skozi razdelilnike pet minut spuščamo dušik. Tako dobljeno vodo zmešamo z vodo iz čaše. Postopek enkrat ponovimo, da zagotovimo, da so razdelilniki dobro sprani.

5.4 *Merjenje karbonatov, ki izvirajo iz organske snovi*

Vsebini čaše (3.8) dodamo pet kapljic fenolftaleina (3.8). Raztopina se obarva rdeče. Po kapljicah dodajamo klorovodikovo kislino (3.5), dokler se rožnata barva ne razbarva. Raztopino v čaši dobro premešamo, s čimer preverimo, da se rožnata barva znova ne pojavi. Dodamo pet kapljic bromofenolno modre in titriramo s klorovodikovo kislino, dokler se raztopina ne obarva rumeno. Dodamo še 10 ml klorovodikove kisline.

Raztopino segrejemo do vrelišča in jo nato segrevamo še največ eno minuto. Dobro preverimo, da v tekočini ne ostane še kaj oborine.

Pustimo, da se ohladi, in retitriramo z raztopino natrijevega hidroksida (3.6).

6. **Slepi preskus**

Slepi preskus opravimo po enakem postopku in ob uporabi enake količine vseh reagentov.

7. **Navedba rezultatov**

Vsebnost gorljivih sestavin (C), izraženih kot ogljik, se kot masni odstotek vzorca izračuna po formuli:

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

pri čemer je:

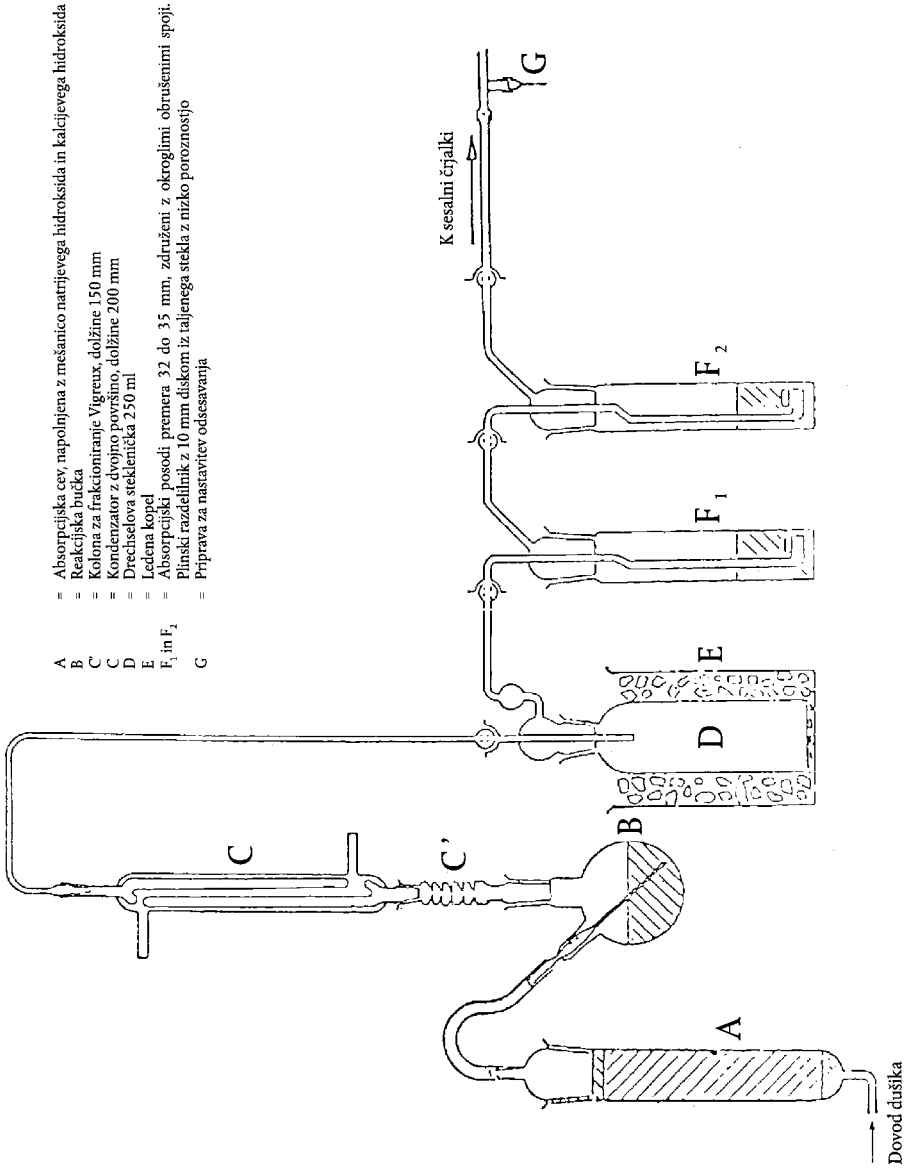
E = masa preskusnega deleža, v gramih,

V_1 = skupni volumen 0,1 mol/l klorovodikove kisline, dodane po spremembi barve fenolftaleina, v ml,

([1]) Reakcijski čas ene ure in pol je dovolj za večino organskih snovi ob navzočnosti katalizatorja iz srebrovega nitrata.

▼B

V_2 = volumen 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida, uporabljene za retitracijo, v ml.



Slika 2:
Metoda 4

Določanje vrednosti pH

1. **Namen in področje uporabe**

V tem dokumentu je opredeljen postopek merjenja vrednosti pH raztopine enostavnega gnojila iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

2. **Princip**

Merjenje vrednosti pH raztopine amonijevega nitrata s pH-metrom.

3. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida.

3.1 *Pufrska raztopina, pH 6,88 pri 20 °C*

V približno 400 ml vode raztopimo 3,40 ± 0,01 grama kalijevega dihidrogen ortofosfata (KH_2PO_4). Nato v približno 400 ml vode raztopimo 3,55 ± 0,01 grama dinatrijevega hidrogen ortofosfata (Na_2HPO_4). Obe raztopini kvantitativno prenesemo v 1 000 ml merilno bučko, z

▼B

vodo dopolnimo do oznake in premešamo. Raztopino shranimo v posodi, ki ne prepušča zraka.

3.2 *Pufrska raztopina, pH 4,00 pri 20 °C*

V vodi raztopimo 10,21 ± 0,01 grama kalijevega hidrogen ftalata ($KHC_8O_4H_4$), kvantitativno prenesemo v 1 000 ml merilno bučko, z vodo dopolnimo do oznake in premešamo.

Raztopino shranimo v posodi, ki ne prepušča zraka.

3.3 Lahko se uporabijo standardne raztopine pH, ki so na voljo na tržišču.

4. **Aparature**

pH-meter, opremljen s stekleno in kalomelno/živosrebrovo elektrodo ali ustreznimi nadomestki, z občutljivostjo 0,05 enote pH.

5. **Postopek**

5.1 *Umerjanje pH-metra*

pH-meter (4) umerimo pri temperaturi 20 (± 1) °C s pufrsko raztopino (3.1), (3.2) ali (3.3). Med celotnim preskusom je na površino raztopine usmerjen počasen tok dušika.

5.2 *DoločanjeV*

250 ml čaši na 10 (± 0,01) gramov vzorca prelijemo s 100,0 ml vode. Netopne snovi odstranimo s filtriranjem, odlitjem ali centrifugiranjem tekočine. Vrednost pH bistre raztopine izmerimo pri temperaturi 20 (± 1) °C po enakem postopku kot za umerjanje pH metra.

6. **Navedba rezultatov**

Rezultate navedemo v enotah pH na 0,1 enote natančno; navedemo tudi temperaturo pri merjenju.

Metoda 5

Določanje velikosti delcev

1. **Namen in področje uporabe**

V tem dokumentu je opredeljen postopek preskusnega sejanja enostavnih gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

2. **Princip**

Preskusni vzorec se preseje skozi garnituro treh sit, ročno ali mehansko. Masa, ki ostane na posameznem situ, se zabeleži in izračuna se odstotek snovi, ki prehaja skozi predpisana sita.

3. **Aparature**

3.1 Preskusna sita iz pletene žice s premerom 200 mm in standardnimi premeri luknjic 2,0 mm, 1,0 mm in 0,5 mm posamično. En pokrov in ena sprejemna posoda za ta sita.

3.2 Tehtnica za tehtanje na 0,1 gram natančno.

3.3 Mehanski stresalnik sit (če je na voljo) z možnostjo stresanja vzorcev v navpični in tudi vodoravni smeri.

4. **Postopek**

4.1 Vzorec se reprezentativno razdeli na približno 100-gramske deleže.

4.2 Enega od teh deležev stehtamo na 0,1 grama natančno.

4.3 Garnituro sit razvrstimo v naraščajočem vrstnem redu: sprejemna posoda, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm, stehtani preskusni delež damo na vrhnje sito. Pokrov namestimo na vrh garniture sit.

4.4 Stresamo ročno ali mehansko, v navpični in vodoravni smeri, in če je stresanje ročno, občasno rahlo udarimo. Postopek nadaljujemo 10 minut ali dokler količina, ki se skozi posamezno sito preseje v eni minuti, ni manjša od 0,1 grama.

4.5 Sita odstranimo iz garniture, zberemo zadržano snov in po potrebi z mehko ščetko nežno očistimo spodnjo stran sita.

▼B

4.6 Snov, ki se zadrži na posameznem situ, in snov, ki se zbere v sprejemni posodi, stehtamo na 0,1 grama natančno.

5. **Ovrednotenje rezultatov**

5.1 Mase frakcij spremenimo v odstotke skupne mase posameznih frakcij (ne prvotne količine).

Izračunamo odstotek v sprejemni posodi (tj. < 0,5 mm): A %

Izračunamo odstotek snovi, zadržane na 0,5-milimetrskem situ: B %

Izračunamo odstotek snovi, presejane skozi 1,0 mm sito, tj. (A + B) %

Vsota mas frakcij mora biti znotraj 2 % začetne mase.

5.2 Opraviti je treba vsaj dve ločeni analizi, posamezni rezultati za A pa se ne bi smeli razlikovati za več kakor 1,0 % absolutno in za B ne več kakor 1,5 % absolutno. Če ni tako, preskus ponovimo.

6. **Navedba rezultatov**

Navedemo srednjo vrednost dveh vrednosti, dobljenih za A na eni strani, in za A + B na drugi.

Metoda 6

Določanje vsebnosti klora (kot kloridnega iona)

1. **Namen in področje uporabe**

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja vsebnosti klora (kot kloridnega iona) v enostavnih gnojilih iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

2. **Princip**

Kloridni ioni, raztopljeni v vodi, se določijo s potenciometrično titracijo s srebrovim nitratom v kislem mediju.

3. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda brez kloridnih ionov.

3.1 Aceton, p.a.

3.2 Koncentrirana dušikova kislina (gostota pri 20 °C = 1,40 g/ml)

3.3 0,1 mol/l standardna raztopina srebrovega nitrata. Raztopino shranimo v steklenici iz rjavega stekla.

3.4 0,004 M standardna raztopina srebrovega nitrata – pripravimo svežo raztopino tik pred uporabo.

3.5 0,1 M standardna referenčna raztopina kalijevega klorida. 3,7276 grama kalijevega klorida analitske čistote, predhodno sušenega eno uro v sušilniku pri 130 °C in nato ohlajenega v eksikatorju na sobno temperaturo, stehtamo na 0,1 mg natančno. Količino raztopimo v malo vode, raztopino kvantitativno prenesemo v 500 ml standardno bučko, razredčimo do oznake in premešamo.

3.6 0,004 mol/l standardna referenčna raztopina kalijevega klorida - pripravimo svežo raztopino tik pred uporabo.

4. **Aparature**

4.1 Potenciometer s srebrovo merilno elektrodo in kalomelno referenčno elektrodo, z občutljivostjo 2 mV, in območjem merjenja od –500 do + 500 mV.

4.2 Most, ki vsebuje nasičeno raztopino kalijevega nitrata in je povezan s kalomelno elektrodo (4.1) in na obeh koncih opremljen z luknjičastimi zamaški.

4.3 Magnetno mešalo z mešalno paličico, prevlečeno s teflonom.

4.4 Mikrobireta z ozkim koničastim vrhom in 0,01 ml razdelki.

▼B

5. **Postopek**

5.1 *Standardizacija raztopine srebrovega nitrata V*

dve nizki čaši ustrezne prostornine (na primer 250 ml) s pipeto prenesemo 5,00 ml in 10,00 ml standardne referenčne raztopine kalijevega klorida (3.6). Vsebino posamezne čaše titriramo po naslednjem postopku.

Dodamo 5 ml raztopine dušikove kisline (3.2), 120 ml acetona (3.1) in toliko vode, da celotno prostornino povečamo na približno150 ml. Mešalno palico magnetnega mešala (4.3) postavimo v čašo in vključimo mešalec. Srebrno elektrodo (4.1) in prosti konec mostu (4.2) potopimo v raztopino. Elektrodi povežemo s potenciometrom (4.1) in po preverjanju ničlišča aparature zapišemo vrednost začetnega potenciala.

Z mikrobireto (4.4) titriramo tako, da najprej dodamo 4 ali 9 ml raztopine srebrovega nitrata, ki ustreza uporabljeni standardni referenčni raztopini kalijevega klorida. Nadaljujemo z dodajanjem 0,1 ml deležev 0,004 M raztopine in 0,05 ml deležev 0,1 M raztopine. Po vsakem dodajanju počakamo, da se potencial stabilizira.

Dodane prostornine in ustrezne vrednosti potenciala zabeležimo v prva dva stolpca preglednice.

V tretji stolpec preglednice zabeležimo zaporedne prirastke (Δ_1E) potenciala E. V četrti stolpec zabeležimo razlike (Δ_2E), pozitivne ali negativne, med prirastki potencialov (Δ_1E). Konec titracije ustreza dodatku 0,1 ali 0,05 ml deleža (V_1) raztopine srebrovega nitrata, ki daje najvišjo vrednost Δ_1E.

Za natančen izračun prostornine (V_{eq}) raztopine srebrovega nitrata, ki ustreza koncu reakcije, uporabimo formulo:

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

pri čemer je:

V_0 skupna prostornina raztopine srebrovega nitrata, ki je takoj pred prostornino, ki daje največji prirastek Δ_1E, v ml,

V_1 prostornina zadnjega deleža dodane raztopine srebrovega nitrata (0,1 ali 0,05 ml), v ml,

b zadnja pozitivna vrednost Δ_2,

B vsota absolutnih vrednosti zadnjih pozitivnih vrednosti Δ_2E in prve negativne vrednosti Δ_2E (glej primer v Preglednici 1).

5.2 *Slepi preskus*

Izvedemo slepi preskus in ga upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

Rezultat V_4 slepega preskusa na reagentih se izrazi v ml s formulo:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

pri čemer je:

V_2 vrednost točne prostornine (V_{eq}) raztopine srebrovega nitrata, ki ustreza titraciji 10 ml uporabljene standardne raztopine kalijevega klorida, v ml.

V_3 vrednost točne prostornine (V_{eq}) raztopine srebrovega nitrata, ki ustreza 5 ml uporabljene standardne referenčne raztopine kalijevega klorida, v ml.

5.3 *Preskus preverjanja*

S slepim preskusom je obenem mogoče preveriti, da laboratorijska oprema deluje zadovoljivo in da je bil preskusni postopek pravilno izveden.

▼B

5.4 *Določanje*

Na 0,01 grama natančno odtehtamo delež vzorca v obsegu od 10 do 20 gramov. Kvantitativno ga prenesemo v 250 ml čašo. Dodamo 20 ml vode, 5 ml raztopine dušikove kisline (3.2), 120 ml acetona (3.1) in toliko vode, da celotno prostornino povečamo na 150 ml.

Palico magnetnega mešala (4.3) namestimo v čašo, čašo pa na mešalec, ki ga nato vklopimo. Srebrno elektrodo (4.1) in prosti konec mostu (4.2) potopimo v raztopino, povežemo elektrode s potenciometrom (4.1) in po preverjanju ničlišča aparature zabeležimo vrednost začetnega potenciala.

Titriramo z raztopino srebrovega nitrata z dodajanjem po 0,1 ml iz mikrobirete (4.4). Po vsakem dodajanju počakamo, da se potencial stabilizira.

Nadaljujemo s titracijo, kakor je določeno v 5.1, z vključno od četrtega odstavka dalje: „Dodane prostornine in ustrezne vrednosti potenciala zabeležimo v prva dva stolpca preglednice …“.

6. **Navedba rezultatov**

Rezultate analize izrazimo kot odstotek klora v vzorcu kot je bil sprejet za analizo. Izračunamo odstotek vsebnosti klora (Cl) s formulo:

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

pri čemer je:

T koncentracija uporabljene raztopine srebrovega nitrata, v mol/l,

V_4 rezultat slepega preskusa (5.2), v ml,

V_5 vrednost V_{eq}, ki ustreza določanju (5.4), v ml,

m masa preskusnega deleža, v gramih.

Preglednica 1: Primer

Prostornina raztopine srebrovega nitrata V (ml)	Potencial E (mV)	Δ_1E	Δ_2E
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	-49
5,10	306	23	-10
5,20	319	13	

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

Metoda 7

Določanje bakra

1. **Namen in področje uporabe**

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja vsebnosti bakra v enostavnih gnojilih iz čistega amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

2. **Princip**

Vzorec se raztopi v razredčeni klorovodikovi kislini, količina bakra pa se določi z atomsko absorpcijsko spektrofotometrijo.

▼B

3. **Reagenti**

3.1 Klorovodikova kislina (gostota pri 20 °C = 1,18 g/ml).

3.2 6 mol/l raztopina klorovodikove kisline.

3.3 0,5 mol/l raztopina klorovodikove kisline.

3.4 Amonijev nitrat.

3.5 Vodikov peroksid, 30 % (m/V).

3.6 Raztopina bakra ([1]) (osnovna): na 0,001 grama natančno odtehtamo 1 gram čistega bakra, ga raztopimo v 25 ml 6 mol/l raztopini klorovodikove kisline (3.2), po delih dodajamo 5 ml vodikovega peroksida (3.5) in z vodo razredčimo na 1 liter. 1 ml te raztopine vsebuje 1 000 μg bakra (Cu).

3.6.1 Raztopina bakra (razredčena): 10 ml osnovne raztopine (3.6) z vodo razredčimo na 100 ml, nato pa 10 ml tako dobljene raztopine z vodo razredčimo na 100 ml. 1 ml te končne razredčene raztopine vsebuje 10 μg bakra (Cu).

Pripravimo svežo raztopino tik pred uporabo.

4. **Aparature**

Atomski absorpcijski spektrofotometer z bakrovo žarnico (324,8 nm).

5. **Postopek**

5.1 *Priprava raztopine za analizo*

Na 0,001 grama natančno odtehtamo 25 gramov vzorca, ga prenesemo v 400-mililitrsko čašo in previdno dodamo 20 ml klorovodikove kisline (3.1) (zaradi nastajanja ogljikovega dioksida se lahko pojavi burna reakcija). Po potrebi dodamo več solne kisline. Ko se konča burno vretje, pustimo izhlapevati na parni kopeli do suhega in občasno premešamo s stekleno paličico. Dodamo 15 ml 6 mol/l raztopine klorovodikove kisline (3.2) in 120 ml vode. Premešamo s stekleno paličico, ki jo je treba pustiti v čaši, čašo pa pokrijemo z urnim steklom. Raztopina naj rahlo vre, dokler se raztapljanje ne dokonča, nato pa jo ohladimo.

Raztopino kvantitativno prenesemo v 250 ml merilno bučko tako, da enkrat izperemo s 5 ml 6 mol/l klorovodiokove kisline (3.2) in dvakrat s 5 ml vrele vode, ter dolijemo 0,5 mol/l klorovodikove kisline (3.3) do oznake in previdno premešamo.

Filtriramo skozi filtrirni papir brez bakra ([2]) , pri čemer zavržemo prvih 50 ml filtrata.

5.2 *Slepa raztopina*

Pripravimo slepo raztopino, pri kateri izpustimo samo vzorec, to po upoštevamo pri izračunu končnih rezultatov.

5.3 *Določanje*

5.3.1 Priprava preskusnih raztopin vzorca in slepe

Raztopino vzorca (5.1) in preskusno slepo raztopino (5.2) razredčimo z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (3.3), tako da bo koncentracija bakra ustrezala optimalnemu merilnemu območju spektrometra. Razredčevanje običajno ni potrebno.

5.3.2 Priprava umeritvenih raztopin

Z razredčevanjem standardne raztopine (3.6) z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (3.3) pripravimo vsaj pet standardnih raztopin, ki ustrezajo optimalnemu merilnemu območju spektrometra (od 0 do 5,0 mg/l Cu). Pred razredčevanjem do oznake vsaki raztopini dodamo amonijev nitrat (3.4), da dobimo končno koncentracijo 100 mg na ml.

5.4 *Merjenje*

Spektrofotometer (4) nastavimo na valovno dolžino 324,8 nm. Uporabimo oksidirajoč plamen zrak-acetilen. V navedenem zaporedju po

([1]) Uporabljati se sme standardna bakrova raztopina, ki je na voljo na tržišču.
([2]) Whatman 541 ali drug ustrezen.

▼B

trikrat napršimo umeritveno raztopino (5.3.2), raztopino vzorca in slepo raztopino (5.3.1), laboratorijsko napravo pa med vsakim napršev anjem dobro izperemo z destilirano vodo. Umeritveno krivuljo grafično prikažemo tako, da na ordinato nanesemo srednje vrednosti absorbanc posameznih uporabljenih standardnih raztopin, na absciso pa ustrezne koncentracije bakra v μg/ml.

Iz podatkov z umeritvene krivulje določimo koncentracijo bakra v raztopini končnega vzorca in slepi raztopini.

6. **Navedba rezultatov**

Vsebnost bakra v vzorcu izračunamo ob upoštevanju mase preskusnega vzorca in razredčenj, opravljenih med analizo, ter vrednosti slepe raztopine. Rezultate izrazimo kot mg Cu/kg.

4. **Določitev odpornosti proti eksploziji**

4.1 *Namen in področje uporabe*

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja odpornosti proti eksploziji za enostavna gnojila iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

4.2 *Princip*

Preskusni vzorec se zapre v železno cev in izpostavi šoku ob eksploziji, ki ga povzroči eksplozivni spodbujevalni naboj. Širjenje eksplozije se določi iz stopnje drobljenja svinčenih valjev, na katerih med preskusom vodoravno leži cev.

4.3 *Materiali*

4.3.1 Plastični eksploziv, ki vsebuje od 83 do 86 % pentrita

Gostota: od 1 500 do 1 600 kg/m^3

Hitrost širjenja eksplozije: od 7 300 do 7 700 m/s

Masa: 500 (± 1) gram

4.3.2 Sedem delov upogljive zažigalne vrvice z nekovinskim varovalnim plaščem

Polnilna masa: od 11 do 13 g/m

Dolžina posamezne vrvice: 400 (± 2) mm

4.3.3 Stisnjena kroglica sekundarnega eksploziva, izdolbena za nastavitev detonatorja

Eskploziv: heksogen/vosek 95/5, tertil ali podoben sekundarni eksploziv z dodanim grafitom ali brez njega.

Gostota: od 1 500 do 1 600 kg/m^3

Premer: od 19 do 21 mm

Višina: od 19 do 23 mm

Vdolbina v sredini za sprejem detonatorja: premer od 7 do 7,3 mm, globina 12 mm.

4.3.4 Brezšivna jeklena cev, kakor je določeno v ISO 65 - 1981 - Heavy Serije z nominalnimi dimenzijami DN 100 (4")

Zunanji premer: od 113,1 do 115,0 mm

Debelina stene: 5,0 do 6,5 mm

Dolžina: 1 005 (± 2) mm.

4.3.5 Dno

Material: jeklo, dobre kakovosti za varjenje

Dimenzije: 160 × 160 mm

Debelina: od 5 do 6 mm

4.3.6 Šest svinčenih valjev

Premer: 50 (± 1) mm

▼B

Višina: od 100 do 101 mm

Materiali: mehki svinec, vsaj 99,5 % čistote.

4.3.7 Jekleni blok/kvader

Dolžinavsaj: 1 000 mm

Širina: vsaj 150 mm

Višina: vsaj 150 mm

Masa: vsaj 300 kg, če za jekleni blok/kvader ni trdne opore.

4.3.7 Plastični ali kartonasti valj za spodbujevalni naboj

Debelina stene: od 1,5 do 2,5 mm

Premer: od 92 do 96 mm

Višina: od 64 do 67 mm

4.3.9 Detonator (električni ali neelektrični) z začetno silo od 8 do 10

4.3.10 Lesena plošča

Premer: od 92 do 96 mm. Premer naj ustreza notranjemu premeru plastičnega ali kartonastega valja (4.3.8)

Debelina: 20 mm

4.3.11 Lesena palica z enakimi dimenzijami kakor detonator (4.3.9)

4.3.12 Šiviljske bucike (največja dolžina 20 mm)

4.4 *Postopek*

4.4.1 Priprava spodbujevalnega naboja za vstavitev v jekleno cev

Za sprožitev razstreliva v spodbujevalnem naboju obstajata dve metodi, izbira pa je odvisna od opreme, ki je na voljo.

4.4.1.1 Hkratna sprožitev na sedmih točkah

Spodbujevalni naboj, pripravljen za uporabo, je prikazan na sliki 1.

4.4.1.1.1 V leseno ploščo (3.10) izvrtamo vzporedno z njeno osjo luknje, prvo skozi sredino, preostalih šest pa simetrično po obodu kroga s premerom 5 mm. Premer lukenj mora biti od 6 do 7 mm (glej razdelek A-B na sliki 1), odvisno od premera uporabljane zažigalne vrvice (4.3.2).

4.4.1.1.2 Odrežemo sedem upogljivih zažigalnih vrvic (4.3.2) v dolžini po 400 mm, pri čemer se izgubi razstreliva na koncu vrvice izognemo z ravnim rezom in tako, da konec zalepimo z lepilom. Posamezne vrvice potisnemo skozi posamezne luknje v leseni plošči (4.3.10), dokler konci na drugi strani plošče ne izstopijo za nekaj centimetrov. Nato prečno vstavimo šiviljsko bucike (4.3.12) v tekstilni varnostni ovoj vsake vrvice, od 5 do 6 mm od konca, na vrvice pa nato v 2 cm širokem pasu od bucike po vsej dolžini nanesemo lepilo. Na koncu potegnemo daljše konce vrvic tako, da bucike pridejo v stik z leseno ploščo.

4.4.1.1.3 Plastično razstrelivo (4.3.1) oblikujemo v valj s premerom od 92 do 96 mm, odvisno od premera valja (4.3.8). Ta valj na ravni površini postavimo pokonci in vstavimo oblikovano razstrelivo. Nato v vrh valja vstavimo leseno ploščo ([1]) z vstavljenimi sedmimi kosi zažigalne vrvice in jo potisnemo navzdol na razstrelivo. Višino valja (od 64 do 67 mm) prilagodimo tako, da vrhnji rob ne sega čez leseno ploščo. Nazadnje valj po celotnem obodu pritrdimo na leseno ploščo, na primer s sponkami ali žebljički.

4.4.1.1.4 Proste konce vseh sedmih kosov zažigalne vrvice zberemo okoli oboda lesene palice (4.3.11), tako da so v višini ravnine, ki je pravokotna na palico. Okoli palice jih z lepilnim trakom oblikujemo v snop. ([2])

([1]) Premer plošče se mora vedno prilegati notranjemu premeru valja.

([2]) Op.:Ko je šest obodnih vrvic v snopu napetih, mora vrvica na sredini ostati nekoliko ohlapna.

▼B

4.4.1.2 Sredinska sprožitev s stisnjeno kroglico

Spodbujevalni naboj, pripravljen za uporabo, je prikazan na sliki 2.

4.4.1.2.1 Priprava stisnjene kroglice

Ob ustreznih varnostnih ukrepih vnesemo 10 gramov sekundarnega razstreliva (4.3.3) v kalup z notranjim premerom od 19 do 21 mm in kroglico stisnemo v ustrezno obliko in na ustrezno gostoto.

(Razmerje premer: višina bi morala biti približno 1:1).

V sredini dna kalupa je klin, visok 12 mm in s premerom od 7,0 do 7,3 mm (odvisno od premera uporabljenega detonatorja), ki v stisnjenem vložku ustvari valjasto vdolbino za poznejše vstavljanje detonatorja.

4.4.1.2.2 Priprava spodbujevalnega naboja

Plastično razstrelivo (4.3.1) prenesemo v valj (4.3.8), ki stoji pokonci na vodoravni površini, in ga nato potisnemo navzdol z lesenim rezilom, da razstrelivo dobi valjasto obliko z vdolbino na sredini. Stisnjeno kroglico vstavimo v to vdolbinico. Valjasto oblikovano razstrelivo, ki vsebuje stisnjeno kroglico, pokrijeo z leseno ploščo (4.3.10), ki ima v sredini luknjo premera od 7,0 do 7,3 mm, za vstavljanje detonatorja. Leseno ploščo in valj pritrdimo skupaj s križem iz lepilnega traku. Z vstavljeno leseno palico (4.3.11) zagotovimo, da sta osi luknje, izvrtane v ploščo, in vdolbine v stisnjeni kroglici, vzporedni.

4.4.2 Priprava jeklenih cevi za preskuse eksplozivnosti

Na enem koncu jeklene cevi (4.3.4), 4 mm stran od roba, pod pravim kotom izvrtamo dve nasproti postavljeni luknjici s premerom 4 mm.

Spodnjo ploščo (4.3.5) zavarimo na nasprotni konec cevi tako, da popolnoma zapolnimo pravi kot med spodnjo ploščo in steno cevi s kovino za varjenje po vsem obodu cevi.

4.4.3 Polnjenje in napolnjenje jeklene cevi

Glej sliki 1 in 2.

4.4.3.1 Preskusni vzorec, jekleno cev in spodbujevalni naboj je treba naravnati na temperaturo 20 (± 5) °C. Za dva preskusa eksplozivnosti potrebujete od 16 do 18 kg preskusnega vzorca.

4.4.3.2 Cev postavite pokonci, tako da kvadratna plošča dna leži na trdni ravni površini, po možnosti cementni. Cev napolnimo približno do ene tretjine s preskusnim vzorcem in jo nato petkrat spustimo z 10 cm navpično na tla, da se kepice ali kroglice v cevi čim bolj stisnejo. Da stiskanje pospešimo, cev tresemo tako, da jo med posameznimi spusti desetkrat udarimo po stranski steni s 750- do 1 000-gramskim kladivom.

Postopek polnjenja ponovite še z drugim delom preskusnega vzorca. Dodajanje na koncu se izvede tako, da po zgoščevanju vsebine cevi z desetkratnim dviganjem in spuščanjem in skupaj 20 vmesnimi udarci s kladivom, naboj zapolni cev do razdalje 70 mm stran od odprtine.

Polnilno višino vzorca v jekleni cevi je treba prilagoditi tako, da bo spodbujevalni naboj (4.1.1.1 ali 4.1.1.2), ki ga vstavite pozneje, v tesnem stiku z vzorcem po celotni površini.

4.4.3.3 Spodbujevalni naboj vstavimo v cev tako, da je v stiku z vzorcem; vrhnja površina lesene plošče mora biti 6 mm pod zgornjim robom cevi. Tesen stik razstreliva s preskusnim vzorcem zagotovimo z dodajanjem ali odstranjevanjem majhnih količin vzorca. Kakor je prikazano na slikah 1 in 2, se razdelilni buciki vstavita skozi luknjici pri odprtem koncu cevi, njuni nogi pa sta plosko razprti proti cevi.

4.4.4 Umeščanje jeklene cevi in svinčenih valjev (glej sliko 3)

4.4.4.1 Oštevilčite osnovne ploskve svinčenih valjev (4.3.6) z 1 do 6. Na sredinski črti jeklene kocke (4.3.7) naredite šest oznak, ki so med seboj oddaljene po 150 mm in ležijo na vodoravni osnovni ploskvi tako, da je prva oznaka vsaj 75 mm od roba kocke. Na vsako od oznak postavite svinčeni valj tako, da je sredina osnovne ploskve vsakega valja postavljena natančno na oznako.

▼B

4.4.4.2 Jekleno cev, pripravljeno v skladu s 4.3, postavite vodoravno na svinčene valje tako, da nastavite os cevi vzporedno s sredinsko črto jeklene kocke, zavarjeni konec cevi pa se razteza še 50 mm za svinčenim valjem številka 6. Da preprečimo kotaljenje cevi, vstavimo majhne lesene zagozde med zgornji del svinčenih valjev in steno cevi (eno na vsako stran) ali namestimo križ iz lesa med valj in jekleno kocko.

Opomba:

Prepričamo se, da je cev v stiku z vsemi šestimi svinčenimi valji; rahla ukrivljenost jeklene cevi se lahko nadomesti z vrtenjem cevi okoli njene vzdolžne osi; če je katerikoli od svinčenih valjev previsok, ga previdno rahlo udarimo s kladivom na zahtevano višino.

4.4.5 Priprava za eksplozijo

4.4.5.1 V skladu s 4.4 laboratorijsko napravo postavimo v zaklonišče ali ustrezno pripravljen podzemni prostor (tj. rudnik ali rov). Zagotovimo, da temperatura jeklene cevi pred samo eksplozijo ostane 20 (± 5) °C.

Opomba:

Če taki prostori za razstreljevanje niso na voljo, lahko delo po potrebi opravite v betonski jami, prekriti z lesenimi tramovi. Eksplozija lahko povzroči raztrositev delcev z visoko kinetično energijo, zato je razstreljevanje treba opraviti na ustrezni razdalji od bivališč ali cest.

4.4.5.2 Če se uporablja spodbujevalni naboj s sproženjem na sedmih točkah, poskrbimo, da so zažigalne vrvice raztegnjene, kakor je opisano v opombi k 4.4.1.1.4, in razvrščene čim bolj vodoravno.

4.4.5.3 Na koncu odstranimo leseno palico in jo nadomestimo z detonatorjem. Same razstrelitve ne opravimo, dokler vsi ne zapustijo nevarnega območja in se preskusno osebje ne umakne v zaklonišče.

4.4.5.4 Sprožimo razstrelitev razstreliva.

4.4.6 Počakamo dovolj dolgo, da se dim (plin in včasih strupeni produkti razgradnje, kakor so na primer dušikovi plini) razkadijo, nato zberemo svinčene valje in izmerimo njihove višine s šestilom Vernier.

Za posamezne označene valje zabeležimo stopnjo drobljenja, izraženo kot odstotek začetne višine 100 mm. Če so valji zdrobljeni v prečni smeri, zabeležimo najvišjo in najnižjo vrednost in nato izračunamo povprečje.

4.4.7 Lahko se uporabi tudi sonda za stalno merjenje hitrosti eksplozije; sondo je treba vstaviti vzdolž osi cevi ali vzdolž stranske stene cevi.

4.4.8 Opraviti je treba dva preskusa eksplozivnosti na vzorec.

4.5 *Preskusno poročilo*

V poročilu je treba navesti vrednosti naslednjih parametrov posameznega preskusa eksplozivnosti:

— dejansko izmerjene vrednosti zunanjega premera jeklene cevi in debelino stene,

— Brinellovo trdnost jeklene cevi,

— temperaturo cevi in vzorca tik pred razstrelitvijo,

— gostoto polnjenja (kg/m^3) vzorca v jekleni cevi,

— višino posameznega svinčenega valja po razstrelitvi, skupaj s številko valja,

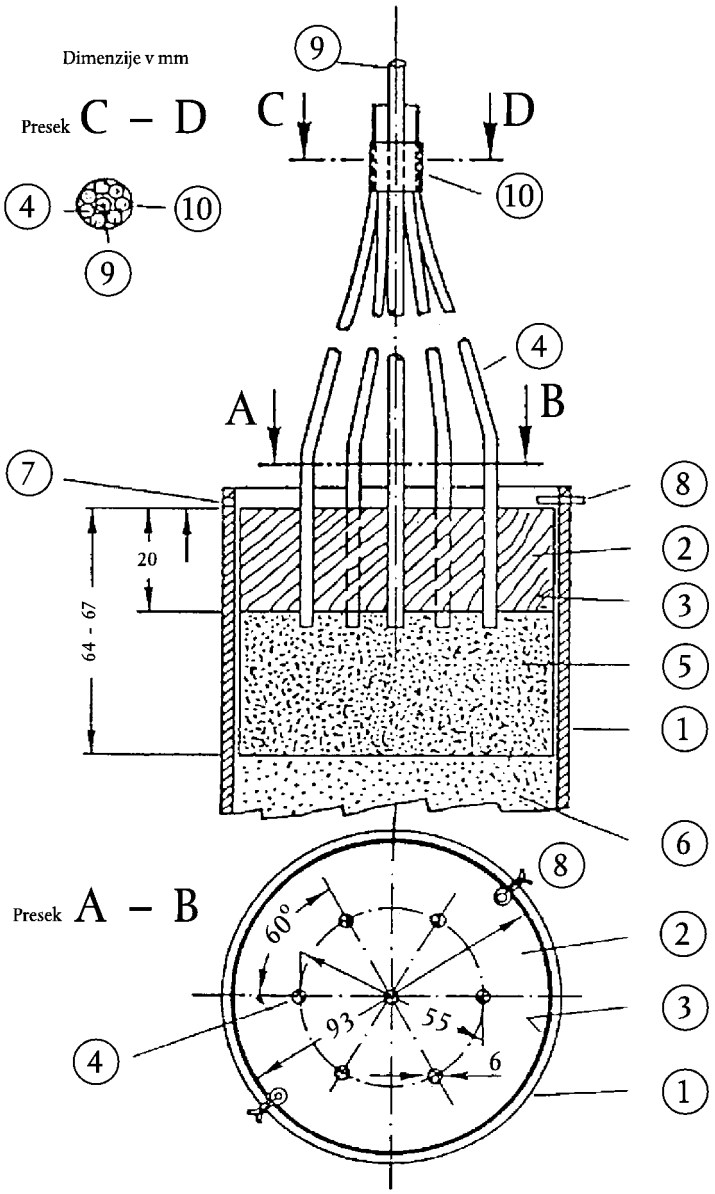
— uporabljeni način sprožitve spodbujevalnega naboja.

4.5.1 Ovrednotenje rezultatov preskusa

Če je pri vsaki razstrelitvi drobljenje vsaj enega svinčenega valja manjše od 5 %, se šteje, da je preskus dokončen, vzorec pa v skladu z zahtevami iz Priloge III.2

▼B

Spodbujevalni naboj s sproženjem na sedmih točkah



① Jeklena cev

② Lesena plošča s sedmimi luknjicami

③ Plastični ali kartonasti valj

④ Zažigalne vrvice

⑤ Plastični eksploziv

⑥ Preskusni vzorec

⑦ Luknjica s premerom 4 mm, izvrtana za sprejem razcepljenega zatiča ⑧

⑧ Razcepljeni zatič

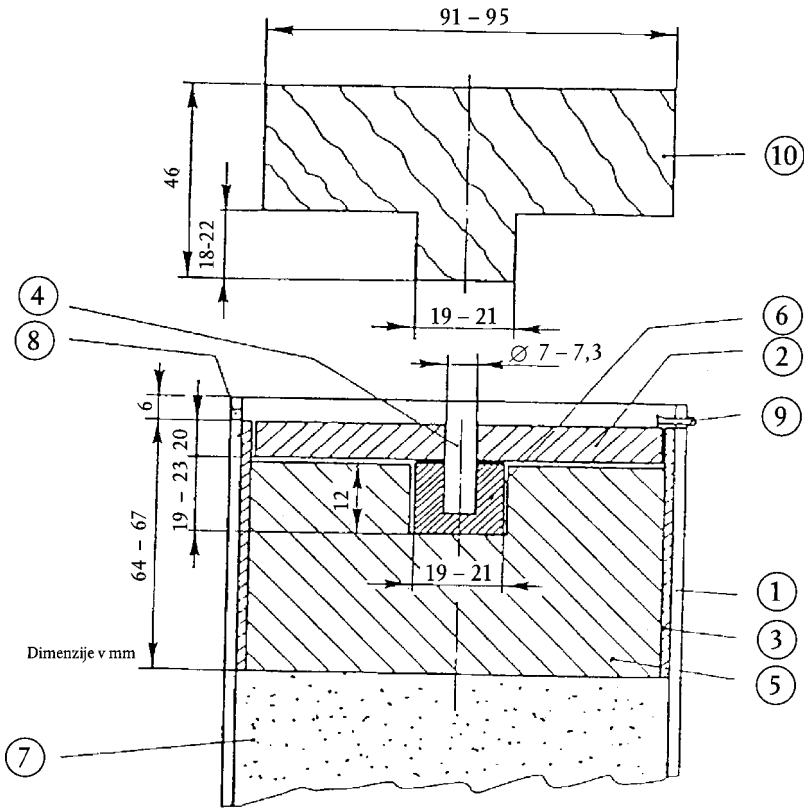
⑨ Lesena palica, obdana s ④

⑩ Lepilni trak, s katerim se zavaruje ④ okoli ⑨

Slika 1

▼B

Spodbujevalni naboj s sredinskim sproženjem



① Jeklena cev

② Lesena plošča

③ Plastični ali kartonasti valj

④ Lesena palica

⑤ Plastični eksploziv

⑥ Stisnjena kroglica

⑦ Preskusni vzorec

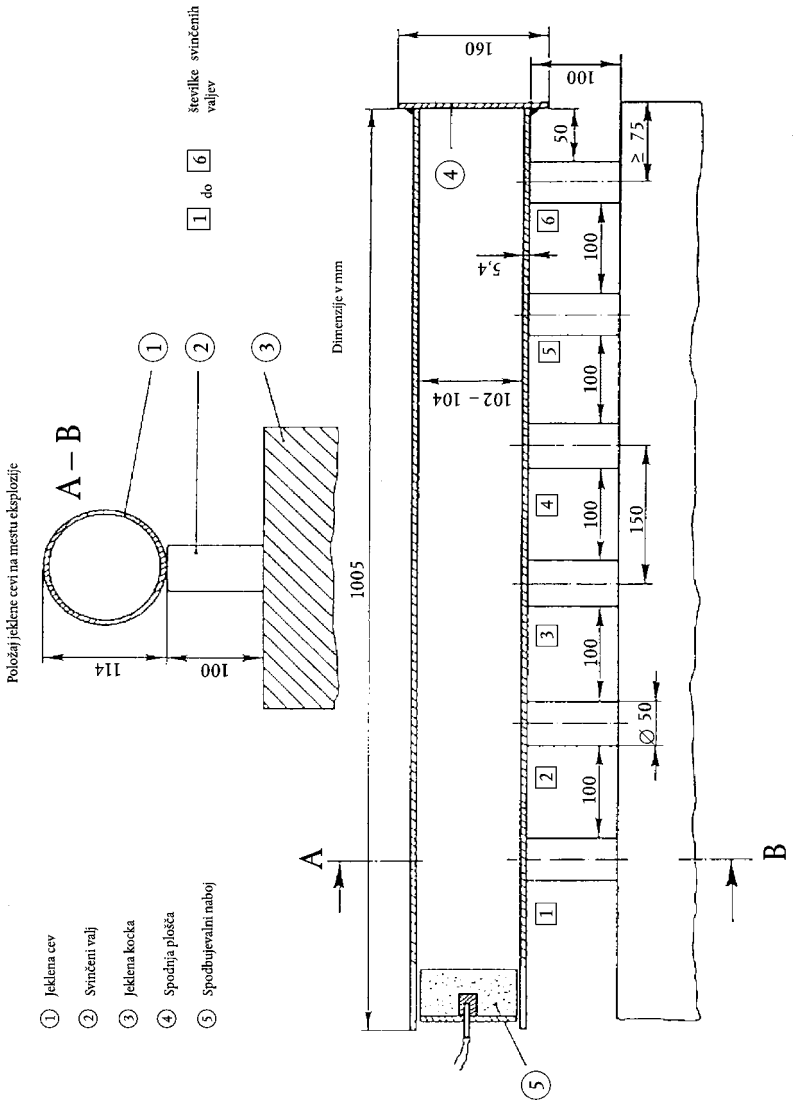
⑧ Luknjica s premerom 4 mm, izvrtana za sprejem razcepljenega zatiča ⑨

⑨ Razcepljeni zatič

⑩ Lesena kocka za ⑤

Slika 2

▼B


Položaj jeklene cevi na mestu eksplozije
A – B
114
100
① Jeklena cev
② Svinčeni valj
③ Jeklena kocka
④ Spodnja plošča
⑤ Spodbujevalni naboj
1 do 6 številke svinčenih valjev
Dimenzije v mm
160
100
50
≥ 75
5,4
102 – 104
1005
100
150
∅ 50
A
B

Slika 3

▼B

PRILOGA IV

METODE VZORČENJA IN ANALIZ

A. METODE VZORČENJA ZA KONTROLO GNOJIL

UVOD

Pravilno vzorčenje je težko opravilo, ki zahteva največjo pazljivost. Potrebe za pridobitev dovolj reprezentativnega vzorca za uradno preskušanje gnojil zato ni mogoče preveč poudariti.

Spodaj opisano metodo vzorčenja morajo z vso natančnostjo uporabljati strokovnjaki z izkušnjami na področju običajnih postopkov vzorčenja.

1. **Namen in področje uporabe**

Vzorci, namenjeni za uradno preskušanje kakovosti in sestave gnojil, se jemljejo v skladu s spodaj opisanimi metodami. Tako dobljeni vzorci se štejejo kot reprezentativni za vzorčene količine.

2. **Pooblaščeni uslužbenci, ki opravljajo vzorčenje**

Vzorce jemljejo strokovnjaki, ki jih je v ta namen pooblastila država članica.

3. **Opredelitev pojmov**

Vzorčeni delež: Količina izdelka, ki predstavlja enoto, in ima domnevno enotne lastnosti.

Posamični vzorec: Količina, vzeta iz ene točke na vzorčenem deležu.

Sestavljeni vzorec: Združeni posamični vzorci, vzeti iz istega vzorčenega deleža.

Zmanjšani vzorec: Reprezentativni del sestavljenega vzorca, ki se iz tega vzorca dobi s postopkom zmanjševanja.

Končni vzorec: Reprezentativni del zmanjšanega vzorca.

4. **Aparature**

4.1 Aparature za vzorčenje morajo biti izdelane iz snovi, ki ne morejo vplivati na lastnosti proizvodov, ki se bodo vzorčili. Tako laboratorijsko opremo uradno lahko odobrijo države članice.

4.2 *Aparature, ki se priporočajo za vzorčenje trdnih gnojil*

4.2.1 Ročno vzorčenje

4.2.1.1 Lopata s ploskim dnom in navpičnimi stranicami.

4.2.1.2 Sulica za vzorčenje z dolgim razcepom ali predelki. Dimenzije sulice za vzorčenje morajo ustrezati značilnostim vzorčenega deleža (globina posode, dimenzije vreče itd.) in velikosti delcev gnojila.

4.2.2 Mehanično vzorčenje

Za vzorčenje premikajočih gnojil se lahko uporabljajo certificirane mehanične aparature.

4.2.3 Razdelilnik

Za jemanje posamičnih vzorcev ter pripravo zmanjšanih in končnih vzorcev se lahko uporablja priprava za deljenje vzorca na enake dele.

4.3 *Aparature, ki se priporočajo za vzorčenje tekočih gnojil*

4.3.1 Ročno vzorčenje

Odprta epruveta, sonda, steklenica ali druga ustrezna oprema, ki omogoča jemanje naključnih vzorcev iz vzorčenega deleža.

4.3.2 Mehanično vzorčenje

Za vzorčenje tekočih premikajočih gnojil se lahko uporabljajo certificirane mehanične aparature.

▼B

5. **Zahteve glede količine vzorca**

5.1 *Vzorčeni delež*

Velikost vzorčenega deleža mora biti taka, da se lahko vzorči vsak izmed njegovih sestavnih delov.

5.2 *Posamični vzorci*

5.2.1 Nepakirana trdna gnojila ali tekoča gnojila v posodah, ki presegajo 100 kg.

5.2.1.1 Vzorčeni deleži, ki ne presegajo 2,5 tone:

Najmanjše število posamičnih vzorcev: sedem

5.2.1.2 Vzorčeni deleži, katerih količina znaša od 2,5 do 80 ton:

$$\text{Najmanjše število posamičnih vzorcev: } \sqrt{\text{Kvadratni koren iz dvajsetkratnika števila ton vzorčenega deleža}}\ (1)$$

5.2.1.3 Vzorčeni deleži, ki presegajo 80 ton:

Najmanjše število posamičnih vzorcev: 40

5.2.2 Pakirana trdna gnojila ali tekoča gnojila v posodah (posamezni zavoji ne presegajo 100 kg)

5.2.2.1 Zavoji, težji od 1 kg

5.2.2.1.1 Vzorčeni deleži iz manj kot pet paketov:

Najmanjše število paketov za vzorčenje: vsi paketi. (2)

5.2.2.1.2 Vzorčeni deleži iz pet do 16 zavojev:

Najmanjše število zavojev, ki se bodo vzorčili: štirje. (2)

5.2.2.1.3 Vzorčeni deleži iz 17 do 400 paketov:

$$\text{Najmanjše število zavojev, ki se bodo vzorčili (2): } \sqrt{\text{Kvadratni koren iz števila zavojev, kisestavljajo vzorčeni delež.}}\ (1)$$

5.2.2.1.4 Vzorčeni deleži, ki presegajo 400 zavojev:

Najmanjše število zavojev, ki se bodo vzorčili (2):20.

5.2.2.2 Zavoji, ki ne presegajo 1 kg:

Najmanjše število zavojev, ki se bodo vzorčili (2): štirje.

5.3 *Sestavljeni vzorec*

Zahteva se en sam sestavljeni vzorec na vzorčeni delež. Skupna masa posamičnih vzorcev, ki sestavljajo sestavljeni vzorec, ne sme biti manjša od naslednjih mas:

5.3.1 Nepakirana trdna gnojila ali tekoča gnojila v posodah, ki presegajo 100 kg: 4 kg.

5.3.2 Pakirana trdna gnojila ali tekoča gnojila v posodah (= zavojih), posamezna posoda ali zavoj ne presega 100 kg

5.3.2.1 Zavoji, težji od 1 kg: 4 kg

5.3.2.2 Zavoji, ki ne presegajo 1 kg: masa vsebine štirih izvornih zavojev.

5.3.3 Vzorec gnojila iz amonijevega nitrata za preskušanje po Prilogi III.2: 75 kg

5.4 *Končni vzorci*

Iz sestavljenega vzorca se po potrebi po zmanjševanju dobijo končni vzorci. Zahteva se analiza vsaj enega končnega vzorca. Vzorec za analizo ne sme biti lažji od 500 g.

5.4.1 Trdna in tekoča gnojila

(1) Kadar je dobljeno število ulomek, ga je treba zaokrožiti na naslednje celo število.
(2) Za zavoje, katerih vsebina ne presega 1 kilograma, je posamični vzorec vsebina enega izvirnega zavoja.

▼B

5.4.2 Vzorec za preskušanje gnojila iz amonijevega nitrata

Iz sestavljenega vzorca se po potrebi po zmanjšanju dobi končni vzorec.

5.4.2.1 Najmanjša masa končnega vzorca za preskuse iz Priloge III.1: 1 kg

5.4.2.2 Najmanjša masa končnega vzorca za preskuse iz Priloge III.2: 25 kg

6. **Navodila za jemanje, pripravo in pakiranje vzorcev**

6.1 *Splošno*

Vzorce je treba vzeti in jih pripraviti čim hitreje, ob upoštevanju potrebnih varnostnih ukrepov, da se zagotovi da ostanejo reprezentativni za vzorčeno gnojilo. Instrumenti, pa tudi površine in posode za shranjevanje vzorcev, morajo biti čisti in suhi.

Pri tekočih gnojilih naj se vzorčeni delež pred vzorčenjem, če je možno, premeša.

6.2 *Posamični vzorci*

Posamične vzorce je treba jemati naključno čez celoten vzorčeni delež; biti morajo približno enakih velikosti.

6.2.1 Nepakirana trdna gnojila ali tekoča gnojila v posodah, ki presegajo 100 kg

Opravi se navidezna delitev vzorčenih deležev v več približno enakih delov. Število delov, ki ustreza številu posamičnih vzorcev, zahtevanih v skladu s 5.2, se izbere naključno in iz vsakega od teh delov pa se vzame vsaj en vzorec. Kadar pri vzorčenju gnojil v razsutem stanju ali tekočih gnojil v posodah, ki presegajo 100 kg, ni mogoče ravnati v skladu z zahtevami iz 5.1, bi se vzorci morali vzeti ob premiku vzorčenih deležev (ob nakladanju ali razkladanju). V tem primeru se vzorci jemljejo iz naključno izbranih navideznih delov ob njihovem premiku, kakor je določeno zgoraj.

6.2.2 Pakirana trdna gnojila ali tekoča gnojila v posodah (= zavojih), posamezna posoda ali zavoj ne presega 100 kg

Po izboru zahtevanega števila zavojev za vzorčenje, kakor je navedeno v 5.2, se odvzame del vsebine posameznega zavoja. Po potrebi se vzorci jemljejo po praznjenju posameznih zavojev.

6.3 *Priprava združenega vzorca*

Posamični vzorci se združijo v enotni sestavljeni vzorec.

6.4 *Priprava končnega vzorca*

Material v sestavljenem vzorcu se previdno zmeša ([1]).

Po potrebi se količina sestavljenega vzorca z mehanskim ločilnikom ali metodo deljenja na četrtine najprej zmanjša na vsaj 2 kg (zmanjšani vzorec).

Pripravijo se vsaj trije končni vzorci približno enake količine, ki glede količine ustrezajo zahtevam 5.4. Posamezni vzorci se dajo v primerno, za zrak neprepustno posodo. Upoštevati je treba vse varstvene ukrepe, da ne bi prišlo do kakršnih koli sprememb lastnosti vzorca.

Za preskuse iz razdelkov 1 in 2 Priloge III, se končni vzorci hranijo na temperaturi med 0 °C in 25 °C.

7. **Pakiranje končnih vzorcev**

Posode ali zavoji se stehtajo in označijo (celotna oznaka mora biti vgrajena v pečat) tako, da jih ni mogoče odpreti brez poškodovanja pečata.

8. **Zapis o vzorčenju**

Voditi je treba evidenco o vseh vzorčenjih tako, da je vsak vzorčeni delež nedvoumno prepoznaven.

([1]) Vse kepice se zdrobijo (po potrebi jih ločimo in nato vrnemo k vzorcu).

▼B

9. **Pošiljanje vzorcev**

Za vsak vzorčeni delež se pooblaščenemu analitskemu laboratoriju ali ustanovi za preskušanje, skupaj s potrebnimi podatki za analizo ali preskus, čim hitreje pošlje vsaj en končni vzorec.

B. METODE ZA ANALIZO GNOJIL

(Glej vsebino str. 2)

Splošne ugotovitve

Laboratorijska oprema

V opisih metod splošna laboratorijska oprema ni natančno opredeljena, razen velikosti buck in pipet. V vseh primerih pa mora biti laboratorijska oprema dobro očiščena, zlasti kadar se bodo določale majhne količine elementov.

Kontrolni preskusi

Pred analizo je treba zagotoviti, da laboratorijska naprava dobro deluje in da se analitska metoda izvaja pravilno ob uporabi, kadar je to primerno, kemičnih spojin znane sestave (npr. amonijevega sulfata, monokalijevega fosfata itd.). Kljub temu rezultati analiziranih gnojil lahko pokažejo napačno kemično sestavo, če se analitska metoda ne uporablja dosledno. Po drugi strani pa je določeno število določanj empirično in relativno za izdelke s kompleksno kemično sestavo. Priporoča se, da laboratoriji uporabljajo standardna referenčna gnojila z natančno določeno sestavo.

Splošne določbe v zvezi z metodami analize gnojil

1. Reagenti

Če ni drugače določeno v analizni metodi, morajo biti vsi reagenti za analizo (p.a..) Kadar se bodo analizirala mikrohranila, je čistoto reagentov treba preveriti s slepim preskusom. Glede na dobljeni rezultat bo morda potrebno nadaljnje čiščenje.

2. Voda

Kadar pri postopkih raztapljanja, razredčevanja, izpiranja ali pranja v analiznih metodah ni določena vrsta topil ali razredčil, se uporablja voda. Običajno bo vodo treba demineralizirati ali destilirati. V teh posebnih primerih, kakor so navedeni v analizni metodi, bo vodo treba čistiti s posebnimi postopki čiščenja.

3. Aparature

Glede na aparature, ki se običajno uporabljajo v laboratorijih, so aparature, opisane v analizni metodi omejene na posebne inštrumente in aparature ali na opremo, ki se zahteva s kakršnimi koli posebnimi zahtevami. Aparature morajo biti popolnoma čiste, predvsem, kadar se bodo določale majhne količine. Laboratorij bo moral zagotoviti točnost kakršne koli merilne steklovine, ki se bo uporabljala s sklicevanjem na ustrezne meroslovne standarde.

Metoda 1

Priprava vzorca za analizo

1. **Namen**

V tem dokumentu je določen postopek priprave vzorca, vzetega iz končnega vzorca, za analizo.

2. **Princip**

Priprava končnega vzorca, prejetega v laboratoriju, je serija postopkov, ki običajno vključujejo sejanje, mletje in mešanje, izvedenih tako, da:

— je po eni strani tudi najmanjša stehtana količina, določena s temi analiznimi metodami, reprezentativna za laboratorijski vzorec,

— po drugi strani drobnosti delcev gnojila ni mogoče spremeniti tako, da bi to znatno vplivalo na topnost v različnih ekstrakcijskih reagentih.

▼B

3. **Aparature**

Razdelilnik za vzorce (neobvezno).

Sita z velikostjo luknjic od 0,2 do 0,5 mm.

250 ml bučke z zamaški.

Porcelanasto pestilo in terilnica ali mlin.

4. **Izbira postopka, ki se bo uporabljalUvodna opomba**

Če je proizvod primeren, je treba shraniti le reprezentativni del končnega vzorca.

4.1 *Končni vzorci, ki se ne smejo mleti*

Kalcijev nitrat, kalcijev magnezijev nitrat, natrijev nitrat, naravni natrijev nitrat (čilski nitrat), kalcijev cianamid, dušik-kalcijev cianamid, amonijev sulfat, amonijevi nitrati z več kakor 30 % N, sečnina, bazična žlindra, naravni fosfat, pretvorjen v delno topnega, oborjeni dikalcijev fosfat dihidrat, kalcinirani fosfat, aluminijev kalcijev fosfat, mehki mleti naravni fosfat.

4.2 *Končni vzorci, ki jih je treba deliti in katerih del je treba zmleti*

To so proizvodi, pri katerih se nekatera določanja opravijo brez poprejšnjega mletja (na primer finost mletja), druga pa po mletju. Vključujejo vsa sestavljena gnojila, ki vsebujejo naslednje fosfatne sestavine: bazično žlindro, aluminijev kalcijev fosfat, kalcinirani fosfat, mehki mleti rudninski fosfat in naravni fosfat, pretvorjen v delno topnega. V ta namen z razdelilnikom za vzorce ali z metodo deljenja na četrtine, končni vzorec razdelimo na dva čimbolj enaka dela.

4.3 *Končni vzorci, pri katerih se vsa določanja izvedejo na mletem izdelku*

Zmleti je treba le reprezentativni del končnega vzorca. To so vsa druga gnojila na seznamu, ki niso navedena v 4.1 in 4.2.

5. **Metoda**

Del končnega vzorca, navedenega v 4.2 in 4.3, se hitro preseje skozi sito z velikostjo luknjic 0,5 mm. Preostanek se grobo zmelje, da dobimo produkt, v katerem je najmanjše možno število drobnih delcev, ki ga nato presejemo. Mletje mora potekati v takih okoliščinah, da se snov ne segreje preveč. Postopek se ponovi tolikokrat, kolikorkrat je potrebno, da ni nobenega ostanka več, izvede pa se čim hitreje, da se prepreči izguba ali pridobivanje sestavin (voda, amonijak). Celotno količino zmletega in presejanega proizvoda prenesemo v čisto bučko, ki jo je mogoče zapreti.

Pred vsakim tehtanjem za analizo je cel vzorec treba dobro premešati.

6. **Posebni primeri**

(a) Gnojila, sestavljena iz mešanice več vrst kristalov

Pri teh pogosto pride do ločevanja. Zato sta ključnega pomena drobljenje in nadaljnje sejanje vzorca skozi sito z 0,200-milimetrskimi luknjicami. Na primer: mešanice amonijevega fosfata in kalijevega nitrata. Pri teh proizvodih je priporočljivo mletje celotnega končnega vzorca.

(b) Ostanek, ki ga je težko zmleti in ne vsebuje gnojilnih snovi.

Ostanek stehtamo in ob izračunu končnega rezultata upoštevamo njegovo maso.

(c) Izdelki, ki se pri segrevanju kemijsko razgradijo

Mletje izvajamo tako, da preprečimo kakršno koli segrevanje. V tem primeru je za mletje bolje uporabljati terilnico. Na primer: sestavljena gnojila, ki vsebujejo kalcijev cianamid in ureo.

(d) Proizvodi, ki so neobičajno vlažni ali pa se z mletjem spremenijo v pasto

Da se zagotovi homogenost, je treba izbrati sito z najmanjšo velikostjo luknjic, ki so primerne za drobljenje kepic ročno ali s pestilom. To je lahko pri mešanicah, pri katerih nekatere sestavine vsebujejo kristalno vodo.

▼B

Metode 2

Dušik

Metoda 2.1

Določanje amonijskega dušika

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja amonijskega dušika.

2. **Področje uporabe**

Vsa dušična gnojila, skupaj s sestavljenimi gnojili, v katerih je dušik izključno v obliki amonijevih soli ali amonijevih soli skupaj z nitrati.

Ne uporablja se za gnojila, ki vsebujejo sečnino, cianamid ali druge organske dušikove spojine.

3. **Princip**

Izpodrivanje amonijaka s presežkom natrijevega hidroksida; destilacija; določanje količine amonijaka v dani prostornini standardne žveplove kisline in titracija presežka kisline s standardno raztopino natrijevega ali kalijevega hidroksida.

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in katerihkoli dušikovih spojin.

4.1 Razredčena klorovodikova kislina: en volumski del HCl (d_{20} = 1,18) in en volumski del vode

4.2	Žveplova kislina: 0,05 mol/l	za različico a.
4.3	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,1 mol/l	
4.4	Žveplova kislina: 0,1 mol/l	za različico b (glej opombo 2).
4.5	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,2 mol/l	
4.6	Žveplova kislina: 0,25 mol/l	za različico c (glej opombo 2).
4.7	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,5 mol/l	

4.8 Natrijev hidroksid, približno 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), brez amonijaka

4.9. *Raztopine indikatorjev*

4.9.1 Mešani indikator

Raztopina A: 1 g metilno rdečega raztopimo v 37 ml 0,1mo/l raztopine natrijevega hidroksida in do 1 litra dopolnimo z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega raztopimo v vodi in dopolnimo do enega litra.

En volumski del A zmešamo z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabi se 0,5 ml (10 kapljic) te raztopine indikatorja.

4.9.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče

0,1 g metilno rdečega raztopimo v 50 ml 95 % etanola. Dopolnimo z vodo do 100 ml in po potrebi filtriramo. Ta indikator se lahko uporablja (od štiri do pet kapljic) namesto prejšnjega.

▼B

4.10. Vrelni kamenčki, sprani s solno kislino in prežarjeni.

4.11. Amonijev sulfat za analizo

5. **Aparature**

5.1 Aparatura za destilacijo, sestavljena iz bučke z okroglim dnom ustrezne prostornine, priključena na kondenzator z brizgalno glavo. Opomba 1

Različne vrste aparatur, ki so certificirane in se priporočajo za to določanje, so prikazane na slikah 1, 2, 3 in 4, ki prikazujejo vse značilnosti konstrukcije.

5.2 Pipete, 10, 20, 25, 50, 100 in 200 ml

5.3 500 ml merilna bučka

5.4 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto)

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Analizna metoda**

7.1 *Priprava raztopine*

Na vzorcu izvedemo preskus topnosti v vodi pri sobni temperaturi in v razmerju 2 % (masa/prostornina). V skladu z navedbami iz Preglednice 1 na 0,001 g natančno natehtamo 5 ali 7 ali 10 g pripravljenega vzorca in prenesemo v 500-ml merilno bučko. Glede na rezultate preskusa topnosti, nadaljujemo takole:

(a) Proizvodi, ki so popolnoma topni v vodi

V bučko dodamo ustrezno količino vode, potrebne za raztapljanje vzorca; stresamo iņko se popolnoma raztopi, dopolnimo do oznake in dobro premešamo.

(b) Proizvodi, ki niso popolnoma topni v vodi

V bučko dodamo 50 ml vode in nato 20 ml klorovodikove kisline (4.1). Stresamo. Pustimo počakamo, dokler se ne preneha razvijati ogljikov dioksid. Dodamo 400 ml vode in pol ure stresamo z rotacijskim stresalnikom (5.4). Dopolnimo z vodo do oznake, premešamo in filtriramo skozi suh filter v suho sprejemno posodo.

7.2 *Analiza raztopine*

Glede na izbrano različico v bučko prenesemo točno odmerjeno količino standardne žveplove kisline, kakor je navedeno v Preglednici 1. Dodamo ustrezno količino izbrane raztopine indikatorja (4.9.1 ali 4.9.2) in po potrebi tudi vodo, da dobimo prostornino vsaj 50 ml. Konec podaljška cevi kondenzatorja mora biti pod površino raztopine.

▼B

Z merilno pipeto, v skladu s podrobnostmi iz preglednice, prenesemo alikvotni delež (1) bistre raztopine v destilacijsko bučko laboratorijske naprave. Dodamo vodo, da dobimo skupno prostornino 350 ml, in nekaj vrelnih kamenčkov, da nadzorujemo vrenje.

Sestavimo laboratorijsko napravo za destilacijo in pri tem,ko pazimo, da ne pride do izgube amonijaka, vsebini destilacijske bučke dodamo 10 ml koncentrirane raztopine natrijevega hidroksida (4.8) ali 20 ml reagenta, če smo uporabili 20 ml klorovodikove kisline (4.1) za raztapljanje preskusnega vzorca. Bučko postopoma segrevamo, da vsebina ne vre preveč burno. Ko se vrenje začne, destiliramo s hitrostjo približno 100 ml na 10 do 15 minut; skupna prostornina destilata naj bi bila približno 250 ml (2). Ko je sproščanje amonijaka končano, znižamo lego sprejemne stekleničke za toliko, da sega vrh podaljška kondenzatorja nad površino tekočine.

Naslednji destilat preskusimo z ustreznim reagentom, da se prepričamo o popolni destilaciji amonijaka. Podaljšek kondenzatorja izperemo z malo vode in titriramo presežek kisline s standardno raztopino natrijevega ali kalijevega hidroksida, ki je bil predpisan za sprejeto različico (glej opombo 2).

Opomba 2

Za retitracijo se lahko uporabljajo standardne raztopine različnih koncentracij, pod pogojem da prostornine, uporabljene za titracijo, kolikor je to mogoče, ne presegajo 40 do 45 ml.

7.3 *Slepi preskus*

Slepi *preskus* izvedemo pod enakimi pogoji in upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

7.4 *Kontrolni preskus*

Pred izvedbo analiz preverimo, da laboratorijska naprava pravilno deluje in da uporabljamo pravo metodo, tako da uporabimo alikvotni delež sveže pripravljene raztopine amonijevega sulfata (4.11), ki vsebuje največjo količino dušika, predpisano za izbrano različico.

8. **Navedba rezultata**

Rezultat analize izrazimo kot odstotek amonijskega dušika v gnojilu, kakršno je bilo sprejeto za analizo.

9. **Priloge**

Kot je natančno določeno v opombi 1 v 5.1 „Laboratorijska naprava“, se slike 1, 2, 3 in 4 nanašajo na konstrukcijske značilnosti različnih vrst opreme, uporabljene v tem dokumentu.

---

(1) Količina amonijevega dušika, ki ga vsebuje alikvotni delež, odvzet v skladu s Preglednico 1 bo približno:
— 0,05 g pri različici a,
— 0,10 g pri različici b,
— 0,20 g pri različici c.

(2) je treba nastaviti tako, da se zagotovi stalen pretok kondenzata. Destilacija naj bi se končala v 30 do 40 minutah.

▼B

Preglednica 1

Določanje količine amonijskega dušika ter amonijskega dušika in nitratnega dušika v gnojilih

Preglednica tehtanja, razredčevanja in izračuna, ki se izvedejo za vsako od različic a, b in c te metode

Različica a

Približna največja količina dušika za destilacijo: 50 mg.0,1 mol/l.

▼M4

Žveplova kislina 0,05 mol/l, ki se prenese v sprejemno bučko: 50 ml

▼B

Retitracija z 0,1 mol/l NaOH ali KOH.

Navedba (% N)	Količina za tehtanje (g)	Razredčenje (ml)	Raztopina vzorca za destilacijo (ml)	Navedba rezultata [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] Oznake v formuli za navedbo rezultata pomenijo:
- — 50 ali 35 = mililitri standardne raztopine žveplove kisline, ki se prenese v sprejemno posodo;
- — A = mililitri natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljenega za retitracijo;
- — F = faktor, ki obsega natehtano količino, razredčenje, alikvotni delež raztopine vzorca za destilacijo in prostorninski ekvivalent.

Različica b

Približna največja količina dušika za destilacijo: 100 mg.

▼M4

Žveplova kislina 0,1 mol/l, ki se prenese v sprejemno bučko: 50 ml

▼B

Retitracija z 0,2 mol/l NaOH ali KOH.

Navedba (% N)	Količina za tehtanje (g)	Razredčenje (ml)	Raztopina vzorca za destilacijo (ml)	Navedba rezultata [a] (% N = (50 - A) F)
0-5	10	500	100	(50 - A) × 0,14
5- 10	10	500	50	(50 - A) × 0,28
10- 15	7	500	50	(50 - A) × 0,40
15- 20	5	500	50	(50 - A) × 0,56
20- 40	7	500	20	(50 - A) × 1,00

[a] Oznake v formuli za navedbo rezultata pomenijo:
- — 50 ali 35 = mililitri standardne raztopine žveplove kisline, ki se prenese v sprejemno posodo;
- — A = mililitri natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljenega za retitracijo;
- — F = faktor, ki obsega stehtano količino, razredčenje, alikvotni delež raztopine vzorca za destilacijo in prostorninski ekvivalent.

▼B

Različica c

Približna največja količina dušika za destilacijo: 200 mg.

▼M4

Žveplova kislina 0,25 mol/l, ki se prenese v sprejemno bučko: 35 ml

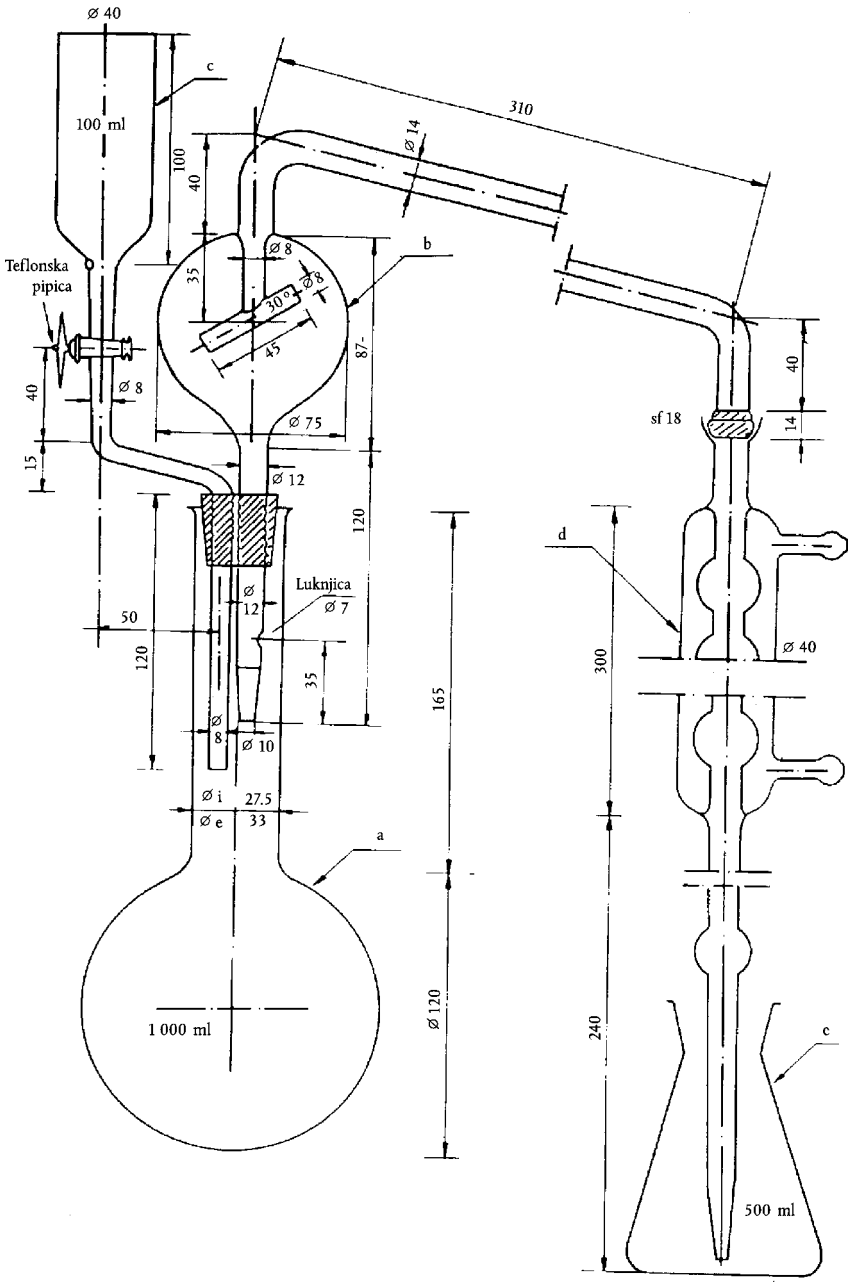
▼B

Retitracija z 0,5 mol/l NaOH ali KOH.

Navedba (% N)	Količina za tehtanje (g)	Razredčenje (ml)	Raztopina vzorca za destilacijo (ml)	Navedba rezultata [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] Oznake v formuli za navedbo rezultata pomenijo:
- — 50 ali 35 = mililitri standardne raztopine žveplove kisline, ki se prenese v sprejemno posodo;
- — A = mililitri natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljenega za retitracijo;
- — F = faktor, ki obsega natehtano količino, razredčenje, alikvotni delež raztopine vzorca za destilacijo in prostorninski ekvivalent.

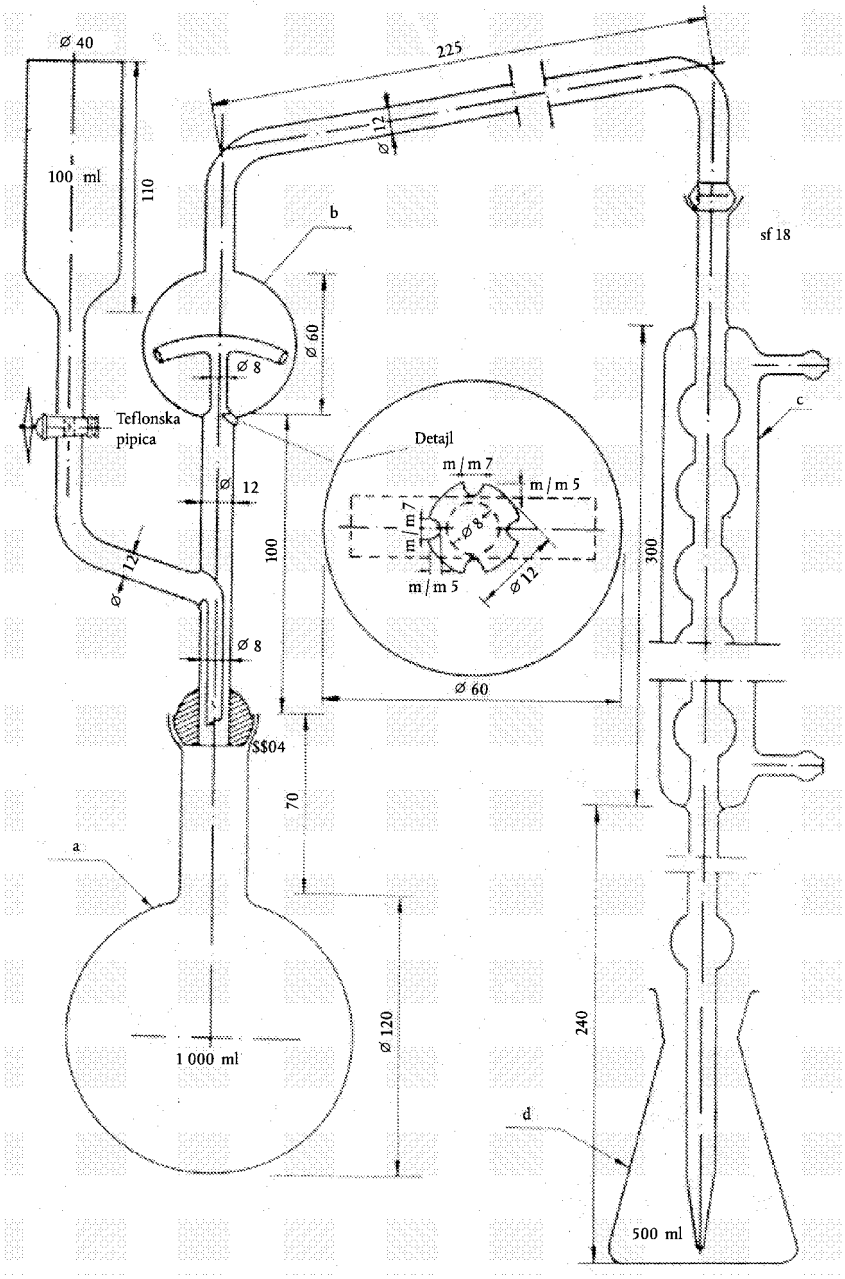
▼B



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

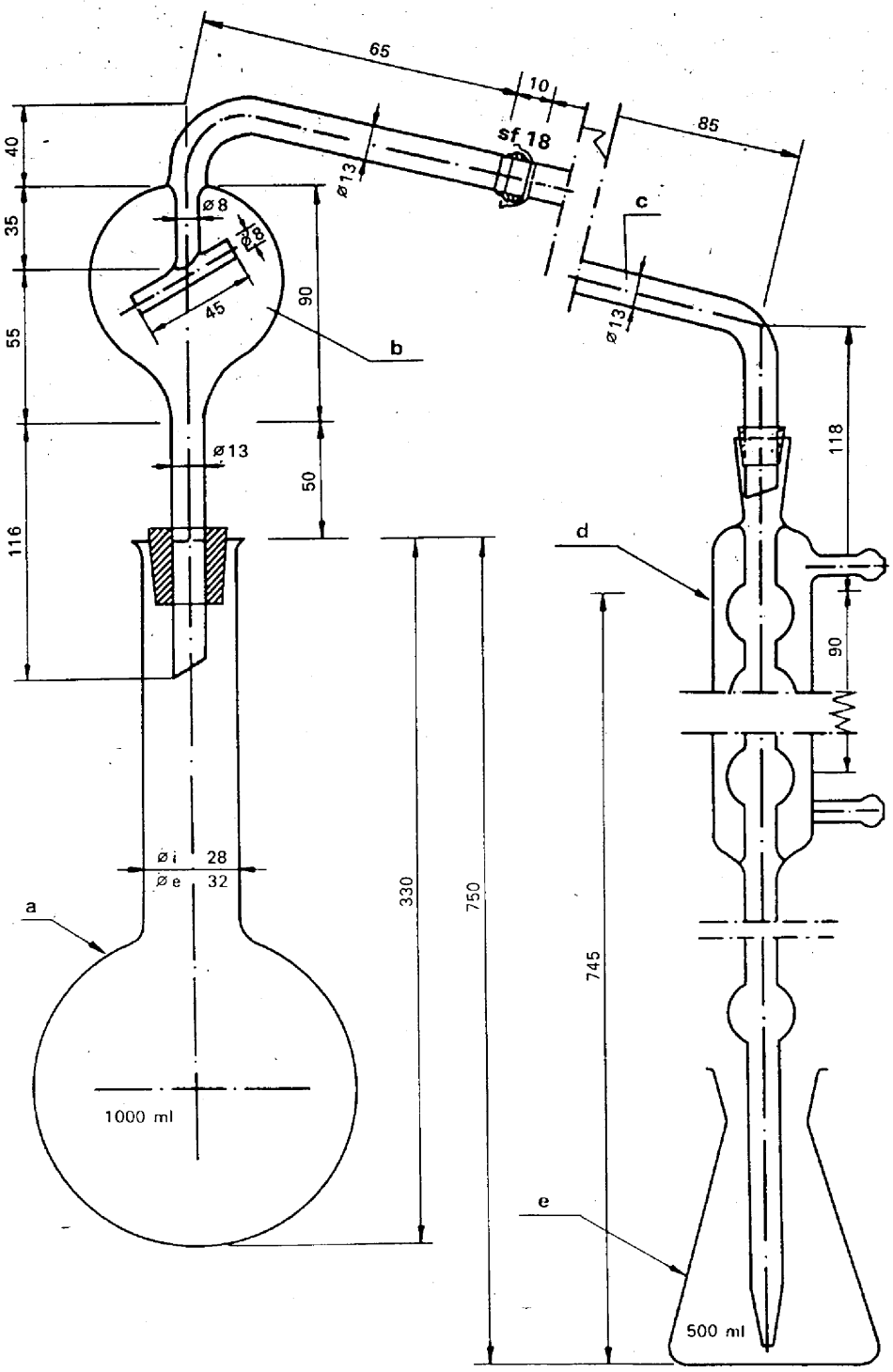
Slika 1

▼B


Ø 40
225
Ø 12
100 ml
110
b
sf 18
Ø 60
Ø 8
Teflonska
pipica
c
Detajl
m / m 7
m / m 5
Ø 12
100
300
Ø 8
Ø 60
S$04
70
a
1 000 ml
Ø 120
240
d
500 ml

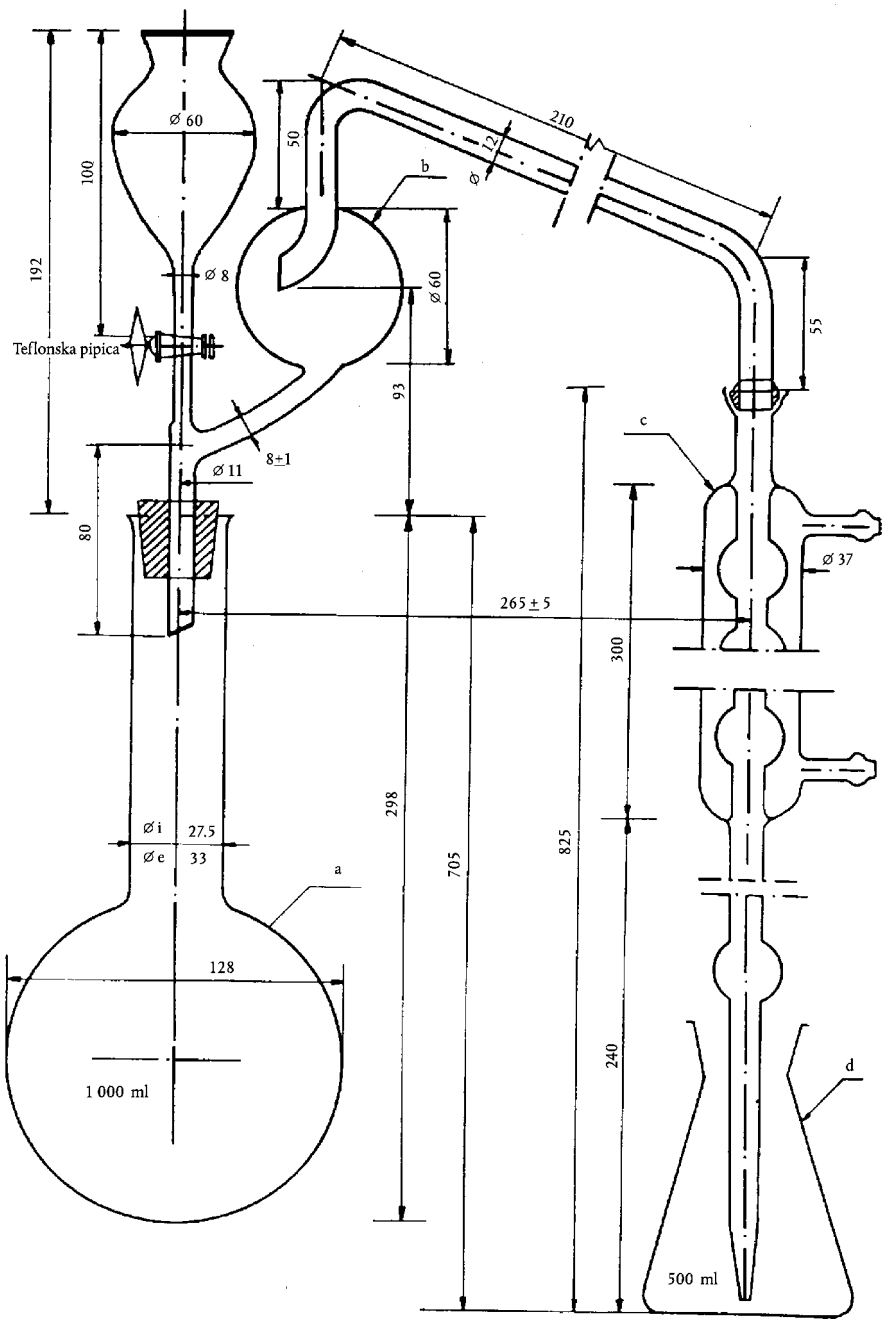
Slika 2

▼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

Slika 3

▼B



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

Slika 4

▼B

Pojasnilo k slikam 1, 2, 3 in 4

Slika 1

(a) Bučka z okroglim dnom in dolgim vratom, prostornine 1 000 ml.

(b) Destilacijska cev z brizgalno glavo, priključena na kondenzator z okroglim spojem (št. 18) (okrogli spoj za priključek na kondenzator se lahko nadomesti z ustreznim gumijastim priključkom).

(c) Lij s teflonsko pipico za dodajanje natrijevega hidroksida (pipica se lahko prav tako nadomesti z gumijastim priključkom s sponko).

(d) Kondenzator s šestimi razširitvami in okroglim spojem (št. 18) na vhodu in na izhodu povezan s stekleno cevjo podaljška z majhnim gumijastim priključkom (kadar je priključek na destilacijsko cev izveden z gumijasto cevjo, se okrogli spoj lahko nadomesti z ustreznim gumijastim čepom).

(e) 500 ml bučka, v katero se zbira destilat.

Oprema je izdelana iz borosilikatnega stekla.

Slika 2

(a) Bučka z okroglim dnom, kratkim vratom, prostornine 1 000 ml in okroglim spojem (št. 35).

(b) Destilacijska cev z brizgalno glavo, opremljena z okroglim spojem (št. 35) na vhodu in okroglim spojem (št. 18) na izhodu, ob strani povezana z lijem, ki ima teflonsko pipico za dodajanje natrijevega hidroksida.

(c) Kondenzator s šestimi razširitvami, okroglim spojem (št. 18) na vhodu in na izhodu priključen na stekleno cev podaljška z majhnim gumijastim priključkom.

(d) 500 ml bučka, v katero se zbira destilat.

Oprema je izdelana iz borosilikatnega stekla.

Slika 3

(a) Bučka z okroglim dnom, dolgim vratom, prostornine 750 ali 1 000 ml in razširjenim ustjem.

(b) Destilacijska cev z brizgalno glavo in okroglim spojem (št. 18) na izhodu.

(c) Upognjena cev z okroglim spojem (št. 18) na vstopu in kapalnim stožcem (priključek na destilacijsko cev se lahko izvede z gumijasto cevjo namesto okroglega spoja).

(d) Kondenzator s šestimi razširitvami, na izhodu povezan s steklenim cevastim podaljškom z majhnim gumijastim priključkom.

(e) 500 ml bučka, v katero se zbira destilat.

Oprema je izdelana iz borosilikatnega stekla.

Slika 4

(a) Bučka z okroglim dnom, dolgim vratom, prostornine 1 000 ml in razširjenim ustjem.

(b) Destilacijska cev z brizgalno glavo in okroglim spojem (št. 18) na izhodu, ob strani povezana s teflonsko pipico za dodajanje natrijevega hidroksida (namesto okroglega spoja se lahko uporabi ustrezen gumijasti zamašek; pipica se lahko nadomesti z gumijastim priključkom z ustrezno sponko).

(c) Kondenzator s šestimi razširitvami in okroglim spojem (št. 18) na vhodu, na izhodu povezan s stekleno cevjo podaljška z gumijastim priključkom (kadar je priključek na destilacijsko cev izveden z gumijasto cevjo, se okrogli spoj lahko nadomesti z ustreznim gumijastim zamaškom).

(d) 500 ml bučka za zbiranje destilata.

Oprema je izdelana iz borosilikatnega stekla.

▼B

Metodi 2.2

Določanje nitratnega in amonijskega dušika

Metoda 2.2.1

Določanje nitratnega in amonijskega dušika po Ulschu

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine dušika v obliki nitrata in amonijaka z redukcijo po Ulschu.

2. **Področje uporabe**

Vsa dušična gnojila, vključno s sestavljenimi gnojili, v katerih se dušik nahaja izključno v obliki nitrata ali v obliki amonijaka in nitrata.

3. **Princip**

Redukcija nitratov in nitritov v amonijak s kovinskim železom v kislem mediju in izpodrivanje tako nastalega amonijaka z dodajanjem presežka natrijevega hidroksida: destilacija amonijaka in določanje količine amonijaka v znani prostornini standardne raztopine žveplove kisline. Titracija presežka žveplove kisline s standardno raztopino natrijevega ali kalijevega hidroksida.

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in vseh dušikovih spojin.

4.1 Razredčena klorovodikova kislina: en volumski del HCl (d_{20} = 1,18) in en volumski del vode

▼M4

4.2 Žveplova kislina 0,05 mol/l

▼B

4.3 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,1 mol/l

4.4 Raztopina žveplove kisline: približno 30 % H_2SO_4 (masa/prostornina), brez amonijaka

4.5 Železo v prahu, reducirano v vodiku (predpisana količina železa mora omogočati redukcijo vsaj 0,05 g dušika v obliki nitrata).

4.6 Raztopina natrijevega hidroksida, približno 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), brez amonijaka

4.7 *Raztopine indikatorjev*

4.7.1 Mešani indikator

Raztopina A: 1 g metilno rdečega raztopimo v 37 ml 0,1mo/l raztopine natrijevega hidroksida in do 1 litra dopolnimo z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega raztopimo v vodi in dopolnimo do enega litra.

En volumski del A zmešamo z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabimo 0,5 ml (10 kapljic).

4.7.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče

0,1 g metilno rdečega raztopimo v 50 ml 95 % etanola. Dopolnimo z vodo do 100 ml in po potrebi filtriramo.

Ta indikator se lahko uporablja (od štiri do pet kapljic) namesto prejšnjega.

4.8 Vrelni kamenčki, sprani s klorovodikovo kislino in prežarjeni

4.9 Natrijev nitrat za analizo

▼B

5. **Laboratorijska naprava**

Glej metodo 2.1 „Določanje količine dušika v obliki amonijaka“.

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1 „Priprava vzorca“.

7. **Analizna metoda**

7.1 *Priprava raztopine*

Glej metodo 2.1 „Določanje količine dušika v obliki amonijaka“.

7.2 *Postopek*

V sprejemno bučko vnesemo natančno odmerjeno količino 50 ml standardne žveplove kisline, kakor je navedeno v Preglednici 1 metode 2.1 (različica a), in dodamo ustrezno količino raztopine indikatorja 4.7.1 ali 4.7.2. Konec podaljška cevi kondenzatorja mora biti pod površino standardne kisline v sprejemni bučki.

Z merilno pipeto prenesemo alikvotni delež bistre raztopine, kakor je navedeno v Preglednici 1 metode 2.1 (različica a), in prenesemo v destilacijsko bučko naprave. Dodamo 350 ml vode, 20 ml 30 % raztopine žveplove kisline (4.4), premešamo in dodamo 5 g reduciranega železa (4.5). Vrat bučke speremo z nekaj mililitri vode in vanj vstavimo majhen lij z dolgo cevko. Eno uro segrevamo v vreli vodni kopeli, nato pa cev lija operemo z nekaj mililitri vode.

Vsebini destilacijske bučke dodamo 50 ml koncentrirane raztopine natrijevega hidroksida (4.6) ali 60 ml raztopine koncentriranega natrijevega hidroksida (4.6), če smo za raztapljanje vzorca uporabili 20 ml klorovodikove kisline (1 + 1) (4.1), pri tem pa pazimo, da preprečimo izgubo amonijaka. Sestavimo napravo za destilacijo. Amonijak destiliramo po postopku, podanem v metodi 2.1.

7.3 *Slepi preskus*

Slepi preskus (brez vzorca) izvedemo pod enakimi pogoji in upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

7.4 *Kontrolni preskus*

Pred analizo preverimo, da aparatura pravilno deluje in da uporabljamo pravo metodo, tako da uporabimo alikvotni delež sveže pripravljene raztopine natrijevega nitrata (4.9), ki vsebuje od 0,045 do 0,050 g dušika.

8. **Navedba rezultata**

Rezultat analize izrazimo kot odstotek nitratnega dušika ali vsote amonijskega dušika in nitratnega dušika v gnojilu, kakor smo ga sprejeli za analizo.

Metoda 2.2.2

Določanje nitratnega in amonijskega dušika po Arndu

1. **ObsegV**

tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine nitratnega in amonijskega dušika z redukcijo po Arndu (prilagojen za vsako od različic a, b in c).

2. **Področje uporabe**

Glej metodo 2.2.1

3. **Princip**

Redukcija nitratov in nitritov v amonijak v nevtralni vodni raztopini s kovinsko zlitino, sestavljeno iz 60 % Cu in 40 % Mg (Arndova zlitina), v navzočnosti magnezijevega klorida ($MgCl_2$).

Destilacija amonijaka in določanje vsebnosti v znani prostornini standardne raztopine žveplove kisline. Titracija presežka kisline s standardno raztopino natrijevega ali kalijevega hidroksida.

▼B

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in katerihkoli dušikovih spojin.

4.1 Razredčena klorovodikova kislina: en volumski del HCl (d = 1,18) in en volumski del vode

▼M4

4.2	Žveplova kislina: 0,05 mol/l	za različico a.
4.3	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,1 mol/l	
4.4.	Žveplova kislina: 0,1 mol/l	za različico b (glej opombo 2, metoda 2.1).
4.5	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,2 mol/l	
4.6	Žveplova kislina: 0,25 mol/l	za različico c (glej opombo 2, metoda 2.1).
4.7	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,5 mol/l	

▼B

4.8 Raztopina natrijevega hidroksida: približno 2 mol/l

4.9 Arndova zlitina za analizo: v obliki prahu, ki ga je mogoče presejati skozi sito z luknjicami, manjšimi od 1 kvadratnega mm.

4.10. *20 % raztopina magnezijevega klorida*

V litrski bučki z ravnim dnom raztopimo v približno 600 do 700 ml vode 200 g magnezijevega klorida ($MgCl_2 \times 6H_2O$). Da preprečimo penjenje, dodamo 15 g magnezijevega sulfata ($MgSO_4 \times 7H_2O$).

Ko se raztopi, dodamo 2 g magnezijevega oksida in nekaj vrelnih kamenčkov, suspenzijo pa z vrenjem koncentriramo na 200 ml, s čimer se izločijo vsi sledovi amonijaka iz reagentov. Ohladimo, dopolnimo do oznake enega litra in filtriramo.

4.11. *Raztopine indikatorjev*

4.11.1 Mešani indikator

Raztopina A: 1 g metilno rdečega raztopimo v 37 ml 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida in do 1 litra dopolnimo z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega raztopimo v vodi in dopolnimo do enega litra.

En volumski del A zmešamo z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabimo 0,5 ml (10 kapljic).

4.11.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče

0,1 g metilno rdečega raztopimo v 50 ml 95 % etanola. Dopolnimo z vodo do 100 ml in po potrebi filtriramo. Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporablja namesto prejšnjega.

4.11.3 Raztopina indikatorja kongo rdeče

3 g kongo rdečega raztopimo v enem litru tople vode in po hlajenju po potrebi filtriramo. Ta indikator se lahko uporablja namesto obeh, prej opisanih, pri nevtralizaciji kislih ekstraktov pred destilacijo, s tem da uporabimo 0,5 ml na 100 ml tekočine, ki jo nevtraliziramo.

4.12. Vrelni kamenčki, izprani s klorovodikovo kislino in prežarjeni

4.13. Natrijev nitrat za analizo

5. **Aparature**

Glej metodo 2.1 „Določanje količine amonijskega dušika“.

▼B

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Analizna metoda**

7.1 *Priprava raztopine za analizo*

Glej metodo 2.1 „Določanje količine amonijskega dušika“.

7.2 *Analiza raztopine V*

skladu z izbrano različico v sprejemno bučko prenesemo natančno odmerjeno količino standardne žveplove kisline, kakor je navedeno v Preglednici 1 metode 2.1. Dodamo ustrezno količino izbrane raztopine indikatorja (4.11.1 ali 4.11.2) in dolijemo toliko vode, da dobimo prostornino vsaj 50 ml. Konec podaljška cevi kondenzatorja mora biti pod površino raztopine.

Z merilno pipeto v skladu s Preglednico 1 odvzamemo ustrezni alikvotni delež bistre raztopine. Prenesemo ga v destilacijsko bučko.

Dolijemo toliko vode, da dobimo prostornino približno 350 ml (glej opombo 1), 10 g Arndove zlitine (4.9), 50 ml raztopine magnezijevega klorida (4.10) in nekaj vrelnih kamenčkov (4.12). Bučko hitro priključimo na napravo za destilacijo. Zmerno segrevamo približno 30 minut. Nato povečamo segrevanje, da destiliramo amonijak. Destilacijo nadaljujemo približno eno uro. Po tem času bi ostanek v bučki moral imeti gosto tekočo čvrstost. Ko je destilacija končana, presežek kisline v sprejemni bučki titriramo po postopku v metodi 2.1.

Opomba 1

Ko je raztopina vzorca kisla (dodatek 20 ml HCl (4.1) da se vzorec raztopi), se alikvotni delež, ki smo ga odvzeli za analizo, nevtralizira takole: v destilacijsko bučko, ki vsebuje odvzeti alikvotni delež, dodamo 250 ml vode, potrebna količina enega izmed indikatorjev (4.11.1, 4.11.2, 4.11.3) in previdno stresamo.

Nevtraliziramo z 2 mol/l raztopino natrijevega hidroksida (4.8) in znova nakisamo s kapljico klorovodikove kisline (4.1). Nato nadaljujemo, kakor je navedeno v 7.2 (druga vrstica).

7.3 *Slepi preskus*

Slepi *preskus* (brez vzorca) izvedemo pod enakimi pogoji in upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

▼M4

7.4 *Kontrolni test*

Pred analizo se preveri, ali priprava pravilno deluje in ali se uporablja pravi postopek, tako da se uporabi alikvotni delež sveže pripravljene raztopine natrijevega nitrata (4.13), ki vsebuje od 0,050 do 0,150 g dušika v obliki nitrata, kar je odvisno od izbrane različice.

▼B

8. **Navedba rezultata**

Glej metodo 2.2.1

Metoda 2.2.3

Določanje nitratnega in amonijskega dušika po Devardu

1. **Obseg V**

tem dokumentu je opredeljen postopek določanja dušika v obliki nitrata in amonijaka z redukcijo po Devardu (prilagojen za vsako izmed različic a, b in c).

2. **Področje uporabe**

Glej metodo 2.2.1.

3. **Princip**

Redukcija nitratov in nitritov v amonijak v močno alkalni raztopini s kovinsko zlitino, sestavljeno iz 45 % Al, 5 % Zn in 50 % Cu (Devar-

▼B

dova zlitina). Destilacija amonijaka in določanje vsebnosti v znani prostornini standardne žveplove kisline; titracija presežka žveplove kisline s standardno raztopino natrijevega ali kalijevega hidroksida.

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in katerihkoli dušikovih spojin.

4.1 Razredčena klorovodikova kislina: en volumski del HCl (d = 1,18) in en volumski del vode

▼M4

4.2	Žveplova kislina: 0,05 mol/l	za različico a.
4.3	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,1 mol/l	
4.4	Žveplova kislina: 0,1 mol/l	za različico b (glej opombo 2, metoda 2.1).
4.5	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,2 mol/l	
4.6	Žveplova kislina: 0,25 mol/l	za različico c (glej opombo 2, metoda 2.1).
4.7	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,5 mol/l	

▼B

4.8 *Devardova zlitina za analizo*

V obliki prahu, tako da jo je mogoče presejati od 90 do 100 % skozi sito z luknjicami, manjšimi od 0,25 kvadratnega mm, skozi sito z luknjicami, manjšimi od 0,075 kvadratnega mm, pa od 50 do 75 %.

Priporočajo se predpakirane stekleničke, ki vsebujejo največ 100 g.

4.9 Raztopina natrijevega hidroksida, približno 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), brez amonijaka

4.10. *Raztopine indikatorjev*

4.10.1 Mešani indikator

Raztopina A: 1 g metilno rdečega raztopimo v 37 ml 0,1 mo/l raztopine natrijevega hidroksida in do 1 litra dopolnimo z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega raztopimo v vodi in dopolnimo do enega litra.

En volumski del A zmešamo z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabimo 0,5 ml (10 kapljic).

4.10.2 Indikator metilno rdeče

0,1 g metilno rdečega raztopimo v 50 ml 95 % etanola. Dopolnimo z vodo do 100 ml in po potrebi filtriramo.

Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporablja namesto prejšnjega.

4.11. Etanol, od 95 do 96 %.

4.12. Natrijev nitrat za analizo

5. **Aparature**

Glej metodo 2.1.

5.1 Aparatura za destilacijo, sestavljena iz bučke z okroglim dnom ustrezne prostornine, z destilacijsko cevjo priključena na kondenzator in dodatno opremljena z lovilcem za mehurčke na sprejemni bučki, da se prepreči izguba amonijaka.

▼B

Vrsta aparature, certificirane za to določanje, je z vsemi značilnostmi konstrukcije prikazana na sliki 5.

5.2 Pipete, 10, 20, 25, 50, 100 in 200 ml

5.3 500 ml merilna bučka

5.4 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto)

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Priprava raztopine za analizo*

Glej metodo 2.1 „Določanje količine amonijskega dušika“.

7.2 *Analiza raztopine*

Količina nitratnega dušika v alikvotnem deležu raztopine ne sme presegati največje količine, navedene v Preglednici 1.

Po izbrani različici v sprejemno bučko prenesemo natančno odmerjeno količino standardne žveplove kisline, kakor je navedeno v Preglednici 1. Dodamo ustrezno količino izbrane raztopine indikatorja (4.10.1 ali 4.10.2) in dolijemo toliko vode, da dobimo prostornino 50 ml. Konec podaljška cevi kondenzatorja mora biti pod površino raztopine. Lovilec za mehurčke napolnimo z destilirano vodo.

Z merilno pipeto odvzamemo alikvotni delež, kakor je navedeno v Preglednici 1 metode 2.1. Prenesemo ga v destilacijsko bučko.

V destilacijsko bučko dodamo toliko vode, da dobimo prostornino od 250 do 300 ml, 5 ml etanola (4.11) in 4 g Devardove zlitine (4.8) (Glej opombo 2).

Ob potrebnih varnostnih ukrepih, da preprečimo izgubo amonijaka, v bučko dodamo približno 30 ml 30 % raztopine natrijevega hidroksida (4.9) pri vzorcih, ki so topni v kislinah, še dodatno količino, zadostno za nevtralizacijo količine klorovodikove kisline (4.1) navzoče v alikvotnem deležu, odvzetem za analizo. Destilacijsko bučko priključimo na napravo in zagotovimo tesnjenje priključkov. Bučka previdno stresamo, da se vsebina premeša.

Počasi segrevamo, tako da se sproščanje vodika v približno pol ure znatno zmanjša, tekočina pa zavre. Nadaljujemo z destilacijo s povečevanjem segrevanja tako, da se v približno 30 minutah destilira vsaj 200 ml tekočine (destilacija ne sme trajati več kot 45 minut).

Po končani destilaciji, sprejemno bučko ločimo od aparature, previdno operemo cev podaljška in lovilec za mehurčke, izpirke pa zbiramo v titracijsko bučko. Presežek kisline titriramo po postopku v metodi 2.1.

O p o m b a 2

V navzočnosti kalcijevih soli, kot sta kalcijev nitrat in kalcijev-amonijev nitrat, je pred destilacijo za vsak gram vzorca v alikvotu treba dodati 0,700 g natrijevega fosfata ($Na_2HPO_4 \times 2H_2O$), da se prepreči nastajanje $Ca(OH)_2$.

7.3 *Slepi preskus*

Slepi *preskus* (brez vzorca) izvedemo pod enakimi pogoji in upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

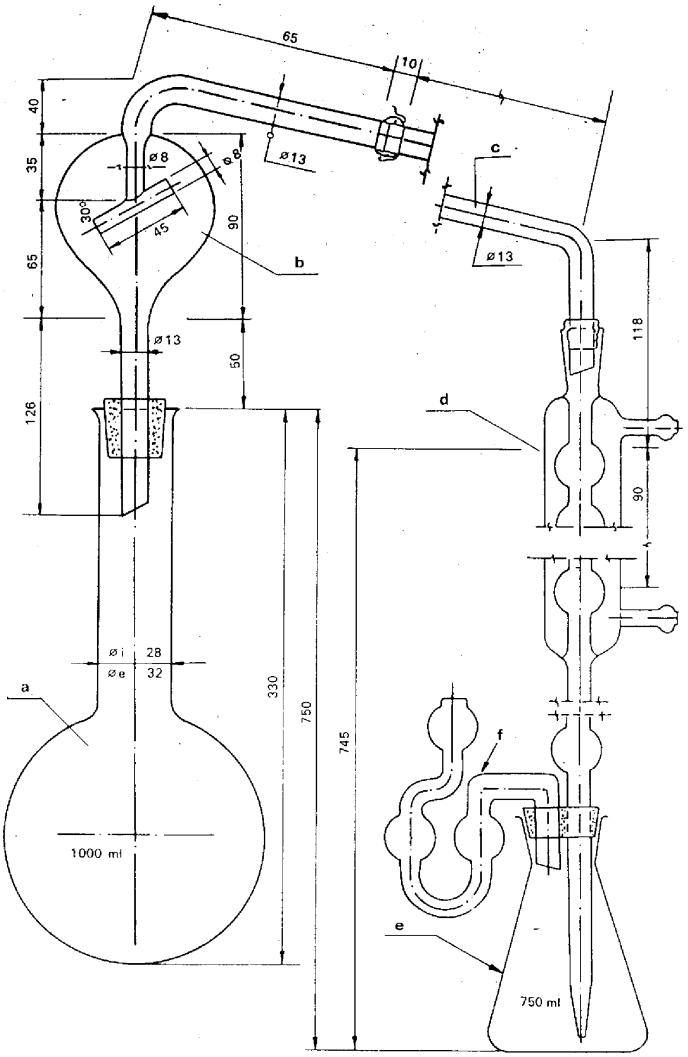
7.4 *Kontrolni preskus*

Pred izvajanjem analize preverimo, da priprava pravilno deluje in de se uporablja prava metoda, tako da uporabimo alikvot sveže pripravljene raztopine natrijevega nitrata (4.12), ki v skladu z izbrano različico vsebuje od 0,050 do 0,150 g dušika v obliki nitrata.

8. **Navedba rezultata**

Glej metodo 2.2.1.

▼B



Slika 5

Pojasnilo k sliki 5

(a) 750 ml (1 000 ml) bučka z okroglim dnom, dolgim vratom in razširjenim ustjem.

(b) Destilacijska cev z brizgalno glavo in okroglim spojem št. 18 na izhodu.

(c) Ukrivljena cev z okroglim spojem št. 18 na vhodu in s kapalnim stožcem na izhodu (namesto okroglega spoja se lahko uporabi tudi ustrezen gumijast priključek).

(d) Kondenzator s šestimi razširitvami in s cevjo podaljška, postavljeno na gumijasti zamašek, ki drži lovilec za mehurčke.

(e) 750 ml sprejemna bučka.

(f) Lovilec za mehurčke, da se prepreči izguba amonijaka.

Oprema je izdelana iz borosilikatnega stekla.

▼B

Metoda 2.3

Določanje skupnega dušika

Metoda 2.3.1

Določanje skupnega dušika v kalcijevem cianamidu brez nitratov

1. **Obseg V**

tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine skupnega dušika v kalcijevem cianamidu brez nitratov.

2. **Področje uporabe**

Izključno samo za kalcijev cianamid (brez nitratov).

3. **Princip**

Po Kjeldahlovem razklopu se nastali amonijski dušik izpodrine z natrijevim hidroksidom, ki se zbere in določi v standardni raztopini žveplove kisline.

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in katerihkoli dušikovih spojin.

4.1 Razredčena žveplova kislina (d_{20} = 1,54 g/ml): en volumski del žveplove kisline (d_{20} = 1,84 g/ml) in en volumski del vode

4.2 Kalijev sulfat za analizo

4.3 Bakrov oksid (CuO): od 0,3 do 0,4 g za vsako ovrednotenje ali enakovredna količina bakrovega sulfata pentahidrata ($CuSO_4 \times 5\ H_2O$, od 0,95 do 1,25 g za vsako ovrednotenje

4.4 Raztopina natrijevega hidroksida, približno 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), brez amonijaka

▼M4

4.5	Žveplova kislina: 0,05 mol/l	za različico a (glej metodo 2.1).
4.6	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,1 mol/l	
4.7	Žveplova kislina: 0,1 mol/l	za različico b (glej opombo 2, metoda 2.1).
4.8	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,2 mol/l	
4.9	Žveplova kislina: 0,25 mol/l	za različico c (glej opombo 2, metoda 2.1).
4.10	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,5 mol/l	

▼B

4.11. *Raztopine indikatorjev*

4.11.1 Mešani indikator

Raztopina A: 1 g metilno rdečega raztopimo v 37 ml 0,1 mo/l raztopine natrijevega hidroksida in do 1 litra dopolnimo z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega raztopimo v vodi in dopolnimo do enega litra.

En volumski del A zmešamo z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kisli raztopini, siv v nevtralni in zelen v alkalni raztopini. Uporabimo 0,5 ml (10 kapljic).

▼B

4.11.2 Indikator metilno rdeče

0,1 g metilno rdečega raztopimo v 50 ml 95 % etanola in do prostornine 100 ml dopolnimo z vodo. Po potrebi filtriramo. Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporablja namesto prejšnjega.

4.12. Vrelni kamenčki, izprani s klorovodikovo kislino in prežarjeni

4.13. Kalijev tiocianat za analizo

5. **Aparature**

5.1 Aparatura za destilacijo, Glej metodo 2.1 „Določanje amonijskega dušika“.

5.2 Kjeldahlova bučka z dolgim vratom in ustrezno prostornino.

5.3 Pipete 50, 100 in 200 ml

5.4 250 ml merilna bučka

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Priprava raztopine za analizo*

Na 0,001 g natančno odtehtamo 1 g vzorca in prenesemo v Kjeldahlovo bučko. Dodamo 50 ml razredčene žveplove kisline (4.1), od 10 do 15 g kalijevega sulfata (4.2) in predpisani katalizator (4.3). Počasi segrevamo, da voda izpari, pustimo zmerno vreti dve uri, nato pustimo, da se ohladi, in razredčimo z od 100 do 150 ml vode. Znova ohladimo,suspenzija kvantitativno prenesemo v 250 ml merilno bučko, dopolnimo z vodo do oznake, stresamo in filtriramo skozi suh filter v suho bučko.

7.2 *Analiza raztopine*

S pipeto se v skladu z izbrano različico (glej metodo 2.1) prenesemo 50, 100 ali 200 ml dobljene raztopine, destiliramo amonijak, kakor je opisano v metodi 2.1, z dodajanjem toliko raztopine NaOH (4.4), da zagotovimo znatni presežek.

7.3 *Slepi preskus*

Slepi preskus (brez vzorca) izvedemo pod enakimi pogoji in upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

7.4 *Kontrolni preskus*

Pred izvajanjem analize preverimo, da aparatura pravilno deluje in da se uporablja prava metoda, tako da uporabimo alikvotni del standardne raztopine kalijevega tiocianata (4.13), s čimer se približamo koncentraciji dušika v vzorcu.

8. **Navedba rezultata**

Rezultat izrazimo kot odstotek dušika (N) v gnojilu, kakšnega smo sprejeli za analizo.

Različica a: % N = (50 – A) × 0,7

Različica b: % N = (50 – A) × 0,7

Različica c: % N = (35 – A) × 0,875

Metoda 2.3.2

Določanje skupnega dušika v kalcijevem cianamidu z nitrati

1. **Obseg V**

tem dokumentu je opredeljen postopek določanja skupnega dušika v kalcijevem cianamidu.

2. **Področje uporabe**

Metoda se uporablja za kalcijev cianamid z nitrati.

▼B

3. **Princip**

Za kalcijeve cianamide, ki vsebujejo nitrate, Kjeldahlove metode ni mogoče neposredno uporabiti. Zato dušik v obliki nitrata pred Kjeldahlovim razklopom reduciramo v amonijak s kovinskim železom in kositrovim kloridom.

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in katerihkoli dušikovih spojin.

4.1 Razredčena žveplova kislina (d_{20} = 1,84 g/ml):

4.2 Železo v prahu, reducirano v vodiku

4.3 Kalijev sulfat v drobnem prahu, za analizo.

▼M4

4.4	Žveplova kislina: 0,05 mol/l	za različico a (glej metodo 2.1).
4.5	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,1 mol/l	
4.6	Žveplova kislina: 0,1 mol/l	za različico b (glej opombo 2, metoda 2.1).
4.7	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,2 mol/l	
4.8	Žveplova kislina: 0,25 mol/l	za različico c (glej opombo 2, metoda 2.1).
4.9	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,5 mol/l	

▼B

4.10. *Raztopine indikatorjev*

4.10.1 Mešani indikator

Raztopina A: 1 g metilno rdečega raztopimo v 37 ml 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida in do 1 litra dopolnimo z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega raztopimo v vodi in dopolnimo do enega litra.

En volumski del A zmešamo z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kisli raztopini, siv v nevtralni in zelen v alkalni raztopini. Uporabimo 0,5 ml (10 kapljic) te raztopine indikatorja.

4.10.2 Indikator metilno rdeče

0,1 g metilno rdečega raztopimo v 50 ml 95 % etanola, dopolnimo z vodo do prostornine 100 ml in po potrebi filtriramo. Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporablja namesto prejšnjega.

4.11. *Raztopina kositrovega klorida*

Raztopimo 120 g $SnCl_2 . 2H_2O$ v 400 ml koncentrirane klorovodikove kisline (d_{20} =1,18 g/ml) in dopolnimo do 1 litra z vodo. Raztopina mora biti popolnoma bistra; pripravljamo svežo raztopino tik pred uporabo. Pomembno je, da se preveri redukcijska moč kositrovega klorida.

O p o m b a

Raztopimo 0,5 g $SnCl_2 \times 2H_2O$ v 2 ml koncentrirane klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18) in do prostornine 50 ml dopolnimo z vodo. Dodamo 5 g Rochellove soli (kalijev natrijev tartrat) in toliko natrijevega bikarbonata za analizo raztopine, da se pri preskusu z lakmusovim papirjem dokaže alkalna reakcija.

V navzočnosti raztopine škroba kot indikatorja, titriramo z 0,1 mol/l raztopino joda. 1 ml raztopine joda 0,1 mol/l ustreza 0,01128 g $SnCl_2 . 2H_2O$.

▼B

Vsaj 80 % od vsega kositra, navzočega v tako pripravljeni raztopini, mora biti v bivalentni obliki. Pri titraciji naj bi se porabilo vsaj 35 ml 0,1 N raztopine joda.

4.12. Raztopina natrijevega hidroksida, ki vsebuje vsaj 30 % NaOH (d_{20} = 1,33), brez amonijaka

4.13. *Standardna raztopina, ki vsebuje nitrat in amonij*

Odtehtamo 2,5 g kalijevega nitrata za analizo in 10,16 g amonijevega sulfata za analizo in prenesemo v 250 ml merilno bučko. Raztopimo v vodi in dopolnimo do oznake. 1 ml te raztopine vsebuje 0,01 g dušika.

4.14. Vrelni kamenčki, izprani s klorovodikovo kislino in prežarjeni

5. **Aparature**

Glej metodo 2.3.1.

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Priprava raztopine*

Na 0,001 g natančno odtehtamo 1 g vzorca in prenesemo v Kjeldahlovo bučko. Dodamo 0,5 g železa v prahu (4.2) in 50 ml raztopine kositrovega klorida (4.11), premešamo in pustimo stati pol ure. V času, ko raztopina stoji, ponovno premešamo po 10 in 20 minutah. Nato dodamo 10 g kalijevega sulfata (4.3) in 30 ml žveplove kisline (4.1). Zavremo in nadaljujemo z vrenjem še eno uro potem, ko se pojavijo bele pare. Pustimo, da se ohladi in dopolnimo s 100 do 150 ml vode. Suspenzijo kvantitativno prenesemo v 250 ml merilno bučko, ohladimo in dopolnimo z vodo do oznake, premešamo ter filtriramo skozi suh filter v suho posodo. Namesto, da bi tedaj odsesali suspenzijo zaradi uporabe različice a, b ali c iz metode 2., amonijski dušik v tej raztopini lahko tudi neposredno destiliramo, potem ko smo dodali dovolj natrijevega hidroksida in zagotovili velik presežek (4.12).

7.2 *Analiza raztopine*

Po različici a, b ali c iz metode 2.1 s pipeto prenesemo 50, 100 ali 200 ml tako dobljene raztopine. Amonijak destiliramo po postopku, opisanem v metodi 2.1, pri čemer pazimo, da v destilacijsko bučko dodamo dovolj raztopine natrijevega hidroksida (4.12), da zagotovimo velik presežek.

7.3 *Slepi preskus*

Slepi preskus (brez vzorca) izvedemo pod enakimi pogoji in upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

7.4 *Kontrolni preskus*

Pred izvajanjem analize preverimo, da Aparatura pravilno deluje in da se uporablja prava metoda s standardno raztopino (4.13), ki vsebuje količine dušika v obliki amonijaka in nitrata, primerljive s količinami dušika v obliki cianamida in nitrata v nitriranem kalcijevem cianamidu.

V ta namen v Kjeldahlovo bučko prenesemo 20 ml standardne raztopine (4.13).

Analiza izvedemo po metodi, opisani v 7.1 in 7.2.

8. **Navedba rezultata**

Rezultat analize je treba izraziti kot odstotek skupnega dušika (N) v gnojilu, kakor je bilo sprejeto za analizo.

Različica a: % N = (50 – A) × 0,7

Različica b: % N = (50 – A) × 0,7

Različica c: % N = (35 – A) × 0,875

▼B

Metoda 2.3.3

Določanje skupnega dušika v sečnini

1. **Obseg V**

tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine skupnega dušika v sečnini.

2. **Področje uporabe**

Ta metoda se uporablja izključno za gnojila iz sečnine brez nitratov.

3. **Princip**

Sečnino kvantitativno pretvorimo v amonijak z vrenjem ob navzočnosti žveplove kisline. Tako dobljeni amonijak destiliramo iz alkalnega medija, destilat pa se zbira v presežku standardne žveplove kisline. Presežek kisline titriramo s standardno alkalno raztopino.

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in katerihkoli dušikovih spojin.

4.1 Razredčena žveplova kislina (d_{20} = 1,84 g/ml):

4.2 Raztopina natrijevega hidroksida, približno 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), brez amonijaka

▼M4

4.3	Žveplova kislina: 0,05 mol/l	za različico a (glej metodo 2.1).
4.4	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,1 mol/l	
4.5	Žveplova kislina: 0,1 mol/l	za različico b (glej opombo 2, metoda 2.1).
4.6	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,2 mol/l	
4.7	Žveplova kislina: 0,25 mol/l	za različico c (glej opombo 2, metoda 2.1).
4.8	Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,5 mol/l	

▼B

4.9 *Raztopine indikatorjev*

4.9.1 Mešani indikator

Raztopina A: 1 g metilno rdečega raztopimo v 37 ml 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida in do 1 litra dopolnimo z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega raztopimo v vodi in dopolnimo do enega litra.

En volumski del A zmešamo z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kisli raztopini, siv v nevtralni in zelen v alkalni raztopini. Uporabimo 0,5 ml (10 kapljic).

4.9.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče

0,1 g metilno rdečega raztopimo v 50 ml 95 % etanola in do oznake 100 ml dopolnimo z vodo. Po potrebi filtriramo. Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporablja namesto prejšnjega.

4.10. Vrelni kamenčki, izprani s klorovodikovo kislino in prežarjeni

4.11. Sečnina za analizo.

5. **Aparature**

5.1 Aparatura za destilacijo, glej metodo 2.1 „Določanje amonijskega dušika“

5.2 500 ml merilna bučka

▼B

5.3 Pipete 25, 50 in 100 ml

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Priprava raztopine*

Na 0,001 g natančno odtehtamo 2,5 g pripravljenega vzorca, prenesemo v 300 ml Kjeldahlovo bučko in navlažimo z 20 ml vode. Premešamo v 20 ml koncentrirane žveplove kisline (4.1) in dodamo nekaj steklenih kroglic, da preprečimo uhajanje tekočine. Da preprečimo škropljenje, v vrat bučke vstavimo stekleni lij z dolgo cevko. Segrevamo, na začetku počasi, nato pa močneje, dokler ne opazimo belih par (30 do 40 minut).

Ohladimo in dopolnimo s 100 do 150 ml vode. Kvantitativno prenesemo v 500 ml merilno bučko in zavržemo morebitno usedlino. Pustimo, da se ohladi na sobno temperaturo. Dopolnimo z vodo do oznake, premešamo in po potrebi filtriramo skozi suh filter v suho sprejemno posodo.

7.2 *Analiza raztopine*

Z merilno pipeto prenesemo 25, 50 ali 100 ml tako dobljene raztopine v destilacijsko bučko po izbrani različici (glej metodo 2.1). Amonijak destiliramo, kakor je opisano v metodi 2.1 in dodamo dovolj NaOH (d_{20} = 1,33) (4.2) v destilacijsko bučko, da zagotovimo znaten presežek.

7.3 *Slepi preskus*

Slepi preskus (brez vzorca) izvedemo pod enakimi pogoji in upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

7.4 *Kontrolni preskus*

Pred izvajanjem analize z alikvotnim deležem sveže pripravljene raztopine sečnine (4.11) preverimo, da aparatura pravilno deluje in da uporabljamo pravo metodo.

8. **Navedba rezultata**

Rezultat izrazimo kot odstotek dušika (N) v gnojilu, kakšnega smo sprejeli za analizo.

Različica a: % N = (50 – A) × 1,12

Različica b: % N = (50 – A) × 1,12

Različica c: % N = (35 – A) × 1,40

Metoda 2.4

Določanje dušika v obliki cianamida

1. **Obseg V**

tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine dušika v obliki cianamida.

2. **Področje uporabe**

Kalcijev cianamid in mešanice kalcijevega cianamida/nitrata.

3. **Princip**

Dušik v obliki cianamida oborimo kot srebrov kompleks in ovrednotimo v oborini po Kjeldahlovi metodi.

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in katerihkoli dušikovih spojin.

4.1 Ledocetna kislina

4.2 Raztopina amonijaka, ki vsebuje 10 masnih % amonijevega plina (d_{20} = 0,96 g/ml)

▼B

4.3 *Amonijačna raztopina srebra po Tollensu*

Zmešamo 500 ml 10 % raztopine srebrovega nitrata ($AgNO_3$) v vodi s 500 ml 10 % amonijaka (4.2).

Mešanice po nepotrebnem ne izpostavljamo svetlobi, toploti ali zraku. Raztopina je običajno stabilna več let. Dokler je raztopina bistra, je reagent dobre kakovosti.

4.4 Koncentrirana žveplova kislina (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.5 Kalijev sulfat za analizo

4.6 Bakrov oksid (CuO) od 0,3 do 0,4 g na vsako določanje, ali enakovredna količina bakrovega sulfata pentahidrata ($CuSO_4$ x 5 H_2O, od 0,95 do 1,25 g na vsako določanje

4.7 Raztopina natrijevega hidroksida, približno 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), brez amonijaka

▼M4

4.8 Žveplova kislina: 0,05 mol/l

▼B

4.9 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida: 0,1 mol/l

4.10. *Raztopine indikatorjev*

4.10.1 Mešani indikator

Raztopina A: 1 g metilno rdečega raztopimo v 37 ml 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida in do 1 litra dopolnimo z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega raztopimo v vodi in dopolnimo do enega litra.

En volumski del A zmešamo z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kisli raztopini, siv v nevtralni in zelen v alkalni raztopini. Uporabimo 0,5 ml (10 kapljic).

4.10.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče

0,1 g metilno rdečega raztopimo v 50 ml 95 % etanola in do oznake 100 ml dopolnimo z vodo. Po potrebi filtriramo. Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporabi namesto prejšnjega.

4.11. Vrelni kamenčki, izprani s klorovodikovo kislino in prežarjeni

4.12. Kalijev tiocianat za analizo

5. **Aparature**

5.1 Aparatura za destilacijo, glej metodo 2.1 „Določanje amonijskega dušika“

5.2 500 ml merilna bučka (npr. Stohmann)

5.3 Kjeldahlova bučka z dolgim vratom in ustrezno prostornino (od 300 do 500 ml)

5.4 50 ml pipeta

5.5 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto)

6. **Priprava**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Varnostni ukrep*

Pri uporabi katere koli amonijačne raztopine srebra, je treba nositi varovalna očala. Takoj, ko se na površini tekočine oblikuje tanka membrana, lahko zaradi tresenja nastane eksplozija, zato je pomembna največja previdnost.

7.2 *Priprava raztopine za analizo*

Na 0,001 g natančno odtehtamo 2,5 g vzorca in prenesemo v majhno porcelansko terilnico. Vzorec trikrat zmeljemo z vodo, po vsakem mletju vodo odlijemo v 500 ml Stohmannovo merilno bučko (5.2).

▼B

Vzorec kvantitativno prenesemo v 500 ml Stohmannovo merilno bučko, terilnico, pestilo in lij pa izperemo z vodo. Dopolnimo z vodo do približno 400 ml. Dodamo 15 ml ocetne kisline (4,1). Dve uri stresamo na rotacijskem stresalniku (5.5).

Dopolnimo z vodo do 500 ml, zmešamo in filtriramo.

Analizo je treba opraviti čim hitreje.

7.3 *Analiza raztopine*

50 ml filtrata prenesemo v 250 ml čašo.

Dodamo raztopino amonijaka (4.2), dokler ne postane rahlo alkalna, nato dodamo 30 ml tople amonijačne raztopine srebra (4.3), da se obori rumeni srebrov kompleks cianamida.

Čez noč pustimo, filtriramo in izperemo oborino s hladno vodo, dokler v njej ni več amonijaka.

Filter in oborino, še vedno vlažna, namestimo na Kjeldahlovo bučko, dodamo od 10 do 15 g kalijevega sulfata (4.5), katalizator (4.6) v predpisani količini, nato 50 ml vode in 25 ml koncentrirane žveplove kisline (4.4).

Bučko počasi segrevamo ob rahlem stresanju, dokler vsebina ne zavre. Temperaturo še povišamo in pustimo vreti, dokler vsebina bučke ne postane brezbarvna ali bledo zelena.

Vre naj eno uro, nato jo pustimo, da se ohladi.

Tekočino kvantitativno prenesemo iz Kjeldahlove bučke v destilacijsko bučko, dodamo nekaj vrelnih kamenčkov (4.11) in dopolnimo z vodo do skupne prostornine približno 350 ml. Zmešamo in ohladimo.

Amonijak destiliramo po različici a metode 2.1 in dodamo toliko raztopine NaOH (4.7), da zagotovimo znaten presežek.

7.4 *Slepi preskus*

Slepi preskus (brez vzorca) izvedemo pod enakimi pogoji in upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

7.5 *Kontrolni preskus*

Pred izvajanjem analize z alikvotnim deležem standardne raztopine kalijevega tiocianata (4.12), ki ustreza 0,05 g dušika, preverimo, da aparatura pravilno deluje in da se uporablja prava metoda.

8. **Navedba rezultata**

Rezultat analize izrazimo kot odstotek cianamidnega dušika v gnojilu, kakršno je bilo sprejeto za analizo.

$$\% \, N = (50 - A) \times 0,56$$

Metoda 2.5

Spektrofotometrično določanje biureta v sečnini

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja biureta v sečnini.

2. **Področje uporabe**

Ta metoda se uporablja izključno za sečnino.

3. **Princip**

V alkalnem mediju in v navzočnosti kalijevega natrijevega tartrata, biuret in bivalentni bakrov ion tvorita vijoličasto bakrovo spojino. Absorbanca raztopine se izmeri pri valovni dolžini približno 546 nm (nanometrov).

▼B

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in amonijaka. Kakovost vode je pri tem določanju še posebej pomembna.

4.1 Metanol

▼M4

4.2 Raztopina žveplove kisline, približno 0,05 mol/l

▼B

4.3 Raztopina natrijevega hidroksida, približno 0,1 mol/l

4.4 *Alkalna raztopina kalijevega natrijevega tartrata*

V litrski merilni bučki v 500 ml vode raztopimo 40 g natrijevega hidroksida in pustimo, da se ohladi. Dodamo 50 g kalijevega natrijevega tartrata ($NaKC_4H_4O_6 \times 4H_2O$). Dopolnimo do oznake. Pred uporabo pustimo stati 24 ur.

4.5 *Raztopina bakrovega sulfata*

V litrski merilni bučki v 500 ml vode raztopimo 15 g bakrovega sulfata pentahidrata ($CuSO_4 \times 5H_2O$). Dopolnimo do oznake.

4.6 *Sveže pripravljena standardna raztopina biureta*

V 250 ml merilni bučki v vodi raztopimo 0,250 g čistega biureta ([1]). Dopolnimo do oznake 250 ml. 1 ml te raztopine vsebuje 0,001 g biureta.

4.7 *Raztopina indikatorja*

V 100 ml merilni bučki raztopimo 0,1 g metilno rdečega v 50 ml 95 % etanola in z vodo dopolnimo do oznake 100 ml. Filtriramo, če ostanejo kakšne netopne snovi.

5. **Aparature**

5.1 Spektrofotometer ali fotometer s filtri, katerih občutljivost in natančnost omogočata ponovljivost meritev manj kakor 0,5 % T. ([2])

5.2 Merilne bučke 100, 250 in 1 000 ml

5.3 Merilne pipete 2, 5, 10, 20, 25 in 50 ml, ali 25ml graduirana bireta z razdelki na 0,05 ml

5.4 250 ml čaša

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Priprava umeritvene krivulje*

Po 0, 2, 5, 10, 20, 25 in 50 ml alikvotov standardne raztopine biureta (4.6) prenesemo v sedem 100 ml merilnih bučk. ►M4 Dopolnimo z vodo približno do oznake 50 ml, dodamo kapljico indikatorja (4.7) in po potrebi nevtraliziramo z 0,05 mol/l žveplovo kislino (4.2). ◄ Primešamo 20 ml alkalne raztopine tartrata (4.4) in nato 20 ml raztopine bakrovega sulfata (4.5).

O p o m b a

Raztopine (4.4 in 4.5) je treba odmeriti z dvema merilnima biretama, ali še bolje s pipetama.

Dopolnimo z destilirano vodo do oznake 100 ml, zmešamo in pustimo stati 15 minut pri 30 (± 2) °C.

S standardno raztopino biureta „O“ kot referenco izmerimo absorbanco vsake raztopine pri valovni dolžini približno 546 nm v kivetah z ustrezno dolžino optične poti.

Umeritveno krivuljo grafično prikažemo tako, da absorbance nanesemo na ordinato, ustrezne količine biureta, v miligramih, pa na absciso.

([1]) Biuret lahko predhodno očistimo z izpiranjem z amonijsko raztopino (10 %), nato še z acetonom in posušino v vakuumu.

([2]) Glej točko 9 „Dodatka“

▼B

7.2 *Priprava raztopine za analizo*

Na 0,001 g natančno odtehtamo 10 g pripravljenega vzorca; raztopimo v približno 150 ml vode v 250 ml merilni bučki in dopolnimo do oznake. Po potrebi filtriramo.

P r i p o m b a 1

Če vzorec za analizo vsebuje več kakor 0,015 g amonijskega dušika, ga v 250 ml čaši raztopimo v 50 ml metanola (4.1). Z izparevanjem zmanjšamo prostornino na približno 25 ml. Kvantitativno prenesemo v 250 ml merilno bučko. Z vodo dopolnimo do oznake. Po potrebi filtriramo skozi suh naguban filter v suho posodo.

P r i p o m b a 2

Odprava opalescence: če je navzoča kakršna koli koloidna snov, pri filtriranju lahko nastanejo težave. Raztopina za analizo se v takem primeru pripravi takole: vzorec za analizo raztopimo v 150 ml vode, dodamo 2 ml 1 mol/l klorovodikove kisline in raztopino filtriramo skozi dva gladka in zelo gosta filtra v 250 ml merilno bučko. Filtra operemo z vodo in dopolnimo do oznake. Postopek nadaljujemo po metodi, opisani v 7.3, „Določanje“.

7.3 *Določanje*

▼M4

V skladu z domnevno vsebnostjo biureta se s pipeto prenese 25 ali 50 ml iz raztopine, navedene v 7.2, ta količina se vnese v 100-mililitrsko merilno bučko in se po potrebi nevtralizira z 0,05 mol/l ali 0,1 mol/l reagentom (4.2 ali 4.3), kakor se zahteva, ob uporabi metilno rdečega kot indikatorja, ter se z enako natančnostjo kakor pri pripravi umeritvene krivulje doda še 20 ml alkalne raztopine kalijevega natrijevega tartrata (4.4) in 20 ml raztopine bakra (4.5). Dopolni se do končne prostornine, se dobro premeša in pusti stati 15 minut pri 30 (± 2) °C.

▼B

Nato opravimo fotometrične meritve in izračunamo količino biureta v sečnini.

8. **Navedba rezultata**

$$\% \text{ biureta} = \frac{C \times 2,5}{V}$$

pri čemer je:

„C“ masa biureta, v mg, odčitana iz umeritvene krivulje,

„V“ volumen alikvota.

9. **Dodatek**

„Jo“ je intenzivnost snopa monokromatičnih žarkov (določene valovne dolžine), preden gre skozi prosojno telo, „J“ pa intenzivnost tega snopa po prehodu skozi navedeno telo, tako da je:

— transmitanca

$$T = \frac{J}{Jo}$$

— motnost:

$$O = \frac{Jo}{J}$$

— absorbanca:

$$E = \log O$$

— absorbanca na enoto optične poti:

▼B

$$k = \frac{E}{s}$$

— koeficient specifične absorbance:

$$K = \frac{E}{C \times S}$$

pri čemer je:

s = debelina plasti v centimetrih,

c = koncentracija v miligramih na liter,

k = specifični faktor za vsako snov po Lambert-Beerovem zakonu.

Metoda 2.6

Določanje različnih oblik dušika v istem vzorcu

Metoda 2.6.1

Določanje različnih oblik dušika v istem vzorcu v gnojilih, ki vsebujejo dušik kot nitratni, amonijski, sečninski in cianamidni dušik v obliki cianamida

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja katere koli oblike dušika ob navzočnosti katere koli druge oblike.

2. **Področje uporabe**

Katero koli gnojilo iz Priloge I, ki vsebuje dušik v različnih oblikah.

3. **Princip**

3.1 *Skupni topni in netopni dušik*

V skladu s seznamom standardnih gnojil (Priloga I) se to določanje uporablja za proizvode, ki vsebujejo kalcijev cianamid.

3.1.1 Če ni nitratov, se preskusni vzorec mineralizira z neposrednim Kjeldahlovim razklopom

3.1.2 Ob navzočnosti nitratov se preskusni vzorec mineralizira s Kjeldahlovim razklopom po redukciji s pomočjo kovinskega železa in kositrovega klorida

V obeh primerih se količina amonijaka določi po metodi 2.1.

Opomba

Če analiza pokaže, da je vsebnost netopnega dušika večja od 0,5 %, sklepamo, da gnojilo vsebuje druge oblike netopnega dušika, ki niso vključene na seznamu v Prilogi I.

3.2 *Oblike topnega dušika*

Količine naslednjih oblik se določijo iz različnih alikvotov, ki se odvzamejo iz iste raztopine vzorca:

3.2.1 skupni topni dušik:

3.2.1.1 če ni nitratov, z neposrednim Kjeldahlovim razklopom,

3.2.1.2 ob navzočnosti nitratov s Kjeldahlovim razklopom na alikvotnem deležu, odvzetem iz raztopine po redukciji po Ulschu, amonijak pa v obeh primerih določimo, kakor je opisano v metodi 2.1;

3.2.2 skupni topni dušik, razen dušika v obliki nitrata, s Kjeldahlovim razklopom po odstranitvi dušika v obliki nitrata z železovim sulfatom v kislem mediju, količino amonijaka določimo, kakor je opisano v metodi 2.1;

3.2.3 dušik v obliki nitrata z razliko:

▼B

3.2.3.1 če ni kalcijevega cianamida, med 3.2.1.2 in 3.2.2 ali med skupnim topnim dušikom (3.2.1.2) in vsoto amonijskega dušika in sečninskega organskega dušika (3.2.4 + 3.2.5),

3.2.3.2 ob navzočnosti kalcijevega cianamida med 3.2.1.2 in 3.2.2 ali med 3.2.1.2 in vsoto 3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6;

3.2.4 amonijski dušik:

3.2.4.1 izključno ob navzočnosti amonijskega dušika ter dušika v obliki amonijaka in nitrata, z uporabo metode 1,

3.2.4.2 ob navzočnosti sečninskega dušika in/ali dušika v obliki cianamida s hladno destilacijo po rahli alkalizaciji, pri kateri se amonijak absorbira v standardni raztopini žveplove kisline in določi, kakor je opisano v metodi 2.1;

3.2.5 sečninski dušik:

3.2.5.1 s pretvorbo v amonijak z uporabo ureaze, pri čemer se amonijak titrira s standardno raztopino klorovodikove kisline,

ali

3.2.5.2 z gravimetrično metodo s ksanthidrolom: sočasno oborjeni biuret se lahko brez večje napake upošteva skupaj s sečninskim dušikom, saj je njegova vsebnost glede na absolutno vrednost v sestavljenih gnojilih na splošno nizka,

ali

3.2.5.3 z razliko po naslednji preglednici:

Primer	Dušik v obliki nitrata	Amonijski dušik	Dušik v obliki cianamida	Razlika
1	Ni navzoč	Navzoč	Navzoč	(3.2.1.1) - (3.2.4.2 + 3.2.6)
2	Navzoč	Navzoč	Navzoč	(3.2.2) - (3.2.4.2 + 3.2.6)
3	Ni navzoč	Navzoč	Ni navzoč	(3.2.1.1) - (3.2.4.2)
4	Navzoč	Navzoč	Ni navzoč	(3.2.2)- (3.2.4.2)

3.2.6 dušik v obliki cianamida z obarjanjem kot srebrova spojina, pri čemer se količina dušika v oborini ovrednoti s Kjeldahlovo metodo

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 Kalijev sulfat za analizo

4.2 Železo v prahu, reducirano z vodikom (predpisana količina železa mora omogočiti redukcijo vsaj 50 mg dušika v obliki nitrata)

4.3 Kalijev tiocianat za analizo

4.4 Kalijev nitrat za analizo

4.5 Amonijev sulfat za analizo

4.6 Sečnina za analizo

4.7 Razredčena žveplova kislina, 1: 1(volumsko): en volumski del kisline (d_{20} = 1,84 g/ml) v enem volumskem delu vode

▼M4

4.8 Standardna raztopina žveplove kisline: 0,1 mol/l

▼B

4.9 Raztopina koncentriranega natrijevega hidroksida. Vodna raztopina s približno 30 % (masa/volumen) NaOH brez amonijaka

▼B

4.10. Standardna raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida: 0,2 mol/l, brez karbonatov

4.11. *Raztopina kositrovega klorida*

Raztopimo 120 g $SnCl_2 \times 2H_2O$ v 400 ml koncentrirane klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) in do oznake enega litra dopolnimo z vodo. Raztopina mora biti popolnoma bistra in sveže pripravljena tik pred uporabo.

O p o m b a

Pomembno je, da se preveri moč redukcije kositrovega klorida: raztopimo 0,5 g $SnCl_2 \times 2H_2O$ v 2 ml koncentrirane klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18) in do oznake 50 ml dopolnimo z vodo. Dodamo 5 g Rochellove soli (kalijev natrijev tartrat) in tolikšno količino natrijevega bikarbonata, da je raztopina alkalna na lakmusov papir.

Ob navzočnosti raztopine škroba kot indikatorja, titriramo z 0,1 mol/l raztopino joda.

1 ml 0,1 mol/l raztopine joda ustreza 0,01128 g $SnCl_2 . 2H_2O$.

Vsaj 80 % skupnega kositra, navzočega v tako pripravljeni raztopini, mora biti v bivalentni obliki. Poraba pri titraciji naj bo vsaj 35 ml 0,1 mol/l raztopine joda.

4.12. Žveplova kislina (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.13. Razredčena klorovodikova kislina: en volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) in en volumski del vode

4.14. Ocetna kislina: od 96 do 100 %

4.15. Raztopina žveplove kisline, ki vsebuje približno 30 % H_2SO_4 (masa/prostornina)

4.16. Železov sulfat: kristalinični, $FeSO_4 \times 7H_2O$

▼M4

4.17. Standardna raztopina žveplove kisline: 0,05 mol/l

▼B

4.18. Oktanol

4.19. Nasičena raztopina kalijevega karbonata

4.20. Standardna raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida: 0,1 mol/l (brez karbonatov)

4.21. Nasičena raztopina barijevega hidroksida

4.22. Raztopina natrijevega karbonata: 10 % (masa/volumen)

4.23. Klorovodikova kislina: 2 mol/l

4.24. Raztopina standardne klorovodikove kisline: 0,1 mol/l

4.25. *Raztopina ureaze*

0,5 g aktivne ureaze suspendiramo v 100 ml destilirane vode. Z 0,1 mol/l klorovodikove kisline (4.24) uravnamo pH na 5,4, izmerjeno s pH-metrom.

4.26. *Ksanthidrol*

5 % raztopina v etanolu ali metanolu (4.31) (ne smejo se uporabljati produkti, ki dajejo visok delež netopnih snovi). Raztopino lahko hranimo 3 mesece v bučki, dobro zaprti z zamaškom in v temi.

4.27. Bakrov oksid (CuO) od 0,3 do 0,4 g na določanje, ali enakovredna količina bakrovega sulfata pentahidrata ($CuSO_4$ x 5 H_2O), od 0,95 do 1,25 g na določanje

4.28. Vrelni kamenčki, izprani s klorovodikovo kislino in prežarjeni

4.29. *Raztopine indikatorjev*

4.29.1 Raztopina A: 1 g metilno rdečega raztopimo v 37 ml 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida in do 1 litra dopolnimo z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega raztopimo v vodi in dopolnimo do oznake enega litra.

▼B

En volumski del A zmešamo z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kisli raztopini, siv v nevtralni in zelen v alkalni raztopini. Uporabimo 0,5 ml (10 kapljic) te raztopine indikatorja.

4.29.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče

0,1 g metilno rdečega raztopimo v 50 ml 95 % etanola. Dopolnimo z vodo do 100 ml in po potrebi filtriramo. Ta indikator (od štiri do pet kapljic) lahko uporabimo namesto prejšnjega.

4.30. *Indikatorski papirji*

Lakmus, bromotimol modri (ali drugi papirji, občutljivi za pH 6 do 8).

4.31. Etanol ali metanol: 95 % raztopina

5. **Aparature**

5.1 *Aparatura za destilacijo*

Glej metodo 2.1.

5.2 *Aparatura za določanje amonijskega dušika po analitski metodi 7.2.5.3 (glej sliko 6)*

Aparatura je sestavljena iz posebno oblikovane posode z obrušenim steklenim vratom, s stranskim vratom, iz priključne cevi z brizgalno glavo in iz prečno postavljene cevi za dovod zraka. Cevi se lahko priključijo na sprejemno posodo s preprostim preluknjanim gumijastim zamaškom. Pomembno je, da imajo konci cevi za dovod zraka ustrezno obliko, saj se morajo zračni mehurčki popolnoma porazdeliti po raztopini v sprejemni posodi ter v posodi za absorpcijo. Najboljša rešitev je sestavljena iz majhnih delcev gobaste oblike z zunanjim premerom 20 mm in šestimi odprtinami obsega 1 mm.

5.3 *Aparatura za določanje sečninskega dušika po metodi za ureazo (7.2.6.1)*

Sestavlja jo 300 ml erlenmajerica z lijem ločnikom in majhno posodo za absorpcijo (glej sliko 7).

5.4 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto)

5.5 pH-meter

5.6 Nastavljivi sušilnik

5.7 *Steklovina:*

pipete 2, 5, 10, 20, 25, 50 in 100 ml,

Kjeldahlove bučke z dolgim vratom, 300 in 500 ml,

merilne bučke 100, 250, 500 in 1 000 ml,

filtrirni lončki iz taljenega stekla, premer por 5 do 15 μm,

terilnice

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Analitska metoda**

7.1 *Skupni topni in netopni dušik*

7.1.1 Če ni nitratov

7.1.1.1 Razklop/Razkroj

Na 0,001 g natančno odtehtamo količino vzorca, ki vsebuje največ 100 mg dušika. Prenesemo v bučko aparature za destilacijo (5.1). Dodamo 10 do 15 g kalijevega sulfata (4.1), katalizator (4.27) in nekaj vrelnih kamenčkov (4.28). Nato dodamo 50 ml razredčene žveplove kisline (4.7) in dobro zmešamo. Najprej počasi segrevamo in od časa do časa premešamo, dokler ne neha nastajati pena. Nato segrevamo tako, da tekočina enakomerno vre še eno uro potem, ko se je raztopina zbistrila, pri čemer je treba paziti, da se organske snovi ne oprimejo sten bučke. Pustimo, da se ohladi. Ob mešanju previdno dodamo približno 350 ml vode. Pazimo, da je raztapljanje čimbolj

▼B

popolno. Pustimo, da se ohladi in bučko priključimo na aparaturo za destilacijo (5.1).

7.1.1.2 Destilacija amonijaka

►M4 Z merilno pipeto se v sprejemno posodo aparature prenese 50 ml standardne raztopine 0,1 mol/l žveplove kisline (4.8). ◄ Dodamo indikator (4.29.1 ali 4.29.2). Pazimo, da je konica kondenzatorja vsaj 1 cm pod površino raztopine.

Ob ustreznih varnostnih ukrepih, da preprečimo izgubo amonijaka, destilacijski bučki previdno dodamo zadostno količino raztopine koncentriranega natrijevega hidroksida (4.9), da postane tekočina močno alkalna (ponavadi zadostuje 120 ml; to preverimo z dodatkom nekaj kapljic fenolftaleina. Na koncu destilacije mora biti raztopina v bučki še vedno očitno alkalna). Segrevanje bučke uravnamo tako, da se v pol ure predestilira 150 ml. Z indikatorskim papirjem (4.30) preskusimo, da je destilacija dokončana. Če še ni, destiliramo dodatnih 50 ml in preskus ponavljamo toliko časa, da destilat reagira nevtralno na indikatorski papir (4.30). Nato spustimo sprejemno posodo navzdol, destiliramo še nekaj mililitrov in izperemo konico kondenzatorja. Presežek kisline titriramo s standardno raztopino 0,2 mol/l natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.10), dokler indikator ne spremeni barve.

7.1.1.3 Slepi preskus

Slepi preskus (brez vzorca) izvedemo pod enakimi pogoji in upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

7.1.1.4 Navedba rezultata

$$\% \, N = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

pri čemer je:

▼M4

a = ml standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida 0,2 mol/l, uporabljene za slepi test, opravljen tako, da se s pipeto v sprejemno posodo aparature (5.1) prenese 50 ml standardne raztopine 0,1 mol/l žveplove kisline (4.8),

▼B

A = ml 0,2 mol/l standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, ki se uporabi za analizo,

M = masa preskusnega vzorca, v gramih.

7.1.2 V navzočnosti nitrata

7.1.2.1 Preskusni vzorec

Na 0,001 g natančno odtehtamo količina vzorca, ki ne vsebuje več kot 40 mg dušika v obliki nitrata.

7.1.2.2 Redukcija nitrata

V majhni terilnici preskusni vzorec zmešamo s 50 ml vode. Z najmanjšo količino destilirane vode prenesemo v 500 ml Kjeldahlovo bučko. Dodamo 5 g reduciranega železa (4.2) in 50 ml raztopine kositrovega klorida (4.11). Stresemo in pustimo stati pol ure. V času, ko stoji, po 10 in 20 minutah zopet premešamo.

7.1.2.3 Kjeldahlov razklop

Dodamo 30 ml žveplove kisline (4.12), 5 g natrijevega sulfata (4.1), predpisano količino katalizatorja (4.27) in nekaj vrelnih kamenčkov (4.28). Rahlo nagnjeno bučko počasi segrevamo. Segrevanje počasi povečujemo, raztopino pa večkrat stresemo, da mešanica ostane suspendirana: tekočina potemni, nato pa se ob nastanku rumeno zelene suspenzije brezvodnega železovega sulfata zbistri. Nadaljujemo segrevanje še eno uro potem, ko se raztopina zbistri, in jo vzdržujemo na vreliščni točki. Pustimo, da se ohladi. Vsebino bučke z malo vode previdno odvzamemo in počasi dodamo 100 ml vode. Premešamo in vsebino bučke prenesemo v 500 ml merilno bučko. Dopolnimo z vodo do oznake. Premešamo. Filtriramo skozi suh filter v suho sprejemno posodo.

▼B

7.1.2.4 Analiza raztopine

V bučko aparature za destilacijo (5.1) s pipeto prenesemo alikvot, ki vsebuje največ 100 mg dušika. Z destilirano vodo razredčimo na približno 350 ml, dodamo nekaj vrelnih kamenčkov (4.28), bučko priključimo na aparaturo za destilacijo in nadaljujemo določanje, kakor je opisano v 7.1.1.2.

7.1.2.5 Slepi preskus

Glej 7.1.1.3.

7.1.2.6 Navedba rezultata

$$\% \, N = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

pri čemer je:

▼M4

a = ml standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida 0,2 mol/l, uporabljene za slepi test, opravljen tako, da se s pipeto v sprejemno posodo aparature (5.1) prenese 50 ml standardne raztopine 0,1 mol/l žveplove kisline (4.8),

▼B

A = ml 0,2 mol/l standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, ki se uporabi za analizo,

M = masa preskusnega vzorca, izražena v gramih, navzoča v alikvotnem deležu, odvzetem v 7.1.2.4.

7.2 *Oblike topnega dušika*

7.2.1 Priprava raztopine za analizo

Na 1 mg natančno odtehtamo 10 g vzorca in prenesemo v 500 ml merilno bučko.

7.2.1.1 Pri gnojilih, ki ne vsebujejo dušika v obliki cianamida

V bučko dodamo 50 ml vode in nato 20 ml razredčene klorovodikove kisline (4.13). Stresemo in pustimo stati toliko časa, da ogljikov dioksid preneha nastajati. Dodamo 400 ml vode in pol ure stresamo na rotacijskem stresalniku (5.4). Dopolnimo z vodo do oznake, premešamo in filtriramo skozi suh filtrirni papir v suho sprejemno posodo.

7.2.1.2 Pri gnojilih, ki vsebujejo dušik v obliki cianamida

V bučko dodamo 400 ml vode in nekaj kapljic metilno rdečega (4.29.2). Po potrebi raztopino nakisamo z ocetno kislino (4.14). Dodamo 15 ml ocetne kisline (4.14). Dve uri stresamo na rotacijskem stresalniku (5.4). Po potrebi, raztopino med postopkom ponovno nakisamo z ocetno kislino (4.14). Dopolnimo z vodo do oznake, premešamo in takoj filtriramo skozi suh filter v suho sprejemno posodo, ter takoj določimo količino dušika v obliki cianamida.

V obeh primerih določimo količine različnih topnih oblik dušika isti dan, ko smo pripravili raztopino, pričnemo pa z dušikom v obliki cianamida in sečninskega dušika, če sta navzoča.

7.2.2 Skupni topni dušik

7.2.2.1 Če ni nitrata

V 300 ml Kjeldahlovo bučko s pipeto prenesemo alikvot filtrata (7.2.1.1 ali 7.2.1.2), ki vsebuje največ 100 mg dušika. Dodamo 15 ml koncentrirane žveplove kisline (4.12), 0,4 g bakrovega oksida ali 1,25 g bakrovega sulfata (4.27) in nekaj vrelnih kamenčkov(4.28). Sprva segrevamo počasi, da se spodbudi razkroj nato pa temperaturo povečujemo toliko časa, da se tekočina razbarva ali postane rahlo zelenkasta, bele pare pa so jasno opazne. Po ohlajanju raztopino kvantitativno prenesemo v destilacijsko bučko, razredčimo z vodo na približno 500 ml in dodamo nekaj vrelnih kamenčkov (4.28). Bučko priključimo na aparaturo za destilacijo (5.1) in nadaljujemo z določanjem, kakor je opisano v 7.1.1.2.

▼B

7.2.2.2 Ob navzočnosti nitrata

V 500 ml erlenmajerico z merilno pipeto prenesemo alikvot filtrata (7.2.1.1 ali 7.2.1.2), ki ne vsebuje več kakor 40 mg dušika v obliki nitrata. Na tej stopnji analize skupna količina dušika ni pomembna. Dodamo 10 ml žveplove kisline 30 % (4.15), 5 g reduciranega železa (4.2) in erlenmajerico takoj prekrijemo z urnim steklom. Rahlo segrevamo toliko časa, da je reakcija enakomerna in ne burna. Na tej točki prenehamo segrevanje in bučko vsaj tri ure pustimo stati pri sobni temperaturi. Tekočino z vodo kvantitativno prenesemo v 250 ml merilno bučko, železo pa pustimo v posodi – dopolnimo z vodo do oznake. Dobro premešamo in z merilno pipeto alikvot, ki vsebuje največ 100 mg dušika, prenesemo v 300 ml Kjeldahlovo bučko. Dodamo 15 ml koncentrirane žveplove kisline (4.12), 0,4 g bakrovega oksida ali 1,25 g bakrovega sulfata (4.27) in nekaj vrelnih kamenčkov (4.28). Sprva rahlo segrevamo, da spodbudimo razkroj, nato povečujemo temperaturo toliko časa, da se tekočina razbarva ali postane rahlo zelenkasta, bele pare pa so jasno opazne. Po ohlajanju raztopino kvantitativno prenesemo v destilacijsko bučko, razredčimo z vodo na približno 500 ml in dodamo nekaj vrelnih kamenčkov (4.28). Bučko priključimo na aparaturo za destilacijo (5.1) in nadaljujemo z določanjem, kakor je opisano v 7.1.1.2.

7.2.2.3 Slepi preskus

Glej 7.1.1.3.

7.2.2.4 Navedba rezultata

$$\% \, N = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

pri čemer je:

▼M4

a = ml standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida 0,2 mol/l, uporabljene za slepi test, opravljen tako, da se s pipeto v sprejemno posodo aparature (5.1) prenese 50 ml standardne raztopine 0,1 mol/l žveplove kisline (4.8),

▼B

A = ml 0,2 mol/l standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, ki se uporabi za analizo,

M = masa vzorca, izražena v gramih, navzoča v alikvotnem deležu, odvzetem v 7.2.2.1 ali 7.2.2.2.

7.2.3 Skupni topni dušik, razen dušika v obliki nitrata

Z merilno pipeto prenesemo v 300 ml Kjeldahlovo bučko alikvotni del filtrata (7.2.1.1 ali 7.2.1.2), ki ne vsebuje več kot 50 mg dušika, ki se določa. Razredčimo z vodo do oznake 100 ml, dodamo 5 g železovega sulfata (4.16), 20 ml koncentrirane žveplove kisline (4,12) in nekaj vrelnih kamenčkov (4.28). Sprva rahlo segrevamo, nato pa segrevanje povečujemo toliko časa, da se pojavijo bele pare. Nadaljujemo z razkrojem še 15 minut. Prenehamo segrevati, dodamo bakrov oksid (4.27) kot katalizator in vzdržujemo pri taki temperaturi, da bele pare nastajajo še dodatnih 10 do 15 minut. Po ohlajanju vsebino Kjeldahlove bučke kvantitativno prenesemo v destilacijsko bučko aparature (5.1). Razredčimo z vodo približno do oznake 500 ml in dodamo nekaj vrelnih kamenčkov (4.28). Bučko priključimo na aparaturo za destilacijo in nadaljujemo z določanjem, kakor je opisano v 7.1.1.2.

7.2.3.1 Slepi preskus

Glej 7.1.1.3.

7.2.3.2 Navedba rezultata

$$\% \, N = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

pri čemer je:

▼M4

a = ml standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida 0,2 mol/l, uporabljene za slepi test, opravljen tako, da se s pipeto v

▼M4

sprejemno posodo aparature (5.1) prenese 50 ml standardne raztopine 0,1 mol/l žveplove kisline (4.8),

▼B

A = ml 0,2 mol/l standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, ki se uporabi za analizo,

M = masa vzorca, izražena v gramih, navzoča v alikvotnem deležu, odvzetem za določanje.

7.2.4 Dušik v obliki nitrata

7.2.4.1 Če kalcijev cianamid ni navzoč

Dobimo z razliko med rezultati, ki smo jih dobili v 7.2.2.4 in 7.2.3.2, in/ali rezultati, ki smo jih dobili v 7.2.2.4, in vsoto rezultatov, ki smo jih dobili v (7.2.5.2 ali 7.2.5.5) in (7.2.6.3 ali 7.2.6.5 ali 7.2.6.6).

7.2.4.2 Če je kalcijev cianamid navzoč

Dobimo z razliko med rezultati, ki smo jih dobili 7.2.2.4 in 7.2.3.2, in med rezultati, ki smo jih dobili v 7.2.2.4, in vsoto rezultatov, ki smo jih dobili v (7.2.5.5), (7.2.6.3 ali 7.2.6.5 ali 7.2.6.6) in (7.2.7).

7.2.5 Amonijski dušik

7.2.5.1 Samo ob navzočnosti dušika v obliki amonijaka in dušika v obliki amonijaka in nitrata

V bučko aparature za destilacijo (5.1) z merilno pipeto prenesemo alikvotni del filtrata (7.2.1.1), ki vsebuje največ 100 mg dušika v obliki amonijaka. Dopolnimo z vodo do oznake 350 ml in dodamo nekaj vrelnih kamenčkov (4.28) za lažje vrenje. Bučk priključimo na aparaturo za destilacijo, dodamo 20 ml raztopine natrijevega hidroksida (4.9) in destiliramo, kakor je opisano v 7.1.1.2.

7.2.5.2 Navedba rezultata

$$\% \text{ N (ammoniacal)} = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

pri čemerje:

▼M4

a = ml standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida 0,2 mol/l, uporabljene za slepi test, opravljen tako, da se s pipeto v sprejemno posodo aparature (5.1) prenese 50 ml standardne raztopine 0,1 mol/l žveplove kisline (4.8),

▼B

A = ml 0,2 mol/l standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, ki se uporabi za analizo,

M = masa vzorca, izražena v gramih, navzoča v alikvotnem deležu, odvzetem za določanje.

7.2.5.3 Ob navzočnosti sečninskega dušika in/ali dušika v obliki cianamida

►M4 V suho bučko aparature (5.2) se z merilno pipeto prenese alikvot filtrata vzorca (7.2.1.1 ali 7.2.1.2), ki vsebuje največ 20 mg dušika v obliki amonijaka. Nato se sestavi priprava. V 300-mililitrsko erlenmajerico se s pipeto prenese 50 ml standardne raztopine žveplove kisline 0,05 mol/l (4.17) in zadostna količina destilirane vode, tako da je nivo tekočine približno 5 cm nad odprtino dovodne cevi. ◄ Skozi stranski vrat reakcijske bučke dodamo destilirano vodo, tako da dopolnimo približno do oznake 50 ml. Premešamo. Dodamo nekaj kapljic oktanola (4.18), da preprečimo penjenje. Da raztopina postane alkalna, uporabimo 50 ml nasičene raztopine kalijevega karbonata (4.19) in takoj pričnemo z odstranjevanjem amonijaka, ki se sprošča iz hladne suspenzije. Močan tok zraka, ki ga za to potrebujemo (pretok približno tri litre na minuto), poprej prečistimo tako, da ga usmerimo skozi izpiralki, ki vsebujeta razredčeno žveplovo kislino in razredčen natrijev hidroksid. Namesto toka zraka pod tlakom je mogoče delati tudi v vakuumu (vodna črpalka), če je vhodna cev na sprejemno posodo za zbiranje amonijaka priključena tako, da ne prepušča zraka. Odstranjevanje amonijaka se običajno konča v treh urah. Kljub temu pa je zaradi sigurnosti pametno zamenjati sprejemno bučko. Po končanem postopku bučko ločimo od aparature, vrh cevi in stene buč pa izperemo z malo destilirane vode. Presežek kisline titriramo z 0,1 mol/l

▼B

standardno raztopino natrijevega hidroksida (4.20) toliko časa, da indikator posivi (4.29.1).

7.2.5.4 Slepi preskus

Glej 7.1.1.3.

7.2.5.5 Navedba rezultata

$$\% \text{ N (ammoniacal)} = \frac{(a - A) \times 0,14}{M}$$

pri čemer je:

▼M4

a = ml standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida 0,1 mol/l, uporabljene za slepi test, opravljen tako, da se s pipeto v 300 mililitrsko erlenmajerico aparature (5,2) prenese 50 ml standardne raztopine 0,05 mol/l žveplove kisline (4,17),

▼B

A = ml 0,1 mol/l standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, ki se uporabi za analizo,

M = masa vzorca, izražena v gramih, navzoča v alikvotnem deležu, odvzetem za analizo.

7.2.6 Sečninski dušik

7.2.6.1 Metoda z ureazo

V 500 ml merilno bučko z merilno pipeto prenesemo alikvot filtrata (7.2.1.1 ali 7.2.1.2), ki ne vsebuje več kot 250 mg sečninskega dušika. Za obarjanje fosfatov dodamo toliko nasičene raztopine barijevega hidroksida (4.21), da obarjanja ni več opaziti. Izločimo presežek barijevih ionov (in morebitnih raztopljenih kalcijevih ionov) z 10 % raztopino natrijevega karbonata (4.22).

Pustimo, da se oborina usede in preverimo, da se je obarjanje v celoti dokončalo. Dopolnimo do oznake, premešamo in filtriramo skozi naguban filter. 50 ml filtrata pipetiramo v 300 ml erlenmajerico aparature (5.3). Filtrat nakisamo z 2 mol/l klorovodikovo kislino (4.23), da dobimo vrednost pH = 3.0, izmerjeno s pH-metrom (5.5),. Nato z 0,1 mol/l natrijevega hidroksida (4.20) pH povečamo na 5,4.

Da med razgradnjo z ureazo preprečimo izgube amonijaka, erlenmajerico zapremo s zamaškom, opremljenim z lijem ločnikom in majhnim lovilcem za mehurčke, ki vsebuje natančno 2 ml 0,1 mol/l standardne raztopine klorovodikove kisline (4.24). Skozi lij dodamo 20 ml raztopine ureaze (4.25) in pustimo stati eno uro pri 20 do 25 °C. Nato pipetiramo 25 ml 0,1 mol/l standardne raztopine klorovodikove kisline v lij ločnik, pustimo da steče skozi v raztopino in nato izperemo z malo vode. Enako kvantitativno prenesemo vsebino zaščitne sprejemne posode v raztopino, ki je v erlenmajerici. Presežek kisline titriramo z 0,1 mol/l standardno raztopino natrijevega hidroksida (4.20), da dobimo pH 5,4, izmerjeno s pH-metrom.

7.2.6.2 Slepi preskus

Glej 7.1.1.3.

7.2.6.3 Navedba rezultata

$$\% \text{ N (urea)} = \frac{(a - A) \times 0,14}{M}$$

pri čemer je:

a= ml 0,1 mol/l standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, ki jo uporabimo za slepi preskus, izveden po natančno enakih pogojih kot pri analizi,

A= ml 0,1 mol/l standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, ki se uporabi za analizo,

M= masa vzorca, izražena v gramih, navzoča v alikvotnem delu, odvzetem za analizo.

▼B

Opomba

(1) Po obarjanju z raztopinama barijevega hidroksida in natrijevega karbonata dopolnimo do oznake, filtriramo in čim hitreje nevtraliziramo.

(2) Titracijski preskus lahko izvedemo tudi z indikatorjem (4.29.2), vendar pa je določitev končne točke titracije v tem primeru težja.

7.2.6.4 Gravimetrična metoda s ksanthidrolom

V 250 ml čašo se z merilno pipeto prenesemo alikvot filtrata (7.2.1.1 ali 7.2.1.2), ki ne vsebuje več kot 20 mg sečnine. Dodamo 40 ml ocetne kisline (4.14). Eno minuto mešamo s stekleno paličico in pustimo pet minut, da se oborina usede. Na ravnem podstavku filtriramo v 100 ml čašo, izperemo z nekaj mililitri ocetne kisline (4.14), nato pa filtratu po kapljicah dodajamo 10 ml ksanthidrola (4.26) ob nenehnem mešanju s stekleno paličico. Pustimo, da se umiri, dokler ne začne nastajati oborina, v tem kritičnem času pa ponovno mešamo eno minuto ali dve. Pustimo stati eno uro in pol. Filtriramo skozi steklen filtrirni lonček, ki smo ga poprej osušili in stehtali, tako da ga rahlo pritiskamo navzdol; trikrat ga izperemo s 5 ml etanola (4.31), pri tem pa ne poskušamo odstraniti vso ocetno kislino. Postavimo v sušilnik in pustimo pri temperaturi 130 °C eno uro (temperatura naj ne preseže 145 °C). Pustimo, da se ohladi v eksikatorju in stehtamo.

7.2.6.5 Navedba rezultata

$$\%\ \text{urea N} + \text{biuret} = \frac{6,67 \times m_1}{M_2}$$

pri čemer je:

m_1 = masa dobljene oborine v gramih,

M_2 = masa vzorca, izražena v gramih, navzoča v alikvotnem deležu, odvzetem za določanje.

Popravek za slepi preskus Splošno rečeno, se biuret lahko določi skupaj s sečninskim dušikom brez večje napake, saj je njegova količina v sestavljenih gnojilih majhna glede na absolutno vrednost.

7.2.6.6 Metoda z razliko

Količina sečninskega dušika se lahko izračuna tudi po naslednji preglednici:

Primer	N v obliki nitrata	Amonijski dušik	N v obliki cianamida	Sečninski N
1	Ni navzoč	Navzoč	Navzoč	(7.2.2.4) - (7.2.5.5 + 7.2.7)
2	Navzoč	Navzoč	Navzoč	(7.2.3.2) - (7.2.5.5 + 7.2.7)
3	Ni navzoč	Navzoč	Ni navzoč	(7.2.2.4) - (7.2.5.5)
4	Navzoč	Navzoč	Ni navzoč	(7.2.3.2) - (7.2.5.5)

7.2.7 Dušik v obliki cianamida

Alikvotni delež filtrata (7.2.1.2), ki vsebuje 10 do 30 mg dušika v obliki cianamida, prenesemo v 250 ml čašo. Analizo nadaljujemo po metodi 2.4.

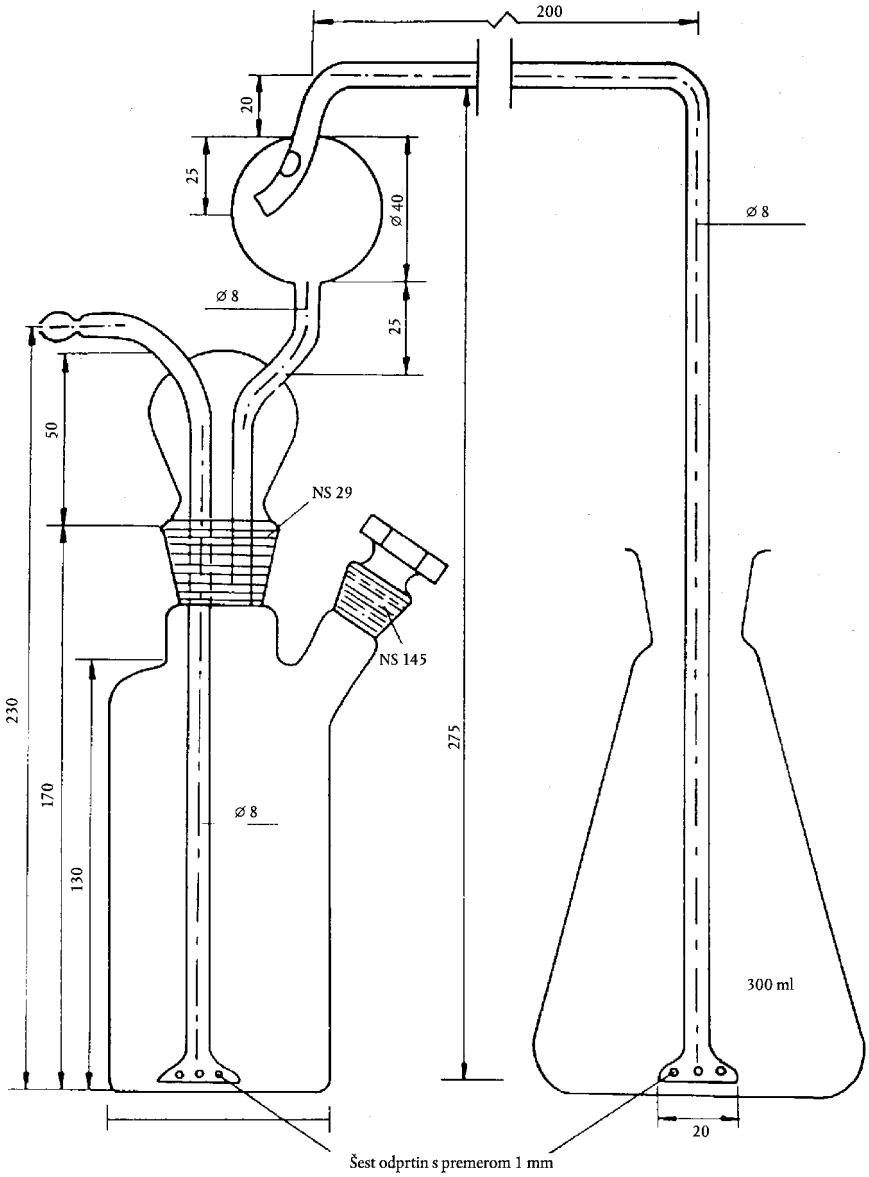
8. **Preverjanje rezultatov**

8.1 V nekaterih primerih lahko nastane razlika med količino skupnega dušika, ki smo ga dobili neposredno iz natehtanega vzorca (7.1), in skupnim topnim dušikom (7.2.2). Kljub temu pa razlika ne bi smela biti večja od 0,5 %. Če temu ni tako, gnojilo vsebuje oblike netopnega dušika, ki niso vključene na seznam v Prilogi I.

▼B

8.2 Pred vsako analizo preverimo, da aparatura pravilno deluje in da se uporablja prava metoda, s standardno raztopino, ki vključuje različne oblike dušika v razmerjih, podobnih tistim v preskusnem vzorcu. To standardno raztopino pripravimo iz standardnih raztopin kalijevega tiocianata (4.3), kalijevega nitrata (4.4), amonijevega sulfata (4.5) in sečnine (4.6).

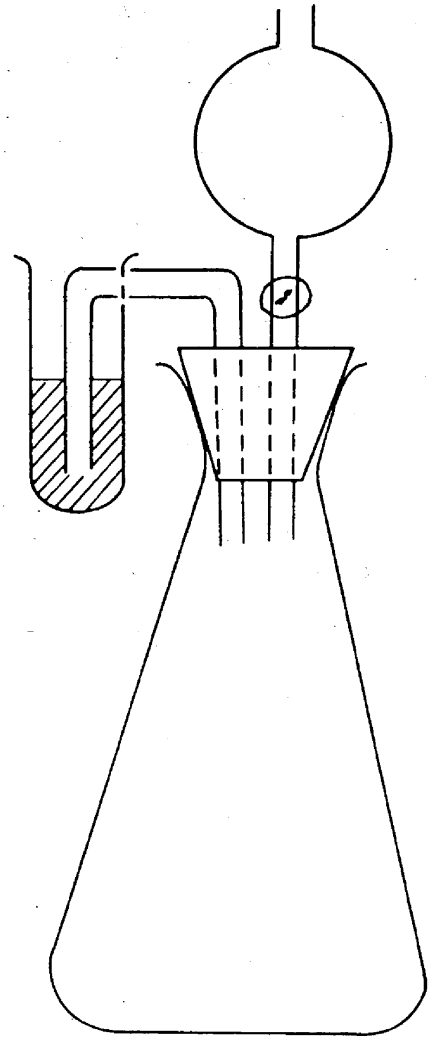
▼B



Slika 6

Aparatura za določanje amonijskega dušika (7.2.5.3)

▼B



Slika 7

Aparatura za določanje sečninskega dušika (7.2.6.1)

▼B

Metoda 2.6.2

Določanje različnih oblik dušika v gnojilih, ki vsebujejo dušik samo kot nitratni, amonijski in sečninski dušik

1. **Namen**

Namen tega dokumenta je natančno opredeliti poenostavljeno metodo določanja različnih oblik dušika v gnojilih, ki vsebujejo dušik samo kot nitratni, amonijski in sečninski dušik.

2. **Področje uporabe**

Ta metoda se lahko uporablja za vsa gnojila, navedena v Prilogi I, ki vsebujejo izključno nitratni, amonijski in sečninski dušik.

3. **Princip**

Na različnih deležih ene same raztopine vzorca se izvedejo naslednja določanja:

3.1 *Skupni topni dušik:*

3.1.1 če ni nitratov, z neposrednim Kjeldahlovim razklopom raztopine,

3.1.2 ob navzočnosti nitratov s Kjeldahlovim razklopom dela raztopine po redukciji po Ulschu; amonijak se v obeh primerih določi, kakor je opisano v metodi 2.1;

3.2 skupni topni dušik, razen nitratnega dušika, s Kjeldahlovim razklopom po odstranitvi nitratnega dušika z železovim sulfatom v kislem mediju; amonijak se določi, kakor je opisano v metodi 2.1;

3.3 nitratni dušik, z razliko med 3.1.2 in 3.2 ali med skupnim topnim dušikom (3.1.2) in vsoto amonijskega in sečninskega dušika (3.4 + 3.5);

3.4 amonijski dušik s hladno destilacijo po rahlem naalkaljenju; amonijak ulovimo v raztopini žveplove kisline in določimo kakor je opisano v metodi 2.1;

3.5 *sečninski dušik:*

3.5.1 s pretvorbo v amonijak s pomočjo ureaze, količina amonijaka se določi s titracijo s standardno raztopino klorovodikove kisline,

3.5.2 gravimetrično s ksanthidrolom: sočasno oborjeni biuret se lahko brez večje napake upošteva skupaj s sečninskim dušikom, saj je njegova vsebnost glede na absolutno vrednost v sestavljenih gnojilih na splošno nizka,

3.5.3 z razliko po naslednji preglednici:

Primer	Dušik v obliki nitrata	Amonijski dušik	Razlika
1	Ni navzoč	Navzoč	(3.1.1) – (3.4)
2	Navzoč	Navzoč	(3.2) – (3.4)

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 Kalijev sulfat za analizo

4.2 Železo za analizo, reducirano z vodikom (določena količina železa mora omogočiti redukcijo vsaj 50 mg nitratnega dušika).

4.3 Kalijev nitrat za analizo

4.4 Amonijev sulfat za analizo

4.5 Sečnina za analizo

▼M4

4.6 Raztopina žveplove kisline 0,1 mol/l

▼B

4.7 Raztopina koncentriranega natrijevega hidroksida: približno 30 % (masa/volumen) vodna raztopina NaOH brez amonijaka

4.8 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida: 0,2 mol/l, brez karbonatov

4.9 Žveplova kislina, z gostoto (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.10 Razredčena klorovodikova kislina: en volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) in en volumski del vode

4.11 Ocetna kislina: 96 do 100 %

4.12 Raztopina žveplove kisline, ki vsebuje približno 30 % H_2SO_4 (masa/volumen), brez amonijaka

4.13 Železov sulfat: kristalinični, $FeSO_4 \times 7H_2O$

▼M4

4.14 Volumetrična raztopina žveplove kisline: 0,05 mol/l

▼B

4.15 Oktanol

4.16 Nasičena raztopina kalijevega karbonata

4.17 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida: 0,1 mol/l

4.18 Nasičena raztopina barijevega hidroksida

4.19 Raztopina natrijevega karbonata: 10 % (masa/volumen)

4.20 Klorovodikova kislina: 2 mol/l

4.21 Raztopina klorovodikove kisline: 0,1 mol/l

4.22 *Raztopina ureaze*

Pripravimo suspenzijo 0,5 g aktivne ureaze v 100 ml destilirane vode z 0,1 mol/l klorovodikove kisline (4.21), pH uravnamo na 5,4, izmerjeno s pH-metrom.

4.23 *Ksanthidrol*

5 % raztopina v etanolu ali metanolu (4.28) (ne smejo se uporabljati proizvodi, ki dajejo visok delež netopne snovi); raztopina se lahko hrani tri mesece v steklenici, dobro zaprti z zamaškom, v temi.

4.24 *Katalizator*

Bakrov oksid (CuO): od 0,3 do 0,4 g na vsako določanje, ali enakovredna količina bakrovega sulfata pentahidrata ($CuSO_4$ x 5 H_2O) od 0,95 do 1,25 g na določanje.

4.25 Vrelni kamenčki, izprani s klorovodikovo kislino in prežarjeni

4.26 *Raztopine indikatorjev*

4.26.1 Mešani indikator

Raztopina A: 1 g metilno rdečega raztopimo v 37 ml 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida in do 1 litra dopolnimo z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega raztopimo v vodi in dopolnimo do enega litra.

En volumski del A zmešamo z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kisli raztopini, siv v nevtralni in zelen v alkalni raztopini. Uporabi se 0,5 ml (10 kapljic) tega indikatorja.

4.26.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče

0,1 g metilno rdečega raztopimo v 50 ml 95 % etanola. Dopolnimo z vodo do 100 ml in po potrebi filtriramo. Namesto prejšnjega indikatorja lahko uporabimo od štiri do pet kapljic tega.

4.27 *Indikatorski papirji*

Lakmus, bromotimol modri (ali drugi papirji, območje pH od 6 do 8).

4.28 Etanol ali metanol: 95 % (masa/volumen)

▼B

5. **Aparature**

5.1 *Aparatura za destilacijo*

glej metodo 2.1.

5.2 *Aparatura za določanje amonijskega dušika (7.5.1)*

Glej metodo 2.6.1 in sliko 6.

5.3 *Aparatura za določanje sečninskega dušika z metodo ureaze (7.6.1)*

Glej metodo 2.6.1 in sliko 7.

5.4 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto)

5.5 pH-meter

5.6 *Steklovina:*

merilne pipete 2, 5, 10, 20, 25, 50 in 100 ml,

Kjeldahlove bučke z dolgim vratom, 300 in 500 ml,

merilne bučke 100, 250, 500 in 1 000 ml,

filtrirni lončki iz taljenega stekla, premer luknjic od 5 do 15 μm,

terilnica.

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Metode**

7.1 *Priprava raztopine za analizo*

Na 1 mg natančno odtehtamo 10 g vzorca in prenesemo v 500 ml merilno bučko. Dodamo 50 ml vode in nato 20 ml razredčene klorovodikove kisline (4.10). Stresamo. Pustimo stati, da se konča sproščanje CO_2. Dodamo 400 ml vode, stresamo pol ure (5.4), dopolnimo z vodo do oznake, homogeniziramo in skozi suh filter filtriramo v suho posodo.

7.2 *Skupni dušik*

7.2.1 Če ni nitratov

V 300 ml Kjeldahlovo bučko s pipeto prenesemo delež filtrata (7.1), ki vsebuje največ 100 mg N. Dodamo 15 ml koncentrirane žveplove kisline (4.9), 0,4 g bakrovega oksida ali 1,25 g bakrovega sulfata (4.24) in nekaj steklenih kroglic za nadzorovanje vrenja. Sprva zmerno segrevamo, da spodbudimo reakcijo, nato pa močneje toliko časa, da se raztopina razbarva ali postane rahlo zelenkasta in se začnejo pojavljati vidne bele pare. Po ohlajanju raztopino prenesemo v destilacijsko bučko, razredčimo z vodo na približno 500 ml in dodamo nekaj vrelnih kamenčkov (4.25). Bučko priključimo na aparaturo za destilacijo (5.1) in izvedemo določanje, kakor je opisano v 7.1.1.2, metoda 2.6.1.

7.2.2 V navzočnosti nitratov

V 500 ml erlenmajerico s pipeto prenesemo delež filtrata (7.1), ki ne vsebuje več kot 40 mg nitratnega dušika. V tej fazi analize, skupna količina N ni pomembna. Dodamo 10 ml 30 % žveplove kisline (4.12), 5 g reduciranega železa (4.2) in erlenmajerico takoj pokrijemo z urnim steklom. Zmerno segrevamo toliko časa, da reakcija postane močna, toda ne preburna. Prenehamo segrevati in pustimo na sobni temperaturi vsaj tri ure. Tekočino kvantitativno prenesemo v 250 ml merilno bučko, neraztopljeno železo zanemarimo. Z vodo dopolnimo do oznake. Previdno homogeniziramo. Delež, ki vsebuje največ 100 mg N, se s pipeto prenesemo v 300 ml Kjeldahlovo bučko. Dodamo 15 ml koncentrirane žveplove kisline (4.9), 0,4 g bakrovega oksida ali 1,25 g bakrovega sulfata (4.24) in nekaj steklenih kroglic za nadzorovanje vrenja. Sprva zmerno segrevamo, da spodbudimo reakcijo, nato pa močneje toliko časa, da se raztopina razbarva ali postane rahlo zelenkasta in se začnejo pojavljati vidne bele pare. Po ohlajanju raztopino kvantitativno prenesemo v destilacijsko bučko, z vodo razredčimo približno do oznake 500 ml in dodamo nekaj vrelnih kamenčkov (4.25). Bučko priključimo na aparaturo za destilacijo

▼B

(5.1) in nadaljujemo določanje, kakor je opisano v 7.1.1.2, metoda 2.6.1.

7.2.3 Slepi preskus

Slepi preskus (brez vzorca) izvedemo pod enakimi pogoji in upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

7.2.4 Navedba rezultata

$$\% \text{ N (total)} = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

pri čemer je:

▼M4

a = ml standardne 0,2 mol/l raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.8), uporabljene v slepem testu, opravljenem tako, da se 50 ml volumetrične 0,1 mol/l raztopine žveplove kisline vnese v sprejemno posodo aparature (4.6),

▼B

A = ml titrirane 0,2 mol/l raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.8), ki se uporablja za analizo,

M = masa preskusnega vzorca, navzoča v alikvotu (7.2.1 ali 7.2.2), v gramih.

7.3 *Skupni dušik brez nitratnega N*

7.3.1 Analiza

V 300 ml Kjeldahlovo bučko s pipeto prenesemo alikvot filtrata (7.1), ki ne vsebuje več kot 50 mg N, ki ga bomo določili. Razredčimo z vodo do oznake 100 ml, dodamo 5 g železovega sulfata (4.13), 20 ml koncentrirane žveplove kisline (4.9) in nekaj steklenih kroglic za nadzorovanje vrenja. Sprva segrevamo zmerno, nato močneje toliko časa, da se pojavijo bele pare. Reakcija naj traja 15 minut. Prenehamo segrevati in dodamo 0,4 g bakrovega oksida ali 1,25 g bakrovega sulfata (4.24) kot katalizator. Ponovno segrevamo in pustimo, da se bele pare razvijajo še 10 do 15 minut. Po ohlajanju vsebino Kjeldahlove bučke kvantitativno prenesemo v destilacijsko bučko (5.1). Razredčimo z vodo do oznake približno 500 ml in dodamo nekaj vrelnih kamenčkov (4.25). Bučko priključimo na aparaturo za destilacijo in nadaljujemo z destilacijo, kakor je opisano v 7.1.1.2, metoda 2.6.1.

7.3.2 Slepi preskus

Glej 7.2.3.

7.3.3 Navedba rezultata

$$\% \text{ N (total)} = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

pri čemer je:

▼M4

a = ml volumetrične 0,2 mol/l raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.8), uporabljene v slepem testu, opravljenem tako, da se 50 ml volumetrične 0,1 mol/l raztopine žveplove kisline s pipeto prenese v sprejemno posodo aparature (4.6),

▼B

A = ml titrirane 0,2 mol/l raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, ki se uporablja za analizo,

M = masa vzorca, navzoča v alikvotu, ki se uporablja za določanje, v gramih.

7.4 *Nitratni dušik*

Dobimo z razliko med:

7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.3)

ali

7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.5)

▼B

ali

7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.6)

7.5 *Amonijski dušik*

7.5.1 Analiza

V suho bučko aparature (5.2) s pipeto prenesemo delež filtrata (7.1), ki vsebuje največ 20 mg amonijskega N. Aparaturo sestavimo. ►M4 V 300-mililitrsko erlenmajerico se s pipeto prenese natančno 50 ml 0,05 mol/l volumetrične raztopine žveplove kisline (4.14) in količina destilirane vode, ki zadostuje, da njena površina seže približno 5 cm nad odprtino dovodne cevi. ◄ Skozi stranski vrat reakcijske bučke dodamo toliko destilirane vode, da skupni volumen znaša približno 50 ml. Stresamo. Da preprečimo penjenje pri uvajanju plina, dodamo nekaj kapljic oktanola (4.15). Dodamo 50 ml nasičene raztopine kalijevega karbonata (4.16) in takoj pričnemo z odstranjevanjem amonijaka, ki se sprošča iz hladne suspenzije. Močan tok zraka (pretok približno tri litre na minuto), ki je za to potreben, poprej prečistimo tako, da ga spustimo skozi izpiralki, ki vsebujeta razredčeno žveplovo kislino in razredčen natrijev hidroksid. Namesto zraka pod tlakom lahko uporabimo tudi vakuum (vodna sesalna črpalka), če so priključki na aparaturi izvedeni tako, da ne prepuščajo zraka.

Odstranjevanje amonijaka se običajno konča po treh urah.

Zaželeno pa je, da se zaradi sigurnosti zamenja erlenmajerica. Ko je postopek končan, erlenmajerice odstranimo z aparature in z malo destilirane vode izperemo konec dovodne cevi in stene erlenmajerice, presežek kisline pa titriramo s standardno 0,1 mol/l raztopino natrijevega hidroksida (4.17).

7.5.2 Slepi preskus

Glej 7.2.3.

7.5.3 Navedba rezultata

$$\%\ \mathrm{N\ (ammoniacal)} = \frac{(a - A)\ \times\ 0,14}{M}$$

pri čemer je:

▼M4

a = ml standardne 0,1 mol/l raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.17), uporabljene v slepem testu, opravljenem tako, da se 50 ml standardne 0,05 mol/l raztopine žveplove kisline (4.14) s pipeto prenese v 300-mililitrsko erlenmajerico aparature (5.2),.

▼B

A = ml titrirane 0,1 mol/l raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, ki se uporablja za analizo (4.17),

M = masa vzorca, izražena v gramih, navzoča v alikvotnem deležu, odvzetem za analizo.

7.6 *Sečninski dušik*

7.6.1 Metoda z ureazo

V 500 ml merilno bučko s pipeto prenesemo delež filtrata (7.1), ki ne vsebuje več kot 250 mg sečninskega dušika. Za obarjanje fosfatov dodajamo ustrezno količina nasičene raztopine barijevega hidroksida (4.18) toliko časa, da pri nadaljnjem dodajanju oborina ne nastaja več. Presežek barijevih ionov (in neraztopljene kalcijeve ione) odstranimo z 10 % raztopino natrijevega karbonata (4.19). Pustimo, da se usede in preverimo, ali je obarjanje končano. Dopolnimo do oznake, homogeniziramo in filtriramo skozi naguban filter. S pipeto prenesemo 50 ml filtrata v 300 ml erlenmajerico aparature (5.3). Nakisamo z 2 mol/l klorovodikovo kislino (4.20) na pH 3.0, ki ga izmerimo s pH-metrom. pH povečamo na 5,4 z 0,1 mol/l natrijevim hidroksidom (4.17). Da preprečimo izgubo amonijaka, pri hidrolizi z ureazo, erlenmajerico zapremo s čepom, pritrjenim na kapalni lij in zaščitno posodico, ki drži točno 2 ml 0,1 mol/l raztopine klorovodikove kisline. Po kapalnem liju dodamo 20 ml raztopine ureaze (4.22). Pustimo eno uro na 20 do 25 °C. S pipeto prenesemo 25 ml standardne 0,1 mol/l

▼B

raztopine klorovodikove kisline (4.21) v kapalni lij, pustimo, da se izlije v raztopino, in nato izperemo z malo vode. Vsebino varovalne posode prav tako prenesemo v raztopino, ki je v erlenmajerici. Presežek kisline titriramo s standardno 0,1 mol/l raztopino natrijevega hidroksida (4.17) toliko časa, da dobimo pH 5.4, ki ga merimo s pH-metrom.

P r i p o m b e

1. Po obarjanju z raztopinama barijevega hidroksida in natrijevega karbonata, do oznake dopolnimo z vodo, filtriramo in čimprej nevtraliziramo.

2. Titracijo lahko ocenimo tudi z indikatorjem (4.26), čeprav je spremembo barve težje opazovati.

7.6.2 Slepi preskus

Glej 7.2.3.

7.6.3 Navedba rezultata

$$\% \text{ N (urea)} = \frac{(a - A) \times 0,14}{M}$$

pri čemer je:

a = ml titrirane 0,1 mol/l raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.17), ki se uporablja pri slepem preskusu, opravljenem pri natančno enakih pogojih kakor analiza,

A = ml titrirane 0,1 mol/l raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida (4,17), ki se uporablja za analizo,

M = masa vzorca, navzoča v alikvotu, uporabljenem za analizo, v gramih.

7.6.4 Gravimetrična metoda s ksanthidrolom

V 100 ml čašo s pipeto prenesemo delež filtrata (7.1), ki ne vsebuje več kakor 20 mg sečnine. Dodamo 40 ml ocetne kisline (4.11). Eno minuto mešamo s stekleno paličico. Pustimo, da se morebitna oborina useda pet minut. Filtriramo in izperemo z nekaj mililitri ocetne kisline (4.11). Filtratu po kapljicah dodamo 10 ml ksanthidrola (4.23) med stalnim mešanjem s stekleno paličico. Pustimo, da se raztopina ustali in začne nastajati oborina, v tej fazi ponovno mešamo eno do dve minuti. Pustimo stati eno uro in pol. Ob rahlo znižanem tlaku filtriramo prek filtrirnega lončka, ki smo ga poprej osušili in stehtali; trikrat izperemo s 5 ml etanola (4.28), pri čemer se ne trudimo, da bi odstranili vso ocetno kislino. Prenesemo v sušilnik, naravnan na 130 °C za eno uro (ne presegati 145 °C). Pustimo, da se raztopina ohladi v eksikatorju in stehtamo.

7.6.5 Navedba rezultata

$$\% \text{ N (urea)} = \frac{6,67 \times m}{M}$$

pri čemer je:

m_1 = masa dobljene oborine, v gramih,

M = masa vzorca, navzoča v alikvotu, ki se uporablja za določanje, v gramih.

Vnesemo popravke za slepi preskus. Biuret se na splošno lahko upošteva skupaj s sečninskim dušikom brez večje napake, saj je njegova količina v sestavljenih gnojilih absolutno majhna.

7.6.6 Metoda z razliko

Sečninski N se lahko izračuna tudi, kakor je navedeno v naslednji preglednici:

▼B

Primer	Nitratni N	Amonijski dušik	Sečninski N
1	Ni navzoč	Navzoč	(7.2.4) - (7.5.3)
2	Navzoč	Navzoč	(7.3.3) - (7.5.3)

8. **Preverjanje rezultata**

Pred vsako analizo preverimo delovanje aparature in uporabo prave metode s standardno raztopino, ki vsebuje različne oblike dušika v razmerjih, podobnih razmerjem v vzorcu. To standardno raztopino pripravimo iz standardnih raztopin kalijevega nitrata (4.3), amonijevega sulfata (4.4) in sečnine (4.5).

Metode 3

Fosfor

Metoda 3.1

Ekstrakcije

Metoda 3.1.1

Ekstrakcija fosforja, topnega v anorganskih kislinah

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opisan postopek za določanje količine fosforja, topnega v anorganskih kislinah.

2. **Področje uporabe**

Uporablja se izključno za fosfatna gnojila iz seznama v Prilogi I.

3. **Princip**

Ekstrakcija fosforja v gnojilu z mešanico dušikove kisline in žveplove kisline.

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 Žveplova kislina (d_{20} = 1,84 g/ml).

4.2 Dušikova kislina (d_{20} = 1,40 g/ml).

5. **Aparature**

Standardne laboratorijske aparature.

5.1 Kjeldahlova bučka s prostornino vsaj 500 ml ali 250 ml bučka z ovalnim dnom in stekleno cevjo, ki sestavlja povratni kondenzator.

5.2 500 ml merilna bučka.

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Vzorec*

Na 0,001 g natančno odtehtamo 2,5 g pripravljenega vzorca in prenesemo v suho Kjeldahlovo bučko.

7.2 *Ekstrakcija*

Dodamo 15 ml vode in mešamo, tako da snov suspendiramo. Dodamo 20 ml dušikove kisline (4.2) in previdno še 30 ml žveplove kisline (4.1).

▼B

Ko začetna burna reakcija poneha, vsebino bučke počasi segrevamo do vrelišča in pustimo vreti 30 minut. Pustimo, da se ohladi, in nato ob mešanju previdno dodamo 150 ml vode. Vre naj še 15 minut.

Popolnoma ohladimo in tekočino kvantitativno prenesemo v 500 ml merilno bučko. Dopolnimo do oznake, premešamo in filtriramo skozi suh naguban filter, brez fosfatov, prvi del filtrata zavržemo.

7.3 *Določanje*

Določanje količine fosforja izvedemo z metodo 3.2 na alikvotnem deležu tako dobljene raztopine.

Metoda 3.1.2

Ekstrakcija fosforja, topnega v 2 % mravljični kislini (20 g na liter)

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje količine fosforja, topnega v 2 % mravljični kislini (20 g na liter).

2. **Področje uporabe**

Izključno samo naravni mehki fosfati.

3. **Princip**

Da bi razlikovali med naravnimi trdimi in mehkimi fosfati, se fosfor, topen v mravljični kislini, ekstrahira po natančno določenih pogojih.

4. **Reagenti**

4.1 *Mravljična kislina, 2 % (20 g na liter)*

Opomba

82 ml mravljične kisline (koncentracije 98 do 100 %, d_{20} = 1,22) z destilirano vodo razredčimo na pet litrov.

5. **Aparature**

Standardne laboratorijske aparature

5.1 500 ml merilna bučka (npr. Stohmann)

5.2 Rotacijski stresalnik (35 do 40 vrtljajev na minuto)

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Vzorec*

Na 0,001 g natančno odtehtamo 5 g pripravljenega vzorca in prenesemo v suho 500 -ml Stohmannovo merilno bučko (5.1) s širokim vratom.

7.2 *Ekstrakcija*

Ob stalnem ročnem obračanju bučke dodajamo 2 % mravljično kislino pri 20 (± 1) °C (4.1) toliko časa, da je približno 1 cm pod oznako, in dopolnimo do oznake. Bučka zapremo z gumijastim zamaškom in stresamo 30 minut pri 20 ± 2 °C na rotacijskem stresalniku (5.2).

Raztopina filtriramo skozi suh naguban filter, brez fosfatov, v suho stekleno sprejemno posodo. Prvi del filtrata zavržemo.

7.3 *Določanje*

Količino fosforja določimo po metodi 3.2 v alikvotnem deležu popolnoma bistrega filtrata.

▼B

Metoda 3.1.3

Ekstrakcija fosforja, topnega v 2 % citronski kislini (20 g na liter)

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje količine fosforja, topnega v 2 % citronski kislini (20 g na liter).

2. **Področje uporabe**

Uporabna je samo za vrste bazične žlindre (glej Prilogo I A).

3. **Princip**

Ekstrakcija fosforja iz gnojila z 2 % raztopino citronske kisline (20 g na liter) pri danih pogojih.

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 *2 % raztopina citronske kisline (20 g na liter), pripravljena iz kristalinične citronske kisline ($C_6H_8O_7 \times H_2O$)*

Opomba

Koncentracijo citronske kisline v tej raztopini preverimo s titracijo 10 ml te kisline s standardno 0,1 mol/l raztopino natrijevega hidroksida in fenolftaleinom kot indikatorjem.

Če je koncentracija raztopine prava, se pri titraciji porabi 28,55 ml standardne raztopine.

5. **Aparature**

5.1 Rotacijski stresalnik (35 do 40 vrtljajev na minuto)

6. **Priprava vzorca**

Izvedemo analizo vzorca, kakršnega smo prejeli, po previdnem mešanju prvotnega vzorca, da zagotovimo njegovo homogenost. Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Vzorec*

Na 0,001 g natančno odtehtamo 5 g pripravljenega vzorca in prenesemo v suho bučko z dovolj širokim vratom in prostornino 600 ml, ki omogoča, da vsebino dobro pretresemo.

7.2 *Ekstrakcija*

Pri 20 ± 1 °C dodamo 500 ± 1 ml raztopine citronske kisline. Ko dodajamo prve mililitre reagenta, ročno močno stresamo, da preprečimo nastajanje kep in lepljenje snovi na stene. Bučko zapremo z gumijastim zamaškom in stresamo na rotacijskem stresalniku (5.1) natančno 30 minut pri temperaturi 20 ± 2 °C.

Takoj filtriramo skozi suh naguban filter, brez fosfatov, v suho stekleno sprejemno posodo in zavržemo prvih 20 ml filtrata. Nadaljujemo s filtriranjem toliko časa, da dobimo toliko filtrata, da zadošča za določanje fosforja.

7.3 *Določanje*

Količino fosforja določimo po metodi 3.2 na alikvotnem deležu tako dobljene raztopine.

Metoda 3.1.4

Ekstrakcija fosforja, topnega v nevtralnem amonijevem citratu

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje količine fosforja, topnega v nevtralnem amonijevem citratu.

▼B

2. **Področje uporabe**

Vsa gnojila, za katera je določena topnost v nevtralnem amonijevem citratu (glej Prilogo I).

3. **Princip**

Ekstrakcija fosforja pri temperaturi 65 °C z raztopino nevtralnega amonijevega citrata (pH 7,0) po natančno določenih pogojih.

4. **Reagent**

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 *Raztopina nevtralnega amonijevega citrata (pH 7,0)*

Ta raztopina mora vsebovati 185 g kristalinične citronske kisline na liter in imeti specifično maso 1,09 pri 20 °C ter pH 7,0.

Reagent pripravimo takole:

370 g kristalinične citronske kisline ($C_6H_8O_7 \times H_2O$) raztopimo v približno 1,5 litra vode in z dodatkom 345 ml raztopine amonijevega hidroksida (od 28 do 29 % NH_3) pripravimo približno nevtralno raztopino. Če je koncentracija NH_3 nižja od 28 %, dodamo ustrezno večjo količino raztopine amonijevega hidroksida in citronsko kislino razredčimo v ustrezno manjših količinah vode.

Raztopino ohladimo in natančno nevtraliziramo tako, da v raztopino potopimo elektrodi pH-metra. Ob stalnem mešanju (z mehanskim mešalcem) po kapljicah dodajamo raztopini amonijaka, ki vsebuje 28 do 29 % NH_3, toliko časa, da dobimo pH natančno 7,0 pri temperaturi 20 °C. V tej fazi volumen povečamo na dva litra in ponovno preverimo pH. Reagent hranimo v zaprti posodi in redno preverjamo pH.

5. **Aparature**

5.1 Dvolitrska čaša

5.2 pH-meter

5.3 200 ali 250 ml erlenmajerica

5.4 500 ml merilne bučke in 2000 ml merilna bučka

5.5 Vodna kopel, ki se lahko nastavi na 65 °C in je opremljena z ustreznim mešalcem (glej sliko 8)

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Vzorec*

1 ali 3 g gnojila za analizo (glej Prilogo I A in B k uredbi) prenesemo v 200 ali 250 ml erlenmajerico, ki vsebuje 100 ml raztopine amonijevega citrata in smo jo predhodno segreli na 65 °C.

7.2 *Analiza raztopine*

Erlenmajerico zapremo s zamaškom in stresamo, da se gnojilo suspendira brez nastajanja kep. Za trenutek zamašek odstranimo, da izenačimo tlak, in erlenmajerico znova zapremo. Bučko postavimo v vodno kopel nastavljeno tako, na ima vsebina bučke natančno 65 °C in jo priključimo na mešalec (glej sliko 8). Med mešanjem mora biti raven suspenzije v bučki stalno pod ravnijo vode v vodni kopeli ([1]). Mehansko mešanje uravnamo tako, da zagotovimo popolno suspendiranje.

Po natanko enournem mešanju erlenmajerico odstranimo iz vodne kopeli.

Vsebino erlenmajerice takoj ohladimo pod tekočo vodo na sobno temperaturo in jo takoj kvantitativno prenesemo v 500 ml bučko s pomočjo puhalke. Dopolnomo z vodo do oznake. Dobro premešamo. Filtriramo skozi suh naguban filter (srednja hitrost, brez fosfatov) v suho sprejemno posodo in zavržem prvi del filtrata (približno 50 ml).

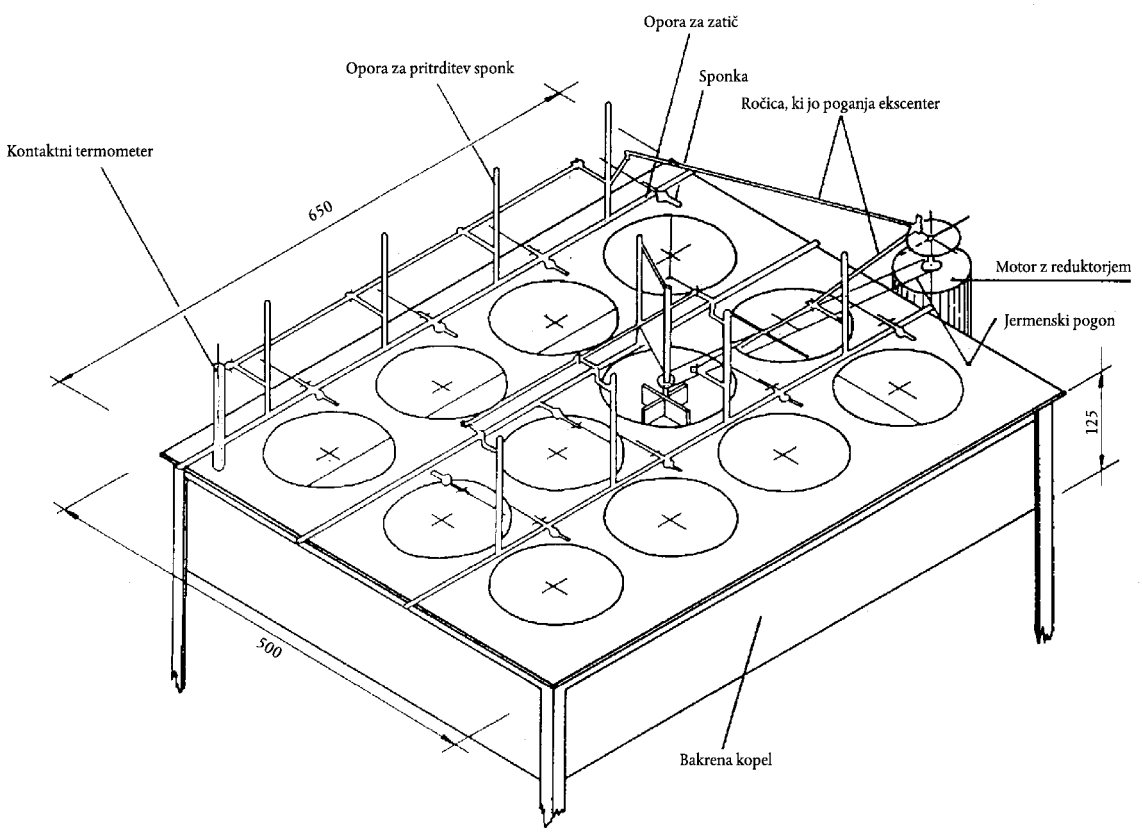
([1]) Če mehanskega mešalca ni na voljo, lahko bučko lahko ročno stresamo vsakih pet minut.

▼B

Zbrali bomo približno 100 ml bistrega filtrata.

7.3 *Določanje*

Količino fosforja v ekstraktu določimo po metodi 3.2.



Slika 8

▼B

Metode 3.1.5

Ekstrakcija z alkalnim amonijevim citratom

Metoda 3.1.5.1

Ekstrakcija topnega fosforja po Petermannu pri 65 °C

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje količine fosforja topnega v alkalnem amonijevem citratu.

2. **Področje uporabe**

Izključno za oborjeni dikalcijev fosfat dihidrat ($CaHPO_4 \times 2H_2O$).

3. **Princip**

Ekstrakcija fosforja pri temperaturi 65 °C z alkalno raztopino amonijevega citrata (Petermann) po predpisanih pogojih.

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda, ki ima enake lastnosti kot destilirana voda.

4.1

Raztopina po Petermannu

4.2 *Lastnosti*

▼M4

citronska kislina ($C_6H_8O_7.H_2O$): 173 g na liter.

Amonijak: 42 g dušika v obliki amonijaka na liter.

Žveplova kislina 0,25 mol/l.

pH med 9,4 in 9,7.

▼B

Priprava iz diamonijevega citrata

V petlitrski standardni bučki raztopimo 931 g diamonijevega citrata (z molekulsko težo 226,19) v približno 3 500 ml vode. Postavimo v kopel s tekočo vode, mešamo in hladimo ter v majhnih količinah dodajamo amonijak. Na primer, za d_{20} = 0,906 g/ml, kar ustreza deležu 20,81 masnega odstotka amonijskega dušika, je treba uporabiti 502 ml raztopine amonijaka. Temperaturo naravnamo na 20 °C in dopolnimo z destilirano vodo do oznake. Mešamo.

Priprava iz citronske kisline in amonijaka

V posodi s prostornino približno pet litrov v približno 2 500 ml destilirane vode raztopimo 865 g citronske kisline monohidrata. Posodo postavimo v ledeno kopel in po liju, katerega cevka je potopljena v raztopino citronske kisline, ob stalnem stresanju v majhnih količinah dodajamo raztopino amonijaka. Na primer, za d_{20} = 0,906 g/ml, kar ustreza deležu 20,81 masnega odstotka amonijskega dušika, je treba dodati 1 114 ml raztopine amonijaka. Temperaturo naravnamo na 20 °C, prenesemo v petlitrsko merilno bučko, dopolnimo z destilirano vodo do oznake in premešamo.

Vsebnost amonijskega dušika preverimo takole

25 ml raztopine prenesemo v 250 ml standardno bučko in dopolnimo z destilirano vodo do oznake. Premešamo. Vsebnost amonijskega dušika določimo na 25 ml navedene raztopine po metodi 2.1. Če je koncentracija raztopine prava, moramo porabiti 15 ml 0,5 mol/l H_2SO_4.

Če je vsebnost dušika v obliki amonijaka večja od 42 g na liter, se lahko NH_3 izloči s tokom inertnega plina ali z zmernim segrevanjem, dokler pH spet ne doseže 9,7. Izvedemo drugo določanje.

Če je vsebnost amonijskega dušika manjša od 42 g na liter, bo masi M raztopine amonijaka treba dodati:

▼B

$$M = (42 - n \times 2,8) \times \frac{500}{20,81} g$$

or a volume

$$V = \frac{M}{0,906}$$

at 20 °C.

Če je V manjši od 25 ml, skupaj z maso citronske kisline v prahu, enako V × 0,173 g, dodamo neposredno v petlitrsko bučko.

Če je V večji od 25 ml, je primerno pripraviti nov liter reagenta na naslednji način.

Odtehtamo 173 g citronske kisline. Raztopimo jo v 500 ml vode. Ob navedenih varnostnih ukrepih dodamo ne več kot 225 + V × 1 206 ml raztopine amonijaka, ki smo jo uporabili za pripravo pet litrov reagenta. Dopolnimo z vodo do oznake. Premešamo.

Dobljeni liter zmešamo s 4 975 ml predhodno pripravljene raztopine.

5. **Aparature**

5.1 Vodna kopel, ki jo lahko naravnamo na temperaturo 65 (± 1) °C

5.2 500 ml merilna bučka (npr. Stohmann)

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Vzorec*

Na 0,001 g natančno odtehtamo 1 g pripravljenega vzorca in prenesemo v 500 merilnobučko(5.2).

7.2 *Ekstrakcija*

Dodamo 200 ml alkalne raztopine amonijevega citrata (4.1). Bučko zapremo s zamaškom in ročno močno stresamo, da preprečimo nastajanje kep ter lepljenje snovi na stene.

Bučko postavimo v vodno kopel, naravnano na 65 °C in prve pol ure stresamo vsakih pet minut. Po vsakem stresanju zamašek odpremo, da se tlak izenači. Raven vode v vodni kopeli mora biti nad ravnijo raztopine v bučki. Bučko pustimo stati v vodni kopeli še eno uro pri 65 °C in stresamo vsakih 10 minut. Bučko odstranimo, ohladimo na temperaturo približno 20 °C in do oznake 500 ml dopolnimo z vodo. Premešamo in filtriramo skozi suh naguban filter, brez fosfatov, prvi del filtrata zavržemo.

7.3 *Določanje*

Določanje količine ekstrahiranega fosfata izvedemo na alikvotnem deležu tako dobljene raztopine po metodi 3.2

Metoda 3.1.5.2

Ekstrakcija topnega fosforja po Petermannu pri sobni temperaturi

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje količine fosforja, topnega v hladnem alkalnem amonijevem citratu.

2. **Področje uporabe**

Izključno za razgrajene fosfate.

▼B

3. **Princip**

Ekstrakcija fosforja pri temperaturi približno 20 °C z alkalno raztopino amonijevega citrata (raztopina po Petermannu) v posebnih pogojih.

4. **Reagent**

Glej metodo 3.1.5.1.

5. **Aparature**

5.1 Standardna laboratorijska oprema in 250 ml merilna bučka (npr. Stohmann)

5.2 Rotacijski stresalnik (35 do 40 vrtljajev na minuto)

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Vzorec*

Na 0,001 g natančno odtehtamo 2,5 g pripravljenega vzorca in prenesemo v 250 ml merilno bučko (5.1).

7.2 *Ekstrakcija*

Dodamo majhno količino raztopine po Petermannu pri 20 °C, močno stresamo, da preprečimo nastajanje kep in lepljenje snovi na steno bučke. Dopolnimo z isto raztopino do oznake in bučko zapremo z gumijastim zamaškom.

Na rotacijskem stresalniku stresamo dve uri (5.2). Nato takoj filtriramo skozi suh, naguban filter, brez fosfatov, v suho posodo in zavržemo prvi del filtrata.

7.3 *Določanje*

Določanje količine fosforja bomo izvedli na alikvotnem deležu tako dobljene raztopine po metodi 3.2

Metoda 3.1.5.3

Ekstrakcija fosforja, topnega v Jouliejevem alkalnem amonijevem citratu

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje količine fosforja, topnega v Jouliejevem alkalnem amonijevem citratu.

2. **Področje uporabe**

Vsa enostavna in sestavljena fosfatna gnojila, v katerih je fosfat vezan z aluminijem in kalcijem.

3. **Princip**

Ekstrakcija ob močnem stresanju z alkalno raztopino amonijevega citrata po predpisani specifikaciji (in kadar je to primerno, v navzočnosti oksina), pri približno 20 °C.

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 *Jouliejeva alkalna raztopina amonijevega citrata*

Ta raztopina vsebuje 400 g citronske kisline in 153 g NH_3 na liter. Vsebnost prostega amonijaka v raztopini je približno 55 g na liter. Pripravimo jo lahko po eni izmed spodaj opisanih metod.

4.1.1 V litrski merilni bučki raztopimo 400 g citronske kisline ($C_6H_8O_7 \times H_2O$) v približno 600 ml amonijaka (d_{20} = 0,925 g/ml, tj. 200 g NH_3 na liter). Citronsko kislino dodajamo zaporedno v količinah od 50 do 80 g pri temperaturi naravnani pod 50 °C. Dopolnimo z amonijakom do oznake.

▼B

4.1.2 V litrski merilni bučki v 300 ml vode raztopimo 432 g diamonijevega citrata ($C_6H_{14}N_2O_7$). Dodamo 440 ml amonijaka (d_{20} = 0,925 g/ml). Dopolnimo z vodo do oznake.

O p o m b a

Preverjanje skupne vsebnosti amonijaka.

10-mililitrski vzorec raztopine citrata prenesemo v 250 ml bučko. Z destilirano vodo dopolnimo do oznake. Določimo vsebnost amonijskega dušika na 25 ml te raztopine po metodi 2.1.

▼M4

1 ml H_2SO_4 0,25 mol/l = 0,008516 g NH_3.

▼B

Pri teh pogojih je koncentracija reagenta prava, če je število mililitrov porabljenih za titracijo med 17,7 in 18 ml.

Če ni tako, dodamo 4,25 ml amonijaka (d_{20} = 0,925 g/l) na vsak 0,1 ml porabe pod 18 ml, kot je navedeno zgoraj.

4.2 8-hidroksikinolin (oksin), v prahu.

5. **Aparature**

5.1 Standardna laboratorijska oprema in majhna steklena ali porcelanasta terilnica s pestilom

5.2 500 ml merilne bučke

5.3 1 000 ml merilna bučka

5.4 Rotacijski stresalnik (35 do 40 vrtljajev na minuto)

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Vzorec*

Na 0,0005 g natančno odtehtamo 1 g pripravljenega vzorca in prenesemo v majhno terilnico. Dodamo približno 10 kapljic citrata (4.1), da se vzorec navlaži in ga s pestilom zelo previdno zdrobimo.

7.2 *Ekstrakcija*

Dodamo 20 ml amonijevega citrata (4.1) in zmešamo, da dobimo pasto in jo pustimo stati približno eno minuto.

Tekočino odlijemo v 500 ml merilno bučko in zadržimo delce, ki predhodno kljub vlagi morda niso razpadli. Ostanku dodamo 20 ml raztopine citrata (4.1), zdrobimo, kakor je opisano zgoraj in odlijemo tekočino v merilno bučko. Postopek ponovimo štirikrat, tako da na koncu pete ponovitve ves vzorec lahko prelijemo v bučko. Skupna količina citrata, uporabljenega v teh postopkih, mora biti približno 100 ml.

Terilnico in pestilo izperemo nad merilno bučko s 40 ml destilirane vode.

Bučko, zaprto s zamaškom, tri ure stresamo na rotacijskem stresalniku (5.4).

Bučko pustimo stati od 15 do 16 ur, nato pa ponovno stresamo še tri ure po enakih pogojih. Med celotnim postopkom ohranjamo temperaturo 20 ± 2 °C.

Dopolnimo z destilirano vodo do oznake. Filtriramo skozi suh filter, prvi del filtrata zavržemo in bistri filtrat zberemo v suho bučko.

7.3 *Določanje*

Določanje ekstrahiranega fosforja bomo izvedli po metodi 3.2 na alikvotnem deležu tako dobljene raztopine.

8. **Dodatek**

Uporaba oksina omogoča uporabo te metode za gnojila, ki vsebujejo magnezij. Ta uporaba se priporoča, če je razmerje med vsebnostima

▼B

magnezija in fosforjevega oksida višje od 0,03 ($Mg/P_2O_5 > 0,03$). Če je tako, navlaženemu vzorcu za analizo dodamo 3 g oksina. Uporaba oksina, če magnezij ni navzoč, najverjetneje ne bo znatno vplivala na določanje. Če vemo, da magnezij ni navzoč, se je uporabi oksina mogoče tudi izogniti.

Metoda 3.1.6

Ekstrakcija fosforja, topnega v vodi

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje količine fosforja, topnega v vodi.

2. **Področje uporabe**

Vsa gnojila, vključno s sestavljenimi gnojili, pri katerih se bo določal fosfor, topen v vodi.

3. **Princip**

Ekstrakcija v vodi s stresanjem pri predpisanih pogojih.

4. **Reagent**

Destilirana ali demineralizirana voda.

5. **Aparature**

5.1 500 ml merilna bučka (npr. Stohmann)

5.2 Rotacijski stresalnik (35 do 40 obratov na minuto)

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Vzorec*

Na 0,001 g natančno odtehtamo 5 g pripravljenega vzorca in prenesemo v 500 merilno bučko (5.1).

7.2 *Ekstrakcija*

V bučko dodamo 450 ml vode, katere temperatura mora biti med 20 in 25 °C.

30 minut stresamo na rotacijskem stresalniku (5.2).

Dopolnimo z vodo do oznake, dobro premešamo s stresanjem in filtriramo skozi suh naguban filter, brez fosfatov, v suho posodo.

7.3 *Določanje*

Določanje fosforja izvedemo na alikvotnem deležu tako pridobljene raztopine po metodi 3.2

Metoda 3.2

Določanje ekstrahiranega fosforja

(Gravimetrična metoda s kinolinfosfomolibdatom)

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje fosforja v ekstraktih iz gnojil.

2. **Področje uporabe**

Metoda se uporablja za vse ekstrakte gnojil ([1]) , za določanje količin različnih oblik fosforja.

([1]) Fosfor, topen v mineralnih kislinah, fosfor topen v vodi, fosfor topen v raztopinah amonijevega citrata, fosfor topen v 2 % citronski kislini in fosfor topen v 2 % mravljični kislini.

▼B

3. **Princip**

Po eventuelni hidrolizi neortofosfatnih oblik fosforja, se ortofosfatni ioni obarjajo v kislem mediju v obliki kinolin fosfomolibdata.

Po filtraciji in izpiranju oborino sušimo pri 250 °C in stehtamo.

Pri zgoraj navedenih pogojih, spojine, ki se bodo verjetno nahajale v raztopini (anorganske in organske kisline, ioni amonijaka, topni silikati itd.), ne bodo motile, če za obarjanje uporabimo reagent na podlagi natrijevega ali amonijevega molibdata.

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 Koncentrirana dušikova kislina (d_{20} = 1,40 g/ml)

4.2 *Priprava reagenta*

4.2.1 Priprava reagenta na podlagi natrijevega molibdata

Raztopina A: 70 g natrijevega molibdata dihidrata raztopimo v 100 ml destilirane vode.

Raztopina B: 60 g citronske kisline monohidrata raztopimo v 100 ml destilirane vode in dodamo 85 ml koncentrirane dušikove kisline (4.1).

Raztopina C: Raztopino A vmešamo v raztopino B, da dobimo raztopino C.

Raztopina D: V 50 ml destilirane vode dodamo 35 ml koncentrirane dušikove kisline (4.1) in nato 5 ml sveže destiliranega kinolina. To raztopino dodamo raztopini C, dobro premešamo in v temi pustimo stati čez noč. Po tem z destilirano vodo dopolnimo do oznake 500 ml, ponovno premešamo in filtriramo prek filtrirnega lija (nuče) iz taljenega stekla (5.6).

4.2.2 Priprava reagenta na podlagi amonijevega molibdata.

Raztopina A: V 300 ml destilirane vode ob rahlem segrevanju in občasnem mešanju raztopimo 100 g amonijevega molibdata.

Raztopina B: 120 g monohidrata citronske kisline raztopimo v 200 ml destilirane vode, dodamo 170 ml koncentrirane dušikove kisline (4.1).

Raztopina C: 10 ml sveže destiliranega kinolina dodamo k 70 ml koncentrirane dušikove kisline (4.1).

Raztopina D: Počasi ulijemo raztopino A v raztopino B in medtem dobro mešamo. Potem, ko smo dobro premešali, dodamo raztopino C k tej mešanici in dopolnimo do 1 litra. Pustimo stati dva dni v temi in filtriramo prek lija iz taljenega stekla (5.6).

Reagenta 4.2.1 in 4.2.2 se lahko uporabljata na enak način; oba je treba hraniti v temi in v polietilenskih steklenicah, zaprtih s zamaškom.

5. **Aparature**

5.1 Standardna laboratorijska oprema in 500 ml erlenmajerica s širokim vratom

5.2 Merilne pipete, 10, 25 in 50 ml

5.3 Filtrirni lonček s poroznostjo od 5 do 20 μm

5.4 Buchnerjeva bučka

5.5 Sušilnik, naravnan na 250 ± 10 °C

5.6 Filtrirni lij (nuča) iz taljenega stekla s poroznostjo od 5 do 20 μm

6. **Postopek**

6.1 *Obdelava raztopine*

▼B

S pipeto odvzamemo alikvotni delež ekstrakta gnojila (glej Preglednico 2), ki vsebuje približno 0,01 g P_2O_5, in prenesemo v 500 ml erlenmajerico. Dodamo 15 ml koncentrirane dušikove kisline [1] (4.1) in z vodo razredčimo do približno do 100 ml.

Preglednica 2

Določanje alikvotnih deležev fosfatnih raztopin

% P_2O_5 v gnojilu	% P v gnojilu	Vzorec za analizo (g)	Razredčitev (na ml)	Vzorec (ml)	Razredčitev (na ml)	Vzorec za obarjanje (ml)	Pretvorni faktor (F) kinolin-fosfomolib-data (F), v % P_2O_5	Pretvorni faktor kinolin fosfo-molibdata (F'), v % P
5-10	2.2-4.4	1	500	—	—	50	32,074	13,984
		5	500	—	—	10	32,074	13,984
10-25	4.4-11.0	1	500	—	—	25	64,148	27,968
		5	500	50	500	50	64,148	27,968
+ 25	+ 11	1	500	—	—	10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

6.2 *Hidroliza*

Če obstaja verjetnost, da so v raztopini navzoči metafosfati, pirofosfati ali polifosfati, se izvede hidroliza, kakor sledi.

Vsebino erlenmajerice segrejemo do počasnega vrenja in jo vzdržujemo pri tej temperaturi toliko časa, da se hidroliza konča (običajno traja eno uro). Paziti je treba, da preprečimo izgube z brizganjem tekočine in čezmernim izhlapevanjem, s čimer bi se začetni volumen lahko zmanjšal za več kot polovico; zato priključimo kondenzator povratnega toka. Po hidrolizi dopolnimo z destilirano vodo do začetnega volumna.

6.3 *Tehtanje lončka*

Filtrirni lonček (5.3) sušimo vsaj 15 minut v sušilniku, nastavljenem na 250 ± 10 °C. Stehtamo ga, potem ko smo ga ohladili v eksikatorju.

6.4 *Obarjanje*

Kislo raztopino v erlenmajerici segrevamo toliko časa, da začne vreti, nato pa se z dodajanjem 40 ml reagenta za obarjanje (reagent 4.2.1 ali 4.2.2) [2] po kapljicah in ob stalnem mešanju začne reakcija obarjanja kinolin fosfomolibdata. Erlenmajerico postavimo v vodno kopel in jo v njej pustimo stati 15 minut ter jo od časa do časa pretresemo. Raztopino lahko filtriramo takoj ali po tem, ko smo jo ohladili.

6.5 *Filtriranje in izpiranje*

Raztopino filtriramo s pomočjo vakuuma z odlivanjem.Oborino speremo v erlenmajerici s 30 ml vode. Odlijemo jo filtriramo. Postopek ponovimo petkrat. Ostanek oborine kvantitativno prenesemo v filtrirni lonček in speremo z vodo. Štirikrat speremo z 20 ml vode in pred vsakim dodatkom pustimo, da tekočina odteče iz lončka. Oborino temeljito osušimo.

6.6 *Sušenje in tehtanje*

Zunanjost lončka obrišemo s filtrirnim papirjem. Lonček postavimo v sušilnik in ga v sušilniku pustimo toliko časa, da njegova teža ostaja stalna, pri temperaturi 250 °C (5.5) (običajno 15 minut); pustimo, da

[1] 21 ml, če raztopina za obarjanje vsebuje več 15 ml citratne raztopine (nevtralni citrat, Petermannov ali Joiliejev citrat)

[2] Za obarjanje fosfatnih raztopin, ki vsebujejo več kot 15 ml citratne raztopine (nevtralne, Petermannove ali Jjouliejeve), ki smo jo nakisali z 21 ml koncentrirane dušikove kisline (glej opombo pod črto k 6.1) uporabimo 80 ml reagenta za obarjanje.

▼B

se ohladi v eksikatorju pri temperaturi okolja, nato pa ga hitro stehtamo.

6.7 *Slepi preskus*

Za vsako serijo določanj količine fosforja izvedemo slepi preskus samo z reagenti in topili v razmerjih, ki so se uporabljala pri ekstrakciji (raztopina citrata itd.), to pa upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

6.8 *Preverjanje*

Določitev izvedemo z alikvotnim deležem raztopine kalijevega dihidrogen fosfata, ki vsebuje 0,01 g P_2O_5.

7. **Navedba rezultata**

Če se uporabljajo vzorci za analizo in razredčitve, prikazani v Preglednici 2, se uporablja naslednja formula:

$$\% \text{ P v gnojilu} = (A–a)F'$$

ali

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ v gnojilu} = (A - a)F$$

pri čemer je

A = masa kinolin fosfomolibdata v gramih,

a = masa kinolin fosfomolibdata, pridobljena v slepem preskusu, v gramih,

F in F′ faktorja, navedena v zadnjih dveh stolpcih Preglednice 2.

Za vzorce za analizo in razredčitve, ki se razlikujejo od vzorcev iz Preglednice 2, se uporablja naslednja formula:

$$\% \text{ P v gnojilu} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

ali

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ v gnojilu} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

pri čemer je

f in f′ = pretvorna faktorja kinolin fosfomolibdata v P_2O_5 = 0,032074, (f), ali v P = 0,013984 (f').

D = faktor razredčitve,

M = masa analiziranega vzorca v gramih.

Metoda 4

Kalij

Metoda 4.1

Določanje kalija, topnega v vodi

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje kalija, topnega v vodi

▼B

2. **Področje uporabe**

Vsa kalijeva gnojila, uvrščena na seznam v Prilogi I.

3. **Princip**

Kalij v vzorcu za analizo raztopimo v vodi. Po odstranitvi ali fiksaciji snovi, ki bi lahko moti količinsko določanje, kalij oborimo v rahlo alkalnem mediju v obliki kalijevega tetrafenilborata.

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 *Formaldehid*

Bistra, od 25 do 30 % raztopina formaldehida.

4.2 Kalijev klorid za analizo

4.3 *Raztopina natrijevega hidroksida:10 mol/l*

Paziti je treba, da uporabljamo samo natrijev hidroksid brez kalija.

4.4 *Raztopina indikatorja*

0,5 g fenolftaleina raztopimo v 90 % etanolu in dopolnimo do oznake 100 ml.

4.5 *Raztopina EDTA.*

V 100-mililitrski merilni bučki v vodi raztopimo 4 g soli dinatrijevega dihidrata etilendiamintetraocetne kisline. Dopolnimo do oznake in premešamo.

Reagent shranimo v plastični posodi.

4.6 *Raztopina STPB*

V 480 ml vode raztopimo 32,5 g natrijevega tetrafenilborata, dodamo 2 ml raztopine natrijevega hidroksida (4.3) in 20 ml raztopine magnezijevega klorida (100 g $MgCl_2 \times 6H_2O$ na liter).

Mešamo 15 minut in filtriramo skozi fini filter brez pepela.

Ta reagent shranimo v plastični posodi.

4.7 *Tekočina za izpiranje*

20 ml raztopine STPB (4.6) razredčimo z vodo do oznake 1 000 ml.

4.8 *Bromovica*

Nasičena raztopina broma v vodi.

5. **Aparature**

5.1 1 000 ml merilne bučke

5.2 250 ml čaša

5.3 Filtrirni lončki s poroznostjo od 5 do 20 μ

5.4 Sušilnik, nastavljen na 120 ± 10 °C

5.5 Eksikator

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

Pri kalijevih soleh mora biti vzorec zmlet dovolj drobno, da bi dobili reprezentativni vzorec za analizo. Za te proizvode je treba uporabiti metodo 1(6)(a).

7. **Postopek**

7.1 *Vzorec*

Na 0,001 g natančno odtehtamo 10 g pripravljenega vzorca (5 g za kalijeve soli, ki vsebujejo več kakor 50 % kalijevega oksida). Preskusni vzorec prenesemo v 600 ml čašo s približno 400 ml vode.

Segrejemo do vrenja in pustimo vreti 30 minut. Ohladimo, kvantitativno prenesemo v 1 000 ml merilno bučko, dopolnimo do oznake,

▼B

premešamo in filtriramo v suho sprejemno posodo. Zavržemo prvih 50 ml filtrata (glej 7.6, opomba o postopku).

7.2 *Priprava alikvotnega deleža za obarjanje*

S pipeto prenesemo alikvotni delež filtrata, ki vsebuje od 25 do 50 mg kalija (glej Preglednico 3) v 250 ml čašo. Če je treba, dopolnimo z vodo do oznake 50 ml.

Da odstranimo kakršnekoli moteče snovi, dodamo 10 ml raztopine EDTA (4.5), nekaj kapljic raztopine fenolftaleina (4.4) in po kapljicah dodajamo in vmešamo raztopino natrijevega hidroksida (4.3) toliko časa, da postane raztopina rdeča, na koncu dodamo še nekaj kapljic natrijevega hidroksida, da zagotovimo presežek (običajno je 1 ml natrijevega hidroksida dovolj za nevtralizacijo vzorca in zagotovitev presežka).

Da se odstrani večina amonijaka (glej 7.6 (b), opomba o postopku), pustimo zmerno vreti 15 minut.

Če je treba, dopolnimo z vodo do oznake 60 ml.

Raztopino segrejemo do vrenja, odstranimo čašo z grelne plošče in dodamo 10 ml formaldehida (4.1). Dodamo nekaj kapljic fenolftaleina in po potrebi še nekaj natrijevega hidroksida, da se pojavi izrazito rdeča barva. Čašo prekrijemo z urnim steklom in jo za 15 minut postavimo na vodno kopel.

7.3 *Tehtanje lončka*

Filtrirni lonček (glej 5 „Aparature“) osušimo do stalne mase (približno 15 minut) v sušilniku, pri 120 °C (5.4).

Pustimo, da se lonček ohladi v eksikatorju, nato pa ga stehtamo.

7.4 *Obarjanje*

Čašo vzamemo iz vodne kopeli, premešamo in po kapljicah dodajamo 10 ml raztopine STPB (4.6). Dodajanje traja približno dve minuti. Pred filtriranjem počakamo vsaj 10 minut.

7.5 *Filtriranje in izpiranje*

Filtriramo s pomočjo vakuuma v stehtani lonček, čašo speremo s tekočino za spiranje (4.7), oborino pa trikrat speremo s tekočino za izpiranje (skupaj 60 ml te tekočine) in dvakrat s 5 do 10 ml vode.

Oborino temeljito osušimo.

7.6 *Sušenje in tehtanje*

Zunanjost lončka obrišemo s filtrirnim papirjem. Lonček skupaj z vsebino postavimo v sušilnik za eno uro in pol pri temperaturi 120 °C. Pustimo, da se ohladi v eksikatorju na sobno temperaturo in hitro stehtamo.

Opombe o postopku

(a) Če je filtrat temno obarvan, s pipeto prenesemo alikvotni delež, ki vsebuje največ 100 mg K_2O, v 100 ml merilno bučko, dodamo bromovico in segrejemo do vrenja, da se odstrani morebitni presežek broma. Po ohlajanju dopolnimo do oznake, filtriramo in določimo količino kalija v alikvotnem deležu filtrata.

(b) Kadar je navzočega malo ali nič amonijskega dušika, ni treba vreti 15 minut.

7.7 *Alikvotni deleži, ki jih je treba odvzeti kot vzorce, in pretvorni faktorji*

▼B

Preglednica 3

Za metodo 4

% K_2O v gnojilu	% K v gnojilu	Vzorec za analizo (g)	Vzorec raztopine ekstrakta za razredčenje (ml)	Razredčitev (na ml)	Alikvotni delež, ki se odvzame kot vzorec za obarjanje (ml)	Pretvorni faktor (F) $\frac{\%K_2O}{gTPBK}$	Pretvorni faktor F′ $\frac{\%K}{gTPBK}$
5-10	4,2-8,3	10	-	-	50	26,280	21,812
10-20	8,3-16,6	10	-	-	25	52,560	43,624
20-50	16,6-41,5	10	ali –		10	131,400	109,060
			ali 50	250	50	131,400	109,060
več kakor 50	več kakor 41,5	5	ali	–	10	262,800	218,120
			ali 50	250	50	262,800	218,120

7.8 *Slepi preskus*

Za vsako skupino določanj izvedemo slepi preskus samo z reagenti v razmerjih, ki se uporabljajo pri analizi, in to upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

7.9 *Kontrolni preskus*

Za kontrolo izvedemo določanje količine na alikvotnem deležu vodne raztopine kalijevega klorida, ki vsebuje največ 40 mg K_2O.

8. **Navedba rezultata**

Če za analizo uporabljamo vzorce in razredčitve, prikazane v Preglednici 3, uporabimo naslednjo formulo:

$$\% K_2O \text{ v gnojilu} = (A - a)F$$

ali

$$\% K \text{ v gnojilu} = (A - a)F'$$

pri čemer je

A = masa oborine iz vzorca, v gramih,

a = masa oborine iz slepega preskusa, v gramih,

F in F′ = faktorja (glej Preglednico 3).

Pri vzorcih in razredčitvah, ki se razlikujejo od vzorcev, prikazanih v Preglednici 3, uporabimo naslednjo formulo:

$$K2O \text{ v gnojilu} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

ali

$$Kvgnojilu = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

pri čemer je

f = pretvorni faktor, KTPB v K_2O = 0,1314,

▼B

f′ = pretvorni faktor, KTPB v K = 0,109,

D = faktor razredčitve,

M = masa vzorca za analizo, v gramih.

Metoda 5

Ni postavke

Metoda 6

Klor

Metoda 6.1

Določanje kloridov, če organska snov ni navzoča

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje kloridov, če organska snov ni navzoča.

2. **Področje uporabe**

Vsa gnojila, ki ne vsebujejo organske snovi.

3. **Princip**

Kloride, raztopljene v vodi, oborimo v kislem mediju s presežkom standardne raztopine srebrovega nitrata. Presežek titriramo z raztopino amonijevega tiocianata v navzočnosti železovega amonijevega sulfata (Volhardova metoda).

4. **Reagenti**

Destilirana ali demineralizirana voda brez kloridov.

4.1 Nitrobenzen ali dietileter

4.2 Dušikova kislina: 10 mol/l

4.3 *Raztopina indikatorja*

40 g železovega amonijevega sulfata $Fe_2(SO_4)_3 \times (NH_4)_2SO_4 \times 24H_2O$ raztopimo v vodi in dopolnimo do enega litra.

4.4 *Standardna raztopina srebrovega nitrata: 0,1 mol/l*

Priprava

Ker je ta sol higroskopična in je ni mogoče posušiti brez tveganja, da razpade, je priporočljivo odtehtati približno 9 gramov, ki jih raztopimo v vodi in dopolnimo do oznake enega litra. S titracijo 0,1 mol/l $AgNO_3$ uravnamo koncentracijo na 0,1 mol/l.

5. **Aparature**

5.1 Rotacijski stresalnik (35 do 40 vrtljajev na minuto)

5.2 Birete

5.3 500 ml merilna bučka

5.4 Stožčasta bučka (erlenmajerica), 250 ml

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Vzorec in priprava raztopine*

V 500 ml merilno bučko prenesemo 5 g vzorca, odtehtanega na 0,001 g natančno, in dodamo 450 ml vode. Mešamo na stresalniku (5.1) pol ure; z destilirano vodo dopolnimo do oznake 500 ml; premešamo in filtriramo v čašo.

▼B

7.2 *Določanje količine*

Vzamemo alikvotni delež filtrata, ki ne vsebuje več kot 0,150 g klorida. Na primer 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,50 g) ali 100 ml (1 g). Če je alikvotni delež manjši od 50 ml, je treba z destilirano vodo dopolniti do oznake 50 ml.

Dodamo 5 ml 10 mol/l dušikove kisline (4.2), 20 ml indikatorske raztopine (4.3) in dve kapljici standardne raztopine amonijevega tiocianata (vzorec tega reagenta odvzamemo z bireto, v ta namen nastavljeno na ničlo).

Nato z bireto dodajamo standardno raztopino srebrovega nitrata (4.4) toliko časa, da je presežek 2 do 5 ml. Dodamo 5 ml nitrobenzena ali 5 ml dietil etra (4.1) in dobro pretresemo, da se oborina združi. Presežek srebrovega nitrata titriramo z 0,1 mol/l amonijevim tiocianatom (4.5), da se pojavi rdeče rjava barva, ki ostane, ko bučko rahlo pretresemo.

Opomba

Nitrobenzen ali dietileter (predvsem pa nitrobenzen) preprečuje reakcijo med srebrovim kloridom in ioni tiocianata. Tako dobimo jasno spremembo barve.

7.3 *Slepi preskus*

Slepi preskus izvedemo pri enakih pogojih in upoštevamo pri izračunu končnega rezultata.

7.4 *Kontrolni preskus*

Pred določanji preverimo natančnost metode tako, da uporabimo alikvotni delež sveže pripravljene raztopine kalijevega klorida tako, da ta delež vsebuje znano količino klorida, približno 100 mg.

8. **Navedba rezultata**

Rezultat analize navedemo kot odstotek klora v vzorcu, kakor smo ga prejeli za analizo.

Odstotek klora (Cl) izračunamo po formuli:

$$\% \text{ chlorida} = 0,003546 \times \frac{(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M}$$

pri čemer je

V_z = število mililitrov 0,1 mol/l srebrovega nitrata,

V_{cz} = število mililitrov 0,1 mol/l srebrovega nitrata, uporabljenega v slepem preskusu,

V_a = število mililitrov 0,1 mol/l amonijevega tiocianata,

V_{ca} = število mililitrov 0,1 mol/l amonijevega tiocianata, uporabljenega v slepem preskusu,

M = masa vzetega vzorca (7.2), v gramih.

Metodi 7

Drobnost mletja

Metoda 7.1

Določanje drobnosti mletja

(suhi postopek)

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen suhi postopek za določanje drobnosti mletja.

▼B

2. **Področje uporabe**

Vsa gnojila vrste EGS, za katera so podane zahteve za drobnost mletja s pomočjo 0,630 in 0,160 mm sita.

3. **Princip**

Z mehanskim stresanjem sit določimo količino zrnc proizvoda velikosti večje od 0,630 mm, in zrnc velikosti med 0,160 in 0,630 mm, in izračunamo odstotek drobnosti mletja.

4. **Aparature**

4.1 Mehanski stresalnik sit

4.2 Sita z velikostjo luknjic 0,160 ali 0,630 mm standardnih dimenzij (premer 20 cm in višina 5 cm)

5. **Postopek**

Na 0,05 g natančno odtehtamo 50 g snovi. Na stresalnik (4.1) namestimo obe siti in zbiralno posodo tako, da je sito z večjimi luknjicami na vrhu. Vzorec za analizo prenesemo na vrh. Sejemo 10 minut in odstranimo delež, zbran na dnu. Ponovno vključimo stresalnik in po eni minuti preverimo, da količina, ki se je v tem času zbrala na dnu, ni večja od 250 mg. Ponavljamo postopek (vsakič eno minuto) toliko časa, da je zbrana količina manj kot 250 mg. Ostanek snovi na obeh sitih ločeno stehtamo.

6. **Navedba rezultata**

$$\%\ \text{drobnosti vzorca, prikazan s sitom z velikostjo luknjic } 0,63\text{mm} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\%\ \text{drobnosti vzorca, prikazan s sitom z velikostjo luknjic } 0,160\text{mm} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

pri čemer je

M_1= masa ostanka na situ z velikostjo luknjic 0,630 mm, v gramih,

M_2= masa ostanka na situ z velikostjo luknjic 0,160 mm, v gramih.

Izmet iz sita z velikostjo luknjic 0,630 mm, smo že odstranili.

Rezultate izračunov zaokrožimo na najbližje celo število.

Metoda 7.2

Določanje drobnosti mletja mehkih naravnih fosfatov

1. **Obseg**

S to metodo določamo drobnost mletja mehkih naravnih fosfatov.

2. **Področje uporabe**

Mehki naravni fosfati.

3. **Princip**

Pri vzorcih z majhno velikostjo delcev lahko nastopi zlepljanje, s čimer je oteženo suho sejanje. Zato se običajno uporablja mokro sejanje.

4. **Reagenti**

Raztopina natrijevega heksametafosfata: 1 %

5. **Aparature**

5.1 Sita z luknjicami velikosti 0,063 in 0,125 mm in standardnimi dimenzijami (premer 20 cm in višina 5 cm); zbiralne posode

5.2 Stekleni lij s premerom 20 cm, nameščen na stojalo

5.3 250 ml čaše

5.4 Sušilnik

▼B

6. **Metoda analize**

6.1 *Vzorčenje*

Na 0,05 g natančno odtehtamo 50 g snovi. Obe strani sita speremo z vodo in sito z velikostjo 0,125 namestimo nad sito z velikostjo luknjic 0,063 mm.

6.2 *Delo*

Vzorec za analizo prenesemo na vrhnje sito. Sejemo pod majhnim curkom hladne vode (lahko se uporablja voda iz vodovoda) toliko časa, da je voda pri prehodu praktično čista. Paziti je treba, da zagotovimo tak tok vode, da se spodnje sito nikoli ne napolniti vodo.

Ko je masa ostanka na vrhnjem situ bolj ali manj stalna, sito odstranimo in ga začasno postavimo na zbirno posodo.

Z mokrim sejanjem skozi spodnje sito nadaljujemo še nekaj minut, da je voda, ki gre skozenj, skoraj popolnoma čista.

Sito z velikostjo luknjic 0,125 mm ponovno postavimo nad 0,063 mm sito. Morebitno usedlino iz zbiralne posode prenesemo v vrhnje sito in ponovno začnemo sejati pod majhnim curkom vode toliko časa, da je ta voda zopet skoraj čista.

Vsakega izmed ostankov z lijem kvantitativno prenesemo v posamezne čaše. Vsak ostanek suspendiramo tako, da čaše napolnimo z vodo. Pustimo stati približno eno minuto in čim več vode odlijemo.

Čaše za dve uri postavimo v sušilnik pri 150 °C.

Pustimo, da se ohladijo, s ščetko odstranimo ostanke in jih stehtamo.

7. **Navedba rezultata**

Rezultate izračunov zaokrožimo na najbližje celo število.

$$\%\ \text{drobnosti, ki jo pokaže ostanek na } 0,125\text{mm situ} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\%\ \text{drobnosti, ki jo pokaže ostanek na } 0,063\text{mm situ} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

pri čemer je

M_1= masa ostanka na 0,125 mm situ, v gramih,

M_2= masa ostanka na 0,063 mm situ, v gramih.

8. **Pripombi**

Če so po sejanju opazne kepe, je analizo treba ponoviti na naslednji način.

V litrsko bučko, ki vsebuje 500 ml raztopine natrijevega heksametafosfata, ob stalnem mešanju počasi stresemo 50 g vzorca. Bučko zapremo s zamaškom in ročno močno stresamo, da kepe razpadejo. Vso suspenzijo prenesemo v vrhnje sito in bučko dobro izperemo. Nadaljujemo analizo, kakor je opisano v 6.2.

Metode 8

Sekundarna hranila

Metoda 8.1

Ekstrakcija skupnega kalcija, skupnega magnezija, skupnega natrija in skupnega žvepla v obliki sulfatov

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za ekstrahiranje skupnega kalcija, skupnega magnezija in skupnega natrija ter za ekstrakcijo skupnega žvepla, navzočega v obliki sulfatov, tako da se isti ekstrakt lahko uporablja za določanje posameznega zahtevanega hranila.

▼B

2. **Področje uporabe**

Ta metoda se uporablja za gnojila EU, za katera je v tej Uredbi predvidena navedba količine skupnega kalcija, skupnega magnezija, skupnega natrija in skupnega žvepla v obliki sulfatov.

3. **Princip**

Raztapljanje z vrenjem v razredčeni klorovodikovi kislini.

4. **Reagenti**

4.1 *Razredčena klorovodikova kislina*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) in volumski del vode.

5. **Aparature**

Električna grelna plošča z nastavljivo temperaturo.

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Preskusni vzorec*

Kalcij, magnezij, natrij in žveplo v obliki sulfatov ekstrahiramo iz 5 g preskusnega vzorca, odtehtanega na en miligram natančno.

Če gnojilo vsebuje več kot 15 % žvepla (S), tj. 37,5 % SO_3, in več kot 18,8 % kalcija (Ca), tj. 26,3 % CaO, ekstrakcijo kalcija in žvepla izvedemo na 1-gramskem preskusnem vzorcu, odtehtanem na en miligram natančno. Preskusni vzorec prenesemo v 600 ml čašo.

7.2 *Priprava raztopine*

Dodamo približno 400 ml vode in pazljivo, kadar vzorec vsebuje veliko količino karbonatov, 50 ml razredčene klorovodikove kisline (4.1) postopoma v majhnih količinah. Segrejemo do vrenja in pustimo vreti 30 minut. Ob občasnem mešanju pustimo, da se ohladi. Kvantitativno odlijemo v 500 ml merilno bučko. Dopolnimo z vodo do oznake in mešamo. Filtriramo skozi suh filter v suho posodo, pri čemer zavržemo začetni filtrat. Ekstrakt mora biti popolnoma prozoren. Če filtrata ne uporabimo takoj, bučko zapremo s zamaškom.

Metoda 8.2

Ekstrakcija skupnega žvepla, ki je navzoče v različnih oblikah

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za ekstrakcijo skupnega žvepla, ki ga gnojila vsebujejo v elementarni obliki in/ali v drugih kemičnih spojinah.

2. **Področje uporabe**

Ta metoda se uporablja za gnojila EU, za katera je v tej Uredbi predvidena navedba količine skupnega žvepla v različnih oblikah (elementarni, tiosulfat, sulfit, sulfat).

3. **Princip**

Elementarno žveplo v alkalnem mediju pretvorimo v polisulfide in tiosulfate. Te skupaj s katerimi koli sulfiti, ki so lahko navzoči, oksidiramo z vodikovim peroksidom. Različne oblike žvepla se tako pretvorijo v sulfat, ki ga določimo z obarjanjem barijevega sulfata (metoda 8.9).

4. **Reagenti**

4.1 *Razredčena klorovodikova kislina:*

En volumski del klorovodikove kisline (d = 1,18) in en volumski del vode.

4.2 Raztopina natrijevega hidroksida, NaOH, najmanj 30 % (d = 1,33)

▼B

4.3 Raztopina vodikovega peroksida, 30 % (m/m)

4.4 Vodna raztopina barijevega klorida $BaCl_2 \times 2H_2O$, 122 gramov na liter

5. **Aparature**

Električna grelna plošča z nastavljivo temperaturo.

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Preskusni vzorec*

Na en miligram natančno odtehtamo količino gnojila, ki vsebuje od 80 do 350 mg žvepla (S) ali od 200 do 875 mg SO_3.

Praviloma (kadar je S < 15 %) odtehtamo 2,5 grama. Preskusni vzorec prenesemo v 400 ml čašo.

7.2 *Oksidacija*

Dodamo 20 ml raztopine natrijevega hidroksida (4.2) in 20 ml vode. Prekrijemo z urnim steklom. Pet minut vremo na segreti plošči. Odstavimo s segrete plošče. S curkom vroče vode zberemo žveplo, prilepljeno na stene čaše in vremo 20 minut. Pustimo, da se ohladi.

Dodajamo po 2 ml vodikovega peroksida (4.3) toliko časa, da ni več opaziti reakcije Potrebnih bo šest do osem ml vodikovega peroksida. Pustimo, da se oksidacija nadaljuje eno uro, nato zavremo in pustimo vreti pol ure. Pustimo, da se ohladi.

7.3 *Priprava raztopine za analizo*

Dodamo približno 50 ml vode in 50 ml raztopine klorovodikove kisline (4.1).

— Če je vsebnost žvepla (s) nižja od 5 %:

filtriramo v 600 ml čašo. Ostanek s hladno vodo večkrat izperemo na filter. Po izpiranju (4.4) preverimo s pomočjo raztopine barijevega klorida, da v zadnjih kapljicah filtrata žveplo ni navzoče. Filtrat mora biti popolnoma bister. Z metodo 8.9 določimo količino žvepla na celotni količini filtrata.

— Če je vsebnost žvepla (S) nad 5 %:

kvantitativno prenesemo v 250 ml merilno bučko, dopolnimo z vodo do oznake in mešamo. Filtriramo skozi suh filter v suho posodo; filtrat mora biti popolnoma bister. Če raztopine ne bomo takoj uporabili, posodo zapremo s zamaškom. Na alikvotu te raztopine določimo sulfate z obarjanjem v obliki barijevega sulfata (metoda 8.9).

Metoda 8.3

Ekstrakcija v vodi topnega kalcija, magnezija, natrija in žvepla (v obliki sulfatov)

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za ekstrakcijo v vodi topnega kalcija, magnezija, natrija in žvepla (v obliki sulfatov), tako da se isti ekstrakt lahko uporabi za določanje posameznega zahtevanega hranila.

2. **Področje uporabe**

Ta metoda se uporablja izključno za gnojila, za katera je v Prilogi I predvidena navedba količine v vodi topnega kalcija, magnezija, natrija in žvepla (v obliki sulfatov).

3. **Princip**

Hranila raztopimo v vreli vodi.

▼B

4. **Reagenti**

Destilirana voda ali voda enake kakovosti.

5. **Aparature**

Električna grelna plošča z nastavljivo temperaturo.

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Preskusni vzorec*

(a) Kadar gnojila ne vsebujejo žvepla ali kadar ga vsebujejo, vendar ne več kot 3 % žvepla (S), tj. 7,5 % SO_3 in ne več kot 4 % kalcija, tj. 5,6 % CaO odtehtamo 5 gramov gnojila na en miligram natančno.

(b) Kadar gnojila vsebujejo več kot 3 % žvepla (S) in več kot 4 % kalcija (Ca), odtehtamo 1 gram gnojila na en miligram natančno.

Preskusni vzorec prenesemo v 600 ml čašo.

7.2 *Priprava raztopine*

Dodamo približno 400 ml vode, ki naj vre 30 minut. Pustimo, da se ohladi, občasno premešamo in kvantitativno odlijemo v 500 ml merilno bučko. Dopolnimo z vodo do oznake in premešamo.

Filtriramo skozi suh filter v suho posodo. Prve deleže filtrata zavržemo. Filtrat mora biti popolnoma bister.

Če raztopine ne bomo takoj uporabili, posodo zapremo s zamaškom.

Metoda 8.4

Ekstrakcija v vodi topnega žvepla, kadar je to v različnih oblikah

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za ekstrakcijo v vodi topnega žvepla, ki je v gnojilih navzoče v različnih oblikah.

2. **Področje uporabe**

Ta metoda se uporablja za gnojila, za katera je v Prilogi I predvidena navedba količine v vodi topnega žveplovega trioksida.

3. **Princip**

Žveplo raztopimo v hladni vodi in pretvorimo v sulfat z oksidacijo z vodikovim peroksidom v alkalnem mediju.

4. **Reagenti**

4.1 *Razredčena klorovodikova kislina*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) in en volumski del vode.

4.2 Raztopina natrijevega hidroksida, ki vsebuje 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml)

4.3 Raztopina vodikovega peroksida, 30 % (m/m)

5. **Aparature**

5.1 500 ml Stohmannova merilna bučka

5.2 Rotacijski stresalnik, 30 do 40 obratov na minuto

5.3 Električna grelna plošča z nastavljivo temperaturo

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

▼B

7. **Postopek**

7.1 *Preskusni vzorec*

(a) Kadar gnojila vsebujejo največ 3 % žvepla (S), tj. 7,5 % SO3, skupaj z največ 4 % kalcija (Ca), tj. 5,6 % CaO, odtehtamo 5 gramov gnojila na en miligram natančno.

(b) Kadar gnojila vsebujejo več kot 3 % žvepla (S) in več kot 4 % kalcija (Ca), odtehtamo 1 gram gnojila na en miligram natančno.

Preskusni vzorec prenesemo v 500 ml bučko (5.1).

7.2 *Priprava raztopine*

Dodamo približno 400 ml vode. Zapremo s zamaškom. Stresamo (5.2) 30 minut. Dopolnimo z vodo do oznake in premešamo. Filtriramo skozi suh filter v suho posodo. Če raztopine ne bomo takoj uporabili, posodo zapremo s zamaškom.

7.3 *Oksidacija alikvotnega deleža za analizo*

Vzamemo alikvotni delež ekstrakta, ki po možnosti ne presega 50 ml in vsebuje od 20 do 100 mg žvepla (S).

Po potrebi dopolnimo z vodo do oznake 50 ml. Dodamo 3 ml raztopine natrijevega hidroksida (4.2) in 2 ml raztopine vodikovega peroksida (4.3). Pokrijemo z urnim steklom in eno uro rahlo vremo na segreti plošči (5.3). Dodajamo po 1 ml raztopine vodikovega peroksida toliko časa, kolikor traja reakcija (največja količina 5 ml).

Pustimo, da se ohladi. Odstranimo urno steklo in spodnji del stekla izperemo v čašo. Dodamo približno 20 ml razredčene klorovodikove kisline (4.1). Dopolnimo z vodo do oznake približno 300 ml.

Vsebnost sulfatov v celotni količini oksidirane raztopine določimo v skladu z metodo 8.9.

Metoda 8.5

Ekstrakcija in določanje elementarnega žvepla

Opozorilo

Ta metoda analize vključuje uporabo ogljikovega disulfida (CS_2). Upoštevati je treba posebne varnostne ukrepe, zlasti glede:

— shranjevanja CS_2,

— zaščitne opreme za osebje,

— higiene pri delu,

— preprečevanja požarov in eksplozij,

— odstranjevanja reagenta.

Ta metoda zahteva osebje z visokim znanjem in spretnostjo in ustrezno opremljen laboratorij.

1. **Obseg**

Ta metoda opisuje postopek za ekstrakcijo in določanje elementarnega žvepla v gnojilih.

2. **Področje uporabe**

Ta metoda se uporablja za gnojila, za katera je v Prilogi I predvidena navedba količine skupnega žvepla v elementarni obliki.

3. **Princip**

Po odstranitvi topnih sestavin, ekstrahiramo elementarno žveplo z ogljikovim disulfidom, čemur sledi gravimetrično določanje ekstrahiranega žvepla.

4. **Reagenti**

Ogljikov disulfid.

▼B

5. **Aparature**

5.1 100 ml bučka za ekstrakcijo s steklenim zamaškom z obrusom

5.2 Soxhletova aparatura za ekstrakcijo, z ustreznimi filtrirnimi elementi

5.3 Rotacijski vakuumski izparilnik

5.4 Električni sušilnik z ventilatorjem, nastavljen na 90 (± 2) °C

5.5 Porcelanske petrijevke, premera 5 do 7 cm, ki ne presegajo višine 5 cm

5.6 Električna grelna plošča z nastavljivo temperaturo

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Preskusni vzorec*

Zatehtamo 5 do 10 gramov vzorca na 1 mg natančno in prenesemo v nastavek Soxhletove aparature (5.2).

7.2 *Ekstrakcija žvepla*

Vsebino temeljito izperemo z vročo vodo, da odstranimo topne spojine. Sušimo v sušilniku pri 90 °C (5.4) vsaj 1 uro. Filter prenesemo v Soxhletovo aparaturo (5.2).

V bučko aparature damo nekaj steklenih kroglic (5.1) in stehtamo (P_0), nato dodamo 50 ml ogljikovega disulfida (4.1).

Priključimo aparaturo in pustimo 6 ure, da se ekstrahira elementarno žveplo. Izključimo segrevanje in po ohladitvi ločimo bučko. Bučko priključimo na rotacijski izparilnik (5.3) in izparevamo toliko časa, da se vsebina strdi v gobasto maso.

Bučko sušimo v sušilniku pri 90 °C (5.4) (običajno 1 uro, če je potrebno) toliko časa, da dobimo konstantno maso (P_1).

7.3 *Določanje čistote elementarnega žvepla*

Določene snovi se lahko ekstrahirajo z ogljikovim disulfidom hkrati s elementarnim žveplom. Čistoto elementarnega žvepla določimo takole:

vsebino bučke čim bolj homogeniziramo in odstranimo 2 ali 3 grame, stehtano na 1 mg natančno (n). Prenesemo v petrijevko (5.5). Skupaj stehtamo vsebino in posodo (P_2). Postavimo na ogreto ploščo (5.6), katere temperature ne presega 220 °C, da ne povzročimo vžiga žvepla. Sublimiramo 3 ali 4 ure, da dobimo konstantno maso (P_3).

O p o m b a

Pri nekaterih gnojilih morda ne bo treba določati čistote žvepla. V tem primeru fazo 7.2 izpustimo.

8. **Navedba rezultatov**

Odstotek vsebnosti elementarnega žvepla (S) v gnojilu je, kakor sledi:

$$\text{Nečisto S(\%) v gnojilu} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

▼M4

$$\text{Čistost ekstrahiranega žvepla (\%)} = \frac{P_2 - P_3}{n} \times 100$$

▼B

$$\text{Čisto S (\%) v gnojilu} = \frac{(P_1 - P_0)(P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100$$

pri čemer je

▼B

m = masa preskusnega vzorca gnojila, v gramih,

P_0 = masa Soxhletove bučke, v gramih,

P_1 = masa Soxhletove bučke in nečistega žvepla po sušenju,

n = masa nečistega žvepla pred čiščenjem, v gramih,

P_2 = masa petrijevke,

P_3 = masa petrijevke po sublimaciji žvepla, v gramih.

Metoda 8.6

Manganometrično določanje ekstrahiranega kalcija po obarjanju v obliki oksalata

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje kalcija v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta metoda se uporablja za gnojila ES, za katera je v Prilogi I predvidena navedba skupnega in/ali v vodi topnega kalcija.

▼M4

3. **Princip**

Obarjanje kalcija, ki ga vsebuje alikvot ekstrakcijske raztopine, v obliki oksalata, po izločitvi in raztopitvi oksalata, se izvede titracija oksalne kisline s kalijevim permanganatom.

▼B

4. **Reagenti**

4.1 *Razredčena klorovodikova kislina*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) in en volumski del vode.

4.2 *Razredčena žveplova kislina, 1: 10*

En volumski del žveplove kisline (d_{20} = 1,84 g/ml) in 10 volumskih delov vode.

4.3 *Razredčena raztopina amonijaka, 1: 1*

En volumski del amonijaka (d_{20} = 0,88 g/ml) in en volumski del vode.

4.4 Nasičena raztopina amonijevega oksalata [$(NH_4)_2C_2O_4 .H_2O$] pri sobni temperaturi (približno 40 gramov na liter)

4.5 Raztopina citronske kisline, 30 % (m/v)

4.6 Raztopina amonijevega klorida, 5 % (m/v):

4.7 Raztopina bromotimol modrega v etanolu, 95 %, 0,1 % (m/v)

4.8 Raztopina bromotimol modrega v etanolu, 95 %, 0,04 % (m/v)

4.9 Raztopina standardnega kalijevega permanganata, 0,02 mol/l

5. **Aparature**

5.1 Filtrirni lonček s poroznostjo 5 do 20 μm, iz taljenega stekla

5.2 Vroča vodna kopel

6. **Priprava alikvota za analizo**

S pipeto vzamemo alikvotni delež ekstrakcijske raztopine, pridobljene z metodo 8.1 ali 8.3, ki vsebuje med 15 in 50 mg Ca (= 21 do 79 mg CaO). Volumen tega alikvota naj bo v_2. Vlijemo v 400 ml čašo. Po potrebi nevtraliziramo (sprememba barve indikatorja (4.7) iz zelene v modro) z nekaj kapljicami raztopine amonijaka (4.3).

Dodamo 1 ml raztopine citronske kisline (4.5) in 5 ml raztopine amonijevega klorida (4.6).

▼B

7. **Oborina kalcijevega oksalata**

Dodamo približno 100 ml vode. Segrejemo do vrenja, dodamo 8 do 10 kapljic raztopine indikatorja (4.8) in počasi 50 ml vroče raztopine amonijevega oksalata (4.4). Če nastane oborina, jo raztopimo z dodatkom nekaj kapljic klorovodikove kisline (4.1). Med stalnim mešanjem zelo počasi nevtraliziramo z raztopino amonijaka (4.3) na pH 4,4 do 4,6 (sprememba barve indikatorja (4.8) iz zelene v modro). Čašo postavimo v vrelo vodno kopel (5.2) za približno 30 minut.

Čašo vzamemo iz kopeli, pustimo stati eno uro in filtriramo v filtrirni lonček (5.1).

8. **Titracija raztopine oksalata**

Čašo in lonček izpiramo toliko časa, da odstranimo ves presežek amonijevega oksalata (to lahko preverimo tako, da ugotovimo, da v izprani tekočini klorid ni navzoč). Žarilni lonček postavimo v 400 ml čašo in oborino raztopimo s 50 ml vroče žveplove kisline (4.2). V čašo dodamo vodo, tako da dobimo volumen približno 100 ml. Segrejemo do temperature 70 do 80 °C in po kapljicah titriramo z raztopino pemanganata (4.9) toliko časa, da rožnata barva traja 1 minuto. Ta volumen naj bo n.

9. **Navedba rezultatov**

Vsebnost kalcija (Ca) v gnojilu je, kakor sledi:

$$\text{Ca}\ (\%) = \text{n} \times 0,2004 \times \frac{\text{t}}{0,02} \times \frac{\text{v}_1}{\text{v}_2 \times \text{m}}$$

pri čemer je

n = število ml uporabljenega permanganata,

m = masa preskusnega vzorca, v g,

v_2 = alikvotni volumen v ml,

v_1 = volumen ekstrakta, v ml,

t = koncentracija raztopine permanganata v molih na liter.

CaO (%)= Ca (%) × 1,400

Metoda 8.7

Določanje magnezija z atomsko absorpcijsko spektometrijo

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje magnezija v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta metoda se uporablja za ekstrakte gnojil ES, ki so bili pripravljeni v skladu z metodama 8.1 in 8.3 in za katere se zahteva navedba količine skupnega magnezija in/ali v vodi topnega magnezija, razen gnojil, uvrščenih na seznam v Prilogi I D v zvezi s sekundarnimi hranili:

— vrsta 4 (kizerit),

— vrsta 5 (magnezijev sulfat) in vrsta 5.1 (raztopina magnezijevega sulfata),

— ter razen gnojil, uvrščenih na seznam I A 3 v zvezi s kalijevimi gnojili:

— vrsta 7 (kizerit s kalijevim sulfatom)

— za katere se uporablja metoda 8.8.

Spodaj navedena metoda se uporablja za vse ekstrakte gnojil, ki vsebujejo elemente v količinah, ki bi lahko motile kompleksometrično določitev magnezija.

▼B

3. **Princip**

Določanje magnezija z atomsko absorpcijsko spektrometrijo po ustrezni razredčitvi ekstrakcijske raztopine.

4. **Reagenti**

4.1 1 mol/l raztopina klorovodikove kisline

4.2 0,5 mol/l raztopina klorovodikove kisline

4.3 *Standardna raztopina magnezija, 1,00 mg/ml*

4.3.1 1,013 g magnezijevega sulfata ($MgSO_4$, $7H_2O$) raztopimo v 0,5 mol/l raztopini klorovodikove kisline (4.2)

4.3.2 Zatehtamo 1,658 g magenzijevega oksida (MgO), predhodno prežarjenega, da odstranimo eventuelne karbonate. Prenesemo v čašo s 100 ml vode in 120 ml 1mol/l klorovodikove kisline (4.1). Ko se raztopi, kvantitativno prelijemo v 1 000 ml merilno bučko. Dopolnimo do oznake in premešamo

ali

4.3.3 Komercialna standardna raztopina

Za testiranje teh raztopin je odgovoren laboratorij.

4.4 *Raztopina stroncijevega klorida*

75 g stroncijevega klorida ($SrCl_2$ $6H_2O$) raztopimo v raztopini klorovodikove raztopine (4.2) in dopolnimo do oznake 500 ml z isto raztopino.

5. **Aparature**

Atomski absorpcijski spektrometer z magnezijevo žarnico, nastavljen na 285,2 nm.

Plamen zrak-acetilen.

6. **Priprava vzorca**

Glej metodi 8.1 in 8.3.

7. **Postopek**

7.1 Če ima gnojilo označeno vsebnost magnezija (Mg) večjo od 6 % (tj. 10 % kot MgO), vzamemo 25 ml (V_1) ekstrakta (6). Prenesemo v 100 ml merilno bučko, dopolnimo z vodo do oznake in premešamo. Faktor redčenja je $D_1 = 100/V_1$

7.2 S pipeto vzamemo 10 ml ekstrakta (6) ali raztopine (7.1). Prenesemo v 200 ml merilno bučko. Dopolnimo do oznake s 0,5 mol/l raztopine klorovodikove kisline (4.2) in premešamo. Faktor redčenja je 200/10

7.3 To raztopino (7.2) razredčimo s 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) tako, da dobimo koncentracijo v optimalnem delovnem področju spektrometra (5.1). V_2 je volumen vzorca v 100 ml. Faktor redčenja je $D_2 = 100/V_2$

Končna raztopina mora vsebovati 10 % v/v raztopine stroncijevega klorida (4.4).

7.4 *Priprava slepe raztopine*

Pripravimo slepo raztopino tako, da ponovimo celoten postopek od ekstrakcije (metoda 8.1 in 8.3), izpustimo samo preskusni vzorec gnojila.

7.5 *Priprava umeritvenih raztopin*

Z razredčenjem standardne raztopine (4.3) z 0,5 mol/l klorovodikovo kislino, pripravimo vsaj 5 umeritvenih raztopin naraščajoče koncentracije v optimalnem merilnem območju naprave (5.1).

Te raztopine morajo vsebovati 10 % v/v raztopine stroncijevega klorida (4.4).

7.6 *Merjenje*

Spektrofotometer (5.1) nastavimo na valovno dolžino 285,2 nm.

▼B

Zaporedoma razpršujemo umeritvene raztopine (7.5), raztopino vzorca (7.3) in slepo raztopino (7.4) in vsakokrat speremo inštrument z naslednjo raztopino, ki jo bomo merili. Ta postopek ponovimo trikrat. Umeritveno krivuljo grafično prikažemo tako, da na ordinato nanesemo srednje vrednosti absorbanc posameznih umeritev (7.5), na absciso pa ustrezne koncentracije magnezija v µg/ml. Iz umeritvene krivulje določimo koncentracijo magnezija v vzorcu (7.3). X_s in slepe (7.4), X_b.

8. **Navedba rezultatov**

Izračunamo količino magnezija (Mg) ali magnezijevega oksida (MgO) v vzorcu glede na umeritvene raztopine in ob upoštevanju slepe.

Odstotek magnezija (Mg) v gnojilu je enak:

$$\text{Mg}\ (\%) = \frac{(X_s - X_b)D_1(200/10)D_2 500,100}{1000.1000M}$$

pri čemer je

X_s = koncentracija raztopine za analizo, odčitana iz umeritvene krivulje, v µg/ml.

X_b = koncentracija slepe raztopine, odčitana iz umeritvene krivulje, v µg/ml.

D_1 = faktor redčenja, če je raztopina razredčena (7.1).

— je enak 4, če vzamemo 25 ml.

— Je enak 1, če raztopina ni razredčena.

— D_2 = faktor redčenja iz 7.3.

— M = masa preskusnega vzorca pri ekstrakciji.

— MgO (%)= Mg (%)/0,6

Metoda 8.8

Določanje magnezija s kompleksometrijo

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje magnezija v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta metoda se uporablja za naslednje ekstrakte gnojil ES, za katere je predvideno določanje količine skupnega magnezija in/ali v vodi topnega magnezija:

— gnojila, uvrščena na seznam v Prilogi I: enostavna dušična gnojila, vrste 1b + 1c (kalcij-magnezijev nitrat), vrste 7 (magnezijev sulfonitrat), vrste 8 (dušična gnojila z magnezijem) in enostavna kalijeva gnojila, vrste 2 (obogateni kajnit), vrste 4 (kalijev klorid, ki vsebuje magnezij), vrste 6 (kalijev sulfat, ki vsebuje magnezijevo sol),

— gnojila, uvrščena na seznam v Prilogi I D v zvezi s sekundarnimi hranili.

3. **Princip**

Magnezij se raztopi z metodo 8.1 in/ali 8.3 Prva titracija: titracija Ca in Mg z EDTA v navzočnosti erikrom črnega T. Druga titracija: titracija Ca z EDTA v navzočnosti kalceina ali kalcon-karbonske kisline. Določanje količine magnezija iz razlike.

4. **Reagenti**

4.1 *Standardna 0,05 mol/l raztopina magnezija:*

4.1.1 1,232 g magnezijevega sulfata ($MgSO_4$ $7H_2O$) raztopimo v 0,5 mol/l raztopini klorovodikove kisline (4.11) in z isto kislino dopolnimo do oznake 100 ml

▼B

ali

4.1.2 Zatehtamo 2,016 g magenzijevega oksida (MgO), predhodno prežarjenega, da odstranimo eventuelne karbonate. Prenesemo v čašo s 100 ml vode.

Primešamo približno 120 ml približno 1 mol/l klorovodikove kisline (4.12).

Ko se raztopi, kvantitativno prenesemo v 1 000 ml merilno bučko. Dopolnimo do oznake in mešamo.

En mililiter teh raztopin mora vsebovati 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO).

Za preverjanje koncentracije te standardne raztopine je odgovoren laboratorij.

4.2 *0,05 molarna raztopina EDTA*

Odtehtamo 18,61 g dinatrijeve soli etilendiamintetraocetne kisline dihidrata ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \times 2H_2O$), prenesemo v 1 000 ml čašo in raztopimo v 600 do 800 ml vode. Raztopino kvantitativno prenesemo v 1 000 ml merilno bučko. Dopolnimo do oznake in premešamo. To raztopino preverimo s standardno raztopino (4.1) tako, da vzamemo 20 ml vzorec standardne raztopine in titriramo po analitskem postopku, opisanem v (7.2).

En ml raztopine EDTA mora ustrezati 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO) in 2,004 mg Ca (= 2,804 mgCaO) (glej pripombi 10.1 on 10.6).

4.3 *0,05-molarna standardna raztopina kalcija*

Odtehtamo 5,004 g posušenega kalcijevega karbonata. Prenesemo v čašo s 100 ml vode. Primešamo približno 120 ml približno 1 mol/l klorovodikove kisline (4.12).

Segrejemo do vrenja, da odstranimo ogljikov dioksid, ohladimo, kvantitativno prenesemo v litrsko merilno bučko, z vodo dopolnimo do oznake in premešamo. To raztopino preverimo z raztopino EDTA (4.2) po analitskem postopku (7.3). En ml te raztopine mora vsebovati 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) in mora ustrezati enemu mililitru 0,05 molarne raztopine EDTA (4.2).

4.4 *Indikator kalcein*

V terilnici previdno zmešamo 1 g kalceina s 100 g natrijevega klorida. Uporabimo 10 mg te mešanice. Indikator se spremeni iz zelene v oranžno. Titracijo je treba izvajati toliko časa, da dobimo oranžno barvo brez zelenih odtenkov.

4.5 *Indikator kalcon-karbonska kislina*

V 400 mg calcon-karbonske kislin raztopino v 100 ml metanola. To raztopino lahko hranimo samo približno štiri tedne. Uporabi tri kapljice te raztopine. Indikator se spremeni iz rdeče v modro. Titracijo je treba izvajati toliko časa, da dobimo modro barvo brez rdečih odtenkov.

4.6 *Indikator eriokrom črno T*

300 mg of eriokrom črnega-T raztopimo v mešanici 25 ml propanola-1 in 15 ml trietanolamina. To raztopino lahko hranimo samo približno štiri tedne. Uporabimo tri kapljice te raztopine. Ta indikator spremeni barvo iz rdeče v modro, titracijo pa je treba izvajati toliko časa, da dobimo modro barvo brez rdečih odtenkov. Barvo spremeni samo ob navzočnosti magnezija. Po potrebi dodamo 0,1 ml standardne raztopine (4.1).

Kadar sta navzoča kalcij in magnezij, EDTA najprej tvori kompleks s kalcijem in nato z magnezijem. V tem primeru se količina obeh elementov določi hkrati.

4.7 *Raztopina kalijevega cianida*

2 % vodna raztopina KCN. (Ne sme se pipetirati z usti; glej 10.7).

4.8 *Raztopina kalijevega hidroksida in kalijevega cianida*

280 g KOH in 66 g KCN raztopimo v vodi, dopolnimo do oznake enega litra in premešamo.

▼B

4.9 *Pufrska raztopina pH 10,5*

V 500 ml merilni bučki raztopimo 33 g amonijevega klorida v 200 ml vode, dodamo 250 ml amonijaka (d_{20} = 0,91 g/ml), z vodo dopolniomo do oznake in premešamo. pH raztopne redno preverjamo.

4.10. Razredčena klorovodikova klislina: en volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) in en volumski del vode

4.11. Raztopina klorovodikove kisline približno 0,5 mol/l

4.12. Raztopina klorovodikove kisline približno 1 mol/l

4.13. Raztopina natrijevega hidroksida približno 5 mol/l

5. **Aparature**

5.1 Magnetni ali mehanski mešalec

5.2 pH-meter

6. **Kontrolni preskus**

Določanje količine izvedemo na alikvotnem deležu raztopin (4.1 in 4.3) tako, da je razmerje Ca/Mg približno enako razmerju raztopine, ki jo bomo analizirali. Zato vzamemo (a) mililitrov standardne raztopine Mg (4.3) in (b-a) ml standardne raztopine (4.1); (a) in (b) je število mililitrov raztopine EDTA, porabljene pri obeh titracijah, izvedenih na raztopini, ki jo bomo analizirali. Ta postopek je pravilen samo, če so raztopine EDTA, kalcija in magnezija ekvivalentne. Če ni tako, je treba narediti ustrezne popravke.

7. **Priprava raztopine za analizo**

Glej metodi 8.1 in 8.3.

8. **Določanje**

8.1 *Alikvotni vzorci, ki jih bomo odvzeli*

Alikvotni delež bo, če je mogoče, vseboval med 9 in 18 mg Mg (= 15 do 30 mg MgO).

8.2 *Titracija ob navzočnosti eriokrom črnega T*

Alikvotni delež (8.1) raztopine za analizo s pipeto prenesemo v 400 ml čašo. Presežek kisline nevtraliziramo s 5 mol/l raztopino natrijevega hidroksida (4.12) s pomočjo pH metra. Z vodo razredčimo na približno 100 ml. Dodamo 5 ml pufrske raztopine (4.9). pH izmerjen s pH-metrom mora biti 10,5 ± 0,1. Dodamo 2 ml raztopine kalijevega cianida (4.7) in 3 kapljice indikatorja erikrom črno-T (4.6). Titriramo z raztopino EDTA (4.2). Zmerno mešamo z mešalcem (5.1) (glej 10 10.2, 10.3 in 10.4). Naj bo „b“ število mililitrov 0,05 mol/l raztopine EDTA.

8.3 *Titracija ob navzočnosti kalceina ali kalcon-karbonske kisline*

Alikvotni delež raztopine za analizo, enak deležu, odvzetemu v zgoraj navedeni titraciji, s pipeto prenesemo v 400 ml čašo. Presežek kisline nevtraliziramo s 5 mol/l raztopino natrijevega hidroksidda (4.13) s pomočjo pH metra. Z vodo razredčimo na približno 100 ml. Dodamo 10 ml raztopine KOH/KCN (4.8) in indikator (4.4 ali 4.5). Med zmernim mešanjem z mešalcem (5.1) titriramo z raztopino EDTA (4.2) (glej 10.2, 10.3 in 10.4). Naj bo „a“ število mililitrov 0,05 mol/l raztopine EDTA.

9. **Navedba rezultatov**

Pri gnojilih ES, za katere se metoda uporablja (5 g gnojila v 500 ml ekstrakcijske raztopine) je vsebnost gnojila v odstotkih naslednja:

$$\text{MgO (\%) v gnojilu} = \frac{(b - a) \times T}{M}$$

▼B

$$\text{Mg (\%) v gnojilu} = \frac{(b - a) \times T'}{M}$$

pri čemer je

a = število ml 0,05 mol/l raztopine EDTA, uporabljene za titracijo ob navzočnosti kalceina ali kalcon-karbonske kisline,

b = število ml 0,05 mol/l raztopine EDTA, uporabljene za titracijo ob navzočnosti erikrom črnega-T,

M = masa vzorca v odvzetem alikvotnem deležu (v gramih)

T = 0,2016 × mol/l raztopine EDTA/0,05 (glej 4.2),

T′ = 0,1216 × mol/l raztopine EDTA/0,05 (glej 4.2).

10. **Pripombe**

10.1 Stehiometrično razmerje EDTA-kovina je v kompleksometričnih analizah vedno 1:1, ne glede ne valenco kovine in kljub dejstvu, da je EDTA štirivalenten. Titracijska raztopina EDTA in standardne raztopine bodo zaradi tega molarne in ne normalne

10.2 Kompleksomerični indikatorji so pogosto občutljivi na zrak. Raztopina se med titracijo lahko razbarva (obledi). V tem primeru je treba dodati eno ali dve kapljici indikatorja. To še zlasti velja v primeru eriokrom črno in kalcon-karbonske kisline

10.3 Kompleksi kovina-indikator so pogosto relativno stabilni in spreminjanje barve lahko traja nekaj časa. Zadnje kapljice EDTA je zaradi tega treba dodajati počasi in dodati kapljico 0,05 mol/l raztopine magnezija (4.1) ali kalcija (4.3), da se prepričamo, da še ni prišlo do spremembe barve. To še posebej velja za kompleks eriokrom-magnezij

10.4 Spreminjanja barve indikatorja se ne sme opazovati od zgoraj, temveč vodoravno skozi raztopino, čašo pa je treba postaviti pred belo ozadje na dobro osvetljeno mesto. Spreminjanje barve indikatorja se lahko opazuje tudi tako, da čašo postavimo na mlečno brušeno stekleno ploščo, zmerno osvetljeno od spodaj (25 W žarnica)

10.5 Ta analiza zahteva precejšnjo izkušenost. Naloga med drugim vključuje tudi opazovanje spreminjanja barv standardnih raztopin 4.1 in 4.3. Priporoča se, da določanja opravi isti laboratorijski kemik.

10.6 Če se uporablja raztopina EDTA zajamčene koncentracije (Titrisol, Normex, na primer), to lahko poenostavi kontrolo ekvivalentnosti standardnih raztopin 4.1, 4.2 in 4.3.

10.7 Raztopin, ki vsebujejo kalijev cianid, se ne sme zlivati v odtok, če cianid niste pretvorili v neškodljivo spojino, na primer, z oksidacijo z natrijevim hipokloritom, ki ji sledi naalkaljenje.

Metoda 8.9

Določanje sulfatov

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje žvepla, ki je v ekstraktih gnojil navzoče v obliki sulfatov.

2. **Področje uporabe**

Ta metoda se uporablja za določanje sulfatov v ekstraktih, pripravljenih v skladu z metodami 8.1, 8.2, 8.3 in 8.4.

3. **Princip**

Gravimetrično določanje barijevega sulfata.

▼B

4. **Reagenti**

4.1 *Razredčena klorovodikova kislina*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) in en volumski del vode.

4.2 Raztopina brijevega klorida $BaCl_2 2H_2O$:122 g/l

4.3 Raztopina srebrovega nitrata: 5 g/l

5. **Aparature**

5.1 Porcelanski žarilni lončki

5.2 Vroča vodna kopel

5.3 Sušilnik, nastavljen na 105 °C (± 1) °C

5.4 Žarilna peč, nastavljena na 800 °C (± 50) °C

6. **Postopek**

6.1 *Vzorčenje raztopine*

S pipeto prenesemo alikvotni delež ene od raztopin za ekstrakcijo, navedenih pri 2, ki vsebuje med 20 in 100 mg S ali 50 in 250 mg SO_3.

Alikvot prenesemo v čašo ustrezne prostornine. Dodamo 20 ml razredčene klorovodikove kisline (4.1). Dopolnimo z vodo do oznake približno 300 ml.

6.2 *Obarjanje*

Raztopino segrejemo do vrenja. Po kapljicah dodamo približno 20 ml raztopine barijevega klorida (4.2) in močno mešamo. Pustimo vreti nekaj minut.

Čašo, pokrito z urnim steklom, za 1 uro postavimo v vrelo vodno kopel (5.2). Vroče (približno 60 °C) pustimo stati toliko časa, da se supernatantna tekočina zbistri. Bistro raztopino odlijemo skozi filter za počasno filtriranje, ki ne vsebuje pepela. Oborino večkrat izperemo z vročo vodo. Nadaljujemo z izpiranjem oborine na filtru toliko časa, da je filtrat brez klorida. To lahko preverimo z raztopino srebrovega nitrata (4.3).

6.3 *Sežig in tehtanje oborine*

Filtrirni papir in oborino prenesemo v porcelanski žarilni lonček (5.1), ki smo ga poprej stehtali na 0,1 mg natančno. Posušimo v sušilniku (5.3) in upepeljujemo pol ure (5.4) pri približno 800 °C. Pustimo, da se ohladi v eksikatorju in stehtamo na 0,1 mg natančno.

7. **Navedba rezultatov**

En mg barijevega sulfata ustreza 0, 137 mg S ali 0, 343 mg SO_3.

Vsebnost žvepla v gnojilu je, kakor sledi:

$$S\ (\%) = w \times 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3\ (\%) = S(\%) \times 2,5$$

pri čemer je

m = masa oborine barijevega sulfata, v mg

v_1 = volumen ekstrakta, v ml,

v_2 = alikvotni volumen, v ml,

m = masa preskusnega vzorca, v g,

▼B

Metoda 8.10

Določanje ekstrahiranega natrija

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen postopek za določanje natrija v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta metoda se uporablja za gnojila ES, za katera je v Prilogi I predvidena navedba količine natrija.

3. **Princip**

Po ustrezni razredčitvi ekstrakta, pridobljenega po metodi 8.1 in/ali 8.3, se vsebnost natrija v raztopini določi s plamensko emisijsko spektrometrijo.

4. **Reagenti**

4.1 *Razredčena klorovodikova kislina*

En volumski del klorovodikove kisline za analizo (d_{20} = 1,18 g/ml) in en volumski del vode.

4.2 Aluminijev nitrat $Al(NO_3)_3.9H_2O$

4.3 Cezijev klorid, CsCl

4.4 Natrijev klorid, NaCl, brezvodni

4.5 *Raztopina cezijevega klorida in aluminijevega nitrata*

V 1 000 ml merilni bučki v vodi raztopimo 50 g cezijevega klorida (4.3) in 250 g aluminijevega nitrata (4.2). Dopolnimo z vodo do oznake in premešamo.

4.6 *Standardna raztopina natrija: 1 mg/l Na*

V 1 000 ml merilni bučki v vodi raztopimo 2,542 g natrijevega klorida (4.4.). Dodamo 10 ml klorovodikove kisline (4.1). Dopolnimo z vodo do oznake in premešamo.

5. **Aparature**

Spektrometer, opremljen za plamensko emisijo, nastavljen na 589,3 nm.

6. **Umeritvene raztopine**

6.1 10 ml standardne raztopine (4.6) prenesemo v 250 ml merilno bučko. Dopolnimo do oznake in premešamo. Koncentracija raztopine: 40 µg/ml Na

6.2 V 100 ml merilno bučko prenesemo, 0, 5, 10, 15, 20 in 25 ml vmesne raztopine (6.1). Dodamo 10 ml raztopine (4.5). Dopolnimo do oznake in premešamo. Koncentracija raztopin: 0, 2, 4, 6, 8, 10 µg/ml Na

7. **Priprava raztopin za merjenje**

Glede na pričakovano vsebnost natrija v ekstrakcijski raztopini, kot v metodi 8.1 ali 8.3 (5 g gnojila v 500 ml), razredčitve izvedemo v skladu z naslednjo preglednico:

Na_2O (%)	Na (%)	Vmesna razredčitev		Končna razredčitev		Stopnja razredčitve
		Vzorec (ml) (v_2)	Razredčitev na ml (v_3)	Vzorec (ml) (v_2)	Razredčitev na 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

▼B

Vmesno razredčino dopolnimo z vodo. Za končno razredčitev v 100 ml merilno bučko dodamo 10 ml raztopine (4.5).

Če tehta preskusni vzorec 1 gram, pomnožimo prostornino končne razredčine (v_4) s 5.

8. **Določanje**

Pripravimo spektrometer (5.1) za meritve pri 589,3 nm. Umerimo inštrument z merjenjem odziva umeritvenih raztopin (6.2). Prilagodimo Občutljivost inštrumenta prilagodimo tako da je odziv pri razprševanju najbolj koncentrirane umeritvene raztopine na koncu skale instrumenta. Nato izmerimo odziv raztopine vzorca, ki ga analiziramo (7). Ta postopek ponovimo trikrat.

9. **Izračun rezultatov**

Narišemo umeritveno krivuljo z izrisom povprečnega odziva posamezne umeritvene raztopine na ordinati in ustrezne koncentracije, izražene v µg/ml, na abscisi. Iz tega določimo koncentracijo natrija v preskusni raztopini. Iz standardnih raztopin izračunamo količino natrija ob upoštevanju stopenj razredčitve. Rezultate izrazimo kot odstotek vzorca.

Odstotek vsebnosti natrija (Na) v gnojilu je, kakor sledi:

$$\text{Na } \% = \text{x}.\frac{v_3}{v_4}\frac{v_1}{v_2}\frac{10^{-2}}{\text{m}}$$

$$\text{Na}_2\text{O } (\%) = \text{Na}(\%) \times 1,348$$

pri čemer je

x = koncentracija preskusne raztopine, razpršene v spektrometer v µg/m.

v_1 = volumen ekstrakta, v ml,

v_2 = alikvotni volumen v vmesni razredčini, v ml,

v_3 = volumen vmesne razredčine, v ml,

v_4 = alikvotni volumen končne razredčine (na 100 ml), v ml,

m = masa preskusnega vzorca, v g,

Metode 9

Mikrohranila v koncentraciji enaki ali manjši od 10 %

Metoda 9.1

Ekstrakcija skupnih mikrohranil

1. **Obseg**

V tej metodi je opredeljen postopek za ekstrakcijo naslednjih mikrohranil: skupni bor, skupni kobalt, skupni baker, skupno železo, skupni mangan, skupni molibden in skupni cink. Cilj je izvajati najmanjše možno število ekstrakcij ob uporabi, kadarkoli je mogoče, istega ekstrakta za določanje skupne vsebnosti posameznih mikrohranil, uvrščenih na seznam zgoraj.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek se nanaša na gnojila ES, zajeta s Prilogo I E, ki vsebujejo enega ali več od naslednjih mikrohranil: bor, kobalt, baker, železo, mangan, molibden in cink. Uporablja se za vsa mikrohranila, katerih navedena vsebnost je enaka ali manjša od 10 %.

3. **Princip**

Raztapljanje v vreli razredčeni klorovodikovi kislini.

▼B

Opomba

Ekstrakcija je empirična in ni nujno kvantitativna glede, odvisno od proizvoda ali drugih sestavin gnojila. Zlasti pri nekaterih manganovih oksidih je količina mangana v ekstraktu lahko znatno manjša od skupne količine mangana, ki ga proizvod vsebuje. Odgovornost proizvajalcev gnojila je, da zagotovijo, da navedena vsebnost dejansko ustreza ekstrahirani količini po pogojih, ki se nanašajo na metodo.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina razredčene klorovodikove kisline (HCl), približno 6 mol/l*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) zmešamo z enim volumskim delom vode.

4.2 Koncentrirana raztopina amonijaka (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml)

5. **Aparature**

Električna grelna plošča z nastavljivo temperaturo.

Opomba

Kadar je treba določiti vsebnost bora v ekstraktu, se ne sme uporabljati borosilikatne steklovine. Ker metoda vključuje vrenje, se po možnosti uporablja teflon ali kvarčna steklovina. Steklovino dobro speremo, če je bila oprana v detergentih, ki vsebujejo borate.

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Preskusni vzorec*

Uporabimo količino gnojila, ki tehta med 2 in 10 g, odvisno od navedene vsebnosti elementa v proizvodu. Da dobimo končno raztopino, ki bo po ustrezni razredčitvi, znotraj merilnega območja pri vsaki metodi, se uporablja naslednja preglednica. Vzorce je treba stehtati na 1 mg natančno.

Navedena vsebnost mikrohranila v gnojilu (%)	<0,01	0,01-< 5	≥ 5-10
Masa preskusnega vzorca (g)	10	5	2
Masa elementa v vzorcu (mg)	1	0,5-250	100-200
Volumen ekstrakta V (ml)	250	500	500
Koncentracija elementa v ekstraktu (mg/l)	4	1-500	200-400

Vzorec prenesemo v 250 ml čašo.

7.2 *Priprava raztopine*

Po potrebi vzorec navlažimo z malo vode, previdno v majhnih količinah dodamo 10 ml razredčene klorovodikove kisline (4.1) na gram gnojila, nato dodamo približno 50 ml vode. Čašo pokrijemo z urnim steklom in premešamo. Na vroči plošči segrejemo do vrenja in pustimo vreti 30 minut. Ob občasnem mešanju pustimo, da se ohladi. Kvantitativno prenesemo v 250 ali 500 ml merilno bučko (glej preglednico). Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo. Filtriramo skozi suh filter v suho posodo. Prvi delež zavržemo. Ekstrakt mora biti popolnoma bister.

Priporoča se takojšnje določanje na alikvotnih deležih bistrega filtrata, sicer je treba posodo zamašiti.

Opomba

Ekstrakti, v katerih je treba določiti vsebnost bora: pH uravnamo med 4 in 6 s koncentriranim amonijakom (4.2).

▼B

8. **Določanje**

Določanje posameznega mikrohranila je treba izvajati na alikvotnih deležih, navedenih v metodi za posamezna mikrohranila.

Po potrebi se iz alikvotnega deleža ekstrakta odstranijo organske spojine za kelatiranje ali kompleksiranje z uporabo metode 9.3. Pri določanju z atomsko absorpcijsko spektrometrijo odstranitev morda ne bo potrebna.

Metoda 9.2

Ekstrakcija v vodi topnih mikrohranil

1. **Obseg**

V tej metodi je opredeljen postopek za ekstrakcijo v vodi topnih oblik naslednjih mikrohranil: bor, kobalt, baker, železo, mangan, molibden in cink. Cilj je izvajati najmanjše možno število ekstrakcij ob uporabi, kadarkoli je mogoče, istega ekstrakta za določanje vsebnosti posameznih mikrohranil, uvrščenih na seznam zgoraj.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek se nanaša na gnojila ES, zajeta s Prilogo I, ki vsebujejo enega ali več od naslednjih mikrohranil: bor, kobalt, baker, železo, mangan, molibden in cink. Uporablja se za vsa mikrohranila, katerih navedena vsebnost je enaka ali manjša od 10 %.

3. **Princip**

Mikrohranila se ekstrahirajo s stresanjem gnojila v vodi pri 20 °C (± 2) °C.

Opomba

Ekstrakcija je empirična in je lahko kvantitativna ali pa tudi ne.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina razredčene klorovodikove kisline (HCl), približno 6 mol/l*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) zmešamo z enim volumskim delom vode.

5. **Aparature**

5.1 Rotacijski stresalnik, nastavljen na približno 35 do 40 vrt/min

5.2 pH meter

Opomba

Kadar je treba določiti vsebnost bora v ekstraktu, se ne sme uporabljati borosilikatne steklovine. Za to ekstrakcijo se po možnosti uporablja teflon ali kvarčna steklovina. Steklovino dobro speremo, če je bila oprana v detergentih, ki vsebujejo borate.

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Preskusni vzorec*

Uporabimo količino gnojila, ki tehta med 2 in 10 g, odvisno od navedene vsebnosti elementa v proizvodu. Da dobimo končno raztopino, ki bo po ustrezni razredčitvi, znotraj merilnega območja pri vsaki metodi, se uporablja naslednja preglednica. Vzorce je treba stehtati na 1 mg natančno.

Navedena vsebnost mikrohranila v gnojilu (%)	<0,01	0,01-< 5	≥ 5-10
Masa preskusnega vzorca (g)	10	5	2
Masa elementa v vzorcu (mg)	1	0,5-250	100-200

▼B

Volumen ekstrakta V (ml)	250	500	500
Koncentracija elementa v ekstraktu (mg/l)	4	1-500	200-400

Vzorec prenesemo v 250 ali 500 ml bučko (v skladu s preglednico).

7.2 *Priprava raztopine*

V 250 ml bučko prenesemo 200 ml vode ali 400 ml vode v 500 ml bučko.

Bučko dobro zapremo s zamaškom. Močno ročno stresamo, da vzorec dispergira, nato bučko postavimo na stresalnik in stresamo 30 minut.

Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo.

7.3 *Priprava preskusne raztopine*

Takoj filtriramo v čisto, suho bučko. Bučko dobro zapremo s zamaškom. Določanje izvedemo takoj po filtriranju.

Opomba

Če filtrat postopoma postaja moten, pripravimo drug ekstrakt na osnovi 7.1 in 7.2 v merilni bučki prostornine Ve. Filtriramo v merilno bučko, prostornine W, ki smo jo predhodno posušili in vanjo prenesli 5,00 ml razredčene klorovodikove kisline (4.1). S filtracijo prenehamo točno v trenutku, ko je dosežena merilna oznaka. Dobro premešamo.

Po teh pogojih je vrednost V v izraženem rezultatu naslednja:

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Razredčina pri navedbi rezultata je odvisna od vrednosti V.

8. **Določanje**

Določanje posameznega mikrohranila je treba izvajati na alikvotnih deležih, navedenih v metodi za posamezna mikrohranila.

Po potrebi se iz alikvotnega deleža ekstrakta odstranijo organske spojine za kelatiranje ali kompleksiranje z uporabo metode 9.3. Pri določanju z atomsko absorpcijsko spektrometrijo odstranitev morda ne bo potrebna.

Metoda 9.3

Odstranitev organskih spojin iz ekstraktov gnojil

1. **Obseg**

V metodi je opredeljen postopek za odstranjevanje organskih spojin iz ekstraktov gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za analiziranje vzorcev, ekstrahiranih z metodama 9.1 in 9.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupne in/ali v vodi topne količine elementa.

Opomba

Navzočnost majhnih količin organske snovi običajno ne vpliva na določanje z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

3. **Princip**

Organske spojine v alikvotnem deležu ekstrakta se oksidirajo z vodikovim peroksidom.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina razredčene klorovodikove kisline (HCl), približno 0,5 mol/l*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) zmešamo z 20 volumskimi deli vode.

▼B

4.2 Raztopina vodikovega peroksida (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), brez mikrohranil

5. **Aparature**

Električna grelna plošča s z nastavljivo temperaturo

6. **Postopek**

V 100 ml čašo prenesemo 25 ml raztopine ekstrakta, dobljenega z metodo 9.1 ali metodo 9.2. Raztopini ekstrakta, pridobljenega z metodo 9.2, dodamo 5 ml razredčene raztopine klorovodikove kisline (4.1). Dodamo 5 ml raztopine vodikovega peroksida (4.2). Pokrijemo z urnim steklom. Pustimo približno 1 uro, da pride do oksidacije pri sobni temperaturi, nato pa postopno segrevamo do vrenja in pustimo vreti pol ure. Po potrebi raztopini, potem ko se ohladi, dodamo dodatnih 5 ml vodikovega peroksida. Zavremo, da se odstrani presežek vodikovega peroksida. Pustimo, da se ohladi in kvantitativno prenesemo v 50 ml merilno bučko in dopolnimo do oznake. Po potrebi filtriramo.

To razredčino je treba upoštevati pri jemanju alikvotnih deležev in izračunu odstotka mikrohranil v proizvodu.

Metoda 9.4

Določanje mikrohranil v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo

(splošni postopek)

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen splošni postopek za določanje količine nekaterih mikrohranil v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za analiziranje vzorcev gnojil, ekstrahiranih z metodama 9.1 in 9.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupne in/ali v vodi topne količine elementa.

Prilagoditve tega postopka za različna mikrohranila so podrobno opisane v metodah, opredeljenih posebej za vsak element.

Opomba

V večini primerov navzočnost majhnih količin organske snovi ne bo vplivala na določanje z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

3. **Princip**

Po obdelavi ekstrakta, kadar je treba zmanjšati ali odpraviti moteče kemične zvrsti, se ekstrakt razredči tako, da je njegova koncentracija v optimalnem delovnem območju spektrometra pri valovni dolžini, ki ustreza mikrohranilu, ki ga bomo določali.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina razredčene klorovodikove kisline (HCl), približno 6 mol/l*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) zmešamo z enim volumskim delom vode.

4.2 *Raztopina razredčene klorovodikove kisline (HCl), približno 0,5 mol/l*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) zmešamo z 20 volumskimi deli vode.

4.3 *Raztopine lantanove soli (10 g La na liter)*

Ta reagent se uporablja za določanje kobalta, železa, mangana in cinka. Pripravi se lahko:

(a) z lantanovim oksidom, raztopljenim v klorovodikovi kislini (4.1). 11,73 g lantanovega oksida (La_2O_3) prenesemo v 150 ml vode v 1-litrski merilni bučki in dodamo 120 ml 6 mol/l klorovodikove kisline (4.1). Pustimo, da se raztopi, dopolnimo z vodo do oznake

▼B

1 l in dobro premešamo. Ta raztopina je približno 0,5 mol/l v klorovodikovi kislini;

(b) ali z raztopinami lantanovega klorida, sulfata ali nitrata. 26,7 g lantanovega klorida heptahidrata ($LaCl_3$ $7H_2O$) ali 31,2 g lantanovega nitrata heksahidrata [$La(NO_3)3$ $6H_2O$] ali 26,2 g lantanovega sulfata nonahidrata [$La_2(SO_4)3$ $9H_2O$] raztopimo v 150 ml vode in dodamo 85 ml 6 mol/l klorovodikove kisline (4.1). Pustimo, da se raztopi v vodi in dopolnimo z vodo do 1 litra. Dobro premešamo. Ta raztopina je približno 0,5 mol/l v klorovodikovi kislini.

4.4 *Umeritvene raztopine*

Za pripravo teh raztopin, glej posamezno metodo določanja za vsako mikrohranilo.

5. **Aparature**

Atomski absorpcijski spektrometer, opremljen z žarnicami elementov mikrohranil, ki jih bomo določali.

Analitik mora upoštevati navodila proizvajalca in mora biti seznanjen z aparaturo. Aparatura mora omogočati popravek ozadja, tako da se lahko uporablja, kadarkoli je potrebno (Co in Zn). Uporabljala se bosta plina zrak in acetilen.

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Priprava ekstraktov mikrohranil, ki jih bomo določali.*

Glej metode 9.1 in/ali 9.2 in, če je primerno, 9.3.

6.2 *Obdelava preskusne raztopine*

Alikvotni delež ekstrakta, pridobljenega z metodo 9.1, 9.2 ali 9.3 razredčimo z vodo in/ali klorovodikovo kislino (4.1) ali (4.2) tako, da dobimo v končni raztopini za merjenje, koncentracijo elementa, ki jo bomo določali, ki ustreza uporabljenemu območju umerjanja (7.2) in koncentracijo klorovodikove kisline vsaj 0,5 mol/l in ne več kot 2,5 mol/l. Za ta postopek bo morda potrebna ena ali več zaporednih razredčitev.

V 100 ml merilno bučko vlijemo alikvotni delež končne raztopine, pridobljene z razredčenjem ekstrakta, pri čemer naj bo (a) volumen v ml. Kadar določamo vsebnost kobalta, železa, mangana ali cinka, dodamo 10 ml raztopine lantanove soli (4.3). Dopolnimo do oznake z 0,5 mol/l raztopine klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo. To je končna raztopina za merjenje. Naj bo D faktor redčenja.

7. **Postopek**

7.1 *Priprava slepe raztopine*

Pripravimo slepo raztopino tako, da ponovimo celoten postopek od faze ekstrakcije in izpustimo samo preskusni vzorec gnojila.

7.2 *Priprava umeritvenih raztopin*

Iz delovne umeritvene raztopine, ki smo jo pripravili s pomočjo metode, podane za vsako posamezno mikrohranilo, v 100 ml merilnih bučkah pripravimo niz vsaj petih umeritvenih raztopin naraščajoče koncentracije v optimalnem merilnem območju spektrometra. Po potrebi prilagodimo koncentracijo klorovodikove kisline, da jo čim bolj približamo koncentraciji razredčene preskusne raztopine (6.2). Za določanje kobalta, železa, mangana ali cinka dodamo 10 ml enake raztopine lantanove soli (4.3), kakor smo jo uporabili v 6.2. Dopolnimo do oznake z 0,5 mol/l raztopine klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo.

7.3 *Določanje*

Pripravimo spektrometer (5) za določanje in nastavimo na valovno dolžino, podano v metodi za posamezno mikrohranilo.

Trikrat zaporedoma razpršujemo umeritvene raztopine (7.2), preskusno raztopino (6.2) in slepo raztopino (7.1), zabeležimo vsak posamezen rezultat in med posameznimi razršitvami inštrument speremo z destilirano vodo.

▼B

Skonstruiramo umeritveno krivuljo, tako da izrišemo povprečni odčitek na spektrometru za vsako posamezno umeritveno raztopino (7.2) na ordinati in ustrezno koncentracijo elementa, izraženo v μg/ml, na abscisi.

Iz te krivulje določimo koncentracije ustreznih mikrohranil v preskusni raztopini x_s (6.2) in slepe raztopine x_b (7.1), tako da te koncentracije izrazimo v μg/l.

8. **Navedba rezultatov**

Odstotek mikrohranila(E) v gnojilu je enak:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b)\ \times\ V\ \times\ D]/(M\ \times\ 10^4)$$

Če je bila uporabljena metoda 9.3:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b)\ \times\ V\ \times\ 2D]/(M\ \times\ 10^4)$$

pri čemer je

E količina določanega mikrohranila, izražena kot odstotek gnojila;

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2), v μg/ml;

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1), v μg/ml;

V volumen ekstrakta, pridobljenega z metodo 9.1 ali 9.2, v ml;

D faktor, ki ustreza razredčitvi, izvedeni v 6.2;

M masa preskusnega vzorca v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v gramih.

Izračun faktorja redčenja D:

Če so (a1), (a2), (a3),.,.,.,(ai) in(a) alikvotni deleži ter (v1), (v2), (v3),.,.,.,(vi) in (100) volumni v ml, ki ustrezajo njihovim razredčitvam, bo faktor redčenja D enak:

$$D = (v1/a1)\ \times\ (v2/a2)\ \times\ (v3/a3)\ \times\ .\ \times\ .\ \times\ .\ \times\ (vi/ai)\ \times\ (100/a)$$

Metoda 9.5

Določanje bora v ekstraktih gnojil s pomočjo spektrometrije z azometinom-H

1. **Obseg**

V tej metodi je opisan postopek za določanje bora v ekstraktih gnojil

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za analiziranje vzorcev gnojil, ekstrahiranih z metodama 9.1 in 9.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupne in/ali v vodi topne količine elementa.

3. **Princip**

V raztopini azometina-H boratni ioni tvorijo rumen kompleks, katerega koncentracija se določa z molekularno absorpcijsko spektrometrijo pri 410 nm. Moteče ione maskiramo z EDTA.

4. **Reagenti**

4.1 *Pufrska raztopina EDTA*

V 500 ml merilno bučko, ki vsebuje 300 ml vode, prenesemo:

— 75 g amonijevega acetata (NH_4OOCCH_3),

— 10 g dinatrijeve soli etilen diamin tetraocetne kisline (Na_2EDTA),

— 40 ml ocetne kisline (CH_3COOH, d_{20} =1,05 g/ml).

▼B

Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo. pH raztopine, ki ga preverimo s stekleno elektrodo, mora biti 4, 8 ± 0,1.

4.2 *Raztopina azometina-H*

V 200 ml merilno bučko prenesemo

— 10 ml puferske raztopine (4.1),

— 400 mg azometina-H ($C1_7H1_2NNaO_8S_2$),

— 2 g askorbinske kisline ($C_6H_8O_6$),

— dopolnimo do oznake in dobro premešamo. Tega reagenta se ne sme pripravljati v velikih količinah, ker je stabilen samo nekaj dni.

4.3 *Borove umeritvene raztopine*

4.3.1 Borova osnovna raztopina (100 μg/ml)

V 1 000 ml merilni bučki v vodi raztopimo 0,5719 g borove kisline (H_2BO_3). Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo. Prenesemo v plastično steklenico za shranjevanje v hladilniku.

4.3.2 Borova delovna raztopina (10 μg/ml)

V 500 ml merilno bučko prenesemo 50 ml osnovne raztopine (4.3.1). Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo.

5. **Aparature**

Spektrometer za molekularno absorpcijo s kivetami, ki imajo optično pot dolžine 10 mm, in nastavljen na valovno dolžino 410 mm.

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Priprava borove raztopine*

Glej metode 9.1 in/ali 9.2 in, če je ustrezno, 9.3.

6.2 *Priprava preskusne raztopine*

Alikvotni delež ekstrakta (6.1) razredčimo, da dobimo koncentracijo bora, kakor je navedeno v 7.2. Morda bosta potrebni dve zaporedni razredčitvi. Naj bo D faktor redčenja.

6.3 *Priprava umeritvene raztopine*

Če se preskusna raztopina (6.2) obarva, pripravimo ustrezno korekcijsko raztopino tako, da v plastično bučko prenesemo 5 ml preskusne raztopine (6.2), 5 ml puferske raztopine EDTA (4.1) in 5 ml vode, ter dobro zmešamo.

7. **Postopek**

7.1 *Priprava slepe raztopine*

Pripravimo slepo raztopino tako, da ponovimo celoten postopek od faze ekstrakcije in izpustimo samo preskusni vzorec gnojila.

7.2 *Priprava umeritvenih raztopin*

V niz 100 ml merilnih bučk prenesemo 0, 5, 10, 15, 20 in 25 ml delovne umeritvene raztopine (4.3.3). Dopolnimo z vodo do oznake 100 ml in dobro premešamo. Te raztopine vsebujejo med 0 in 2,5 μg/ml bora.

7.3 *Razvijanje barve*

V niz plastičnih bučk prenesemo po 5 ml umertivenih raztopin (7.2), preskusnih raztopin (6.2) in slepe (7.1). Dodamo 5 ml puferske raztopine EDTA (4.1). Dodamo 5 ml raztopine azometin-H (4.2).

Dobro premešamo in pustimo v temi 2 in pol do 3 ure, da se razvije barva.

7.4 *Določanje*

Izmerimo absorbanco raztopin, dobljenih pri 7.3 in, če je ustrezno, korekcijske raztopine (6.3) glede na vodo pri valovni dolžini 410 nm. Pred vsakim novim odčitavanjem kivete speremo z vodo.

▼B

8. **Navedba rezultatov**

Izrišemo umeritiveno krivuljo iz koncentracij umeritvenih raztopin (7.2) na abscisi in absorbanco, ki jo odčitamo na spektrometru (7.4), na ordinati.

Iz umeritvene krivulje odčitamo koncentracijo bora v slepi (7.1), koncentracijo bora v preskusni raztopini (6.2) in, če se preskusna raztopina obarva, popravek koncentracije preskusne raztopine. Za izračun popravka absorpcijo korekcijske raztopine (6.3) odštejemo od absorpcije preskusne raztopine (6.2) in določimo popravek koncentracije preskusne raztopine. Zabeležimo koncentracijo preskusne raztopine (6.2), s popravkom ali brez, $X(x_s)$ in slepe (x_b).

Odstotek bora v gnojilu je enak:

$$B\ \% = [(x_s - x_b)\ \times\ V\ \times\ D]/(M\ \times\ 10^4)$$

Če se uporablja metoda 9.3:

$$B\ \% = [(x_s - x_b)\ \times\ V\ \times\ 2D]/(M\ \times\ 10^4)$$

pri čemer je:

B količina bora, izražena kot odstotek v gnojilu;

x_s koncentracija (μg/ml) v preskusni raztopini (6.2), s popravkom ali brez;

x_b koncentracija (μg/ml) v slepi (7.1);

V volumen ekstrakta, pridobljenega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v ml;

D faktor, ki ustreza razredčitvi, izvedeni v 6.2;

M masa preskusnega vzorca, vzetega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v gramih.

Izračun faktorja redčenja D: če sta (a1) in (a2) zaporedna alikvotna deleža in (v1) in (v2) volumna, ki ustrezata razredčitvam, je faktor redčitve enak:

$$D = (v1/a1)\ \times\ (v2/a2)$$

Metoda 9.6

Določanje kobalta v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo

1. **Obseg**

V tej metodi je opisan postopek za določanje kobalta v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za analiziranje vzorcev gnojil, ekstrahiranih z metodama 9.1 in 9.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupnega in/ali v vodi topnega kobalta.

3. **Princip**

Po ustrezni obdelavi in razredčitvi ekstraktov se vsebnost kobalta določi z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina klorovodikove kisline, približno 6 mol/l*

Glej metodo 9.4 (4.1).

4.2 *Raztopina klorovodikove kisline, približno 0,5 mol/l*

Glej metodo 9.4 (4.2).

▼B

4.3 *Raztopine lantanove soli (10 g La na liter)*

Glej metodo 9.4 (4.3).

4.4 *Kobaltove umeritvene raztopine*

4.4.1 Kobaltova osnovna raztopina (1 000 μg/ml)

V 250 ml čašo natehtamo, na 0,1 mg natančno, 1 g kobalta, dodamo 25 ml 6mol/l klorovodikove kisline (4.1) in segrevamo na vroči plošči toliko časa, da se kobalt popolnoma raztopi. Ko se ohladi, kvantitativno prenesemo v 1 000 ml merilno bučko. Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo.

4.4.2 Kobaltova delovna raztopina (100 μg/ml)

V 100 ml merilno bučko prenesemo 10 ml osnovne raztopine (4.4.1). Dopolnimo do oznake z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo.

5. **Aparature**

Atomski absorpcijski spektrometer: glej metodo 9.4 (5). Inštrument mora biti opremljen z virom žarkov, ki so značilni za kobalt (240,7 nm). Spektrometer mora omogočati popravek ozadja.

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Raztopina kobaltovega ekstrakta*

Glej metode 9.1 in/ali 9.2 in, če je ustrezno, 9.3.

6.2 *Priprava preskusne raztopine*

Glej metodo 9.4 (6.2). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli (4.3).

7. **Postopek**

7.1 *Priprava slepe raztopine*

Glej metodo 9.4 (7.1). Slepa mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2.

7.2 *Priprava umeritvenih raztopin*

Glej metodo 9.4 (7.2).

Za optimalno območje določanja od 0 do 5 μg/ml kobalta prenesemo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ali 5 ml delovne raztopine (4.4.2) v niz 100 ml merilnih bučk. Po potrebi prilagodimo koncentracijo klorovodikove kisline čim bližje koncentraciji preskusne raztopine. V vsako bučko dodamo 10 ml raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2. Dopolnimo do oznake 100 ml z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo. Te raztopine vsebujejo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ali 5 μg/ml kobalta.

7.3 *Določanje*

Glej metodo 9.4 (7.3). Pripravimo spektrometer (5) za merjenje pri valovni dolžini 240,7 nm.

8. **Navedba rezultatov**

Glej metodo 9.4 (8).

Odstotek kobalta v gnojilu je enak:

$$\text{Co } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Če se uporablja metoda 9.3:

$$\text{Co } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

pri čemer je

Co količina kobalta, izražena kot odstotek v gnojilu;

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2), v μg/ml;

▼B

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1), v μg/ml;

V volumen ekstrakta, pridobljenega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v ml;

D faktor, ki ustreza razredčitvi, izvedeni v 6.2;

M masa preskusnega vzorca, vzetega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v gramih.

Izračun faktorja redčenja D: Če so (a1), (a2), (a3),.,.,.,(ai) in (a) alikvotni deleži ter (v1), (v2), (v3),.,.,.,(vi) in (100) volumni v ml, ki ustrezajo njihovim razredčitvam, je faktor redčenja D enak:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3)\ \tilde{n} . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 9.7

Določanje bakra v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo

1. **Obseg**

V tej metodi je opisan postopek za določanje bakra v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za analiziranje vzorcev gnojil, ekstrahiranih z metodama 9.1 in 9.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupnega in/ali v vodi topnega bakra.

3. **Princip**

Po ustrezni obdelavi in razredčitvi ekstraktov se vsebnost bakra določa z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina klorovodikove kisline, približno 6 mol/l*

Glej metodo 9.4 (4.1).

4.2 *Raztopina klorovodikove kisline, približno 0,5 mol/l*

Glej metodo 9.4 (4.2).

4.3 Raztopina vodikovega peroksida (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), brez mikrohranil

4.4 *Bakrove umeritvene raztopine*

4.4.1 Bakrova osnovna raztopina (1 000 μg/ml)

V 250 ml čašo natehtamo, na 0,1 mg natančno, 1 g bakra, dodamo 25 ml 6 mol/l klorovodikove kisline (4.1) in 5 ml raztopine vodikovega peroksida ter na vroči plošči segrevamo toliko časa, da se baker popolnoma raztopi. Kvantitativno prenesemo v 1 000 ml merilno bučko. Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo.

4.4.2 Bakrova delovna raztopina (100 μg/ml)

V 200 ml merilno bučko prenesemo 20 ml osnovne raztopine (4.4.1). Dopolnimo do oznake z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo.

5. **Aparature**

Spektrometer za atomsko absorpcijo: glej metodo 9.4 (5). Inštrument mora biti opremljen z virom žarkov, ki so značilni za baker (324,8 nm).

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Raztopina bakrovega ekstrakta*

Glej metode 9.1 in/ali 9.2 in, če je ustrezno, 9.3.

6.2 *Priprava preskusne raztopine*

Glej metodo 9.4 (6.2).

▼B

7. **Postopek**

7.1 *Priprava slepe raztopine*

Glej metodo 9.4 (7.1).

7.2 *Priprava umeritvenih raztopin*

Glej metodo 9.4 (7.2).

Za optimalno območje določanja od 0 do 5 μg/ml bakra prenesemo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ali 5 ml delovne raztopine (4.4.2) v niz 100 ml merilnih bučk. Po potrebi prilagodimo koncentracijo klorovodikove kisline čim bližje koncentraciji preskusne raztopine (6.2). Dopolnimo do oznake 100 ml z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo. Te raztopine vsebujejo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ali 5 μg/ml bakra.

7.3 *Določanje*

Glej metodo 9.4 (7.3). Pripravimo spektrometer (5) za merjenje pri valovni dolžini 324,8 nm.

8. **Navedba rezultatov**

Glej metodo 9.4 (8).

Odstotek bakra v gnojilu je enak:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Če se uporablja metoda 9.3:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

pri čemer je

Cu količina bakra, izražena kot odstotek v gnojilu;

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2), v μg/ml;

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1), v μg/ml;

V volumen ekstrakta, pridobljenega po metodi 9.1 ali 9.2, v ml;

D faktor, ki ustreza razredčitvi, izvedeni v 6.2;

M masa preskusnega vzorca, vzetega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v gramih.

Izračun faktorja redčenja D: Če so (a1), (a2), (a3),.,.,.,(ai) in (a) alikvotni deleži ter (v1), (v2), (v3),.,.,.,(vi) in (100) volumni v ml, ki ustrezajo njihovim razredčitvam, je faktor redčenja D enak:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 9.8

Določanje železa v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo

1. **Obseg**

V tej metodi je opisan postopek za določanje železa v ekstraktih gnojil

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za analiziranje vzorcev gnojil, ekstrahiranih z metodama 9.1 in 9.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupnega in/ali v vodi topnega železa.

3. **Princip**

Po ustrezni obdelavi in razredčitvi ekstraktov se vsebnost železa določa z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

▼B

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina klorovodikove kisline, približno 6 mol/l*

Glej metodo 9.4 (4.1).

4.2 *Raztopina klorovodikove kisline, približno 0,5 mol/l*

Glej metodo 9.4 (4.2).

4.3 Raztopina vodikovega peroksida (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), brez mikrohranil

4.4 *Raztopine lantanove soli (10 g La na liter)*

Glej metodo 9.4 (4.3).

4.5 *Železove umeritvene raztopine*

4.5.1 Železova osnovna raztopina (1 000 μg/ml)

V 500 ml čašo natehtamo, na 0,1 mg natančno, 1 g železne žice, dodamo 200 ml 6 mol/l klorovodikove kisline (4.1) in 15 ml raztopine vodikovega peroksida (4.3). Segrevamo na vroči plošči toliko časa, da se železo popolnoma raztopi. Ko se ohladi, kvantitativno prenesemo v 1 000 ml merilno bučko. Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo.

4.5.2 Železova delovna raztopina (100 μg/ml)

V 200 ml merilno bučko prenesemo 20 ml osnovne raztopine (4.5.1). Dopolnimo do oznake z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo.

5. **Aparature**

Atomski absorpcijski spektrometer: glej metodo 9.4 (5). Inštrument mora biti opremljen z virom žarkov, ki so značilni za železo (248,3 nm).

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Raztopina železovega ekstrakta*

Glej metode 9.1 in/ali 9.2 in, če je ustrezno, 9.3.

6.2 *Priprava preskusne raztopine*

Glej metodo 9.4 (6.2). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli.

7. **Postopek**

7.1 *Priprava slepe raztopine*

Glej metodo 9.4 (7.1). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2.

7.2 *Priprava umeritvenih raztopin*

Glej metodo 9.4 (7.2).

Za optimalno območje določanja od 0 do 10 μg/ml železa prenesemo 0, 2, 4, 6, 8 ali 10 ml delovne raztopine (4.5.2) v niz 100 ml merilnih bučk. Po potrebi prilagodimo koncentracijo klorovodikove kisline čim bližje koncentraciji preskusne raztopine. Dodamo 10 ml raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2. Dopolnimo do oznake z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo. Te raztopine vsebujejo 0, 2, 4, 6, 8, ali 10 μg/ml železa.

7.3 *Določanje*

Glej metodo 9.4 (7.3). Pripravimo spektrometer (5) za merjenje pri valovni dolžini 248,3 nm.

8. **Navedba rezultatov**

Glej metodo 9.4 (8).

Odstotek železa v gnojilu je enak:

▼B

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Če se uporablja metoda 9.3:

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

pri čemer je:

Fe količina železa, izražena kot odstotek v gnojilu;

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2), v μg/ml;

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1), v μg/ml;

V volumen ekstrakta, pridobljenega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v ml;

D faktor, ki ustreza razredčitvi, izvedeni v 6.2;

M masa preskusnega vzorca, vzetega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v gramih.

Izračun faktorja redčenja D: Če so (a1), (a2), (a3),.,.,.,(ai) in (a) alikvotni deleži ter (v1), (v2), (v3),.,.,.,(vi) in (100) volumni v ml, ki ustrezajo njihovim razredčitvam, je faktor redčenja D enak:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 9.9

Določanje mangana v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo

1. **Obseg**

V tej metodi je opisan postopek za določanje mangana v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za analiziranje vzorcev gnojil, ekstrahiranih z metodama 9.1 in 9.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupnega in/ali v vodi topnega mangana.

3. **Princip**

Po ustrezni obdelavi in razredčitvi ekstraktov se vsebnost mangana določa z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina klorovodikove kisline, približno 6 mol/l*

Glej metodo 9.4 (4.1).

4.2 *Raztopina klorovodikove kisline, približno 0,5 mol/l*

Glej metodo 9.4 (4.2).

4.3 *Raztopine lantanove soli (10 g La na liter)*

Glej metodo 9.4 (4.3).

4.4 *Manganove umeritvene raztopine*

4.4.1 Manganova osnovna raztopina (1 000 μg/ml)

V 250 ml čašo natehtamo na 0,1 mg natančno 1 g mangana, dodamo 25 ml 6 mol/l klorovodikove kisline (4.1). Segrevamo na vroči plošči toliko časa, da se mangan popolnoma raztopi. Ko se ohladi, kvantitativno prenesemo v 1 000 ml merilno bučko. Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo.

▼B

4.4.2 Manganova delovna raztopina (100 μg/ml)

V 200 ml merilni bučki razredčimo 20 ml osnovne raztopine (4.4.1) v 0,5 mol/l raztopini klorovodikove kisline (4.2). Dopolnimo do oznake z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo.

5. **Aparature**

Atomski absorpcijski spektrofotometer: glej metodo 9.4 (5). Inštrument mora biti opremljen z virom žarkov, ki so značilni za mangan (279,6 nm).

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Raztopina manganovega ekstrakta*

Glej metode 9.1 in/ali 9.2 in, če je primerno, 9.3.

6.2 *Priprava preskusne raztopine*

Glej metodo 9.4 (6.2). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli (4.3).

7. **Postopek**

7.1 *Priprava slepe raztopine*

Glej metodo 9.4 (7.1). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2.

7.2 *Priprava umeritvenih raztopin*

Glej metodo 9.4 (7.2).

Za optimalno območje določanja od 0 do 5 μg/ml mangana prenesemo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ali 5 ml delovne raztopine (4.4.2) v niz 100 ml merilnih bučk. Po potrebi prilagodimo koncentracijo klorovodikove kisline čim bližje koncentraciji preskusne raztopine. V vsako bučko dodamo 10 ml raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2. Dopolnimo do oznake 100 ml z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo. Te raztopine vsebujejo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ali 5 μg/ml kobalta.

7.3 *Določanje*

Glej metodo 9.4 (7.3). Pripravimo spektrometer (5) za merjenje pri valovni dolžini 279,6 nm.

8. **Navedba rezultatov**

Glej metodo 9.4 (8).

Vsebnost mangana v gnojilu je, kakor sledi:

$$\text{Mn } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Če se uporablja metoda 9.3:

$$\text{Mn } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

pri je čemer

Mn količina mangana, izražena kot odstotek v gnojilu;

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2), v μg/ml;

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1), v μg/ml;

V volumen ekstrakta, pridobljenega po metodi 9.1 ali 9.2, v ml;

D faktor, ki ustreza razredčitvi, izvedeni v 6.2;

M masa preskusnega vzorca v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v gramih.

Izračun faktorja redčenja D: Če so (a1), (a2), (a3),.,.,.,(ai) in(a) alikvotni deleži ter (v1), (v2), (v3),.,.,.,(vi) in (100) volumni v ml, ki ustrezajo njihovim razredčitvam, bo faktor redčenja D enak:

▼B

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 9.10

Določanje molibdena v ekstraktih gnojil s spektrometrijo kompleksa z amonijevim tiocianatom

1. **Obseg**

V tej metodi je opisan postopek za določanje molibdena v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za analiziranje vzorcev gnojil, ekstrahiranih z metodama 9.1 in 9.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupnega in/ali v vodi topnega molibdena.

3. **Princip**

Molibden (V) tvori kompleks $[MoO(SCN)_5]$-v kislem mediju z ioni SCN.

Kompleks se ekstrahira z n-butil acetatom. Moteči ioni, kot so ioni železa, ostanejo v vodni fazi. Rumeno oranžno barvo določamo z molekularno absorpcijsko spektrometrijo pri 470 nm.

4. **Reagenti**

4.1 *Razredčena raztopina klorovodikove kisline(HCl), približno 6 mol/l*

Glej metodo 9.4 (4.1).

4.2 *Raztopina bakra (70 mg/l) v 1,5 mol/l klorovodikovi kislini*

V 1 000 ml merilni bučki raztopimo 275 mg bakrovega sulfata ($CuSO_4$ $5H_2O$), stehtanega na 0,1 mg natančno, v 250 ml 6 mol/l raztopini klorovodikove kisline (4.1). Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo.

4.3 *Raztopina askorbinske kisline (50 g/l)*

V 1 000 ml merilni bučki v vodi raztopimo 50 g askorbinske kisline ($C_6H_8O_6$). Dopolnimo z vodo do oznake, dobro premešamo in shranimo v hladilniku.

4.4 n-butil acetat

4.5 *Raztopina amonijevega tiocianata, 0,2 mol/l*

V 1 000 ml merilni bučki v vodi raztopimo 15,224 g NH_4SCN. Dopolnimo z vodo do oznake; dobro premešamo in shranimo v temno obarvani steklenici.

4.6 *Raztopina kositrovega klorida (50 g/l) v 2 mol/l klorovodikovi kislini*

Raztopina mora biti popolnoma bistra in sveže pripravljena tik pred uporabo. Uporabiti je treba zelo čist kositrov klorid, sicer raztopina ne bo bistra.

Za pripravo 100 ml raztopine, raztopimo 5 g ($SnCl_2 2H_2O$) v 35 ml 6 mol/l HCl raztopine (4.1). Dodamo 10 ml bakrove raztopine (4.2). Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo.

4.7 *Umeritvene raztopine molibdena*

4.7.1 Molibdenova osnovna raztopina (500 μg/ml)

V 1 000 ml merilni bučki raztopimo 0,920 g amonijevega molibdata $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}4H_2O]$, stehtanega na 0,1 mg natančno, v 250 ml 6 mol/l raztopini klorovodikove kisline (4.1). Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo.

4.7.2 Molibdenova vmesna raztopina (25 μg/ml)

V 500 ml merilno bučko prenesemo 25 ml osnovne raztopine (4.7.1). Dopolnimo do oznake z 6 mol/l klorovodikovo kislino (4.1) in dobro premešamo.

▼B

4.7.3 Molibdenova delovna raztopina (2,5 μg/ml)

V 100 ml merilno bučko prenesemo 10 ml vmesne raztopine (4.7.2). Dopolnimo do oznake s 6 mol/l klorovodikovo kislino (4.1) in dobro premešamo.

5. **Aparature**

5.1 Spektrometer za molekularno absorpcijo s kivetami, ki imajo optično pot dolžine 20 mm, in nastavljen na valovno dolžino 470 mm.

5.2 200 ali 250 ml lij ločnik

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Raztopina molibdenovega ekstrakta*

Glej metodi 9.1 in/ali 9.2 in, če je ustrezno, 9.3.

6.2 *Priprava preskusne raztopine*

Alikvotni delež ekstrakta (6.1) razredčimo s 6 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.1), da dobimo ustrezno molibdenovo koncentracijo. Naj bo D faktor redčenja.

Alikvotni delež (a) iz raztopine ekstrakta, ki vsebuje 1 do 12 μg molibdena prenesemo v lij ločnik (5.2). Dopolnimo do oznake 50 ml s 6 mol/l raztopine klorovodikove kisline (4.1).

7. **Postopek**

7.1 *Priprava slepe raztopine*

Pripravimo slepo raztopino tako, da ponovimo celoten postopek od faze ekstrakcije in izpustimo samo preskusni vzorec gnojila.

7.2 *Priprava niza umeritvenih raztopin*

Pripravimo niz vsaj 6 umeritvenih raztopin z naraščajočo koncentracijo, ki ustrezajo optimalnemu odzivnemu območju spektrometra.

Za količino molibdena od 0 do 12, 5 μg, prenesemo, 0, 1, 2, 3, 4 ali 5 ml delovne raztopine (4.7.3) v lije ločnike (5.2). Dopolnimo do oznake 50 ml s 6 mol/l raztopine klorovodikove kisline (4.1). Liji vsebujejo 0, 2,5, 5, 7,5, 10 in 12,5 μg molibdena.

7.3 *Razvoj in ločitev kompleksa*

V vsak lij ločnik (6.2, 7.1 in 7.2) dodamo v naslednjem vrstnem redu:

— 10 ml bakrove raztopine (4.2)

— 20 ml raztopine askorbinske kisline (4.3);

dobro premešamo in počakamo dve ali tri minute. Nato dodamo:

— 10 ml n-butil acetata (4.4), z merilno pipeto

— 20 ml raztopine tiocianata (4.5).

Stresamo eno minuto, da ekstrahiramo kompleks v organski fazi; pustimo, da se obori; po ločitvi obeh faz v celoti odlijemo vodno fazo in jo zavržemo; organsko fazo speremo z:

— 10 ml raztopine kositrovega klorida (4.6).

Stresamo 1 minuto. Pustimo, da se obori in v celoti odlijemo vodno fazo. Organsko fazo zbiramo v epruveti; to bo omogočilo zbiranje kapljic vode v suspenziji.

7.4 *Določanje*

Izmerimo absorbance dobljenih raztopin (7.3) pri valovni dolžini 470 nm z 0 μg/ml molibdenovo umeritveno raztopino (7.2) kot referenco.

8. **Navedba rezultatov**

Izrišemo umeritveno krivuljo tako, da na absciso nanesemo ustrezne mase molidbdena v umeritvenih raztopinah (7.2), izražene v μg, in na ordinato ustrezne vrednosti absorbanc (7.4), dobljenih pri odčitavanju spektrometra.

▼B

Iz krivulje določimo maso molibdena v preskusni raztopini (6.2) in slepi raztopini (7.1). Te mase označimo (x_s) in (x_b).

Odstotek molibdena v gnojilu je:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times D]/(M \times 10^4)$$

Če se uporablja metoda 9.3:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D]/(M \times 10^4)$$

pri čemer je

Mo količina molibdena, izražena kot odstotek v gnojilu;

a je volumen v ml alikvota, vzetega iz razredčene raztopine (6.2);

x_s masa Mo v μg v preskusni raztopini (6.2);

x_b masa Mo v μg v slepi raztopini (7.1), prostornina katere ustreza prostornini (a) alikvota preskusne raztopine (6.2);

V volumen ekstrakta, pridobljenega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v ml;

D faktor, ki ustreza razredčitvi, izvedeni v 6.2;

M masa preskusnega vzorca, vzetega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v gramih.

Izračun faktorja redčenja D: če sta (a1) in (a2) zaporedna alikvotna deleža in (v1) in (v2) volumna, ki ustrezata razredčitvam, je faktor redčitve enak:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Metoda 9.11

Določanje cinka v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo

1. **Obseg**

V tej metodi je opisan postopek za določanje cinka v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za analiziranje vzorcev gnojil, ekstrahiranih z metodama 9.1 in 9.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupnega in/ali v vodi topnega cinka.

3. **Princip**

Po ustrezni obdelavi in razredčitvi ekstraktov se vsebnost cinka določa z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina klorovodikove kislin, približno 6 mol/l*

Glej metodo 9.4 (4,1).

4.2 *Raztopina klorovodikove kisline, približno 0,5 mol/l*

Glej metodo 9.4 (4.2).

4.3 *Raztopine lantanove soli (10 g La na liter)*

Glej metodo 9.4 (4.3).

4.4 *Cinkove umeritvene raztopine*

4.4.1 Cinkova osnovna raztopina (1 000 μg/ml)

V 1 000 m merilni bučki raztopimo 1 g cinkovega praška ali kosmičev, natehtanega na 0, 1 mg natančno, v 25 ml 6 mol/l kloro-

▼B

vodikove kisline (4.1). Ko se popolnoma raztopi, dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo.

4.4.2 Cinkova delovna raztopina (100 μg/ml)

V 200 ml merilni bučki razredčimo 20 ml osnovne raztopine (4.4.1) v 0,5 mol/l raztopini klorovodikove kisline (4.2). Dopolnimo do oznake z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo.

5. **Aparature**

Atomski absorpcijski spektrometer: glej metodo 9.4 (5). Inštrument mora biti opremeljen z virom žarkov, ki so značilni za cink (213,8 nm), spektrometer mora omogočati popravek ozadja.

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Raztopina cinkovega ekstrakta*

Glej metodi 9.1 in/ali 9.2 in, če je ustrezno, 9.3.

6.2 *Priprava preskusne raztopine*

Glej metodo 9.4 (6.2). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 volumskih % (v/v) raztopine lantanove soli (4.3).

7. **Postopek**

7.1 *Priprava slepe raztopine*

Glej metodo 9.4 (7.1). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 volumskih % (v/v) raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2.

7.2 *Priprava umeritvenih raztopin*

Glej metodo 9.4 (7.2).

Za optimalno območje določanja od 0 do 5 μg/ml cinka prenesemo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ali 5 ml delovne raztopine (4.4.2) v niz 100 ml merilnih bučk. Po potrebi prilagodimo koncentracijo klorovodikove kisline čim bližje koncentraciji preskusne raztopine. V vsako bučko dodamo 10 ml raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2. Dopolnimo do oznake 100 ml z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo. Te raztopine vsebujejo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ali 5 μg/ml cinka.

7.3 *Določanje*

Glej metodo 9.4 (7,3). Pripravimo spektrometer (5) za merjenje pri valovni dolžini 213,8 nm.

8. **Navedba rezultatov**

Glej metodo 9.4 (8).

Vsebnost cinka v gnojilu je, kakor sledi:

$$\text{Zn } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Če se uporablja metoda 9.3:

$$\text{Zn } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

pri čemer je

Zn količina cinka, izražena kot odstotek v gnojilu;

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2), v μg/ml;

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1), v μg/ml;

V volumen ekstrakta, pridobljenega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v ml;

D faktor, ki ustreza razredčitvi, izvedeni v 6.2;

M masa preskusnega vzorca, vzetega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v gramih.

▼B

Izračun faktorja redčenja D: Če so (a1), (a2), (a3),.,.,.,(ai) in(a) alikvotni deleži ter (v1), (v2), (v3),.,.,.,(vi) in (100) volumni v ml, ki ustrezajo njihovim razredčitvam, bo faktor redčenja D enak:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metode 10

Mikrohranila v koncentraciji večji od 10 %

Metoda 10.1

Ekstrakcija skupnih mikrohranil

1. **Obseg**

V tej metodi je opredeljen postopek za ekstrakcijo naslednjih mikrohranil: skupni bor, skupni kobalt, skupni baker, skupno železo, skupni mangan, skupni molibden in skupni cink. Cilj je izvajati najmanjše možno število ekstrakcij ob uporabi, kadarkoli je mogoče, istega ekstrakta za določanje skupne vsebnosti posameznih mikrohranil, uvrščenih na seznam zgoraj.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek se nanaša na gnojila ES, zajeta s Prilogo I E k tej uredbi, ki vsebujejo enega ali več od naslednjih mikrohranil: bor, kobalt, baker, železo, mangan, molibden in cink. Uporablja se za vsa mikrohranila, katerih navedena vsebnost je večja od 10 %.

3. **Princip**

Raztapljanje v vreli razredčeni klorovodikovi kislini.

Opomba

Ekstrakcija je empirična in ni nujno kvantitativna odvisno od proizvoda ali drugih sestavin gnojila. Zlasti pri nekaterih manganovih oksidih je ekstrahirana količina lahko znatno manjša od skupne količine mangana, ki ga proizvod vsebuje. Odgovornost proizvajalcev gnojila je, da zagotovijo, da navedena vsebnost dejansko ustreza ekstrahirani količini po pogojih metode.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina razredčene klorovodikove kisline (HCl), približno 6 mol/l*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) zmešamo z enim volumskim delom vode.

4.2 Koncentrirana raztopina amonijaka (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml)

5. **Aparature**

5.1 Električna grelna plošča s spremenljivo nastavitvijo temperature.

5.2. pH-meter

Opomba

Kadar je treba določiti vsebnost bora v ekstraktu, se ne sme uporabljati borosilikatne steklovine. Ker metoda vključuje vrenje, se po možnosti uporablja teflon ali kvarčna steklovina. Steklovino dobro speremo, če je bila oprana v detergentih, ki vsebujejo borate.

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Preskusni vzorec*

Uporabimo količino gnojila, ki tehta med 1 in 2 g, odvisno od navedene vsebnosti elementa v proizvodu. Da dobimo končno raztopino, ki bo po ustrezni razredčitvi, znotraj merilnega območja pri vsaki metodi,

▼B

uporabljamo naslednjo preglednico. Vzorce je treba stehtati na 1 mg natančno.

Navedena vsebnost mikrohranila v gnojilu (%)	> 10 < 25	≥ 25
Masa preskusnega vzorca (g)	2	1
Masa elementa v vzorcu (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Volumen ekstrakta V (ml)	500	500
Koncentracija elementa v ekstraktu (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Vzorec prenesemo v 250 ml čašo.

7.2 *Priprava raztopine*

Po potrebi vzorec navlažimo z malo vode, previdno v majhnih količinah dodamo 10 ml razredčene klorovodikove kisline (4.1) na gram gnojila, nato dodamo približno 50 ml vode. Čašo pokrijemo z urnim steklom in premešamo. Na vroči plošči segrejemo do vrenja in pustimo vreti 30 minut. Pustimo, da se ohladi in občasno premešamo. Kvantitativno prenesemo v 500 ml merilno bučko. Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo. Filtriramo skozi suh filter v suho posodo. Prvi delež zavržemo. Ekstrakt mora biti popolnoma bister.

Priporoča se takojšnja izvedba določanja na alikvotnih deležih bistrega filtrata, sicer je treba posode zapreti s zamaški.

Opomba

Ekstrakti, v katerih je treba določiti vsebnost bora: pH uravnamo na med 4 in 6 s koncentriranim amonijakom (4.2).

8. **Določanje**

Določanje posameznega mikrohranila je treba izvajati na alikvotnih deležih, navedenih v metodi za posamezna mikrohranila.

Metode 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 in 10.10 se ne morejo uporabiti za določanje elementov v kelatiranih in kompleksiranih oblikah. V teh primerih je pred določanjem treba uporabiti metodo 10.3.

Pri določanju z AAS (metodi 10.8 in 10.11) taka obdelava morda ne bo potrebna.

Metoda 10.2

Ekstrakcija v vodi topnih mikrohranil

1. **Obseg**

V tej metodi je opredeljen postopek za ekstrakcijo v vodi topnih oblik naslednjih mikrohranil: bor, kobalt, baker, železo, mangan, molibden in cink. Cilj je izvajati najmanjše možno število ekstrakcij ob uporabi, kadarkoli je mogoče, istega ekstrakta za določanje vsebnosti posameznih mikrohranil, uvrščenih na seznam zgoraj.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek se nanaša na gnojila ES, zajeta s Prilogo I E k tej uredbi, ki vsebujejo enega ali več od naslednjih mikrohranil: bor, kobalt, baker, železo, mangan, molibden in cink. Uporablja se za vsa mikrohranila, katerih navedena vsebnost je večja od 10 %.

3. **Princip**

Mikrohranila se ekstrahirajo s stresanjem gnojila v vodi pri 20 °C (± 2) °C.

Opomba

Ekstrakcija je empirična in je lahko kvantitativna ali pa tudi ne.

▼B

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina razredčene klorovodikove kisline (HCl), približno 6 mol/l*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) zmešamo z enim volumskim delom vode.

5. **Aparature**

5.1 Rotacijski stresalnik, nastavljen na približno 35 do 40 vrt/min

Opomba

Kadar je treba določiti vsebnost bora v ekstraktu, se ne sme uporabljati borosilikatne steklovine. Za to ekstrakcijo se po možnosti uporablja teflon ali kvarčna steklovina. Steklovino dobro speremo, če je bila oprana v detergentih, ki vsebujejo borate.

6. **Priprava vzorca**

Glej metodo 1.

7. **Postopek**

7.1 *Preskusni vzorec*

Uporabimo količino gnojila, ki tehta med 1 in 2 g, odvisno od navedene vsebnosti proizvoda. Da dobimo končno raztopino, ki bo po ustrezni razredčitvi, znotraj merilnega območja pri vsaki metodi, uporabljamo naslednjo preglednico. Vzorce je treba stehtati na 1 mg natančno.

Navedena vsebnost mikrohranila v gnojilu (%)	> 10 < 25	≥ 25
Masa preskusnega vzorca (g)	2	1
Masa elementa v vzorcu (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Volumen ekstrakta V (ml)	500	500
Koncentracija elementa v ekstraktu (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Vzorec prenesemo v 500 ml čašo.

7.2 *Priprava raztopine*

Dodamo približno 400 ml vode.

Bučko dobro zapremo s zamaškom. Močno ročno stresamo, da vzorec dispergira, nato bučko postavimo na stresalnik in stresamo 30 minut.

Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo.

7.3 *Priprava preskusne raztopine*

Takoj filtriramo v čisto, suho bučko. Bučko dobro zapremo s zamaškom. Določanje izvedemo takoj po filtriranju.

Opomba

Če filtrat postopoma postaja moten, pripravimo drug ekstrakt na osnovi 7.1 in 7.2 v merilni bučki prostornine Ve. Filtriramo v merilno bučko, prostornine W, ki smo jo predhodno posušili in vanjo prenesli 5 ml razredčene klorovodikove kisline (4.1). S filtracijo prenehamo točno v trenutku, ko raztopina doseže umeritveno oznako. Dobro premešamo.

Po teh pogojih je vrednost V v navedbi rezultatov naslednja:

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Razredčine v navedbi rezultatov so odvisne od navedene vrednosti V.

▼B

8. **Določanje**

Določanje posameznega mikrohranila se izvaja na alikvotnih deležih, navedenih v metodi za posamezno mikrohranilo.

Metode 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 in 10.10 se ne morejo uporabiti za določanje elementov v kelatiranih in kompleksnih oblikah. V teh primerih je pred določanjem treba uporabiti metodo 10.3.

Pri določanju z AAS (metodi 10.8 in 10.11) taka obdelava morda ne bo potrebna.

Metoda 10.3

Odstranitev organskih spojin iz ekstraktov gnojil

1. **Obseg**

V tej metodi je opredeljen postopek za odstranjevanje organskih spojin iz ekstraktov gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za analiziranje vzorcev gnojil, ekstrahiranih z metodama 10.1 in 10.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupne in/ali v vodi topne količine elementa.

Opomba

Navzočnost majhnih količin organske snovi običajno ne vpliva na določanje z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

3. **Princip**

Organske spojine v alikvotnem deležu ekstrakta se oksidirajo z vodikovim peroksidom.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina razredčene klorovodikove kisline (HCl), približno 0,5 mol/l*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) zmešamo z 20 volumskimi deli vode.

4.2 Raztopina vodikovega peroksida (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), brez mikrohranil

5. **Aparature**

Električna grelna plošča z nastavljivo temperaturo.

6. **Postopek**

V 100 ml čašo prenesemo 25 ml raztopine ekstrakta, pridobljenega z metodo 10.1 ali metodo 10.2. Raztopini ekstrakta, pridobljenega z metodo 10.2, dodamo 5 ml razredčene raztopine klorovodikove kisline (4.1). Dodamo 5 ml raztopine vodikovega peroksida (4.2). Pokrijemo z urnim steklom. Pustimo približno 1 uro, da pride do oksidacije pri sobni temperaturi, nato pa postopno segrevamo do vrenja in pustimo vreti pol ure. Po potrebi raztopini, potem ko se ohladi, dodamo dodatnih 5 ml vodikovega peroksida. Zavremo, da se odstrani presežek vodikovega peroksida. Pustimo, da se ohladi in kvantitativno prenesemo v 50 ml merilno bučko in dopolnimo do oznake. Po potrebi filtriramo.

To razredčino je treba upoštevati pri jemanju alikvotnih deležev in izračunu odstotka mikrohranil v proizvodu.

▼B

Metoda 10.4

Določanje mikrohranil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo v ekstraktih gnojil

(splošni postopek)

1. **Obseg**

V tem dokumentu je opredeljen splošni postopek za določanje količine železa in cinka v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za analiziranje vzorcev gnojil, ekstrahiranih z metodama 9.1 in 10,2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupnega in/ali v vodi topnega železa ali cinka.

Prilagoditve tega postopka za različna mikrohranila so podrobno opisane v metodah, opredeljenih posebej za vsak element.

Opomba

V večini primerov navzočnost majhnih količin organske snovi ne bo vplivala na določanje z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

3. **Princip**

Po obdelavi ekstrakta, kadar je treba zmanjšati ali odpraviti moteče kemične zvrsti, se ekstrakt razredči tako, da je njegov koncentrat v optimalnem delovnem območju spektrometra pri valovni dolžini, ki ustreza mikrohranilu, ki ga bomo določali.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina razredčene klorovodikove kisline (HCl), približno 6 mol/l*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) zmešamo z enim volumskim delom vode.

4.2 *Raztopina razredčene klorovodikove kisline (HCl), približno 0,5 mol/l*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) zmešamo z 20 volumskimi deli vode.

4.3 *Raztopine lantanove soli (10 g La na liter)*

Ta reagent se uporablja za določanje železa in cinka. Pripravi se lahko:

(a) z lantanovim oksidom, raztopljenim v klorovodikovi kislini (4.1). 11,73 g lantanovega oksida (La_2O_3) prenesemo v 150 ml vode v 1-litrski merilni bučki in dodamo 120 ml 6 mol/l klorovodikove kisline (4.1). Pustimo, da se raztopi, dopolnimo z vodo do oznake 1 l in dobro premešamo. Ta raztopina je približno 0,5 mol/l v klorovodikovi kislini; ali

(b) z raztopinami lantanovega klorida, sulfata ali nitrata. 26,7 g lantanovega klorida heptahidrata ($LaCl_3$ $7H_2O$) ali 31,2 g lantanovega nitrata heksahidrata [$La(NO_3)3$ $6H_2O$] ali 26,2 g lantanovega sulfata nonahidrata [$La_2(SO_4)3$ $9H_2O$] raztopimo v 150 ml vode in dodamo 85 ml 6 mol/l klorovodikove kisline (4.1). Pustimo, da se raztopi v vodi in dopolnimo z vodo do oznake 1 litra. Dobro premešamo. Ta raztopina je približno 0,5 mol/l v klorovodikovi kislini.

4.4 *Umeritvene raztopine*

Za pripravo teh raztopin, glej posamezno metodo določanja za vsako mikrohranilo.

5. **Aparature**

Atomski absorpcijski spektrometer, opremljen z viri, ki oddajajo sevanje, značilno za mikrohranila, ki jih bomo določali.

Analitik mora upoštevati navodila proizvajalca in mora biti seznanjen z aparaturo. Aparatura mora omogočati popravek ozadja, tako da se lahko uporablja, kadarkoli je potrebno (e.g Zn). Uporabljala se bosta plina zrak in acetilen.

▼B

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Priprava raztopin ekstraktov s prvinami, ki jih bomo določali*

Glej metodi 10.1 in/ali 10.2 in, če je ustrezno, 10.3.

6.2 *Obdelava preskusne raztopine*

Alikvotni delež ekstrakta, pridobljenega z metodo 10.1, 10.2 ali 10.3 razredčimo z vodo in/ali klorovodikovo kislino (4.1) ali (4.2) tako, da dobimo v končni raztopini za merjenje, koncentracijo elementa, ki jo bomo določali, ki ustreza uporabljenemu območju umerjanja (7.2) in koncentracijo klorovodikove kisline vsaj 0,5 mol/l in ne več kot 2,5 mol/l.

Končno raztopino je treba dobiti tako, da alikvotni delež razredčenega ekstrakta prenesemo v 100 ml merilno bučko. Volumen tega alikvotnega deleža naj bo (a) ml. Dodamo 10 ml raztopine lantanove soli (4.3). Dopolnimo do oznake z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo. Naj bo D faktor redčenja.

7. **Postopek**

7.1 *Priprava slepe raztopine*

Pripravimo slepo raztopino tako, da ponovimo celoten postopek od faze ekstrakcije in izpustimo samo preskusni vzorec gnojila.

7.2 *Priprava umeritvenih raztopin*

Iz delovne umeritvene raztopine, ki smo jo pripravili s pomočjo metode, podane za vsako posamezno mikrohranilo, v 100 ml merilnih bučkah pripravimo niz vsaj petih umeritvenih raztopin naraščajoče koncentracije v optimalnem merilnem območju spektrometra. Po potrebi prilagodimo koncentracijo klorovodikove kisline, da jo čim bolj približamo koncentraciji razredčene preskusne raztopine (6.2). Za določanje železa ali cinka dodamo 10 ml enake raztopine lantanove soli (4.3), kakor smo jo uporabili v 6.2. Dopolnimo do oznake z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo.

7.3 *Določanje*

Pripravimo spektrometer (5) za določanje in nastavimo na valovno dolžino, podano v metodi za posamezno mikrohranilo.

Trikrat zaporedoma razpršimo umeritvene raztopine (7.2), preskusno raztopino (6.2) in slepo raztopino (7.1), zabeležimo vsak posamezen rezultat in med posameznimi razpršitvami inštrument speremo z destilirano vodo.

Izrišemo umeritveno krivuljo, tako da na ordinato nanašamo povprečni odčitek na spektrometru za vsako posamezno umeritveno raztopino (7.2) na absciso pa ustrezno koncentracijo elementa, izraženo v μg/ml.

Iz te krivulje določimo koncentracije ustreznih mikrohranil v preskusni raztopini x_s (6.2) in slepe raztopine x_b (7.1), tako da te koncentracije izrazimo v μg/ml.

8. **Navedba rezultatov**

Odstotek mikrohranila (E) v gnojilu je enak:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b)\ \times\ V\ \times\ D]/(M\ \times\ 10^4)$$

Če je bila uporabljena metoda 10.3:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b)\ \times\ V\ \times\ 2D]/(M\ \times\ 10^4)$$

pri čemer je

E količina določanega mikrohranila, izražena kot odstotek gnojila;

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2), v μg/ml;

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1), v μg/ml;

V volumen ekstrakta, pridobljenega z metodo 101 ali 10.2, v ml;

▼B

D faktor, ki ustreza razredčitvi, izvedeni v 6.2;

M masa preskusnega vzorca v skladu z metodo 10.1 ali 102, v gramih.

Izračun faktorja redčenja D:

Če so (a1), (a2), (a3),.,.,.,(ai) in(a) alikvotni deleži ter (v1), (v2), (v3),.,.,.,(vi) in (100) volumni v ml, ki ustrezajo njihovim razredčitvam, bo faktor redčenja D enak:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 10.5

Določanje bora v ekstraktih gnojil z acidimetrično titracijo

1. **Obseg**

V tej metodi je opredeljen postopek za določanje bora v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za ekstrakte iz vzorcev gnojil, pridobljene z metodama 10.1 in 10.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupnega in/ali v vodi topnega bora.

3. **Princip**

Kompleks manit-bor se tvori z naslednjo reakcijo borata z manitolom:

$$C_6H_8(OH)_6 + H_3BO_3C_6H_{15}O_8B + H_2O$$

Kompleks titriramo z raztopino natrijevega hidoksida do pH 6,3.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina indikatorja metilno rdeče*

0,1 g metilno rdečega ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) raztopimo v 50 ml etanola (95 % v 100 ml merilni bučki). Dopolnimo z vodo do oznake 100 ml. Dobro premešamo.

4.2 *Razredčena raztopina klorovodikove kisline, približno 0,5 mol/l*

En volumski del klorovodikove kisline HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) zmešamo z 20 volumskimi deli vode.

4.3 *Raztopina natrijevega hidroksida, približno 0,5 mol/l*

Biti mora brez ogljikovega dioksida. V 1-litrski merilni bučki, ki vsebuje približno 800 ml vrele vode raztopimo 20 g natrijevega hidroksida (Na OH) v obliki pelet. Ko se raztopina ohladi, dopolnimo do oznake 1 000 ml z vodo in dobro premešamo.

4.4 *Standardna raztopina natrijevega hidroksida, približno 0,025 mol/l*

Biti mora brez ogljikovega dioksida. 0,5 mol/l raztopino natrijevega hidoroksida 20-krat razredčimo z vrelo vodo in dobro premešamo. Določiti je treba ekvivalent te raztopine, izražene kot bor (B) (glej odstavek 9).

4.5 *Umeritvena borova raztopina (100 μg/ml B)*

V 1,000 ml merilni bučki v vodi raztopimo 0,5719 g borove kisline (H_2BO_3), natehtane na 0,1 mg natančno. Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo. Prenesemo v plastično steklenico za shranjevanje v hladilniku.

4.6 D-manitol ($C_6H_{14}O_6$), v prahu

4.7 Natrijev klorid (NaCl)

5. **Aparature**

5.1 pH meter s stekleno elektrodo

▼B

5.2 Magnetno mešalo

5.3 400 ml čaša s teflonsko paličico

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Priprava borove raztopine*

Glej metodi 10.1 in/ali 10.2 in, če je ustrezno, 10.3.

7. **Postopek**

7.1 *Preskus*

V 400 ml čašo (5.3) prenesemo alikvot (a) ekstrakta (6.1), ki vsebuje 2 do 4 mg B. Dodamo približno 150 ml vode.

Dodamo več kapljic raztopine indikatorja metil rdeče (4.1).

V primeru ekstrakcije z metodo 10.2, nakisamo z dodatkom 0,5 mol/l klorovodikove kisline (4.2) do točke spremembe raztopine indikatorja, nato dodamo še dodatnih 0,5 ml 0,5 mol/l klorovodikove kisline (4.2).

Po dodatku 3 g natrijevega klorida (4.7), segrevamo do vrenja, da se odstrani ogljikov dioksid. Pustimo, da se ohladi. Čašo postavimo na magnetno mešalo (5.2) in vstavimo elektrode pH metra, ki smo ga predhodno umerili.

pH uravnamo natančno na 6,3, najprej z 0,5 mol/l raztopino natrijevega hidroksida (4.3), nato pa z 0,025 mol/l raztopino (4.4).

Dodamo 20 g D-manitola (4.6), v celoti raztopimo in dobro premešamo. Titriramo z 0,025 mol/l raztopino natrijevega hidroksida (4.4) do pH 6,3 (stabilnost vsaj 1 minuto). X_1 naj bo zahtevani volumen.

8. **Slepa raztopina**

Pripravimo slepo raztopino tako, da ponovimo celoten postopek od faze priprave raztopine, izpustimo samo gnojilo. X_0 naj bo zahtevani volumen.

9. **Ekvivalent raztopine natrijevega hidroksida izražen kot B (4.4)**

S pipeto prenesemo 20 ml (2,0 mg B) umeritvene raztopine (4.5) v 400 ml čašo in dodamo nekaj kapljic raztopine indikatorja metilno rdeče (4.1). Dodamo 3 d natrijevega klorida (4.7) in raztopino klorovodikove kisline (4.2) do točke spremembe barve indikatorja (4.1).

Dopolnimo do oznake 150 ml in postopoma segrevamo do vrenja, da se izloči ogljikov dioksid. Pustimo, da se ohladi. Čašo postavimo na magnetno mešalo (5.2) in vstavimo elektrode pH metra (5.1), ki smo ga predhodno umerili. pH uravnamo natančno na 6,3, najprej z 0,5 mol/l raztopino natrijevega hidroksida (4.3), nato pa z 0,025 mol/l raztopino (4.4).

Dodamo 20 g D-manitola (4.6), popolnoma raztopimo in dobro premešamo. Titriramo z 0,025 mol/l raztopino natrijevega hidroksida (4.4) do pH 6,3 (stabilnost vsaj 1 minuto). V_1 naj bo zahtevani volumen.

Na enak način pripravimo slepo raztopino, s tem da nadomestimo umeritveno raztopino z 20 ml vode. V_0 naj bo zahtevani volumen.

Vrednost bora (F) standardne raztopine NaOH (4.4), v mg/ml, je naslednja:

$$F\ (\text{in mg/ml}) = 2/(V_1 - V_0)$$

1 ml natančno 0,025 mol/l raztopine natrijevega hidroksida ustreza 0,27025 mg B.

10. **Navedba rezultatov**

Odstotek bora v gnojilu je enak:

$$B\ (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

pri čemer je:

▼B

B (%) odstotek bora v gnojilu;

X_1 volumen 0,025 mol/l raztopine natrijevega hidroksida (4.4), v ml; potreben za titracijo preskusne raztopine;

X_0 volumen 0,025 mol/l raztopine natrijevega hidroksida (4.4), v ml; potreben za titracijo slepe raztopine;

F je vrednost bora (B) 0,025 mol/l raztopine natrijevega hidroksida (4.4), v mg/ml;

V volumen raztopine ekstrakta, pridobljenega v skladu z metodo 10.1 ali 10.2, v ml;

a je volumen alikvota (7.1), odvzetega iz raztopine ekstrakta (6.1), v ml;

M masa preskusnega vzorca, vzetega v skladu z metodo 10.1 ali 10.2, v gramih.

Metoda 10.6

Določanje kobalta v ektraktih gnojil z gravimetrično metodo z 1-nitrozo-2-naftolom

1. **Obseg**

Vtej metodi je opisan postopek za določanje kobalta v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za ekstrakte iz vzorcev gnojil, pridobljene z metodama 10.1 in 10.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupnega in/ali v vodi topnega kobalta.

3. **Princip**

Kobalt III reagira z 1-nitrozo-2-naftholom, da dobimo rdečo oborino $Co(C_{10}H_6ONO)_3$, $2H_2O$. Potem ko kobalt, navzoč v ekstraktu, preide v stanje kobalt III, se ta kobalt obori v mediju ocetne kisline z raztopino 1-nitrozo-2-naftolom. Po filtriranju se oborina spere in posuši do konstantne mase ter stehta kot $Co(C_{10}H_6ONO)_3$, $2H_2O$.

4. **Reagenti**

4.1 Raztopina vodikovega peroksida (H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml) 30 %

4.2 *Raztopina natrijevega hidroksida, približno 2 mol/l*

V 100 ml vode raztopimo 8 g natrijevega hidroksida v peletah.

4.3 *Razredčena raztopina klorovodikove kisline, približno 6 mol/l*

En volumski del klorovodikove kisline (d_{20} = 1,18 g/ml) zmešamo z 1 volumskim delom vode.

4.4 Ocetna kislina (99,7 % CH_3CO_2H) (d_{20} = 1,05 g/ml)

4.5 *Raztopina ocetne kisline (1: 2), približno 6 mol/l*

En volumski del ocetne kisline (4.4) zmešamo z 2 volumskima deloma vode.

4.6 Raztopina 1-nitrozo-2-naftola v 100 ml ocetne kisline (4.4). Dodamo 100 ml mlačne vode. Dobro premešamo. Takoj filtriramo. Dobljeno raztopino je treba uporabiti takoj.

5. **Aparature**

5.1 Filtrirni lonček P 16/ISO 4 793, poroznost 4, prostornina 30 ali 50 ml

5.2 Sušilnik, nastavljen na 130 (± 2) °C

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Priprava kobaltove raztopine*

Glej metodi 10.1 in 10.2.

▼B

6.2 *Priprava raztopine za analizo*

V 400 ml čašo prenesemo alikvot ekstrakta, ki vsebuje ne več kakor 20 mg Co. Če smo ekstrakt pridobili po metodi 10.2, ga nakisamo s 5 kapljicami klorovodikove kisline (4.3). Dodamo približno10 ml raztopine vodikovega peroksida (4.1). Pustimo, da oksidant v hladnem stanju deluje 15 minut, nato dopolnimo približno do oznake 100 ml. Čašo pokrijemo z urnim steklom. Raztopino segrevamo do vrelišča in pustimo vreti približno 10 minut. Ohladimo. Po kapljicah naalkalimo z raztopino natrijevega hidroksida (4.2) toliko časa, da se začne obarjati črni kobaltov hidroksid.

7. **Postopek**

Dodamo 10 ml ocetne kisline (4.4) in dopolnimo z vodo do oznake 200 ml. Segrevamo do vrenja. Z bireto po kapljicah dodamo 20 ml raztopine 1-natrozo-2-naftola (6-4) med stalnim mešanjem. Zaključimo z energičnim mešanjem, da se oborina strdi.

Filtriramo skozi filtrirni lonček (5.1), ki smo ga poprej stehtali, pri čemer pazimo, da ne zamašimo lončka. Ves čas filtriranja pazimo, da je nad oborino voda.

Čašo speremo z razredčeno ocetno kislino (4.5), da odstranimo oborino, oborino pa speremo na filtru z razredčeno ocetno kislino (4.5), nato pa trikrat z vročo vodo.

V sušilniku (5.2) sušimo pri 130 (± 2) °C toliko časa, da dobimo konstantno maso.

8. **Navedba rezultatov**

1 mg oborine Co $(C_{10}H_6ONO)_3$, $2H_2O$ ustreza 0,096381 mg Co.

Odstotek kobalta (Co) v gnojilu je enak:

$$\text{Co}\ (\%) = X \times 0,0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

pri čemer je:

masa oborine, v mg;

V volumen raztopine ekstrakta, pridobljenega v skladu z metodo 10.1 ali 10.2, v ml;

a volumen alikvota, vzetega iz zadnje razredčine, v ml;

D faktor redčenja tega alikvota;

m = masa preskusnega vzorca, v gramih.

Metoda 10.7

Določanje bakra v ekstraktih gnojil s titrimetrično metodo

1. **Obseg**

V tej metodi je opisan postopek za določanje bakra v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za ekstrakte iz vzorcev gnojil, pridobljene z metodama 10.1 in 10.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupnega in/ali v vodi topnega bakra.

3. **Princip**

Bakrovi ioni se v kislem mediju reducirajo s kalijevim jodidom.

$$2Cu^{++} + 4I^- \rightarrow 2CuI + I_2$$

Jod, ki se na ta način sprosti, se titrira s standardno raztopino natrijevega tiosulfata ob navzočnosti škroba kot indikatorja v skladu z enačbo:

▼B

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

4. **Reagenti**

4.1 Dušikova kislina (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml)

4.2 Sečnina [$(NH_2)_2$ C = 0]

4.3 *Raztopina amonijevega difluorida (NH_4HF_2) 10 % m/v*

Raztopino hranimo v plastični posodi.

4.4 *Raztopina amonijevega hidroksida (1 + 1)*

1 volumski del amonijaka (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) zmešamo z 1 volumskim delom vode.

4.5 *Standardna raztopina natrijevega tiosulfata*

7,812 g natrijevega tiosulfata pentahidrata ($Na_2S_2O_35H_2O$) z vodo raztopimo v 1-litrski merilni bučki. To raztopino je treba pripraviti tako, da je 1 ml = 2 mg Cu. Za stabilizacijo dodamo nekaj kapljic kloroforma. Raztopino je treba shraniti v stekleni posodi in zaščititi pred neposredno svetlobo.

4.6 Kalijev jodid (KJ)

4.7 *Raztopina kalijevega tiocianata (KSCN) (25 % m/v)*

Raztopino hranimo v plastični bučki.

4.8 *Škrobovica (približno 0,5 %)*

V 600 ml čašo prenesemo 2,5 g škroba. Dodamo približno 500 ml vode. Med mešanjem zavremo. Ohladimo na sobno temperaturo. Raztopina je stabilna zelo kratek čas. Stabilnost lahko podaljšamo z dodatkom 10 mg živosrebrovega jodida.

5. **Priprava raztopine za analizo**

Priprava bakrove raztopine

Glej metodi 10.1 in 10,2.

6. **Postopek**

6.1 *Priprava raztopine za titracijo*

V 500 ml erlenmajerico prenesemo alikvotni delež raztopine, ki vsebuje ne manj kot 20-40 mg Cu.

Odvečni kisik odstranimo tako, da raztopino za kratek čas zavremo. Dopolnimo z vodo do oznake približno 100 ml. Dodamo 5 ml dušikove kisline (4.1), segrejemo do vrenja in pustimo vreti približno pol minute.

Erlenmajerico odstavimo z grelne plošče, dodamo približno 3 g sečnine (4.2) in ponovno vremo približno pol minute.

Odstavimo z grelne plošče in dodamo 200 ml mrzle vode. Po potrebi vsebino erlenmajerice ohladimo na sobno temperaturo.

Postopoma dodajamo raztopino amonijevega hidroksida (4.4) toliko časa, da raztopina pomodri, nato dodamo še 1 ml.

Dodamo 50 ml raztopine amonijevega difluorida (4.3) in premešamo.

Dodamo 10 g kalijevega jodida (4.6) in raztopimo.

6.2 *Titracija raztopine*

Erlemmajerico postavimo na magnetno mešalo. Paličico vstavimo v erlemajerico in mešalo nastavimo na zaželeno hitrost.

Z bireto dodajamo standardno raztopino natrijevega tiosulfata (4.5) toliko časa, da rjava barva joda, ki se sprošča iz raztopine, postane šibkejša.

Dodamo 10 ml škrobovice (4.8).

▼B

Z raztopino natrijevega tiosulfata (4.5) titriramo toliko časa, da škrlatno rdeča barva skoraj v celoti izgine.

Dodamo 20 ml raztopine kalijevega tiocianata (4.7) in titriramo toliko časa, da vijoličasto modra barva popolnoma izgine.

Zabeležimo volumen porabljene raztopine tiosulfata.

7. **Navedba rezultatov**

1 ml standardne raztopine natrijevega tiosulfata (4.5) ustreza 2 mg Cu.

Odstotek bakra v gnojilu je enak:

$$\text{Cu}\ (\%) = \text{X}\frac{\text{V}}{\text{a} \times \text{M} \times 5}$$

pri čemer je:

X volumen porabljene raztopine natrijevega tiosulfata, v ml;

V volumen raztopine ekstrakta, pridobljenega v skladu z metodo 10.1 ali 10.2, v ml;

a volumen alikvotnega deleža, v ml.

M masa preskusnega vzorca, obdelanega v skladu z metodama 10.1 in 10.2, v gramih.

Metoda 10.8

Določanje železa v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo

1. **Obseg**

V tej metodi je opisan postopek za določanje železa v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za ekstrakte iz vzorcev gnojil, pridobljenih z metodama 10.1 in 10.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba skupnega in/ali v vodi topnega železa.

3. **Princip**

Po ustrezni obdelavi in razredčitvi ekstraktov se vsebnost železa določa z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina klorovodikove kisline približno 6 mol/l*

Glej metodo 10.4 (4.1).

4.2 *Raztopina klorovodikove kisline približno 0,5 mol/l*

Glej metodo 10.4 (4.2).

4.3 Raztopina vodikovega peroksida (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), brez mikrohranil

4.4 *Raztopine lantanove soli (10 g La na liter)*

Glej metodo 10.4 (4.3).

4.5 *Umeritvene železove raztopine*

4.5.1 Železova osnovna raztopina (1 000 μg/ml)

V 500 ml čašo natehtamo, na 0,1 mg natančno, 1 g žice iz čistega železa, dodamo 200 ml 6 mol/l klorovodikove kisline (4.1) in 15 ml raztopine vodikovega peroksida (4.3). Na vroči plošči segrevamo toliko časa, da se železo popolnoma raztopi. Ko se ohladi, kvantitativno prenesemo v 1 000 ml merilno bučko. Dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo.

▼B

4.5.2 Delovna raztopina železa (100 μg/ml)

V 200 ml merilno bučko prenesemo 20 ml osnovne raztopine (4.5.1). Dopolnimo do oznake z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo.

5. **Aparature**

Atomski absorpcijski spektrometer: glej metodo 10.4 (5). Inštrument mora biti opremljen z virom sevanja, ki je značilno za železo (248,3 nm).

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Raztopina železovega ekstrakta*

Glej metodi 10.1 in/ali 10.2 in, če je ustrezno, 10.3.

6.2 *Priprava preskusne raztopine*

Glej metodo 10.4 (6.2). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli.

7. **Postopek**

7.1 *Priprava slepe raztopine*

Glej metodo 10.4 (7.1). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli, ki se uporablja v 6.2.

7.2 *Priprava umeritvenih raztopin*

Glej metodo 10.4 (7.2).

Za optimalno območje določanja od 0 do 10 μg/ml železa prenesemo 0, 2, 4, 6, 8 ali 10 ml delovne raztopine (4.5.2) v niz 100 ml merilnih bučk. Po potrebi prilagodimo koncentracijo klorovodikove kisline čim bližje koncentraciji preskusne raztopine. Dodamo 10 ml raztopine lantanove soli, ki se uporablja v 6.2. Dopolnimo do oznake z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo. Te raztopine vsebujejo 0, 2, 4, 6, 8, ali 10 μg/ml železa.

7.3 *Določanje*

Glej metodo 10.4 (7.3). Pripravimo spektrometer (5) za merjenje pri valovni dolžini 248,3 nm.

8. **Navedba rezultatov**

Glej metodo 10.4 (8).

Odstotek železa v gnojilu je enak:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Če se uporablja metoda 10.3:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

pri čemer je

Fe količina železa, izražena kot odstotek v gnojilu;

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2), v μg/ml;

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1), v μg/ml;

V volumen ekstrakta, pridobljenega v skladu z metodo 10.1 ali 10.2, v ml;

D faktor, ki ustreza razredčitvi, izvedeni v 6.2;

M masa preskusnega vzorca, vzetega v skladu z metodo 10.1 ali 10.2, v gramih.

Izračun faktorja redčenja D: Če so (a1), (a2), (a3)…,(ai) in (a) alikvotni deleži ter (v1), (v2), (v3)…,(vi) in (100) volumni v ml, ki ustrezajo njihovim razredčitvam, je faktor redčenja D enak:

▼B

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 10.9

Določanje mangana v ekstraktih gnojil s titracijo

1. **Obseg**

V tej metodi je opisan postopek za določanje mangana v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za ekstrakte iz vzorcev gnojil, pridobljene z metodama 10.1 in 10.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba mangana.

3. **Princip**

Če so v ekstraktu navzoči kloridni ioni, jih odstranimo z vrenjem ekstrakta v žveplovi kislini. Mangan se oksidira z natrijevim bizmutatom v mediju dušikove kisline. Permanganat, ki je nastal, se reducira s presežkom železovega sulfata. Ta presežek se titrira z raztopino kalijevega permanganata.

4. **Reagenti**

4.1 Koncentrirana žveplova kislina (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2 *Raztopina žveplove kisline, približno 9 mol/l*

Previdno zmešamo 1 volumski del koncentrirane žveplove kisline (4.1) z 1 volumskim delom vode.

4.3 *Dušikova kislina, 6 mol/l*

3 volumske dele dušikove kisline (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml) zmešamo s 4 volumskimi deli vode.

4.4 *Dušikova kislina, 0,3 mol/l*

1 volumski del 6 mol/l dušikove kisline zmešamo z 19 volumskimi deli vode.

4.5 Natrijev bizmutat ($NaBiO_3$) (85 %).

4.6 Diatomejska zemlja

4.7 Ortofosforna kislina, 15 mol/l (H_3PO_4, d_{20} = 1,71 g/ml)

4.8 *Raztopina železovega sulfata, 0, 15 mol/l*

V 1-litrski merilni bučki raztopimo 41,6 g železovega sulfata heptahidrata ($FeSO_4.7H_2O$).

Dodamo 25 ml koncentrirane žveplove kisline (4.1) in 25 ml fosforne kisline (4.7). Dopolnimo do oznake 1 000 ml. Premešamo.

4.9 *Raztopina kalijevega permanganata, 0,020 mol/l*

Zatehtamo 3,160 g kalijevega permanganata ($KMnO_4$) na 0,1 mg natančno. Raztopimo in dopolnimo z vodo do oznake 1 000 ml.

4.10 *0,1 mol/l raztopina srebrovega nitrata*

V vodi raztopimo 1,7 g srebrovega nitrata ($AgNO_3$) in dopolnimo do oznake 100 ml.

5. **Aparature**

5.1 Filtrirni lonček P16/ISO 4 793, poroznost 4, prostornine 50 ml, nameščen na 500 ml filtrirni bučki.

5.2 Magnetno mešalo

▼B

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Raztopina manganovega ekstrakta*

Glej metodi 10.1 in 10.2. Če ne vemo, ali so navzoči kloridni ioni, izvedemo preskus na raztopini z eno kapljico raztopine srebrovega nitrata (4.10).

6.2 Če kloridni ioni niso navzoči, alikvot ekstrakta, ki vsebuje 10 do 20 mg mangana prenesemo v visoko 400 ml čašo. Volumen uravnamo na 25 ml z izparevanjem ali z dodajanjem vode. Dodamo 2 ml koncentrirane žveplove kisline (4.1)

6.3 *Če so navzoči kloridni ioni, jih je treba odstraniti, kakor sledi*

Alikvot ekstrakta, ki vsebuje 10 do 20 mg mangana, prenesemo v visoko 400 ml čašo. Dodamo 5 ml 9 mol/l žveplove kisline (4.2). V digestoriju na vroči plošči segrejemo do vrenja in pustimo vreti toliko časa, da se sproščajo obilne bele pare. Z vrenjem nadaljujemo toliko časa, da se prostornina zmanjša na približno 2 ml (tanek film sirupaste tekočine na dnu čaše). Pustimo da se ohladi na sobno temperaturo.

Previdno dodamo 25 ml vode in še enkrat preverimo navzočnost kloridov z eno kapljico raztopine srebrovega nitrata (4.10). Če so kloridi še navzoči, postopek ponovimo potem, ko smo dodali 5 ml 9 mol/l žveplove kisline (4.2).

7. **Postopek**

V 400 ml čašo s preskusno raztopino dodamo 25 ml 6 mol/l dušikove kisline (4.3) in 2,5 g natrijevega bizmutata (4.5). Tri minute močno mešamo na magnetnem mešalu (5.2).

Dodamo 50 ml 0,3 mol/l dušikove kisline (4.4) in še enkrat mešamo. S pomočjo vakuuma filtriramo skozi filtrirni lonček (5.1), katerega dno je pokrito z diatomejsko zemljo (4.6). Lonček izpiramo z 0,3 mol/l dušikovo kislino (4.4) toliko časa, da dobimo brezbarvni filtrat.

Filtrat in tekočino za izpiranje prenesemo v 500 ml čašo. Premešamo in dodamo 25 ml 0,15 mol/l raztopine železovega sulfata (4.8). Če po dodatku železovega sulfata filtrat porumeni, dodamo 3 ml 15 mol/l ortofosforne kisline (4.7).

Z bireto titriramo presežek železovega sulfata z 0,02 mol/l raztopino kalijevega permanganata (4.9) toliko časa, da mešanica postane rožnata, barva pa je obstojna eno minuto. Po enakih pogojih izvedemo slepi preskus, izpustimo samo preskusni vzorec.

O p o m b a

Oksidirana raztopina ne sme priti v stik s kavčukom.

8. **Navedba rezultatov**

1 ml 0,02 mol/l raztopine kalijevega permanganata ustreza 1,099 mg mangana (Mn).

Odstotek mangana v gnojilu je enak:

$$\text{Mn (\%) where} = (x_b - x_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

pri čemer je

x_b volumen permanganata, uporabljenega v slepem preskusu, v ml;

x_s volumen permanganata, uporabljenega za preskusni vzorec, v ml;

V volumen raztopine ekstrakta, v skladu z metodo 10.1 ali 10.2, v ml;

a volumen alikvotnega deleža, vzetega iz ekstrakta, v ml;

m = masa preskusnega vzorca, v g.

▼B

Metoda 10.10

Določanje molibdena v ekstraktih gnojil z gravimetrično metodo z 8-hidroksikinolinom

1. **Obseg**

V tej metodi je opisan postopek za določanje molibdena v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za ekstrakte iz vzorcev gnojil, pridobljene z metodama 10.1 in 10.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba molibdena.

3. **Princip**

Raven molibdena se določa z obarjanjem kot molibdenil oksinat pri točno določenih pogojih.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina žveplove kisline, približno 1 mol/l*

V 1-litrsko merilno bučko, ki vsebuje 800 ml vode vlijemo 55 ml žveplove kisline (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml) Premešamo. Po ohlajanju dopolnimo do oznake 1 litra. Premešamo.

4.2 *Razredčena raztopina amonijaka (1: 3)*

1 volumski del amonijaka (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) zmešamo s 3 volumskimi deli vode.

4.3 *Razredčena raztopina ocetne raztopine (1: 3)*

1 volumski del koncentrirane ocetne kisline (99,7 % CH_3COOH, d_{20} = 1,049 g/ml) zmešamo s 3 volumskimi deli vode.

4.4 *Raztopina dinatrijeve soli etilen diamin tetraocetne kisline (EDTA)*

V 100 ml merilni bučki v vodi raztopimo 5 g Na_2EDTA. Dopolnimo do oznake in premešamo.

4.5 *Puferna raztopina*

V 100 ml merilni bučki v vodi raztopimo 15 ml koncentrirane ocetne kisline in 30 g amonijevega acetata. Dopolnimo do oznake 100 ml.

4.6 *Raztopina 7-hidroksikinolina (oksina)*

V 100 ml merilni bučki raztopimo 3 g 8-hidroksikinolina in 5 ml koncentrirane ocetne kisline. Dodamo 80 ml vode. Po kapljicah dodajamo raztopino amonijaka (4.2) toliko časa, da raztopina postane motna, nato pa dodajamo ocetno kislino (4.3) toliko časa, da raztopina zopet postane bistra.

Dopolnimo z vodo do oznake 100 ml.

5. **Aparature**

5.1 Filtrirni lonček P16/ISO 4 793, poroznost 4, prostornina 30 ml

5.2 pH meter s stekleno elektrodo

5.3 Sušilnik, nastavljen na 130 do 135 °C

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 Priprava raztopine molibdena. Glej metodo 10.1 in metodo 10.2

7. **Postopek**

7.1 *Priprava preskusne raztopine*

V 250 ml čašo prenesemo alikvotni delež, ki vsebuje 25 do 100 mg Mo. Dopolnimo z vodo do oznake 50 ml.

pH raztopine uravnamo na 5 tako, da po kapljicah dodajamo raztopino žveplove kisline (4.1). Dodamo 15 ml raztopine EDTA (4.4) in nato 5 ml puferne raztopine (4.5). Dopolnimo z vodo do oznake 80 ml.

▼B

7.2 *Obarjanje in izpiranje oborine*

Obarjanje

Raztopino rahlo segrejemo.Ob nenehnem mešanju dodamo raztopino oksina (4.6). Z obarjanjem nadaljujemo toliko časa, da nastajanje usedline ni več opazno. Reagent dodajamo toliko časa, da se raztopina supernatanta obarva rahlo rumeno. Običajno bi količina 20 ml morala zadoščati. Usedlino rahlo segrevamo še dve ali tri minute.

Filtriranje in izpiranje

Filtriramo skozi filtrirni lonček (5.1). Večkrat izperemo z 20 ml vroče vode. Voda za izpiranje bi postopoma morala postati brezbarvna, kar pomeni, da oksin ni več navzoč.

7.3 *Tehtanje oborine*

Oborino sušimo pri 130 do 135 °C do konstantne mase (vsaj eno uro).

Pustimo, da se v eksikatorju ohladi in stehtamo.

8. **Navedba rezultatov**

1 mg molibdenovega oksinata, $MoO_2(C_9H_6ON)_2$, ustreza 0,2305 mg Mo.

Odstotek molibdena v gnojilu je enak:

$$\text{Mo}\ (\%) = \text{X} \times 0,02305 \times \frac{\text{V} \times \text{D}}{\text{a} \times \text{M}}$$

pri čemer je

masa oborine molibden oksinata, v mg;

V volumen raztopine ekstrakta, v skladu z metodama 10.1 ali 10.2, v ml;

a volumen alikvota, vzetega iz zadnje razredčine, v ml;

D faktor redčenja alikvota;

M masa preskusnega vzorca, v g.

Metoda 10.11

Določanje cinka v ekstraktih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo

1. **Obseg**

V tej metodi je opisan postopek za določanje cinka v ekstraktih gnojil.

2. **Področje uporabe**

Ta postopek so uporablja za ekstrakte iz vzorcev gnojil, pridobljene z metodama 10.1 in 10.2, za katere se s Prilogo I E k tej uredbi zahteva navedba cinka.

3. **Princip**

Po ustrezni obdelavi in razredčitvi ekstraktov se vsebnost cinka določa z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

4. **Reagenti**

4.1 *Raztopina klorovodikove kisline približno 6 mol/l*

Glej metodo 10.4 (4.1).

4.2 *Raztopina klorovodikove kisline približno 0,5 mol/l*

Glej metodo 10.4 (4.2).

4.3 *Raztopine lantanove soli (10 g La na liter)*

Glej metodo 10.4 (4.3).

▼B

4.4 *Umeritvene cinkove raztopine*

4.4.1 Osnovna cinkova raztopina (1 000 μg/ml)

V 1 000 m merilni bučki raztopimo 1 g cinkovega praška ali kosmičev, natehtanega na 0, 1 mg natančno, v 25 ml 6 mol/l klorovodikove kisline (4.1). Ko se popolnoma raztopi, dopolnimo z vodo do oznake in dobro premešamo.

4.4.2 Delovna cinkova raztopina (100 μg/ml)

V 200 ml merilni bučki razredčimo 20 ml osnovne raztopine (4.4.1) v 0,5 mol/l raztopini klorovodikove kisline (4.2). Dopolnimo do oznake z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo.

5. **Aparature**

Atomski absorpcijski spektrometer.

Glej metodo 10.4 (5). Inštrument mora biti opremljen z virom žarkov, ki so značilni za cink (213,8 nm). Spektrometer mora omogočati popravek ozadja.

6. **Priprava raztopine za analizo**

6.1 *Raztopina cinkovega ekstrakta*

Glej metodi 10.1 in/ali 10.2

6.2 *Priprava preskusne raztopine*

Glej metodo 10.4 (6,2). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 volumskih % (v/v) raztopine lantanove soli (4.3).

7. **Postopek**

7.1 *Priprava slepe raztopine*

Glej metodo 10.4 (7.1). Slepa raztopina mora vsebovati 10 volumskih % (v/v) raztopine lantanove soli, ki se uporablja v 6.2.

7.2 *Priprava umeritvenih raztopin*

Glej metodo 10.4 (7.2). Za optimalno območje določanja od 0 do 5 μg/ml cinka prenesemo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ali 5 ml delovne raztopine (4.4.2) v niz 100 ml merilnih bučk. Po potrebi koncentracijo klorovodikove kisline prilagodimo čim bližje koncentraciji preskusne raztopine. V vsako merilno bučko dodamo 10 ml raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2. Dopolnimo do oznake 100 ml z 0,5 mol/l raztopino klorovodikove kisline (4.2) in dobro premešamo.

Te raztopine vsebujejo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ali 5 μg/ml cinka.

7.3 *Določanje*

Glej metodo 10.4 (7.3). Pripravimo spektrometer (5) za merjenje pri valovni dolžini 213,8 nm.

8. **Navedba rezultatov**

Glej metodo 10.4 (8).

Odstotek cinka v gnojilu je enak:

$$\mathrm{Zn}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Če je bila uporabljena metoda 10.3:

$$\mathrm{Zn}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

pri čemer je

Zn količina cinka, izražena kot odstotek v gnojilu;

x_s koncentracija preskusne raztopine, v μg/ml;

x_b koncentracija slepe raztopine, v μg/ml;

▼B

V volumen raztopine ekstrakta, pridobljenega v skladu z metodo 10.1 ali 10.2, v ml;

D faktor, ki ustreza razredčitvi, izvedeni v (6.2);

M masa preskusnega vzorca, vzetega v skladu z metodo 10.1 ali 10.2, v g.

Izračun faktorja redčenja D:

kadar so (a1), (a2), (a3) …,(ai) in (a) zaporedni alikvotni deleži ter (v1), (v2), (v3)…,(vi) in (100) volumni v ml, ki ustrezajo njihovim razredčitvam, je faktor redčenja D enak:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \cdots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

PRILOGA V

A. **SEZNAM DOKUMENTOV, KI JIH PROIZVAJALCI ALI NJIHOVI PREDSTAVNIKI UPOŠTEVAJO PRI PRIPRAVI SPISA TEHNIČNE DOKUMENTACIJE ZA NOVO VRSTO GNOJIL, KI SE BODO DODALI K PRILOGI I TE UREDBE**

1. Priročnik za pripravo spisa tehnične dokumentacije pri vlogi za označevanje gnojil z oznako „gnojilo ES“.

   Uradni list Evropskih Skupnosti C 138 z dne 20.5.1994, str. 4 .

2. Direktiva Komisije 91/155/EGS z dne 5. marca 1991 o opredelitvi in določitvi podrobnih dogovorov za sistem posebnih informacij v zvezi z nevarnimi pripravki pri izvajanju člena 10 Direktive 88/379/EGS.

   Uradni list Evropskih Skupnosti L 76/35 z dne 22.3.1991, str. 35.

3. Direktiva Komisije 91/112/ES z dne 10. decembra 1993 o spremembi Direktive Komisije 91/155/EGS o opredelitvi in določitvi podrobnih dogovorov za sistem posebnih informacij v zvezi z nevarnimi pripravki pri izvajanju člena 10 Direktive 88/379/EGS.

   Uradni list Evropskih Skupnosti L 314 z dne 16.12.1993, str. 38.

B. **STANDARDI ZA AKREDITACIJO LABORATORIJEV, KI SO POOBLAŠČENI ZA OPRAVLJANJE POTREBNIH STORITEV PRI PREVERJANJU GNOJIL ES GLEDE IZPOLNJEVANJA ZAHTEV TE UREDBE IN PRILOG K UREDBI**

1. Standard, ki se uporablja na ravni laboratorijev:

   EN ISO/IEC 17025, Splošne zahteve za usposobljenost preskuševalnih in kalibracijskih laboratorijev.

2. Standard, ki se uporablja na ravni akreditacijskih organov:

   EN 45003, Sistem akreditacije kalibracijskih in preskuševalnih laboratorijev, splošne zahteve za delovanje in priznavanje.