Dokument ten służy wyłącznie do celów dokumentacyjnych i instytucje nie ponoszą żadnej odpowiedzialności za jego zawartość

►**B** **ROZPORZĄDZENIE (WE) NR 2003/2003 PARLAMENTU EUROPEJSKIEGO I RADY**

z dnia 13 października 2003 r.

w sprawie nawozów

(Tekst mający znaczenie dla EOG)

(Dz.U. L 304 z 21.11.2003, str. 1)

zmienione przez:

		Dziennik Urzędowy		
		nr	strona	data
►**M1**	Rozporządzenie Rady (WE) nr 885/2004, z dnia 26 kwietnia 2004, r.	L 168	1	1.5.2004
►**M2**	Rozporządzenie Komisji (WE) nr 2076/2004 z dnia 3 grudnia 2004 r.	L 359	25	4.12.2004
►**M3**	Rozporządzenie Rady WE nr 1791/2006 z dnia 20 listopada 2006 r.	L 363	1	20.12.2006
►**M4**	Rozporządzenie Komisji (WE) nr 162/2007 z dnia 19 lutego 2007 r.	L 51	7	20.2.2007
►**M5**	Rozporządzenie Komisji (WE) nr 1107/2008 z dnia 7 listopada 2008 r.	L 299	13	8.11.2008
►**M6**	Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 219/2009 z dnia 11 marca 2009 r.	L 87	109	31.3.2009
►**M7**	Rozporządzenie Komisji (WE) nr 1020/2009 z dnia 28 października 2009 r.	L 282	7	29.10.2009
►**M8**	Rozporządzenie Komisji (UE) nr 137/2011 z dnia 16 lutego 2011 r.	L 43	1	17.2.2011
►**M9**	Rozporządzenie Komisji (UE) nr 223/2012 z dnia 14 marca 2012 r.	L 75	12	15.3.2012

sprostowane przez:

►**C1** Sprostowanie, Dz.U. L 179 z 7.7.2007, str. 57 (2003/2003)

▼B

ROZPORZĄDZENIE (WE) NR 2003/2003 PARLAMENTU EUROPEJSKIEGO I RADY

z dnia 13 października 2003 r.

w sprawie nawozów

(Tekst mający znaczenie dla EOG)

PARLAMENT EUROPEJSKI I RADA UNII EUROPEJSKIEJ,

uwzględniając Traktat ustanawiający Wspólnotę Europejską, w szczególności jego art. 95,

uwzględniając wniosek Komisji ([1]),

uwzględniając opinię Europejskiego Komitetu Ekonomiczno-Społecznego ([2]),

stanowiąc zgodnie z procedurą określoną w art. 251 Traktatu ([3]),

a także mając na uwadze, co następuje:

(1) Dyrektywę Rady 76/116/EWG z dnia 18 grudnia 1975 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do nawozów ([4]), dyrektywę Rady 80/876/EWG z dnia 15 lipca 1980 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do nawozów prostych o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu ([5]), dyrektywa Komisja 87/94/EWG z dnia 8 grudnia 1986 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do procedur kontroli charakterystyk, granic i odporności na detonację nawozów prostych o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu ([6]), oraz dyrektywa Komisji 77/535/EWG z dnia 22 czerwca 1977 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do metod pobierania próbek i analizowania nawozów ([7]), kilka razy zostały znacząco zmienione. Zgodnie z komunikatem Komisji do Parlamentu i Rady „Prostsze prawodawstwo na rynku wewnętrznym" (SLIM) oraz planem działań na rzecz jednolitego rynku, dla jasności powyższe dyrektywy powinny zostać uchylone i zastąpione przez jeden akt prawny.

(2) Wspólnotowe prawodawstwo dotyczące nawozów ma bardzo techniczny charakter. Dlatego też rozporządzenie jest najwłaściwszym instrumentem prawnym, jako że nakłada bezpośrednio na producentów ściśle określone wymagania, które mają być stosowane w tym samym czasie i w ten sam sposób na terenie całej Wspólnoty.

([1]) Dz.U. C 51 E z 26.2.2002, str. 1 i Dz.U. C 227 E z 24.9.2002, str. 503.
([2]) Dz.U. C 80 z 3.4.2002, str. 6.
([3]) Opinia Parlamentu Europejskiego z dnia 10 kwietnia 2002 r. (Dz.U. C 127 E z 29.5.2002, str. 160), wspólne stanowisko Rady z dnia 14 kwietnia 2003 r. (Dz.U. C 153 E z 1.7.2003, str. 56) i decyzja Parlamentu Europejskiego z dnia 2 września 2003 r. (dotychczas nieopublikowana w Dzienniku Urzędowym).
([4]) Dz.U. L 24 z 30.1.1976, str. 21. Dyrektywa ostatnio zmieniona dyrektywą 98/97/WE Parlamentu Europejskiego i Rady (Dz.U. L 18 z 23.1.1999, str. 60).
([5]) Dz.U. L 250, 23.09.1980, str. 7. Dyrektywa ostatnio zmieniona dyrektywą 97/63/WE Parlamentu Europejskiego i Rady (Dz.U. L 335 z 6.12.1997, str. 15).
([6]) Dz.U. L 38, 07.02.1987, str. 1. Dyrektywa ostatnio zmieniona dyrektywą 88/126/EWG (Dz.U. L 63 z 9.3.1988, str. 12).
([7]) Dz.U. L 213, 22.08.1977, str. 1. Dyrektywa ostatnio zmieniona dyrektywą 95/8/WE (Dz.U. L 86 z 20.4.1995, str. 41).

▼B

(3) W każdym Państwie Członkowskim nawozy muszą odznaczać się ustalonymi charakterystykami technicznymi ustanowionymi obowiązującymi przepisami prawnymi. Przepisy te, zwłaszcza dotyczące składu i definicji typów nawozów, oznakowania tych typów, ich identyfikacji oraz pakowania, są różne w poszczególnych Państwach Członkowskich. Wskutek tych różnic utrudniają handel we Wspólnocie i powinny zatem zostać zharmonizowane.

(4) Ponieważ cel proponowanego działania, a mianowicie zapewnienie istnienia wewnętrznego rynku nawozów, wobec braku wspólnych kryteriów technicznych nie może zostać w zadawalający sposób osiągnięty przez Państwa Członkowskie; a z uwagi na skalę działań może być łatwiej osiągnięty na poziomie wspólnotowym, Wspólnota może przedsięwziąć stosowne środki zgodnie z zasadą pomocniczości określoną w art. 5 Traktatu. Zgodnie z zasadą proporcjonalności, jak określono w tym artykule, niniejsze rozporządzenie nie wykracza poza zapisy niezbędne do osiągnięcia wyżej wymienionego celu.

(5) Konieczne jest określenie na poziomie wspólnotowym oznakowania, definicji i składu pewnych nawozów (nawozów WE).

(6) Należy również ustanowić wspólnotowe przepisy dotyczące identyfikacji, możliwości śledzenia i etykietowania nawozów WE oraz zamykania opakowań.

(7) Na poziomie wspólnotowym należy przyjąć procedurę do stosowania w przypadkach, gdy Państwo Członkowskie uzna za konieczne ograniczenie wprowadzania do obrotu nawozów WE.

(8) Produkcja nawozów podlega różnorodnym wahaniom w zależności od technologii wytwarzania i surowców. Różnić się mogą także procedury pobierania próbek i analiz. Jest zatem konieczne formalne określenie dopuszczalnych tolerancji w zakresie deklarowanych zawartości składników pokarmowych. W interesie rolnika wskazane jest utrzymywanie tych tolerancji w wąskich przedziałach.

(9) Urzędowe kontrole zgodności nawozów WE z wymaganiami niniejszego rozporządzenia w zakresie jakości i składu winny być przeprowadzane przez laboratoria zatwierdzone przez Państwa Członkowskie i zgłoszone Komisji.

(10) Azotan amonu jest podstawowym składnikiem wielu produktów, z których niektóre przeznaczone są do użycia jako nawozy, a inne jako materiały wybuchowe. Biorąc pod uwagę ten szczególny charakter nawozów o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu oraz wynikające z niego wymogi dotyczące bezpieczeństwa publicznego, zdrowia i ochrony pracowników, konieczne jest ustanowienie dodatkowych przepisów wspólnotowych dla nawozów WE tego typu.

(11) Niektóre z tych produktów mogą być niebezpieczne i w pewnych przypadkach mogą zostać użyte do celów niezgodnych z przeznaczeniem. Może to stanowić zagrożenie dla bezpieczeństwa osób i mienia. Producenci powinni zatem być zobowiązani do podjęcia odpowiednich kroków, aby uniknąć takiego zastosowania, a w szczególności do zapewnienia możliwości śledzenia historii takich nawozów.

(12) W interesie bezpieczeństwa publicznego szczególnie ważne jest określenie na poziomie wspólnotowym charakterystyk i właściwości odróżniających nawozy WE o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu od innych rodzajów azotanu amonu używanych do wytwarzania produktów stosowanych jako materiały wybuchowe.

▼B

(13) Nawozy WE o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu powinny odznaczać się określonymi właściwościami, zapewniającymi ich bezpieczeństwo. Producenci powinni zagwarantować, że wszystkie nawozy o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu przed wprowadzeniem tych nawozów do obrotu pomyślnie przeszły test odporności na detonację.

(14) Konieczne jest sporządzenie przepisów dotyczących metod zamkniętych cykli termicznych, nawet jeśli metody te niekoniecznie będą odtwarzać wszystkie warunki związane z transportem i przechowywaniem.

(15) Nawozy mogą być zanieczyszczone substancjami, które mogą stanowić potencjalne zagrożenie dla zdrowia ludzi i zwierząt oraz dla środowiska. Zgodnie z opinią Komitetu Naukowego ds. Toksyczności, Ekotoksyczności i Środowiska (SCTEE), Komisja zamierza zająć się kwestią niezamierzonej zawartości kadmu w nawozach mineralnych oraz, jeśli będzie to zasadne, przygotować projekt rozporządzenia, który zamierza przedstawić Parlamentowi Europejskiemu oraz Radzie. Podobna procedura zostanie, w razie potrzeby, przyjęta w stosunku do innych zanieczyszczeń.

(16) Właściwe jest sprządzenie procedury, której powinien przestrzegać producent lub jego przedstawiciel pragnący umieścić nowy typ nawozu w załączniku I w celu użycia oznakowania „nawóz WE”.

(17) Środki niezbędne do wykonania niniejszego rozporządzenia należy przyjąć zgodnie z decyzją Rady 1999/468/WE z dnia 28 czerwca 1999 r. ustanawiająca warunki wykonywania uprawnień wykonawczych przyznanych Komisji ([1]).

(18) Państwa Członkowskie powinny określić kary za łamanie przepisów niniejszego rozporządzenia. Mogą przyjąć, że producent łamiący art. 27 będzie mógł być ukarany grzywną w wysokości do dziesięciokrotnej wartości rynkowej dostawy, która nie spełnia wymagań.

(19) Dyrektywy 76/116/EWG, 77/535/EWG, 80/876/EWG i 87/94/EWG tracą moc,

PRZYJMUJĄ NINIEJSZE ROZPORZĄDZENIE:

TYTUŁ I

PRZEPISY OGÓLNE

ROZDZIAŁ I

Zakres i definicje

Artykuł 1

Zakres

Niniejsze rozporządzenie stosuje się do produktów wprowadzanych do obrotu jako nawozy z oznakowaniem „nawóz WE”.

([1]) Dz.U. L 184 z 17.7.1999, str. 23.

▼B

Artykuł 2

Definicje

Do celów niniejszego rozporządzenia przyjmuje się następujące definicje:

a) „nawóz” oznacza substancję, której główną funkcją jest dostarczanie składników pokarmowych roślinom;

b) „podstawowy składnik pokarmowy” oznacza tylko pierwiastki: azot, fosfor i potas;

c) „drugorzędny składnik pokarmowy” oznacza pierwiastki: wapń, magnez, sód i siarka;

d) „mikroskładniki pokarmowe” oznaczają pierwiastki: bor, kobalt, miedź, żelazo, mangan, molibden i cynk, niezbędne dla wzrostu roślin w ilościach niewielkich w porównaniu z podstawowymi i drugorzędnymi składnikami pokarmowymi;

e) „nawóz nieorganiczny” oznacza nawóz, którego deklarowane składniki pokarmowe występują w formie minerałów uzyskanych na drodze wydobycia albo fizycznych i/lub chemicznych procesów przemysłowych. Cyjanamid wapnia, mocznik oraz jego kondensaty i produkty pochodne, a także nawozy zawierające schelatowane lub skompleksowane mikroskładniki pokarmowe mogą być umownie klasyfikowane jako nawozy nieorganiczne;

f) „schelatowany mikroskładnik pokarmowy” oznacza mikroskładnik związany przez jeden ze związków organicznych wymienionych w sekcji E.3.1 załącznika I;

g) „skompleksowany mikroskładnik pokarmowy” oznacza mikroskładnik pokarmowy związany przez jeden ze związków wymienionych w sekcji E.3.2 załącznika I;

h) „typ nawozów” oznacza nawozy o wspólnym oznakowaniu typu, jak określono w załączniku I;

i) „nawóz prosty” oznacza nawóz azotowy, fosforowy lub potasowy z deklarowaną zawartością tylko jednego podstawowego składnika pokarmowego;

j) „nawóz wieloskładnikowy” oznacza nawóz z deklarowaną zawartością co najmniej dwóch podstawowych składników pokarmowych, otrzymany w wyniku reakcji chemicznej lub w procesie mieszania, albo w wyniku obu tych procesów;

k) „nawóz kompleksowy” oznacza nawóz wieloskładnikowy, otrzymany w wyniku reakcji chemicznej w procesie rozpuszczania, albo w stanie stałym w procesie granulacji, mający deklarowaną zawartość co najmniej dwóch podstawowych składników pokarmowych. W stanie stałym każda jego granulka zawiera wszystkie składniki pokarmowe w deklarowanej zawartości;

l) „nawóz mieszany” oznacza nawóz otrzymany poprzez zmieszanie na sucho kilku nawozów, bez udziału reakcji chemicznych;

m) „nawóz dolistny” oznacza nawóz nadający się do stosowania dolistnego i pobierania składników pokarmowych przez liście roślin uprawnych;

n) „nawóz płynny” oznacza nawóz w postaci roztworu lub zawiesiny;

o) „roztwór nawozowy” oznacza nawóz płynny niezawierający cząstek stałych;

p) „nawóz zawiesinowy” oznacza nawóz dwufazowy, w którym cząstki stałe utrzymywane są w postaci zawiesiny w fazie płynnej;

q) „deklaracja” oznacza podanie zawartości składników pokarmowych, obejmujące ich formy i rozpuszczalności, gwarantowanych w granicach określonych tolerancji;

▼B

r) „deklarowana zawartość” oznacza zawartość pierwiastka lub jego tlenku, która zgodnie z przepisami Wspólnoty, jest podana na etykiecie nawozu WE lub w odpowiednim dokumencie towarzyszącym;

s) „tolerancja” oznacza dopuszczalne odchylenie zmierzonej zawartości składnika pokarmowego od wartości deklarowanej;

t) „norma europejska” oznacza normy CEN (Europejskiego Komitetu Normalizacyjnego), które zostały oficjalnie uznane przez Wspólnotę, a odniesienie do nich zostało opublikowane w *Dzienniku Urzędowym Wspólnot Europejskich*;

u) „opakowanie” oznacza szczelny pojemnik stosowany do przechowywania, ochrony, transportu i dystrybucji nawozów, o ładowności nie więcej niż 1 000 kg;

v) „nawóz luzem” oznacza nawóz niezapakowany według zaleceń niniejszego rozporządzenia;

w) „wprowadzanie do obrotu” oznacza dostawę nawozu, odpłatną lub nieodpłatną, albo przechowywanie w celu dostawy. Import nawozu na obszar celny Wspólnoty Europejskiej będzie uważany za wprowadzenie do obrotu;

x) „poducent” oznacza osobę fizyczną lub prawną odpowiedzialną za wprowadzanie nawozu do obrotu; w szczególności za producenta uważa się wytwórcę, importera, konfekcjonera, działającego we własnym imieniu lub wszelkie inne osoby zmieniające właściwości nawozu. Jednakże za producenta nie uważa się dystrybutora, który nie powoduje zmiany właściwości nawozu.

ROZDZIAŁ II

Wprowadzanie do obrotu

Artykuł 3

Nawóz WE

Nawóz należący do typu nawozów ujętych w załączniku I i spełniający wymagania ustanowione w niniejszym rozporządzeniu, może być oznakowany jako „nawóz WE”.

Oznakowanie „nawóz WE” nie może być używane do nawozu niezgodnego z niniejszym rozporządzeniem.

Artykuł 4

Prowadzenie działalności we Wspólnocie

Producent prowadzi działalność na terenie Wspólnoty oraz odpowiada za zgodność „nawozu WE” z przepisami niniejszego rozporządzenia.

Artykuł 5

Swobodny obrót

1. Bez uszczerbku dla art. 15 i innego prawodawstwa wspólnotowego, Państwa Członkowskie nie mogą, na podstawie składu, oznakowania, etykietowania lub pakowania, czy innych wymagań zawartych w niniejszym rozporządzeniu, zakazywać, ograniczać lub utrudniać wprowadzania do obrotu nawozów z oznakowaniem „nawóz WE”, które spełniają przepisy niniejszego rozporządzenia.

▼B

2. Nawozy z oznakowaniem „nawóz WE” zgodnie z niniejszym rozporządzeniem mają zapewniony swobodny obrót we Wspólnocie.

Artykuł 6

Deklaracje obowiązkowe

1. W celu spełnienia wymogów art. 9, Państwa Członkowskie mogą zalecić, aby w nawozach wprowadzanych w nich do obrotu, zawartości azotu, fosforu i potasu wyrażane były w następujący sposób:

a) azot wyłącznie w formie pierwiastkowej (N); i albo

b) fosfor i potas jedynie w formie pierwiastkowej (P, K); lub

c) fosfor i potas tylko w formie tlenkowej (P_2O_5, K_2O); lub

d) fosfor i potas jednocześnie w formach pierwiastkowej i tlenkowej.

W przypadku gdy Państwa Członkowskie zdecydują się, aby zawartość fosforu i potasu była wyrażana w formie pierwiastkowej, to wszelkie odniesienia w załącznikach do formy tlenkowej należy interpretować jako odnoszące się do formy pierwiastkowej, a wartości liczbowe przeliczać przy zastosowaniu następujących współczynników:

a) fosfor (P) = pięciotlenek fosforu (P_2O_5) × 0,436;

b) potas (K) = tlenek potasu (K_2O) × 0,830.

2. Państwa Członkowskie mogą zalecić, aby w nawozach wprowadzanych do obrotu, zawartości wapnia, magnezu, sodu i siarki w nawozach z drugorzędnymi składnikami pokarmowymi oraz, o ile spełnione są postanowienia art. 17, w nawozach z podstawowymi składnikami pokarmowymi wyrażane były w następujący sposób:

a) w formie tlenkowej (CaO, MgO, Na_2O, SO_3); lub

b) w formie pierwiastkowej (Ca, Mg, Na, S); lub

c) w obu tych formach.

Do przeliczania zawartości tlenku wapnia, tlenku magnezu, tlenku sodu i trójtlenku siarki, na zawartości wapnia, magnezu, sodu i siarki używać należy następujących współczynników:

a) wapń (Ca) = tlenek wapnia (CaO) × 0,715;

b) magnez (Mg) = tlenek magnezu (MgO) × 0,603;

c) sód (Na) = tlenek sodu (Na_2O) × 0,742;

d) siarka (S) = trójtlenek siarki (SO_3) × 0,400.

Dla obliczonej zawartości tlenku lub pierwiastka, deklarowaną wartość zaokrągla się do jednego miejsca po przecinku.

3. Państwa Członkowskie nie mogą przeszkadzać we wprowadzaniu do obrotu „nawozów WE” etykietowanych w obu formach opisanych w ust. 1 i 2.

▼B

4. Zawartość jednego lub więcej mikroskładników pokarmowych, boru, kobaltu, miedzi, żelaza, manganu, molibdenu lub cynku, w „nawozach WE” należących do typów nawozów wymienionych w sekcjach A, B, C i D załącznika I deklaruje się, gdy spełnione są następujące warunki:

a) mikroskładniki pokarmowe dodano co najmniej w ilościach minimalnych określonych w sekcjach E.2.2 i E.2.3 załącznika I;

b) „nawóz WE” nadal spełnia wymagania sekcji A, B, C i D załącznika I.

5. Jeśli mikroskładniki pokarmowe są normalnymi składnikami surowców przeznaczonych do dostarczania podstawowych (N, P, K) i drugorzędnych (Ca, Mg, Na, S) składników pokarmowych, można je zadeklarować, pod warunkiem,że te mikroskładniki pokarmowe obecne są co najmniej w ilościach minimalnych określonych w sekcjach E.2.2 i E.2.3 załącznika I.

6. Zawartość mikroskładników pokarmowych deklaruje w następujący sposób:

a) dla nawozów należących do typów wymienionych w sekcji E.1 załącznika I, zgodnie z wymaganiami podanymi w kolumnie 6 tej sekcji;

b) dla mieszanek nawozów, o których mowa w lit. a) zawierających co najmniej dwa mikroskładniki pokarmowe i spełniających wymagania sekcji E.2.1 załącznika I i dla nawozów należących do typów nawozów wymienionych w sekcjach A, B, C i D załącznika I, przez wskazanie:

   i) zawartości całkowitej, wyrażonej jako procent masy nawozu,

   ii) zawartości rozpuszczalnej w wodzie, wyrażonej jako procent masy nawozu, jeśli zawartość rozpuszczalna stanowi co najmniej połowę zawartości całkowitej.

Jeśli mikroskładnik pokarmowy jest całkowicie rozpuszczalny w wodzie, deklaruje się jedynie zawartość rozpuszczalną w wodzie.

Jeśli mikroskładnik pokarmowy jest związany chemicznie ze związkiem organicznym, zawartość mikroskładnika pokarmowego obecnego w nawozie podaje się bezpośrednio po zawartości rozpuszczalnej w wodzie, jako procent masy produktu, a przed terminem „schelatowany przez” lub „skompleksowany przez”, z nazwą związku organicznego zgodnie z zapisem w sekcji E.3 załącznika I. Nazwę związku organicznego można zastąpić jego symbolem.

Artykuł 7

Identyfikacja

1. Producent zaopatruje nawozy WE w oznakowania identyfikacyjne wymienione w art. 9.

2. Jeśli nawozy są pakowane, oznakowania identyfikacyjne umieszcza się na opakowaniach lub doczepionych etykietach. Jeśli nawozy są luzem, oznakowania te umieszcza się na dokumentach towarzyszących.

▼B

Artykuł 8

Możliwość śledzenia

Bez uszczerbku dla art. 26 ust. 3, w celu zapewnienia możliwości śledzenia „nawozów WE”, producent prowadzi rejestry pochodzenia nawozów. Rejestry te udostępnia się inspekcji Państw Członkowskich tak długo, jak długo nawóz jest w obrocie i jeszcze przez okres 2 lat po wstrzymaniu dostaw przez producenta.

Artykuł 9

Oznakowania

1. Bez uszczerbku dla innych przepisów wspólnotowych, opakowania, etykiety i dokumenty towarzyszące, o których mowa w art. 7, noszą następujące oznakowania:

a) identyfikacja obowiązkowa:

— słowa „NAWÓZ WE” napisane wielkimi literami;

— określenie typu nawozu, o ile istnieje, zgodnie z załącznikiem 1;

— dla nawozów mieszanych, oznakowanie „mieszanka” po określeniu typu;

— oznakowania dodatkowe określone w art. 19, 21 lub 23;

— składniki pokarmowe wyraża się zarówno słownie, jak i odpowiednimi symbolami chemicznymi, np. azot (N), fosfor (P), pięciotlenek fosforu (P_2O_5), potas (K), tlenek potasu (K_2O), wapń (Ca), tlenek wapnia (CaO), magnez (Mg), tlenek magnezu (MgO), sód (Na), tlenek sodu (Na_2O), siarka (S), trójtlenek siarki (SO_3), bor (B), miedź (Cu), kobalt (Co), żelazo (Fe), mangan (Mn), molibden (Mo), cynk (Zn);

— jeśli nawóz zawiera mikroskładniki pokarmowe, które w całości lub w części są chemicznie związane ze związkiem organicznym, po nazwie mikroskładnika pokarmowego dodaje się następujące określenia:

i) „schelatowany przez …” (nazwa lub skrót czynnika chelatującego jak określono w sekcji E.3.1 załącznika I),

ii) „skompleksowany przez …” (nazwa czynnika kompleksującego jak podano w sekcji E.3.2 załącznika I),

— mikroskładniki pokarmowe zawarte w nawozie, wymienione w porządku alfabetycznym ich symboli chemicznych: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn;

— dla produktów wymienionych w sekcjach E.1 i E.2 załącznika I, dokładne instrukcje stosowania;

— ilości nawozów płynnych w przeliczeniu na masę. Podanie ilości nawozów płynnych jako objętości lub jako masy w odniesieniu do objętości (kilogramy na hektolitr lub gramy na litr) jest dobrowolne;

— masa netto lub brutto i, ewentualnie, objętość dla nawozów płynnych. Jeśli podana jest masa brutto, należy podać także masę tary;

— nazwa lub znak fabryczny oraz adres producenta.

▼B

b) identyfikacja dobrowolna:

— zgodnie z załącznikiem I;

— instrukcje przechowywania i transportu, a dla nawozów niewymienionych w załączniku I, sekcje E.1 i E.2, dokładne instrukcje stosowania;

— wskazówki odnośnie dawek i warunków stosowania odpowiednich dla gleb i warunków uprawy, w których nawóz jest stosowany;

— znak producenta i handlowy opis produktu.

Oznakowania, o których mowa w lit. b), nie mogą być sprzeczne z oznakowaniami, o których mowa w lit. a) i muszą być od nich wyraźnie oddzielone.

2. Wszystkie oznakowania, o których mowa w ust. 1, muszą być wyraźnie oddzielone od innych informacji na opakowaniach, etykietach i dokumentach towarzyszących.

3. Nawozy płynne można wprowadzać do obrotu jedynie wtedy, gdy producent dostarczy odpowiednie instrukcje dodatkowe obejmujące w szczególności temperaturę przechowywania oraz sposoby zapobiegania wypadkom podczas przechowywania.

4. Szczegółowe zasady stosowania niniejszego artykułu zostaną przyjęte na mocy procedury określonej w art. 32 ust. 2.

Artykuł 10

Etykietowanie

1. Etykiety lub oznakowania wydrukowane na opakowaniu i zawierające informacje szczegółowe wzmiankowane w art. 9 muszą być umieszczone w miejscu widocznym. Etykiety muszą być przymocowane do opakowania lub do dowolnego systemu używanego do jego zamykania. Jeśli system ten obejmuje opieczętowanie, pieczęć musi zawierać nazwisko lub znak pakowacza.

2. Oznakowania, o których mowa w ust. 1, muszą być i pozostawać nieusuwalne oraz wyraźnie czytelne.

3. W przypadkach nawozów luzem, o których mowa w drugim zdaniu art. 7 ust. 2, kopie dokumentów zawierających oznakowania identyfikacyjne muszą towarzyszyć towarom oraz być dostępne dla celów kontroli.

Artykuł 11

Języki

Etykieta, oznakowania na opakowaniu oraz dokumentach towarzyszących muszą być podane co najmniej w języku lub językach narodowych Państwa Członkowskiego, w którym nawóz WE jest w obrocie.

Artykuł 12

Pakowanie

W przypadku pakowanych nawozów WE, opakowanie musi być zamknięte w taki sposób lub za pomocą takiego urządzenia, aby przy otwieraniu zamknięcie, opieczętowanie zamknięcia lub samo opakowanie ulegało nieodwracalnemu zniszczeniu. Można stosować worki wentylowe.

▼B

Artykuł 13

Tolerancje

1. Zawartość składników pokarmowych w nawozach WE musi być zgodna z wartościami tolerancji ustalonymi w załączniku II, przewidzianymi w celu dopuszczenia odchyleń podczas produkcji, pobierania próbek i analizy.

2. Producent nie powinien systematycznie wykorzystywać wartości tolerancji podanych w załączniku II.

3. Niedozwolone jest stosowanie tolerancji w odniesieniu do zawartości minimalnych i maksymalnych określonych w załączniku I.

Artykuł 14

Wymagania w stosunku do nawozów

Dany typ nawozu można umieścić w załączniku I jedynie wtedy, gdy:

a) dostarcza w efektywny sposób składników pokarmowych;

b) zapewnione są odpowiednie metody pobierania próbek, analizy, oraz, o ile jest to wymagane, testowania;

c) w normalnych warunkach stosowania nie wywiera szkodliwego wpływu na zdrowie ludzi, zwierząt lub roślin albo na środowisko.

Artykuł 15

Klauzula ochronna

1. Jeżeli Państwo Członkowskie ma uzasadnione podstawy, by sądzić, że dany nawóz WE, mimo spełniania wymogów niniejszego rozporządzenia, stanowi zagrożenie dla bezpieczeństwa lub zdrowia ludzi, zwierząt lub roślin albo stanowi zagrożenie dla środowiska, może ono czasowo zabronić wprowadzania tego nawozu do obrotu na swoim terytorium albo uzależnić je od określonych warunków. Powinno niezwłocznie powiadomić o tym inne Państwa Członkowskie oraz Komisję, podając powody swojej decyzji.

2. Komisja podejmie decyzję w tej sprawie w ciągu 90 dni po otrzymaniu tej informacji, zgodnie z procedurą określoną w art. 32 ust. 2.

3. Przepisy niniejszego rozporządzenia nie wykluczają podjęcia przez Komisję lub Państwo Członkowskie działań uzasadnionych względami bezpieczeństwa publicznego w celu zakazania, ograniczenia lub wstrzymania wprowadzenia do obrotu nawozów WE.

▼B

TYTUŁ II

PRZEPISY DLA OKREŚLONYCH TYPÓW NAWOZÓW

ROZDZIAŁ I

Nawozy nieorganiczne z podstawowymi składnikami pokarmowymi

Artykuł 16

Zakres

Niniejszy rozdział stosuje się do nawozów nieorganicznych z podstawowymi składnikami pokarmowymi, stałych lub płynnych, prostych lub wieloskładnikowych, w tym nawozów z drugorzędnymi składnikami pokarmowymi i/lub mikroskładnikami pokarmowymi, o minimalnej zawartości składników pokarmowych podanej w sekcjach A, B, C, E.2.2 lub E.2.3 załącznika I.

Artykuł 17

Deklarowanie drugorzędnych składników pokarmowych w nawozach z podstawowymi składnikami pokarmowymi

Zawartość wapnia, magnezu, sodu i siarki można zadeklarować jako zawartość drugorzędnych składników pokarmowych w nawozach WE należących do typów wymienionych w sekcjach A, B i C załącznika I, pod warunkiem, że pierwiastki te występują co najmniej w następujących ilościach minimalnych:

a) 2 % tlenku wapnia (CaO), tj. 1,4 % Ca;

b) 2 % tlenku magnezu (MgO), tj. 1,2 % Mg;

c) 3 % tlenku sodu (Na_2O), tj. 2,2 % Na;

d) 5 % trójtlenku siarki (SO_3), tj. 2 % S.

W takim przypadku określenie typu należy uzupełnić o oznakowania dodatkowe określone w art. 19 ust. 2 lit. ii).

Artykuł 18

Wapń, magnez, sód i siarka

1. Deklarację zawartości magnezu, sodu i siarki w nawozach wymienionych w sekcjach A, B, i C załącznika I wyrażać można w jeden z następujących sposobów:

a) zawartość całkowita, wyrażona jako procent masy nawozu;

b) zawartość całkowita oraz zawartość rozpuszczalna w wodzie, wyrażone jako procent masy nawozu, jeśli zawartość rozpuszczalna stanowi co najmniej jedną czwartą zawartości całkowitej;

c) jeśli składnik pokarmowy jest całkowicie rozpuszczalny w wodzie, deklaruje się jedynie zawartość rozpuszczalną w wodzie jako procent masy.

2. O ile załącznik I nie stanowi inaczej, deklarację zawartości wapnia sporządza się tylko wtedy, gdy jest on rozpuszczalny w wodzie, i podaje jako procent masy nawozu.

▼B

Artykuł 19

Identyfikacja

1. Oprócz obowiązkowych oznakowań identyfikacyjnych, o których mowa w art. 9 ust. 1 lit. a), podaje się oznakowania określone w ust. 2, 3, 4, 5 i 6 niniejszego artykułu.

2. Po określeniu typu nawozu wieloskładnikowego podaje się następujące informacje:

i) symbole chemiczne deklarowanych drugorzędnych składników pokarmowych, w nawiasie i po symbolach podstawowych składników pokarmowych;

ii) liczby wskazujące zawartość podstawowych składników pokarmowych. Deklarowaną zawartość drugorzędnych składników pokarmowych podaje się w nawiasie po zawartości podstawowych składników pokarmowych.

3. Po określeniu typu nawozu występują jedynie liczby wskazujące zawartość podstawowych i drugorzędnych składników pokarmowych.

4. Jeśli deklaruje się mikroskładniki pokarmowe, podaje się słowa „z mikroskładnikami pokarmowymi" lub słowo „z", po czym podaje się nazwę lub nazwy i symbole chemiczne obecnych mikroskładników pokarmowych.

5. Deklarowaną zawartość podstawowych i drugorzędnych składników pokarmowych wyraża się jako procent masy, w liczbach całkowitych lub, w razie potrzeby, o ile istnieje odpowiednia metoda analizy, z dokładnością do jednego miejsca po przecinku.

W nawozach zawierających więcej niż jeden deklarowany składnik pokarmowy, dla podstawowych składników pokarmowych obowiązuje kolejność: N, P_2O_5 i/lub P, K_2O i/lub K, a dla drugorzędnych składników pokarmowych: CaO i/lub Ca, MgO i/lub Mg, Na_2O i/lub Na, SO_3 i/lub S.

Deklarowana zawartość mikroskładników pokarmowych obejmuje nazwę i symbol każdego mikroskładnika, wskazując procent masy zgodnie z sekcjami E.2.2 i E.2.3 załącznika I i zgodnie z rozpuszczalnością.

6. Formy i rozpuszczalność składników pokarmowych wyraża się również jako procent masy nawozu, z wyjątkiem przypadków, w których załącznik I wyraźnie stanowi, że zawartość tę określa się inaczej.

Liczbę miejsc po przecinku ogranicza się do jednego, z wyjątkiem mikroskładników pokarmowych, dla których liczbę miejsc po przecinku podaje się zgodnie z sekcjami E.2.2 i E.2.3 załącznika I.

ROZDZIAŁ II

Nawozy nieorganiczne z drugorzędnymi składnikami pokarmowymi

Artykuł 20

Zakres

Niniejszy rozdział stosuje się do nawozów nieorganicznych z drugorzędnymi składnikami pokarmowymi, stałych lub płynnych, w tym zawierających mikroskładniki pokarmowe, o minimalnej zawartości składników pokarmowych określonej w sekcjach D, E.2.2 i E.2.3 załącznika I.

▼B

Artykuł 21

Identyfikacja

1. Oprócz obowiązkowych oznakowań identyfikacyjnych, o których mowa w art. 9 ust. 1 lit. a), podaje się oznakowania wymienione w ust. 2, 3, 4 i 5 niniejszego artykułu.

2. Jeśli deklaruje się mikroskładniki pokarmowe, podaje się słowa „z mikroskładnikami pokarmowymi" lub słowo „z", po czym nazwę lub nazwy i symbole chemiczne obecnych mikroskładników pokarmowych.

3. Deklarowaną zawartość drugorzędnych składników pokarmowych podaje się jako procent masy, w liczbach całkowitych albo, w razie potrzeby, gdy istnieje odpowiednia metoda analizy, z dokładnością do jednego miejsca po przecinku.

Jeśli obecny jest więcej niż jeden drugorzędny składnik pokarmowy, kolejność jest następująca:

CaO i/lub Ca, MgO i/lub Mg, Na_2O i/lub Na, SO_3 i/lub S.

Deklarowana zawartość mikroskładników pokarmowych obejmuje nazwę i symbol każdego mikroskładnika, podając procent masy, zgodnie z sekcjami E.2.2 i E.2.3 załącznika I oraz zgodnie z rozpuszczalnością.

4. Formy i rozpuszczalność składników pokarmowych wyraża się także jako procent masy nawozu, z wyjątkiem przypadków, w których załącznik I wyraźnie stanowi, że zawartość tę wyraża się inaczej.

Liczbę miejsc po przecinku ogranicza się do jednego, z wyjątkiem mikroskładników pokarmowych, dla których musi ona być zgodna z sekcjami E.2.2 i E.2.3 załącznika I.

5. O ile załącznik I nie stanowi inaczej, deklarację zawartości wapnia umieszcza się tylko wtedy, gdy jest on rozpuszczalny w wodzie, i wyraża ją jako procent masy nawozu.

ROZDZIAŁ III

Nawozy nieorganiczne z mikroskładnikami pokarmowymi

Artykuł 22

Zakres

Niniejszy rozdział stosuje się do nawozów nieorganicznych z mikroskładnikami pokarmowymi, stałych lub płynnych, o minimalnej zawartości składników pokarmowych określonej w sekcjach E.1 i E.2.1 załącznika I.

Artykuł 23

Identyfikacja

1. Oprócz obowiązkowych oznakowań identyfikacyjnych, o których mowa w art. 9 ust. 1 lit. a), podaje się oznakowania określone w ust. 2, 3, 4 i 5 niniejszego artykułu.

2. Jeśli nawóz zawiera więcej niż jeden mikroskładnik pokarmowy, podaje się określenie typu „mieszanina mikroskładników pokarmowych", a następnie nazwy obecnych mikroelementów i ich symbole chemiczne.

▼B

3. Dla nawozów zawierających tylko jeden mikroskładnik pokarmowy (sekcja E.1 załącznika I) deklarowaną zawartość mikroskładników podaje się jako procent masy, w liczbach całkowitych lub, w razie potrzeby, z dokładnością do jednego miejsca po przecinku.

4. Formy i rozpuszczalność mikroskładników pokarmowych wyraża się jako procent masy nawozu, z wyjątkiem przypadków, w których załącznik I wyraźnie stanowi, że zawartość tę wyraża się inaczej.

Liczbę miejsc po przecinku dla mikroskładników pokarmowych podaje się zgodnie z sekcją E.2.1 załącznika I.

5. Poniżej deklaracji obowiązkowych lub dobrowolnych, na etykiecie oraz w dokumentach towarzyszących, w odniesieniu do produktów występujących w sekcjach E.1 i E.2.1 załącznika I, podaje się następujące informacje:

„Stosować wyłącznie w uzasadnionej potrzebie. Nie przekraczać zalecanych dawek.”.

Artykuł 24

Pakowanie

Nawozy WE objęte przepisami niniejszego rozdziału muszą być opakowane.

ROZDZIAŁ IV

Nawozy o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu

Artykuł 25

Zakres

Do celów niniejszego rozdziału, nawozy o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu, proste lub wieloskładnikowe, są produktami zawierającymi azotan amonu, wytworzonymi do celów nawozowych i zawierającymi więcej niż 28 % masowych azotu w przeliczeniu na azotan amonu.

Ten typ nawozu może zawierać substancje nieorganiczne lub obojętne.

Substancje stosowane w produkcji tego typu nawozu nie mogą zwiększać jego wrażliwości na wysoką temperaturę lub tendencji do detonacji.

Artykuł 26

Środki bezpieczeństwa i kontroli

1. Producent gwarantuje, że nawozy proste o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu są zgodne z przepisami sekcji I załącznika III.

2. Kontrolę, analizę i testy w ramach urzędowej kontroli nawozów prostych o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu, przewidziane w niniejszym rozdziale, przeprowadza się zgodnie z metodami opisanymi w sekcji 3 załącznika III.

▼B

3. W celu zapewnienia możliwość prześledzenia historii nawozów WE o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu, wprowadzanych do obrotu, producent prowadzi rejestry nazw i adresów miejsc oraz podmiotów gospodarczych w tych miejscach, w których wyprodukowano nawóz i jego podstawowe komponenty. Rejestry te mają być dostępne dla celów kontroli przez Państwa Członkowskie tak długo, jak długo dany nawóz jest dostarczany na rynek, a następnie jeszcze przez okres 2 lat po zaprzestaniu dostaw przez producenta.

Artykuł 27

Test odporności na detonację

Bez uszczerbku dla środków, o których mowa w art. 26, producent gwarantuje, że każdy typ nawozu WE o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu wprowadzony do obrotu przeszedł pomyślnie test odporności na detonację opisany w sekcjach 2, 3 (metoda 1, pkt 3) i 4 załącznika III niniejszego rozporządzenia. Test ten przeprowadza jedno z zatwierdzonych laboratoriów, o których mowa w art. 30 ust. 1 lub 33 ust. 1. Producenci przedstawiają wyniki testu właściwym władzom danego Państwa Członkowskiego co najmniej 5 dni przed wprowadzeniem nawozu do obrotu lub co najmniej 5 dni przed dotarciem tego nawozu do granic Wspólnoty Europejskiej w przypadku importu. Później producent w dalszym ciągu gwarantuje, że wszystkie dostawy nawozu wprowadzanego do obrotu są zdolne do pomyślnego przejścia wymienionego powyżej testu.

Artykuł 28

Pakowanie

Nawozy o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu są udostępniane użytkownikowi końcowemu wyłącznie w postaci opakowanej.

TYTUŁ III

OCENA ZGODNOŚCI NAWOZÓW

Artykuł 29

Środki kontroli

1. Państwa Członkowskie mogą poddawać nawozy z oznakowaniem „nawóz WE” urzędowym środkom kontroli w celu zweryfikowania, czy są one zgodne z niniejszym rozporządzeniem.

Państwa Członkowskie mogą nakładać opłaty nieprzekraczające kosztu badań, wymaganych do takich działań kontrolnych, ale nie zobowiązuje to producentów do powtarzania badań lub do płacenia za powtarzane badania w przypadkach, gdy pierwsze badanie zostało wykonane przez laboratorium spełniające warunki art. 30 i jeśli badanie to wykazało zgodność danego nawozu z niniejszym rozporządzeniem.

2. Państwa Członkowskie zapewniają, że pobieranie próbek i analiza dla celów urzędowej kontroli nawozów WE należących do typu nawozów wymienionych w załączniku I są przeprowadzane zgodnie z metodami opisanymi w załącznikach III i IV.

▼B

3. Zgodność z niniejszym rozporządzeniem pod względem zgodności z typami nawozów i zgodności z deklarowaną zawartością składników pokarmowych i/lub z deklarowaną zawartością, wyrażoną jako formy i rozpuszczalności takich składników, można zweryfikować podczas urzędowej kontroli tylko za pomocą metod pobrania próbek i analizy ustanowionych zgodnie z załącznikami III i IV oraz z uwzględnieniem tolerancji określonych w załączniku II.

▼M6

4. Komisja dostosowuje i unowocześnia metody pomiaru, pobierania próbek i analizy, w stosownych przypadkach stosując normy europejskie. Środki te, mające na celu zmianę elementów innych niż istotne niniejszego rozporządzenia, przyjmuje się zgodnie z procedurą regulacyjną połączoną z kontrolą, o której mowa w art. 32 ust. 3. Tę samą procedurę stosuje się, przyjmując przepisy wykonawcze niezbędne do określenia środków kontroli przewidzianych w niniejszym artykule i w art. 8, 26 i 27. Przepisy takie dotyczą w szczególności częstotliwości, z jaką mają być powtarzane badania, jak również środków służących zapewnieniu, że nawóz wprowadzony do obrotu jest identyczny z nawozem przebadanym.

▼B

Artykuł 30

Laboratoria

1. Państwa Członkowskie zgłoszą Komisji listę tych zatwierdzonych laboratoriów na swoich terytoriach, które są właściwe do świadczenia usług wymaganych dla kontroli zgodności nawozów WE z wymaganiami niniejszego rozporządzenia. Takie laboratoria muszą spełniać normy wymienione w sekcji B załącznika V. Takiego zgłoszenia należy dokonać do 11 czerwca 2004 r. oraz przy każdej następnej zmianie.

2. Komisja opublikuje listę zatwierdzonych laboratoriów w *Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej*.

3. Jeśli Państwo Członkowskie ma uzasadnione podstawy, by sądzić, iż zatwierdzone laboratorium nie spełnia norm, o których mowa w ust. 1, poruszy to zagadnienie w komitecie, o którym mowa w art. 32. Jeżeli komitet zgodzi się z tym, że laboratorium to nie spełnia norm, Komisja usunie jego nazwę z listy, o której mowa w ust. 2.

4. Komisja podejmuje decyzję w tej sprawie w ciągu 90 dni po otrzymaniu informacji zgodnie z procedurą, o której mowa w art. 32 ust. 2.

5. Komisja opublikuje zmienioną listę w *Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej*.

▼B

TYTUŁ IV

PRZEPISY KOŃCOWE

ROZDZIAŁ I

Dostosowanie załączników

Artykuł 31

Nowe nawozy WE

▼M6

1. Komisja zmienia załącznik I w celu uwzględnienia w nim nowych typów nawozu.

▼B

2. Producent lub jego przedstawiciel, który pragnie zaproponować umieszczenie w załączniku I nowego typu nawozu i od którego wymaga się skompletowania w tym celu dokumentacji technicznej, robi to biorąc pod uwagę dokumenty techniczne, o których mowa w sekcji A załącznika V.

▼M6

3. Komisja dostosowuje załączniki do postępu technicznego.

4. Środki, o których mowa w ust. 1 i 3, mające na celu zmianę elementów innych niż istotne niniejszego rozporządzenia, przyjmuje się zgodnie z procedurą regulacyjną połączoną z kontrolą, o której mowa w art. 32 ust. 3.

Artykuł 32

Procedura komitetu

1. Komisja jest wspierana przez komitet.

2. W przypadku odesłania do niniejszego ustępu stosuje się art. 5 i 7 decyzji 1999/468/WE, z uwzględnieniem jej art. 8.

Termin określony w art. 5 ust. 6 decyzji 1999/468/WE wynosi trzy miesiące.

3. W przypadku odesłania do niniejszego ustępu stosuje się art. 5a ust. 1–4 oraz art. 7 decyzji 1999/468/WE, z uwzględnieniem jej art. 8.

▼B

ROZDZIAŁ II

Przepisy przejściowe

Artykuł 33

Właściwe laboratoria

1. Bez uszczerbku dla przepisów art. 30 ust. 1, Państwa Członkowskie mogą w okresie przejściowym do 11 grudnia 2007 r. kontynuować stosowanie przepisów krajowych w zakresie akredytacji laboratoriów właściwych do świadczenia usług niezbędnych dla sprawdzania zgodności nawozów WE z wymaganiami niniejszego rozporządzenia.

▼B

2. Państwa Członkowskie zgłaszają listę tych laboratoriów Komisji, podając szczegóły swoich systemów akredytacji. Zgłoszenia tej listy należy dokonać do 11 czerwca 2004 r. oraz przy każdej następnej zmianie.

Artykuł 34

Pakowanie i etykietowanie

Z zastrzeżeniem art. 35 ust. 1, oznakowania, opakowania, etykiety i dokumenty towarzyszące nawozom WE, przewidziane przez wcześniejsze dyrektywy, można nadal stosować do 11 czerwca 2005 r.

ROZDZIAŁ III

Przepisy końcowe

Artykuł 35

Uchylone dyrektywy

1. Dyrektywy 76/116/EWG, 77/535/EWG, 80/876/EWG oraz 87/94/EWG tracą moc.

2. Odniesienia do uchylonych dyrektyw traktuje się jako odniesienia do niniejszego rozporządzenia. W szczególności, odstępstwa od art. 7 dyrektywy 76/116/EWG, które zostały uznane przez Komisję na mocy art. 95 ust. 6 Traktatu, traktuje się jako odstępstwa od art. 5 niniejszego rozporządzenia i jako dalej obowiązujące nie naruszając wejścia w życie niniejszego rozporządzenia. Do czasu określenia kar na mocy art. 36, Państwa Członkowskie mogą kontynuować stosowanie kar za naruszanie krajowych przepisów wykonujących dyrektywy wymienione w ust. 1.

Artykuł 36

Kary

Państwa Członkowskie ustanawiają przepisy dotyczące kar stosowanych w przypadku naruszenia przepisów niniejszego rozporządzenia i podejmują kroki konieczne dla zapewnienia, że są one wykonywane. Przewidziane kary muszą być skuteczne, proporcjonalne i odstraszające.

Artykuł 37

Przepisy krajowe

Państwa Członkowskie zgłaszają Komisji do 11 czerwca 2005 r. wszelkie krajowe przepisy przyjęte zgodnie z art. 6 ust. 1, 6 ust. 2, 29 ust. 1 oraz 36 niniejszego rozporządzenia i niezwłocznie zgłaszają Komisji wszelkie zmiany ich dotyczące.

▼B

Artykuł 38

Wejście w życie

Niniejsze rozporządzenie wchodzi w życie dwudziestego dnia po jego opublikowaniu w *Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej*, z wyjątkiem art. 8 i 26 ust. 3, które wejdą w życie 11 czerwca 2005 r.

Niniejsze rozporządzenie wiąże w całości i jest bezpośrednio stosowane we wszystkich Państwach Członkowskich.

▼B

SPIS TREŚCI

ZAŁĄCZNIK I – **Wykaz typów nawozów WE**

A. Nawozy nieorganiczne proste zawierające podstawowe składniki pokarmowe

A.1. Nawozy azotowe

A.2. Nawozy fosforowe

A.3. Nawozy potasowe

B. Wieloskładnikowe nawozy nieorganiczne zawierające podstawowe składniki pokarmowe

B.1. Nawozy NPK

B.2. Nawozy NP

B.3. Nawozy NK

B.4. Nawozy PK

C. Nawozy nieorganiczne płynne

C.1. Nawozy płynne jednoskładnikowe

C.2. Nawozy płynne wieloskładnikowe

D. Nawozy zawierające drugorzędne składniki pokarmowe

E. Nawozy nieorganiczne zawierające mikroskładniki pokarmowe

E.1. Nawozy zawierające tylko jeden mikroskładnik pokarmowy

E.1.1. Bor

E.1.2. Kobalt

E.1.3. Miedź

E.1.4. Żelazo

E.1.5. Mangan

E.1.6. Molibden

E.1.7. Cynk

E.2. Minimalna zawartość mikroskładników pokarmowych, % (m/m) nawozu

E.3. Lista zatwierdzonych organicznych czynników chelatujących i kompleksujących

ZAŁĄCZNIK II – **Tolerancje**

1. Tolerancja dla nawozów prostych zawierających podstawowe składniki pokarmowe wyrażana jest jako wartość bezwzględna, w procentach obliczonych masowo, w przeliczeniu na: N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl

2. Wieloskładnikowe nawozy nieorganiczne zawierające podstawowe składniki pokarmowe

3. Składniki drugorzędne w nawozach

4. Mikroskładniki pokarmowe w nawozach

ZAŁĄCZNIK III – **Wymagania techniczne dla nawozów o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu**

1. Właściwości i ich wartości graniczne dla nawozów prostych o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu

2. Opis testu odporności na detonację w odniesieniu do nawozów o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu

3. Metody sprawdzania zgodności z wartościami granicznymi podanymi w załącznikach III-1 i III-2

4. Oznaczenie odporności na detonację

▼B

ZAŁĄCZNIK IV – **Pobieranie próbek i metody analiz**

A. Metoda pobierania próbek do kontroli nawozów

1. Cel i zakres

2. Próbkobiorcy

3. Definicje

4. Przyrządy

5. Wymagania ilościowe

6. Pobieranie, przygotowanie i pakowanie próbek

7. Pakowanie próbek końcowych

8. Protokół pobierania próbek

9. Przeznaczenie próbek

B. Metody analiz nawozów

Uwagi ogólne

Postanowienia ogólne dotyczące metod analizowania nawozów

Metoda 1	Przygotowanie próbki do badań
Metody 2	Azot
Metoda 2.1.	Oznaczanie azotu amonowego
Metoda 2.2.	Oznaczanie azotu azotanowego i amonowego
Metoda 2.2.1.	Oznaczanie azotu azotanowego i amonowego według Ulscha
Metoda 2.2.2.	Oznaczanie azotu azotanowego i amonowego według Arnda
Metoda 2.2.3.	Oznaczanie azotu azotanowego i amonowego według Devarda
Metody 2.3.	Oznaczanie azotu całkowitego
Metoda 2.3.1.	Oznaczanie azotu całkowitego w cyjanamidzie wapnia w nieobecności azotanów
Metoda 2.3.2.	Oznaczanie azotu całkowitego w cyjanamidzie wapnia zawierającym azotany
Metoda 2.3.3.	Oznaczanie azotu całkowitego w moczniku
Metoda 2.4.	Oznaczanie azotu cyjanamidowego
Metoda 2.5.	Spektrofotometryczne oznaczanie biuretu w moczniku
Metody 2.6.	Oznaczanie różnych postaci azotu w tej samej próbce
Metoda 2.6.1.	Oznaczanie różnych postaci azotu w tej samej próbce nawozów zawierających azot: azotanowy, amonowy, amidowy i cyjanamidowy
Metoda 2.6.2	Oznaczanie zawartości azotu całkowitego w nawozach zawierających wyłącznie azot azotanowy, amonowy i amidowy dwoma różnymi metodami
Metoda 2.6.3	Oznaczanie produktów kondensacji mocznika z wykorzystaniem wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC) – izobutylidenodimocznik i krotonylidenodimocznik (metoda A) oraz oligomery metyleno-mocznikowe (metoda B)
Metody 3	Fosfor
Metody 3.1.	Metody ekstrakcji
Metoda 3.1.1.	Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w kwasach mineralnych

▼B

Metoda 3.1.2.	Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w kwasie mrówkowym 2 % (20 g/l)
Metoda 3.1.3.	Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w kwasie cytrynowym 2 % (20 g/l)
Metoda 3.1.4.	Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w obojętnym cytrynianie amonu
Metody 3.1.5.	Ekstrakcja fosforu alkalicznym roztworem cytrynianu amonu
Metoda 3.1.5.1.	Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w roztworze według Petermanna w temperaturze 65 °C
Metoda 3.1.5.2.	Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w roztworze według Petermanna, w temperaturze otoczenia
Metoda 3.1.5.3.	Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w alkalicznym roztworze cytrynianu amonu według Julie
Metoda 3.1.6.	Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w wodzie
Metoda 3.2.	Oznaczanie wyekstrahowanego fosforu
Metody 4	Potas
Metoda 4.1.	Oznaczanie zawartości potasu rozpuszczalnego w wodzie
Metody 5	Dwutlenek węgla
Metoda 5.1	Oznaczanie dwutlenku węgla – część I: metoda dla nawozów stałych
Metody 6	Chlor
Metoda 6.1.	Oznaczanie zawartości chlorków pod nieobecność substancji organicznej
Metody 7	Stopień rozdrobnienia
Metoda 7.1.	Oznaczanie stopnia rozdrobnienia (metodą na sucho)
Metoda 7.2.	Oznaczanie stopnia rozdrobnienia fosforytów miękkich
Metody 8	Drugorzędne składniki pokarmowe
Metoda 8.1.	Ekstrakcja całkowitej zawartości wapnia, magnezu, sodu oraz siarki obecnej w postaci siarczanów
Metoda 8.2.	Ekstrakcja siarki całkowitej obecnej w różnych postaciach
Metoda 8.3.	Ekstrakcja rozpuszczalnego w wodzie wapnia, magnezu, sodu oraz siarki obecnej w postaci siarczanów
Metoda 8.4.	Ekstrakcja siarki rozpuszczalnej w wodzie, występującej w różnych postaciach
Metoda 8.5.	Ekstrakcja i oznaczanie zawartości siarki elementarnej
Metoda 8.6.	Manganometryczne oznaczanie wyekstrahowanego wapnia wytrąconego w postaci szczawianu
Metoda 8.7.	Oznaczanie zawartości magnezu metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej
Metoda 8.8.	Oznaczanie magnezu metodą kompleksometryczną
Metoda 8.9	Oznaczanie zawartości siarczanów trzema różnymi metodami
Metoda 8.10.	Oznaczanie zawartości wyekstrahowanego sodu
Metody 9	Mikroskładniki pokarmowe o zawartości mniejszej lub równej 10 %
Metoda 9.1.	Ekstrakcja całkowitej zawartości mikroskładników pokarmowych

▼B

Metoda 9.2.	Ekstrakcja mikroskładników pokarmowych rozpuszczalnych w wodzie
Metoda 9.3.	Usuwanie związków organicznych z ekstraktów nawozowych
Metoda 9.4.	Oznaczanie mikroskładników pokarmowych w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (procedura ogólna)
Metoda 9.5.	Oznaczanie boru w ekstraktach z nawozowych metodą spektrofotometryczną z użyciem azometyny-H
Metoda 9.6.	Oznaczanie kobaltu w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej
Metoda 9.7.	Oznaczanie miedzi w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej
Metoda 9.8.	Oznaczanie żelaza w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej
Metoda 9.9.	Oznaczanie manganu w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej
Metoda 9.10.	Oznaczanie molibdenu w ekstraktach nawozowych metodą spektrofotometryczną z tiocyjanianem amonu
Metoda 9.11.	Oznaczanie cynku w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej
Metody 10	Mikroskładniki pokarmowe o zawartości powyżej 10 %
Metoda 10.1.	Ekstrakcja całkowitej zawartości mikroskładników pokarmowych
Metoda 10.2.	Ekstrakcja mikroskładników pokarmowych rozpuszczalnych w wodzie
Metoda 10.3.	Usuwanie związków organicznych z ekstraktów nawozowych
Metoda 10.4.	Oznaczanie mikroskładników pokarmowych w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (procedura ogólna)
Metoda 10.5.	Oznaczanie zawartości boru w ekstraktach nawozowych metodą miareczkową
Metoda 10.6.	Oznaczenie kobaltu w ekstraktach nawozowych metodą grawimetryczną z użyciem 1-nitrozo-2-naftolu
Metoda 10.7.	Oznaczanie zawartości miedzi w ekstraktach nawozowych metodą miareczkową
Metoda 10.8.	Oznaczanie żelaza w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej
Metoda 10.9.	Oznaczanie manganu w ekstraktach nawozowych metodą miareczkową
Metoda 10.10.	Oznaczanie zawartości molibdenu w ekstraktach nawozowych metodą grawimetryczną z 8-hydroksychinoliną
Metoda 10.11.	Oznaczanie cynku w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej
Metody 11	Czynniki chelatujące
Metoda 11.1.	Oznaczanie zawartości schelatowanych mikroskładników pokarmowych lub frakcji schelatowanej mikroskładników pokarmowych
Metoda 11.2.	Oznaczanie EDTA, HEDTA i DTPA
Metoda 11.3.	Oznaczanie schelatowanego żelaza poprzez o,o-EDDHA i o,o-EDDHMA
Metoda 11.4.	Oznaczanie żelaza schelatowanego przez EDDHSA
Metoda 11.5.	Oznaczanie żelaza schelatowanego przez o,p-EDDHA

▼B

Metody 12	Inhibitory nitryfikacji i ureazy
Metoda 12.1.	Oznaczanie dicyjanodiamidu
Metoda 12.2.	Oznaczanie NBPT
Metody 13	Metale ciężkie
Metoda 13.1.	Oznaczanie zawartości kadmu

ZAŁĄCZNIK V

A. Wykaz dokumentów do uwzględnienia przez producentów lub ich przedstawicieli przy kompletowaniu dokumentacji technicznej dla nowego typu nawozów w celu dodania go do załącznika i niniejszego rozporządzenia

B. Wymogi dotyczące zatwierdzania laboratoriów właściwych do świadczenia usług koniecznych do sprawdzania zgodności nawozów we z wymaganiami niniejszego rozporządzenia i jego załączników

ZAŁĄCZNIK I

WYKAZ TYPÓW NAWOZÓW WE

A. **Nawozy nieorganiczne proste zawierające podstawowe składniki pokarmowe**

A.1. *Nawozy azotowe*

Nr	Nazwa typu	Informacje dotyczące metody produkcji oraz składniki główne	Minimalna zawartość składników pokarmowych %, (m/m) Informacje dotyczące sposobu wyrażania zawartości składników pokarmowych Inne wymagania	Pozostałe informacje dotyczące oznaczenia typu	Deklarowane składniki pokarmowe, ich formy i rozpuszczalności Inne kryteria
1	2	3	4	5	6
1a)	Azotan wapnia (saletra wapniowa)	Produkt otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający jako składnik główny azotan wapnia, możliwa obecność azotanu amonu	15 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity lub na azot azotanowy i amonowy Zawartość azotu amonowego: najwyżej 1,5 % N		Azot całkowity Dodatkowo może być deklarowany: Azot azotanowy Azot amonowy
1b)	Azotan wapnia i magnezu (saletra wapniowo-magnezowa)	Produkt otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający jako składniki główne azotan wapnia i azotan magnezu	13 % N Azot w przeliczeniu na azot azotanowy Minimalna zawartość magnezu w formie soli rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na tlenek magnezu: 5 % MgO		Azot azotanowy Tlenek magnezu rozpuszczalny w wodzie
1c)	Azotan magnezu	Produkt otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający jako składnik główny sześciowodny azotan magnezu	10 % N Azot w przeliczeniu na azot azotanowy 14 % MgO Magnez w przeliczeniu na tlenek magnezu rozpuszczalny w wodzie	Jeżeli nawóz jest wprowadzony do obrotu w postaci krystalicznej, można dodać informację „nawóz krystaliczny”	Azot azotanowy Tlenek magnezu rozpuszczalny w wodzie
2a)	Azotan sodu (saletra sodowa)	Produkt otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający jako składnik główny azotan sodu	15 % N Azot w przeliczeniu na azot azotanowy		Azot azotanowy
2b)	Saletra chilijska	Produkt otrzymywany ze złóż saletry chilijskiej, zawierający jako składnik główny azotan sodu	15 % N Azot w przeliczeniu na azot azotanowy		Azot azotanowy

▼B

1	2	3	4	5	6
3a)	Cyjanamid wapnia	Produkt otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający jako składnik główny: cyjanamid wapnia, tlenek wapnia, możliwa obecność małych ilości soli amonowych i mocznika	18 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity, w tym co najmniej 75 % deklarowanego azotu w formie cyjanamidu		Azot całkowity
3b)	Cyjanamid wapnia azotowany	Produkt otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający jako składnik główny: cyjanamid wapnia, tlenek wapnia, możliwa obecność małych ilości soli amonowych i mocznika oraz dodatek azotanów	18 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity, w tym co najmniej 75 % azotu nieazotanowego jest deklarowane w formie cyjanamidu. Zawartość azotu azotanowego: — co najmniej 1 % N — nie więcej niż 3 % N		Azot całkowity Azot azotanowy
▼M5 4	Siarczan amonu	Produkt otrzymany chemicznie zawierający siarczan amonu jako jego główny składnik oraz ewentualnie nie więcej niż 15 % azotanu wapnia (saletry wapniowej).	19,7 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity. Maksymalna zawartość azotu azotanowego 2,2 % N w przypadku dodania azotanu wapnia (saletry wapniowej).	W przypadku wprowadzenia do obrotu w formie mieszanki siarczanu amonu i azotanu wapnia (saletra wapniowa) w oznaczeniu należy dodać „może zawierać do 15 % azotanu wapnia (saletry wapniowej)”.	Azot amonowy. Azot całkowity w przypadku dodania azotanu wapnia (saletry wapniowej).
▼B 5	Azotan amonu lub azotan amonu z wypełniaczem	Produkt otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający jako składnik główny azotan amonu oraz mogący zawierać wypełniacze, takie jak zmielony wapniak, siarczan wapnia, zmielony dolomit, siarczan magnezu oraz kizeryt	20 % N Azot całkowity w przeliczeniu na sumę azotu azotanowego i azotu amonowego, przy czym zawartość każdej z tych dwóch form stanowi około połowę zawartości azotu całkowitego Patrz: załączniki III.1 i III.2 niniejszego rozporządzenia, jeśli to konieczne	Nazwa „Saletrzak” może być używana wyłącznie w przypadku nawozu zawierającego azotan amonu oraz wypełniacze takie jak węglan wapnia (wapniak) i/lub, węglan magnezu i węglan wapnia (dolomit). Minimalna zawartość tych węglanów w nawozie powinna wynosić 20 % a ich stopień czystości co najmniej 90 %	Azot całkowity Azot azotanowy Azot amonowy

▼B

1	2	3	4	5	6
6	Siarczanoazotan amonu	Produkt otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający jako składniki główne azotan amonu i siarczan amonu	25 % N Azot całkowity w przeliczeniu na sumę azotu amonowego i azotanowego. Zawartość azotu azotanowego – co najmniej: 5 %		Azot całkowity Azot amonowy Azot azotanowy
7	Siarczanoazotan magnezu	Produkt otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający azotan amonu, siarczan amonu i siarczan magnezu	19 % N Azot całkowity w przeliczeniu na sumę azotu amonowego i azotu azotanowego. Zawartość azotu azotanowego co najmniej 6 % N 5 % MgO Magnez w postaci soli rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na tlenek magnezu		Azot całkowity Azot amonowy Azot azotanowy Tlenek magnezu rozpuszczalny w wodzie
8	Nawóz azotowy z zawartością magnezu	Produkt otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający jako składniki główne azotan amonu i sole związków magnezu (dolomit, węglan magnezu i/lub siarczan magnezu)	19 % N Azot całkowity w przeliczeniu na sumę azotu amonowego i azotu azotanowego Zawartość azotu azotanowego co najmniej 6 % N 5 % MgO magnez w przeliczeniu na tlenek magnezu całkowity		Azot całkowity Azot amonowy Azot azotanowy Tlenek magnezu całkowity, ewentualnie tlenek magnezu rozpuszczalny w wodzie
9	Mocznik	Produkt otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający jako składnik główny dwuamid kwasu węglowego (karbamid)	44 % N Azot całkowity w formie amidowej (w tym biuret) Zawartość biuretu najwyżej: 1,2 %		Azot całkowity w przeliczeniu na azot amidowy
10	Krotonylidenodimocznik	Nawóz otrzymywany w reakcji mocznika z aldehydem krotonowym Związek monomeryczny	28 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity Co najmniej 25 % N pochodzi z krotonylidenodimocznika Zawartość azotu amidowego: najwyżej 3 %		Azot całkowity Azot amidowy przy zawartości co najmniej 1 % Azot z krotonylidenodimocznika

▼B

1	2	3	4	5	6
11	Izobutylidenodimocznik	Nawóz otrzymywany w reakcji mocznika z aldehydem izobutylowym Związek monomeryczny	28 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity Co najmniej 25 % N pochodzi z izobutylidenodimocznika Zawartość azotu amidowego: najwyżej 3 %		Azot całkowity Azot amidowy przy zawartości co najmniej 1 % Azot z izobutylidenodimocznika
12	Ureaform	Nawóz otrzymywany w reakcji mocznika z formaldehydem i zawierający jak składnik główny cząsteczki ureaformu Związek polimeryczny	36 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity Co najmniej 3/5 deklarowanej zawartości azotu całkowitego powinno być rozpuszczalne w gorącej wodzie Co najmniej 31 % N pochodzi z ureaformu Zawartość azotu amidowego: najwyżej 5 %		Azot całkowity Azot amidowy przy zawartości co najmniej 1 % Azot z ureaformu rozpuszczalny w zimnej wodzie Azot z ureaformu, rozpuszczalny tylko w gorącej wodzie
13	Nawóz azotowy zawierający krotonylidenodimocznik	Nawóz otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający krotonylidenodimocznik i prosty nawóz azotowy [Lista A-1, z wyłączeniem produktów 3a), 3b) i 5]	18 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity Co najmniej 3 % azotu w formie amonowej i/lub azotanowej i/lub amidowej Co najmniej 1/3 deklarowanej zawartości azotu całkowitego powinno pochodzić z krotonylidenodimocznika Zawartość biuretu najwyżej: (N amidowy + N z krotonylidenodimocznika) × 0,026		Azot całkowity Azot z krotonylidenodimocznika oraz, przy zawartości co najmniej 1 %: — azot azotanowy — azot amonowy — azot amidowy
14	Nawóz azotowy zawierający izobutylidenodimocznik	Nawóz otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający izobutylidenodimocznik i prosty nawóz azotowy [Lista A-1, z wyłączeniem produktów 3a), 3b) i 5]	18 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity Co najmniej 3 % azotu w formie amonowej i/lub azotanowej i/lub amidowej Co najmniej 1/3 deklarowanej zawartości azotu całkowitego powinno pochodzić z izobutylidenodimocznika Zawartość biuretu najwyżej: (N amidowy + N z izobutylidenodimocznika) × 0,026		Azot całkowity Azot z izobutylidenodimocznika oraz, przy zawartości co najmniej 1 %: — azot azotanowy — azot amonowy — azot amidowy

▼B

1	2	3	4	5	6
15	Nawóz azotowy zawierający ureaform	Nawóz otrzymywany w procesie chemicznym, zawierający ureaform i prosty nawóz azotowy [Lista A-1, z wyłączeniem produktów 3a), 3b) i 5]	18 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity Co najmniej 3 % azotu w formie amonowej i/lub azotanowej i/lub amidowej Co najmniej 1/3 deklarowanej zawartości azotu całkowitego powinno pochodzić z ureaformu. Azot w formie formaldehydu powinien zawierać co najmniej 3/5 azotu rozpuszczalnego w gorącej wodzie Zawartość biuretu najwyżej: (N amidowy + N z ureaformu) × 0,026		Azot całkowity Azot z ureaformu Azot z ureaformu rozpuszczalny w zimnej wodzie Azot z ureaformu rozpuszczalny tylko w gorącej wodzie oraz, przy zawartości co najmniej 1 %: — azot azotanowy — azot amonowy — azot amidowy

▼M5

———

▼B

►M5 16 ◄	Siarczan mocznikowo-amonowy	Nawóz otrzymywany w procesie chemicznym z mocznika i siarczanu amonu	30 % N Azot całkowity w przeliczeniu na sumę azotu amonowego i amidowego Zawartość azotu amonowego co najmniej 4 % Zawartość siarki w przeliczeniu na SO3 co najmniej 12 % Zawartość biuretu najwyżej 0,9 %		Azot całkowity Azot amonowy Azot amidowy Trójtlenek siarki rozpuszczalny w wodzie

►M5 ——— ◄

▼B

A.2. *Nawozy fosforowe*

W przypadku gdy przewiduje się stosowanie kryterium uziarnienia dla bazowych składników nawozów sprzedawanych w postaci granulowanej (nawozy 1, 3, 4, 5, 6 i 7), to uziarnienie ustala się stosując odpowiednią metodę analityczną.

Nr	Nazwa typu	Informacje dotyczące metody produkcji oraz składniki główne	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m) Informacje dotyczące sposobu wyrażania zawartości składników pokarmowych Inne wymagania	Pozostałe informacje dotyczące oznaczenia typu	Deklarowane składniki pokarmowe, ich formy i rozpuszczalności Inne kryteria
1	2	3	4	5	6
1	Tomasyna (żużel Thomasa)	Produkt otrzymywany w wyniku wytopu żelaza poprzez obróbkę spieków fosforowych, zawierający jako składniki główne krzemofosforany wapnia	12 % P_2O_5 Fosfor w przeliczeniu na P_2O_5 rozpuszczalny w kwasach mineralnych, w tym co najmniej 75 % deklarowanej zawartości P_2O_5 rozpuszczalne w 2 % roztworze kwasu cytrynowego lub P_2O_5 Fosfor w przeliczeniu na P_2O_5 rozpuszczalny w 2 % roztworze kwasu cytrynowego Skład ziarnowy: — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm: co najmniej 75 % — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,630 mm: co najmniej 96 %		P_2O_5 całkowity (rozpuszczalny w kwasach mineralnych), w tym co najmniej 75 % rozpuszczalne w 2 % roztworze kwasu cytrynowego (nawóz przeznaczony do obrotu we Francji, Włoszech, Hiszpanii, Portugalii , Grecji ►**M1** , Republice Czeskiej, Estonii, Cyprze, na Łotwie, Litwie, Węgrzech, w Polsce, Słowenii, Słowacji, ◄ ►**M3** Bułgarii, Rumunii ◄) P_2O_5 całkowity (rozpuszczalny w kwasach mineralnych) i P_2O_5 rozpuszczalny w 2 % roztworze kwasu cytrynowego (nawóz przeznaczony do obrotu w Zjednoczonym Królestwie) P_2O_5 rozpuszczalny w 2 % roztworze kwasu cytrynowego (nawóz przeznaczony do obrotu w Niemczech, Belgii, Danii, Irlandii, Luksemburgu, Holandii i Austrii)
2a)	Superfosfat prosty	Produkt otrzymywany w reakcji zmielonego fosforytu z kwasem siarkowym, zawierający jako składniki główne fosforan jednowapniowy oraz siarczan wapnia	16 % P_2O_5 Fosfor w przeliczeniu na P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu, w tym co najmniej 93 % deklarowanej zawartości rozpuszczalne w wodzie Próbka do badań: 1 g		P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie
2b)	Superfosfat wzbogacony	Produkt otrzymywany w reakcji zmielonego fosforytu z kwasem siarkowym i kwasem fosforowym, zawierający jako składniki główne fosforan jednowapniowy oraz siarczan wapnia	25 % P_2O_5 Fosfor w przeliczeniu na P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu, w tym co najmniej 93 % deklarowanej zawartości rozpuszczalne w wodzie Próbka do badań: 1 g		P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie

▼M2

1	2	3	4	5	6
2c)	Superfosfat potrójny	Produkt otrzymywany w reakcji zmielonego fosforytu z kwasem fosforowym, zawierający jako składnik podstawowy fosforan jednowapniowy	38 % P_2O_5 Fosfor w przeliczeniu na P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu, w tym co najmniej 93 % deklarowanej zawartości rozpuszczalne w wodzie. Próbka do badań: 3 g		P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu. P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie

▼B

3	Fosforyt częściowo rozłożony	Produkt otrzymywany w wyniku częściowego rozłożenia zmielonego fosforytu kwasem siarkowym lub fosforowym, zawierający jako składniki główne fosforan jednowapniowy, fosforan trójwapniowy oraz siarczan wapnia	20 % P_2O_5 Fosfor w przeliczeniu na P_2O_5 rozpuszczalny w kwasach mineralnych, w tym co najmniej 40 % deklarowanej zawartości P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie Skład ziarnowy: — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 90 % — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,630 mm co najmniej 98 %		P_2O_5 całkowity (rozpuszczalny w kwasach mineralnych) P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie

▼M7

3a)	Fosforyt częściowo rozłożony z magnezem	Produkt otrzymany przez częściowe rozłożenie zmielonego fosforytu kwasem siarkowym lub kwasem fosforowym z dodatkiem siarczanu magnezu lub tlenku magnezu oraz zawierający jako składniki główne fosforan monowapniowy, fosforan triwapniowy, siarczan wapnia i siarczan magnezu.	16 % P_2O_5 6 % MgO Fosforan wyrażony jako P_2O_5 rozpuszczalnego w kwasach mineralnych, w tym co najmniej 40 % deklarowanej zawartości P_2O_5 rozpuszczalne w wodzie Rozmiar cząsteczek: — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm: co najmniej 90 % — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,630 mm: co najmniej 98 %		Całkowity pięciotlenek fosforu (rozpuszczalny w kwasach mineralnych) Pięciotlenek fosforu rozpuszczalny w wodzie Całkowity tlenek magnezu Rozpuszczalny w wodzie tlenek magnezu

▼B

4	Fosforan dwuwapniowy (precypitat)	Produkt otrzymywany przez działanie rozcieńczonym kwasem fosforowym na fosforyt lub kości, zawierający jako składnik główny fosforan dwuwapniowy dwuwodny	38 % P_2O_5 Fosfor w przeliczeniu na P_2O_5 rozpuszczalny w zasadowym roztworze cytrynianu amonu (wg Petermanna) Skład ziarnowy: — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 90 % — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,630 mm co najmniej 98 %		P_2O_5 rozpuszczalny w zasadowym roztworze cytrynianu amonu

▼B

1	2	3	4	5	6
5	Termofosfat	Produkt otrzymywany w procesie obróbki termicznej przemielonych fosforytów ze związkami zasadowymi i krzemionką, zawierający jako składniki główne zasadowy fosforan wapnia i krzemian wapnia	25 % P_2O_5 Fosfor w przeliczeniu na P_2O_5,rozpuszczalny w zasadowym roztworze cytrynianu amonu (wg Petermanna) Skład ziarnowy: — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 75 % — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,630 mm co najmniej 96 %		P_2O_5 rozpuszczalny w zasadowym roztworze cytrynianu amonu
6	Fosforan glinowo-wapniowy	Produkt otrzymywany w postaci amorficznej w procesie obróbki termicznej i mielenia, zawierający jako składniki główne fosforany glinu i wapnia	30 % P_2O_5 Fosfor w przeliczeniu na P_2O_5 rozpuszczalny w kwasach mineralnych; w tym co najmniej 75 % deklarowanej zawartości P_2O_5 rozpuszczalne w zasadowym roztworze cytrynianu amonu (wg Joulie) Skład ziarnowy: — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 90 % — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,630 mm co najmniej 98 %		P_2O_5 całkowity (rozpuszczalny w kwasach mineralnych) P_2O_5 rozpuszczalny w zasadowym roztworze cytrynianu amonu
7	Fosforyt miękki	Produkt otrzymywany w procesie przemiału fosforytów miękkich, zawierający jako składniki podstawowe fosforan trójwapniowy i węglan wapnia	25 % P_2O_5 Fosfor w przeliczeniu na P_2O_5 rozpuszczalny w kwasach mineralnych, w tym co najmniej 55 % deklarowanej zawartości rozpuszczalne w 2 % roztworze kwasu mrówkowego Skład ziarnowy: — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,063 mm co najmniej 90 % — przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,125 mm co najmniej 99 %		P_2O_5 całkowity (rozpuszczalny w kwasach mineralnych) P_2O_5 rozpuszczalny w 2 % roztworze kwasu mrówkowego Przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,063 mm wyrażony w % (m/m)

▼B

A.3. *Nawozy potasowe*

Nr	Nazwa typu	Informacje dotyczące metody produkcji oraz składniki główne	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m) Informacje dotyczące sposobu wyrażania zawartości składników pokarmowych Inne wymagania	Pozostałe informacje dotyczące oznaczenia typu	Deklarowane składniki pokarmowe, ich formy i rozpuszczalności Inne kryteria
1	2	3	4	5	6
1	Sól potasowa surowa (kainit)	Produkt otrzymywany z nieoczyszczonych soli potasowych	10 % K_2O Potas w przeliczeniu na K_2O rozpuszczalny w wodzie 5 % MgO Magnez w formie soli rozpuszczalnych w wodzie, w przeliczeniu na MgO	Można dodać powszechnie przyjęte nazwy handlowe	K_2O rozpuszczalny w wodzie MgO rozpuszczalny w wodzie
2	Surowa sól potasowa wzbogacona	Produkt otrzymywany z nieoczyszczonych soli potasowych wzbogacony przez zmieszanie z chlorkiem potasu	18 % K_2O Potas w przeliczeniu na K_2O rozpuszczalny w wodzie	Można dodać powszechnie przyjęte nazwy handlowe	K_2O rozpuszczalny w wodzie Dopuszcza się deklarowanie MgO rozpuszczalnego w wodzie przy zawartości powyżej 5 % MgO
3	Chlorek potasu	Produkt otrzymywany z nieoczyszczonych soli potasowych, zawierający chlorek potasu jako składnik główny	37 % K_2O Potas w przeliczeniu na K_2O rozpuszczalny w wodzie	Można dodać powszechnie przyjęte nazwy handlowe	K_2O rozpuszczalny w wodzie
4	Chlorek potasu z dodatkiem soli magnezu	Produkt otrzymywany z nieoczyszczonych soli potasowych z dodatkiem soli magnezowych, zawierający jako składniki główne chlorek potasu oraz sole magnezu	37 % K_2O Potas w przeliczeniu na K_2O rozpuszczalny w wodzie 5 % MgO Magnez w formie soli rozpuszczalnych w wodzie, w przeliczeniu na MgO		K_2O rozpuszczalny w wodzie MgO rozpuszczalny w wodzie

▼B

1	2	3	4	5	6
5	Siarczan potasu	Produkt otrzymywany w procesie chemicznym z soli potasowych, zawierający jako składnik główny siarczan potasu	47 % K_2O Potas w przeliczeniu na K_2O rozpuszczalny w wodzie Dopuszczalna zawartość chlorków: 3 % Cl		K_2O rozpuszczalny w wodzie Dobrowolna informacja o zawartości chlorków
6	Siarczan potasu zawierający sole magnezu	Produkt otrzymywany w procesie chemicznym z soli potasowych, ewentualnie z dodatkiem soli magnezu, zawierający jako składniki główne siarczan potasu i siarczan magnezu	22 % K_2O Potas w przeliczeniu na K_2O rozpuszczalny w wodzie 8 % MgO Magnez w formie soli rozpuszczalnych w wodzie, w przeliczeniu na MgO Dopuszczalna zawartość chlorków: 3 % Cl	Można dodać powszechnie przyjęte nazwy handlowe	K_2O rozpuszczalny w wodzie MgO rozpuszczalny w wodzie Dobrowolna informacja o zawartości chlorków
7	Kizeryt z dodatkiem siarczanu potasu	Produkt uzyskany z kizerytu, z dodatkiem siarczanu potasu	8 % MgO Magnez w przeliczeniu na MgO rozpuszczalny w wodzie 6 % K_2O Potas w przeliczeniu na K_2O rozpuszczalny w wodzie Całkowity MgO + K_2O: 20 % Dopuszczalna zawartość chlorków: 3 % Cl	Można dodać powszechnie przyjęte nazwy handlowe	MgO rozpuszczalny w wodzie K_2O rozpuszczalny w wodzie Dobrowolna informacja o zawartości chlorków

B. **Wieloskładnikowe nawozy nieorganiczne zawierające podstawowe składniki pokarmowe**

B.1. *Nawozy NPK*

B.1.1.	Nazwa typu	Nawozy NPK
	Informacje dotyczące sposobu produkcji	Produkty otrzymywane w wyniku procesu chemicznego lub przez zmieszanie, bez dodatku organicznych składników pokarmowych pochodzenia zwierzęcego lub roślinnego
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m)	— Zawartość całkowita: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O); — Zawartość poszczególnych składników pokarmowych: 3 % N, 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumnami 4,5 i 6; Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Azot całkowity (2) Azot azotanowy (3) Azot amonowy (4) Azot amidowy (5) Azot cyjanamidowy	(1) P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie (2) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu (3) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu i wodzie (4) P_2O_5 rozpuszczalny tylko w kwasach mineralnych (5) P_2O_5 rozpuszczalny w zasadowym roztworze cytrynianu amonu (wg Petermanna) (6a) P_2O_5 rozpuszczalny w kwasach mineralnych, w tym przynajmniej 75 % deklarowanej zawartości P_2O_5 rozpuszczalne w 2 % roztworze kwasu cytrynowego (6b) P_2O_5 rozpuszczalny w 2 % roztworze kwasu cytrynowego (7) P_2O_5 rozpuszczalny w kwasach mineralnych, w tym co najmniej 75 % deklarowanej zawartości P_2O_5 rozpuszczalne w zasadowym roztworze cytrynianu amonu (wg Joulie) (8) P_2O_5 rozpuszczalny w kwasach mineralnych, w tym co najmniej 55 % deklarowanej zawartości P_2O_5 jest rozpuszczalne w 2 % roztworze kwasu mrówkowego	K_2O rozpuszczal-ny w wodzie	(1) Azot całkowity (2) Formy azotu (2) do (5) przy zawartości co najmniej 1 % (m/m) muszą być deklarowane (3) Przy zawartości powyżej 28 %, patrz: załącznik III.2.	1. Nawóz NPK niezawierający tomasyny, termofosfatu, fosforanu glinowo-wapniowego, fosforytu częściowo rozłożonego i fosforytu miękkiego powinien mieć deklarowane rozpuszczalności (1), (2) lub (3): — jeśli zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie poniżej 2 %, należy deklarować tylko rozpuszczalność (2) — jeśli zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie co najmniej 2 %, należy deklarować rozpuszczalność (3), oraz podać zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie [rozpuszczalność (1)]. Zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego wyłącznie w kwasach mineralnych nie powinna przekraczać 2 % Dla tego typu masa próbki do oznaczania rozpuszczalności (2) i (3) wynosi 1 g 2(a) Nawóz NPK zawierający fosforyt miękki lub fosforyt częściowo rozłożony nie może zawierać tomasyny, termofosfatu i fosforanu glinowo-wapniowego. Powinien mieć deklarowane rozpuszczalności (1), (3) i (4) Ten typ nawozu powinien zawierać: — co najmniej 2 % P_2O_5 rozpuszczalnego tylko w kwasach mineralnych [rozpuszczalność(4)];	(1) K_2O rozpuszczalny w wodzie (2) Przy zawartości Cl nieprzekraczającej 2 % można dodać informację „niska zawartość chlorków” (3) Dopuszcza się deklarowanie zawartości chlorków

1	2	3	4	5	6
				— co najmniej 5 % P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie i obojętnym roztworze cytrynianu amonu [rozpuszczalność (3)]; — co najmniej 2,5 % P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie [rozpuszczalność (1)]. Ten typ nawozu należy wprowadzać do obrotu jako „nawóz NPK zawierający fosforyt miękki” lub „nawóz NPK zawierający fosforyt częściowo rozłożony”. Dla tego typu masa próbki do oznaczania rozpuszczalności (3) powinna wynosić 3 g.	
Skład ziarnowy komponentów nawozowych, których bazę stanowią fosforany: Tomasyna: przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 75 % Fosforan glinowo-wapniowy: przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 90 % Termofosfat: przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 75 % Fosforyt miękki: przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,063 mm co najmniej 90 % Fosforyt częściowo rozłożony: przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 90 %				2(b) Nawóz NPK zawierający fosforan glinowo-wapniowy, nie może zawierać tomasyny, termofosfatu, fosforytu miękkiego i fosforytu częściowo rozłożonego. Powinien mieć deklarowane rozpuszczalności (1) i (7) po odjęciu rozpuszczalności w wodzie. Ten typ nawozu powinien zawierać: — co najmniej 2 % P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie [rozpuszczalność (1)]; — co najmniej 5 % P_2O_5 rozpuszczalnego w kwasach mineralnych i zasadowym roztworze cytrynianu amonu wg Joulie [rozpuszczalność (7)]. Ten typ nawozu należy wprowadzać do obrotu jako „nawóz NPK zawierający fosforan glinowo-wapniowy”. 3. W przypadku nawozów NPK zawierających jeden z następujących nawozów fosforowych: tomasynę, termofosfat, fosforan glinowo-wapniowy lub	

▼B

1	2	3	4	5	6
				fosforyt miękki, po podaniu nazwy typu należy podać składnik fosforowy. Rozpuszczalność P_2O_5 należy deklarować w następujący sposób: — w przypadku nawozów na bazie tomasyny: rozpuszczalność (6a) (dla Francji, Włoch, Hiszpanii, Portugalii, Grecji ►**M1** , Republice Czeskiej, Estonii, Cyprze, na Łotwie, Litwie, Węgrzech, w Polsce, Słowenii, Słowacji, ◄ ►**M3** Bułgarii, Rumunii ◄), (6b) (dla Niemiec, Belgii, Danii, Irlandii, Luksemburga, Holandii, Zjednoczonego Królestwa i Austrii); — w przypadku nawozów na bazie termofosfatu: rozpuszczalność (5); — w przypadku nawozów na bazie fosforanu glinowo-wapniowego: rozpuszczalność (7); — w przypadku nawozów na bazie fosforytu miękkiego: rozpuszczalność (8).	

B.1.2.	Nazwa typu	Nawozy NPK zawierające krotonylidenodimocznik lub izobutylidenodimocznik lub ureaform.
	Informacje dotyczące sposobu produkcji	Produkty otrzymywane w procesie chemicznym, bez dodatku substancji organicznych pochodzenia roślinnego lub zwierzęcego i zawierające krotonylidenodimocznik lub izobutylidenodimocznik lub ureaform.
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m):	— Zawartość całkowita: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O); — Zawartość poszczególnych składników: — 5 % N. Co najmniej 1/4 deklarowanej zawartości azotu całkowitego powinna pochodzić z form (5), (6) lub (7). Co najmniej 3/5 deklarowanej zawartości azotu w formie (7) powinno być rozpuszczalne w gorącej wodzie, — 5 % P_2O_5, — 5 % K_2O.

▼B

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumną 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Azot całkowity (2) Azot azotanowy (3) Azot amonowy (4) Azot amidowy (5) Azot z krotonylide-nodimocznika (6) Azot z izobutylide-nodimocznika (7) Azot z ureaformu (8) Azot z ureaformu rozpuszczalny tylko w gorącej wodzie (9) Azot z ureaformu rozpuszczalny w zimnej wodzie	(1) P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie (2) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu (3) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu i wodzie	K_2O rozpuszczalny w wodzie	(1) Azot całkowity (2) Formy azotu od (2) do (4), przy zawartości co najmniej 1 % (m/m) muszą być deklarowane (3) Jedna z form azotu od (5) do (7), przy czym forma azotu (7) powinna być deklarowana jako forma (8) i (9)	Nawóz NPK niezawierający tomasyny, termofosfatu, fosforanu glinowo-wapniowego, fosforytu częściowo rozłożonego i fosforytu miękkiego powinien mieć deklarowane rozpuszczalności (1), (2) lub (3): — gdy P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie stanowi poniżej 2 % należy deklarować wyłącznie [rozpuszczalność (2)]; — gdy P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie stanowi co najmniej 2 % należy deklarować rozpuszczalność (3) oraz zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie [rozpuszczalność (1)]. Zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego wyłącznie w kwasach mineralnych, najwyżej 2 %. Masa próbki do oznaczania rozpuszczalności (2) i (3) wynosi 1 g.	(1) K_2O rozpuszczalny w wodzie (2) Przy zawartości Cl nieprzekraczającej 2 % można dodać informację „niska zawartość chlorków”. (3) Dopuszcza się deklarowanie zawartości chlorków.

B.2. *Nawozy NP*

B.2.1.	Nazwa typu:	Nawozy NP
	Informacje o sposobie produkcji:	Produkty otrzymywane w procesie chemicznym lub przez zmieszanie, bez dodatku substancji organicznych pochodzenia roślinnego lub zwierzęcego
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m):	— Zawartość całkowita: 18 % (N + P_2O_5) — Zawartość poszczególnych składników pokarmowych: 3 % N, 5 % P_2O_5

▼B

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumną 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Azot całkowity (2) Azot azotanowy (3) Azot amonowy (4) Azot amidowy (5) Azot cyjanamidowy	(1) P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie (2) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu (3) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu i wodzie (4) P_2O_5 rozpuszczalny wyłącznie w kwasach mineralnych (5) P_2O_5 rozpuszczalny w zasadowym roztworze cytrynianu amonu (wg Petermanna) (6a) P_2O_5 rozpuszczalny w kwasach mineralnych, w tym co najmniej 75 % deklarowanej zawartości P_2O_5 rozpuszczalne w 2 % roztworze kwasu cytrynowego (6b) P_2O_5 rozpuszczalny w 2 % roztworze kwasu cytrynowego (7) P_2O_5 rozpuszczalny w kwasach mineralnych, w tym co najmniej 75 % deklarowanej zawartości P_2O_5 rozpuszczalne w zasadowym roztworze cytrynianu amonu (wg Joulie) (8) P_2O_5 rozpuszczalny w kwasach mineralnych, w tym co najmniej 55 % deklarowanej zawartości P_2O_5 rozpuszczalne w 2 % roztworze kwasu mrówkowego		(1) Azot całkowity (2) Formy azotu (2) do (5) przy zawartości co najmniej 1 % (m/m) muszą być deklarowane	1. Nawóz NP niezawierający tomasyny, termofosfatu, fosforanu glinowo-wapniowego, fosforytu częściowo rozłożonego i fosforytu miękkiego powinien mieć deklarowane rozpuszczalności (1), (2) lub (3): — gdy zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie poniżej 2 %, należy deklarować wyłącznie rozpuszczalność (2); — gdy zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie co najmniej 2 %, należy deklarować rozpuszczalność (3) oraz zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie [rozpuszczalność (1)]. Zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego wyłącznie w kwasach mineralnych – najwyżej 2 %. Dla tego typu masa próbki do oznaczania rozpuszczalności (2) i (3) wynosi 1g. 2a. Nawóz NP zawierający fosforyt miękki lub fosforyt częściowo rozłożony i niezawierający tomasyny, termofosfatu oraz fosforanu glinowo-wapniowego powinien mieć deklarowane rozpuszczalności (1), (3) i (4) Ten typ nawozu powinien zawierać: — co najmniej 2 % P_2O_5 rozpuszczalnego wyłącznie w kwasach mineralnych [rozpuszczalność (4)];	

1	2	3	4	5	6
				— co najmniej 5 % P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie i obojętnym roztworze cytrynianu amonu [rozpuszczalność (3)]; — co najmniej 2,5 % P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie [rozpuszczalność (1)]. Ten typ nawozu należy wprowadzać do obrotu jako „nawóz NP zawierający fosforyt miękki” lub „nawóz NP zawierający fosforyt częściowo rozłożony”. Dla typu 2a), masa próbki do oznaczania rozpuszczalności (3) wynosi 3g	
Skład ziarnowy komponentów nawozowych, których bazę stanowią fosforany:				2b. Nawóz NP zawierający fosforan glinowo-wapnio-wy i niezawierający tomasyny, termofosfatu, fosfory-tu miękkiego i fosforytu częściowo rozłożonego. Powinien mieć deklarowane rozpuszczalności (1) i (7) po odjęciu rozpuszczalności w wodzie. Ten typ nawozu powinien zawierać: — co najmniej 2 % P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie [rozpuszczalność (1)]; — co najmniej 5 % P_2O_5 rozpuszczalnego w kwasach mineralnych i zasadowym roztworze cytrynianu amonu wg Joulie [rozpuszczalność (7)]. Ten typ nawozu należy wprowadzać do obrotu jako „nawóz NP zawierający fosforan glinowo-wapniowy”. 3. W przypadku nawozów NP zawierających jeden z następujących nawozów fosforowych: tomasynę, termofosfat,	
Tomasyna	przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 75 %				
Fosforan glinowo-wapniowy	przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 90 %				
Termofosfat	przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 75 %				
Fosforyt miękki	przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,063 mm co najmniej 90 %				
Fosforyt częściowo rozłożony	przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 90 %				

1	2	3	4	5	6
				fosforan glinowo-wapniowy lub fosforyt miękki, po podaniu nazwy typu należy podać składnik fosforowy. Rozpuszczalności P_2O_5 – deklarować następująco: — w przypadku nawozów na bazie tomasyny rozpuszczalność (6a) (Francja, Włochy, Hiszpania, Portugalia, Grecja ►**M1** , Republice Czeskiej, Estonii, Cyprze, na Łotwie, Litwie, Węgrzech, w Polsce, Słowenii, Słowacji, ◄ ►**M3** Bulgaria, Romania ◄), (6b) (Niemcy, Belgia, Dania, Irlandia, Luksemburg, Holandia, Zjednoczone Królestwo i Austria); — w przypadku nawozów na bazie termofosfatu: rozpuszczalność (5); — w przypadku nawozów opartych na bazie fosforanu glinowo-wapniowego: rozpuszczalność (7); — w przypadku nawozów na bazie fosforytu miękkiego: rozpuszczalność (8).	

B.2.2.	Nazwa typu:	Nawozy NP zawierające krotonylidenodimocznik lub izobutylidenodimocznik lub ureaform
	Informacje dotycząca sposobu produkcji:	Produkty otrzymywane w procesie chemicznym, bez dodatku substancji organicznych pochodzenia roślinnego lub zwierzęcego i zawierające krotonylidenodimocznik lub izobutylidenodimocznik lub ureaform
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m):	— Zawartość całkowita: 18 % (N + P_2O_5); — Zawartość poszczególnych składników pokarmowych: — 5 % N. Co najmniej 1/4 deklarowanej zawartości azotu całkowitego powinno pochodzić z formy azotu (5) lub (6) lub (7). Co najmniej 3/5 deklarowanej zawartości formy azotu (7) powinno być rozpuszczalne w gorącej wodzie, — 5 % P_2O_5.

▼B

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumną 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Azot całkowity (2) Azot azotanowy (3) Azot amonowy (4) Azot amidowy (5) Azot z krotonylide-nodimocznika (6) Azot z izobutylidenodimocznika (7) Azot z ureaformu (8) Azot z ureaformu rozpuszczalny tylko w gorącej wodzie (9) Azot z ureaformu rozpuszczalny w zimnej wodzie	(1) P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie (2) P_2O_5rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu (3) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu i wodzie		(1) Azot całkowity (2) Formy azotu (2) do (4) przy zawartości co najmniej 1 % (m/m) muszą być deklarowane (3) Jedna z form azotu od (5) do (7) przy czym forma azotu (7) powinna być deklarowana jako forma (8) i (9)	Nawóz NP niezawierający tomasyny, termofosfatu, fosforanu glinowo-wapniowego, fosforytu częściowo rozłożonego i fosforytu miękkiego powinien mieć deklarowane rozpuszczalności (1), (2) lub (3): — gdy P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie stanowi poniżej 2 %, należy deklarować wyłącznie rozpuszczalność (2); — gdy P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie stanowi co najmniej 2 %, należy deklarować rozpuszczalność (3) oraz zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie [rozpuszczalność (1)]. Zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego wyłącznie w kwasach mineralnych, najwyżej 2 %. Masa próbki do oznaczania rozpuszczalności (2) i (3) wynosi 1 g.	

B.3. *Nawozy NK*

B.3.1.	Nazwa typu:	Nawozy NK
	Informacje dotyczące sposobu produkcji:	Produkty otrzymywane w procesie chemicznym lub przez zmieszanie, bez dodatku substancji organicznych pochodzenia roślinnego lub zwierzęcego.
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m):	— Zawartość całkowita: 18 % (N + K_2O); — Zawartość poszczególnych składników pokarmowych: 3 % N, 5 % K_2O.

▼B

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumną 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Azot całkowity (2) Azot azotanowy (3) Azot amonowy (4) Azot amidowy (5) Azot cyjanamidowy		K_2O rozpuszczalny w wodzie	(1) Azot całkowity (2) Formy azotu (2) do (5) przy zawartości co najmniej 1 % (m/m) muszą być deklarowane		(1) K_2O rozpuszczalny w wodzie (2) Przy zawartości Cl nieprzekraczającej 2 % można dodać informację „niska zawartość chlorków” (3) Dopuszcza się deklarowanie zawartości chlorków

B.3.2.	Nazwa typu	Nawozy NK zawierające krotonylidenodimocznik lub izobutylidenodimocznik lub ureaform.
	Informacje dotyczące sposobu produkcji	Produkty otrzymywane w procesie chemicznym, bez dodatku substancji organicznych pochodzenia roślinnego lub zwierzęcego i zawierające krotonylidenodimocznik lub izobutylidenodimocznik lub ureaform.
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m)	— Zawartość całkowita: 18 % (N + K_2O); — Zawartość poszczególnych składników pokarmowych: — 5 % N Co najmniej 1/4 deklarowanej zawartości azotu całkowitego powinno pochodzić z form azotu (5) lub (6) lub (7). Co najmniej 3/5 deklarowanej zawartości azotu (7) powinno być rozpuszczalne w gorącej wodzie, — 5 % K_2O.

▼B

Formy, rozpuszczalności i zawartości składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumnami 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Azot całkowity (2) Azot azotanowy (3) Azot amonowy (4) Azot amidowy (5) Azot z krotonylide-nodimocznika (6) Azot z izobutylide-nodimocznika (7) Azot z ureaformu (8) Azot z ureaformu rozpuszczalny tylko w gorącej wodzie (9) Azot z ureaformu rozpuszczalny w zimnej wodzie		K_2O rozpuszczalny w wodzie	(1) Azot całkowity (2) Formy azotu (2) do (4) przy zawartości co najmniej 1 % (m/m) muszą być deklarowane (3) Jedna z form azotu od (5) do (7) przy czym forma azotu (7) powinna być deklarowana jako forma (8) i (9)		(1) K_2O rozpuszczalny w wodzie (2) Przy zawartości Cl nieprzekraczającej 2 % można dodać informację „niska zawartość chlorków” (3) Dopuszcza się deklarowanie zawartości chlorków

B.4. *Nawozy PK*

Nazwa typu	Nawozy PK
Informacje dotyczące sposobu produkcji	Produkty otrzymywane w wyniku procesu chemicznego lub przez zmieszanie, bez dodatku organicznych składników pokarmowych pochodzenia zwierzęcego lub roślinnego
Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m)	— Zawartość całkowita: 18 % (P_2O_5 + K_2O); — Zawartość poszczególnych składników pokarmowych: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

▼B

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumną 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie (2) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu (3) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu i wodzie (4) P_2O_5 rozpuszczalny tylko w kwasach mineralnych (5) P_2O_5 rozpuszczalny w zasadowym roztworze cytrynianu amonu (wg Petermanna) (6a) P_2O_5 rozpuszczalny w kwasach mineralnych, w tym co najmniej 75 % deklarowanej zawartości P_2O_5 rozpuszczalne w 2 % roztworze kwasu cytrynowego (6b) P_2O_5 rozpuszczalny w 2 % roztworze kwasu cytrynowego (7) P_2O_5 rozpuszczalny w kwasach mineralnych, w tym co najmniej 75 % deklarowanej zawartości P_2O_5 jest rozpuszczalne w zasadowym roztworze cytrynianu amonu (wg Joulie) (8) P_2O_5 rozpuszczalny w kwasach mineralnych, w tym co najmniej 55 % deklarowanej zawartości P_2O_5 jest rozpuszczalne w 2 % roztworze kwasu mrówkowego	K_2O rozpuszczalny w wodzie		1. Nawóz PK niezawierający tomasyny, termofosfatu, fosforanu glinowo-wapniowego, fosforytu częściowo rozłożonego i fosforytu miękkiego powinien mieć deklarowane rozpuszczalności (1), (2) lub (3): — gdy P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie stanowi poniżej 2 %, należy deklarować wyłącznie rozpuszczalność (2); — gdy P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie stanowi co najmniej 2 %, należy deklarować rozpuszczalność (3) oraz zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie [rozpuszczalność (1)]. Zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego wyłącznie w kwasach mineralnych, najwyżej 2 %. Masa próbki do oznaczania rozpuszczalności (2) i (3) wynosi 1 g. 2a. fosforyt częściowo rozłożony, nie może zawierać tomasyny, termofosfatu i fosforanu glinowo-wapniowego. Powinien mieć deklarowane rozpuszczalności (1), (3) i (4). Ten typ nawozu powinien zawierać: — co najmniej 2 % P_2O_5 rozpuszczalnego tylko w kwasach mineralnych [rozpuszczalność (4)];	(1) K_2O rozpuszczalny w wodzie (2) Przy zawartości Cl nieprzekraczającej 2 % można dodać informację „niska zawartość chloru” (3) Dopuszcza się deklarowanie zawartości chloru

1	2	3	4	5	6
				— co najmniej 5 % P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie i obojętnym roztworze cytrynianu amonu [rozpuszczalność (3)]; — co najmniej 2,5 % P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie [rozpuszczalność (1)]. Ten typ nawozu należy wprowadzać do obrotu jako „Nawóz PK zawierający fosforyt miękki" lub „Nawóz PK zawierający fosforyt częściowo rozłożony". Dla tego typu (2a) masa próbki do oznaczania rozpuszczalności (3) powinna wynosić 3 g.	
Skład ziarnowy komponentów nawozowych, których bazę stanowią fosforany:				2b. Nawóz PK zawierający fosforan glinowo-wapniowy, nie może zawierać tomasyny, termofosfatu, fosforytu miękkiego i fosforytu częściowo rozłożonego. Powinien mieć deklarowane rozpuszczalności (1) i (7) po odjęciu rozpuszczalności w wodzie. Ten typ nawozu powinien zawierać: — co najmniej 2 % P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie [rozpuszczalność (1)]; — co najmniej 5 % P_2O_5 zgodnie z rozpuszczalnością (7); Ten typ nawozu należy wprowadzać do obrotu jako „Nawóz PK zawierający fosforan glinowo-wapniowy" 3. W przypadku nawozów PK zawierających jeden z następujących nawozów fosforowych: tomasynę, termofosfat, fosforan glinowo-wapniowy lub fosforyt miękki, po podaniu nazwy typu należy podać składnik fosforowy.	
Tomasyna	przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 75 %				
Fosforan glinowo-wapniowy	przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 90 %				
Termofosfat	przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 75 %				
Fosforyt miękki	przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,063 mm co najmniej 90 %				
Fosforyt częściowo rozłożony	przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,160 mm co najmniej 90 %				

▼B

1	2	3	4	5	6
				Rozpuszczalność P_2O_5 należy deklarować w następujący sposób: — w przypadku nawozów na bazie tomasyny: rozpuszczalność (6a) (dla Francji, Włoch, Hiszpanii, Portugalii, Grecji ►**M1** , Republice Czeskiej, Estonii, Cyprze, na Łotwie, Litwie, Węgrzech, w Polsce, Słowenii, Słowacji, ◄ ►**M3** Bułgarii, Rumunii ◄), (6b) (dla Niemiec, Belgii, Danii, Irlandii, Luksemburga, Holandii, Zjednoczonego Królestwa i Austrii); — w przypadku nawozów na bazie termofosfatu: rozpuszczalność (5); — w przypadku nawozów na bazie fosforanu glinowo-wapniowego: rozpuszczalność (7); — w przypadku nawozów na bazie fosforytu miękkiego: rozpuszczalność (8).	

C. **Nawozy nieorganiczne płynne**

C.1. *Nawozy płynne jednoskładnikowe*

Lp.	Nazwa typu	Informacje dotyczące metody produkcji oraz składniki główne	Minimalna zawartość składników pokarmowych %, (m/m) Informacje dotyczące sposobu wyrażania zawartości składników pokarmowych	Inne wymagania	Pozostałe informacje dotyczące oznaczenia typu Deklarowane składniki pokarmowe, ich formy i rozpuszczalności Inne kryteria
1	2	3	4	5	6
1	Roztwór nawozu azotowego	Produkt otrzymywany chemicznie i przez rozpuszczenie w wodzie, w formie stabilnej pod ciśnieniem atmosferycznym, bez dodatków organicznych składników pokarmowych pochodzenia zwierzęcego lub roślinnego	15 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity, albo jeśli występuje tylko jedna forma, azot amonowy lub azot azotanowy lub azot amidowy Zawartość biuretu najwyżej: N amidowy × 0,026		Azot całkowity oraz przy zawartości co najmniej 1 % (m/m): azot amonowy i/lub, azot azotanowy i/lub azot amidowy Jeśli zawartość biuretu wynosi mniej niż 0,2 % można dodać określenie „niska zawartość biuretu”

▼B

1	2	3	4	5	6
2	Roztwór saletrzano-mocznikowy	Produkt otrzymywany chemicznie i poprzez rozpuszczenie w wodzie, zawierający azotan amonu i mocznik	26 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity, w którym azot amidowy stanowi około połowy zawartości azotu całkowitego. Zawartość biuretu najwyżej: 0,5 %		Azot całkowity Azot amonowy, azot azotanowy oraz zzot amidowy Jeśli zawartość biuretu wynosi mniej niż 0,2 % można dodać określenie „niska zawartość biuretu”
3	Roztwór azotanu wapnia	Produkt otrzymywany przez rozpuszczenie azotanu wapnia w wodzie	8 % N Azot w przeliczeniu na azot azotanowy zawartość azotu w formie amonowej najwyżej 1 % Wapń w przeliczeniu na CaO rozpuszczalny w wodzie	Oznaczenie typu może być uzupełnione jednym z poniższych zaleceń: — do stosowania dolistnego; — do sporządzania roztworów składników pokarmowych; — do fertygacji.	Azot całkowity CaO rozpuszczalny w wodzie do zastosowań wymienionych w kolumnie 5 Dobrowolnie: — azot azotanowy — azot amonowy
4	Roztwór azotanu magnezu	Produkt otrzymywany chemicznie i przez rozpuszczenie azotanu magnezu w wodzie	6 % N Azot w przeliczeniu na azot azotanowy 9 % MgO Magnez w przeliczeniu na tlenek magnezu rozpuszczalny w wodzie pH: co najmniej 4		Azot azotanowy MgO rozpuszczalny w wodzie
5	Zawiesina azotanu wapnia	Produkt otrzymywany przez wytworzenie zawiesiny azotanu wapnia w wodzie	8 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity lub azotanowy i amonowy zawartość azotu amonowego najwyżej 1,0 % 14 % CaO Wapń w przeliczeniu na CaO rozpuszczalny w wodzie	Oznaczenie typu może być uzupełnione jednym z poniższych zaleceń: — do stosowania dolistnego; — do sporządzania roztworów i zawiesin składników pokarmowych; — do fertygacji.	Azot całkowity Azot azotanowy CaO rozpuszczalny w wodzie do zastosowań wymienionych w kolumnie 5

1	2	3	4	5	6
6	Roztwór nawozu azotowego z ureaformem	Produkt otrzymywany chemicznie albo przez rozpuszczenie w wodzie ureaformu i nawozu azotowego z listy A-1 niniejszego rozporządzenia, z wyłączeniem typów 3a, 3b, i 5	18 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity Co najmniej 1/3 zawartości de-klarowanego azotu całkowitego powinna pochodzić z ureaformu Zawartość biuretu najwyżej: (N amidowy + N z ureaformu) × 0,026		Azot całkowity Azot z ureaformu oraz przy zawartości co najmniej 1 % (m/m): — azot amonowy — azot azotanowy — azot amidowy
7	Zawiesina nawozu azotowego z ureaformem	Produkt otrzymywany chemicznie albo przez wytworzenie wodnej zawiesiny ureaformu i nawozu azotowego z listy A-1 niniejszego rozporządzenia, z wyłączeniem typów 3a, 3b, i 5	18 % N Azot w przeliczeniu na azot całkowity Co najmniej 1/3 zawartości de-klarowanego azotu całkowitego powinna pochodzić z ureafor-mu, z czego co najmniej 3/5 powinno być rozpuszczalne w gorącej wodzie Zawartość biuretu najwyżej: (N amidowy + N z ureaformu) × 0,026		Azot całkowity Azot z ureaformu Azot z ureaformu rozpuszczalny w zimnej wodzie Azot ureaformu rozpuszczalny tylko w gorącej wodzie oraz przy zawartości co najmniej 1 % (m/m): — azot amonowy — i/lub, azot azotanowy — i/lub azot amidowy

C.2. *Nawozy płynne wieloskładnikowe*

C.2.1.	Nazwa typu:	Roztwory nawozowe NPK.
	Dane dotyczące metody produkcji:	Produkt otrzymywany chemicznie i przez rozpuszczenie w wodzie, w formie stabilnej pod ciśnieniem atmosferycznym, bez dodatku organicznych składników pokarmowych pochodzenia zwierzęcego lub roślinnego.
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m) i inne wymagania:	— Zawartość całkowita: 15 %, (N + P_2O_5 + K_2O); — Zawartość poszczególnych składników: 2 % N, 3 % P_2O_5, 3 % K_2O; — Zawartość biuretu najwyżej: N amidowy × 0,026.

▼B

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumną 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Azot całkowity (2) Azot azotanowy (3) Azot amonowy (4) Azot amidowy	P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie	K_2O rozpuszczalny w wodzie	(1) Azot całkowity (2) Formy azotu od (2) do (4)przy zawartości co najmniej 1 % (m/m) (3) Jeśli zawartość biuretu jest mniejsza niż 0,2 %, można dodać określenie „niska zawartość biuretu”	P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie	(1) K_2O rozpuszczalny w wodzie (2) Przy zawartości Cl nieprzekraczającej 2 % można dodać informację „Niska zawartość chlorków” (3) Dopuszcza się deklarowanie zawartości chlorków

C.2.2.	Nazwa typu:	Nawozy zawiesinowe NPK.
	Dane dotyczące metody produkcji:	Produkt w postaci płynnej, w którym składniki pokarmowe pochodzą z substancji znajdujących się w zawiesinie jak i w roztworze, bez dodatku organicznych składników pokarmowych pochodzenia zwierzęcego lub roślinnego.
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m) i inne wymagania:	— Zawartość całkowita: 20 %, (N + P_2O_5 + K_2O); — Zawartość poszczególnych składników: 3 % N, 4 % P_2O_5, 4 % K_2O; — Zawartość biuretu najwyżej: N amidowy × 0,026.

▼B

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumną 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Azot całkowity (2) Azot amonowy (3) Azot azotanowy (4) Azot amidowy	(1) P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie (2) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu (3) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu i w wodzie	K_2O rozpuszczalny w wodzie	(1) Azot całkowity (2) Formy azotu od (2) do (4) przy zawartości co najmniej 1 % (m/m) (3) Jeśli zawartość biuretu jest mniejsza niż 0,2 %, można dodać określenie „niska zawartość biuretu”	Nawozy nie mogą zawierać tomasyny. fosforanu glinowo-wapniowego, termofosfatu, fosforytu miękkiego i fosforytu częściowo rozłożonego (1) Jeśli zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie wynosi mniej niż 2 % należy deklarować tylko rozpuszczalność (2). (2) Jeśli zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie wynosi co najmniej 2 % należy deklarować rozpuszczalność (3) i zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie	(1) K_2O rozpuszczalny w wodzie (2) Przy zawartości Cl nieprzekraczającej 2 % można dodać informację „Niska zawartość chlorków” (3) Dopuszcza się deklarowanie zawartości chlorków

C.2.3.	Nazwa typu:	Roztwory nawozowe NP.
	Dane dotyczące metody produkcji:	Produkt otrzymywany chemicznie i przez rozpuszczenie w wodzie, w formie stabilnej pod ciśnieniem atmosferycznym, bez dodatku składników pokarmowych pochodzenia zwierzęcego bądź roślinnego
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m)	— Zawartość całkowita: 18 %, (N + P_2O_5); — Zawartość poszczególnych składników: 3 % N, 5 % P_2O_5; — Zawartość biuretu najwyżej: N amidowy × 0,026.

▼B

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumną 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Azot całkowity (2) Azot amonowy (3) Azot azotanowy (4) Azot amidowy	P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie		(1) Azot całkowity (2) Formy azotu od (2) do (4) przy zawartości co najmniej 1 % (m/m). (3) Jeśli zawartość biuretu jest mniejsza niż 0,2 %, można dodać określenie „niska zawartość biuretu”	P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie	

C.2.4.	Nazwa typu:	Nawozy zawiesinowe NP.
	Dane dotyczące metody produkcji:	Produkt w postaci płynnej, w którym składniki pokarmowe pochodzą z substancji znajdujących się zarówno w zawiesinie jak i w roztworze, bez dodatku organicznych składników pokarmowych pochodzenia zwierzęcego lub roślinnego.
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m):	— Zawartość całkowita: 18 %,(N + P_2O_5); — Zawartość poszczególnych składników: 3 % N, 5 % P_2O_5; — Zawartość biuretu najwyżej: N amidowy × 0,026.

▼B

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumną 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Azot całkowity (2) Azot azotanowy (3) Azot amonowy (4) Azot amidowy	(1) P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie (2) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu (3) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu i w wodzie		(1) Azot całkowity (2) Formy azotu od (2) do (4) przy zawartości co najmniej 1 % (m/m) (3) Jeśli zawartość biuretu jest mniejsza niż 0,2 %, można dodać określenie „niska zawartość biuretu”	Nawozy nie mogą zawierać tomasyny. fosforanu glinowo-wapniowego, termofosfatu, fosforytu miękkiego i fosforytu częściowo rozłożonego (1) Jeśli zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie wynosi mniej niż 2 % należy deklarować tylko rozpuszczalność (2) (2) Jeśli zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie wynosi co najmniej 2 % należy deklarować rozpuszczalność (3) i zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie.	

C.2.5.	Nazwa typu:	Roztwory nawozowe NK.
	Dane dotyczące metody produkcji:	Produkt otrzymywany chemicznie i przez rozpuszczenie w wodzie, w formie stabilnej pod ciśnieniem atmosferycznym, bez dodatku składników pokarmowych pochodzenia zwierzęcego bądź roślinnego.
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m):	— Zawartość całkowita: 15 % (N + K_2O); — Zawartość poszczególnych składników: 3 % N, 5 % K_2O; — Zawartość biuretu najwyżej: N amidowy × 0,026.

▼B

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumną 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Azot całkowity (2) Azot azotanowy (3) Azot amonowy (4) Azot amidowy		K_2O rozpuszczalny w wodzie	(1) Azot całkowity (2) Formy azotu od (2) do (4) przy zawartości co najmniej 1 % (m/m) (3) Jeśli zawartość biuretu jest mniejsza niż 0,2 %, można dodać określenie „niska zawartość biuretu”		(1) K_2O rozpuszczalny w wodzie (2) Przy zawartości Cl nieprzekraczającej 2 % można dodać informację „Niska zawartość chlorków” (3) Dopuszcza się deklarowanie zawartości chlorków

C.2.6.	Nazwa typu:	Nawozy zawiesinowe NK.
	Dane dotyczące metody produkcji:	Produkt w postaci płynnej, w którym składniki pokarmowe pochodzą z substancji znajdujących się zarówno w zawiesinie jak i w roztworze, bez dodatku organicznych składników pokarmowych pochodzenia zwierzęcego lub roślinnego.
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m):	— Zawartość całkowita: 18 % (N + K_2O); — Zawartość poszczególnych składników: 3 % N, 5 % K_2O; — Zawartość biuretu najwyżej: N amidowy × 0,026.

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumną 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Azot całkowity (2) Azot azotanowy (3) Azot amonowy (4) Azot amidowy		K_2O rozpuszczalny w wodzie	(1) Azot całkowity (2) Formy azotu od (2) do (4) przy zawartości co najmniej 1 % (m/m) (3) Jeśli zawartość biuretu jest mniejsza niż 0,2 %, można dodać określenie „niska zawartość biuretu”		(1) K_2O rozpuszczalny w wodzie (2) Przy zawartości Cl nieprzekraczającej 2 % można dodać informację „Niska zawartość chlorków” (3) Dopuszcza się deklarowanie zawartości chlorków

▼B

C.2.7.	Nazwa typu:	Roztwory nawozowe PK.
	Dane dotyczące metody produkcji:	Produkt otrzymywany chemicznie i przez rozpuszczenie w wodzie, w formie stabilnej pod ciśnieniem atmosferycznym, bez dodatku składników pokarmowych pochodzenia zwierzęcego bądź roślinnego.
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m):	— Zawartość całkowita: 18 % (P_2O_5, + K_2O); — Zawartość poszczególnych składników: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumną 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie	K_2O rozpuszczalny w wodzie		P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie	(1) K_2O rozpuszczalny w wodzie (2) Przy zawartości Cl nieprzekraczającej 2 % można dodać informację „Niska zawartość chlorków” (3) Dopuszcza się deklarowanie zawartości chlorków

C.2.8.	Nazwa typu:	Nawozy zawiesinowe PK.
	Dane dotyczące metody produkcji:	Produkt w postaci płynnej, w którym składniki pokarmowe pochodzą z substancji znajdujących się zarówno w zawiesinie jak i w roztworze, bez dodatku organicznych składników pokarmowych pochodzenia zwierzęcego lub roślinnego.
	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m):	— Zawartość całkowita: 18 % (P_2O_5, + K_2O); — Zawartość poszczególnych składników: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

▼B

Formy, rozpuszczalności i zawartość składników pokarmowych, które należy deklarować zgodnie z kolumną 4, 5 i 6 Skład ziarnowy			Dane dotyczące identyfikacji nawozów Inne wymagania		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) P_2O_5 rozpuszczalny w wodzie (2) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu (3) P_2O_5 rozpuszczalny w obojętnym roztworze cytrynianu amonu i w wodzie	K_2O rozpuszczalny w wodzie		Nawozy nie mogą zawierać tomasyny, fosforanu wapniowo-glinowego, termofosfatu, fosforytu miękkiego i fosforytu częściowo rozłożonego (1) Jeśli zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie wynosi mniej niż 2 % należy deklarować tylko rozpuszczalność (2) (2) Jeśli zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie wynosi co najmniej 2 % należy deklarować rozpuszczalność (3) i zawartość P_2O_5 rozpuszczalnego w wodzie	(1) K_2O rozpuszczalny w wodzie (2) Przy zawartości Cl nieprzekraczającej 2 % można dodać informację „Niska zawartość chlorków” (3) Dopuszcza się deklarowanie zawartości chlorków

▼B

D. **Nawozy zawierające drugorzędne składniki pokarmowe**

Nr	Nazwa typu	Informacje dotyczące metody produkcji oraz składniki główne	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m) Informacje dotyczące sposobu wyrażania zawartości składników pokarmowych Inne wymagania	Pozostałe informacje dotyczące oznaczenia typu	Deklarowane składniki pokarmowe, ich formy i rozpuszczalności Inne kryteria
1	2	3	4	5	6
1	Siarczan wapnia	Produkt pochodzenia naturalnego lub przemysłowego zawierający siarczan wapnia o różnych stopniach uwodnienia	25 % CaO 35 % SO_3 Wapń i siarka w przeliczeniu na sumę CaO + SO_3 Skład ziarnowy: — przesiew przez sito o wymiarze oczek 2 mm, co najmniej 80 %, — przesiew przez sito o wymiarze oczek 10 mm, co najmniej 99 %	Można dodać ogólnie przyjęte nazwy handlowe	SO_3 całkowity CaO całkowity – dobrowolnie
2	Roztwór chlorku wapnia	Roztwór chlorku wapnia pochodzenia przemysłowego	12 % CaO Wapń w przeliczeniu na CaO rozpuszczalny w wodzie		CaO rozpuszczalny w wodzie Można dodać informację „do opryskiwania roślin”
▼M8 2.1	Mrówczan wapnia	Produkt otrzymywany chemicznie zawierający jako składnik główny mrówczan wapnia	33,6 % CaO Wapń wyrażony jako rozpuszczalny w wodzie CaO 56 % mrówczanu		Tlenek wapnia Mrówczan
2.2	Mrówczan wapnia płynny	Produkt otrzymywany w wyniku rozpuszczenia w wodzie mrówczanu wapnia	21 % CaO Wapń wyrażony jako rozpuszczalny w wodzie CaO 35 % mrówczanu		Tlenek wapnia Mrówczan
▼B 3	Siarka elementarna	W określonym stopniu oczyszczony produkt naturalny lub przemysłowy	98 % S (245 %: SO_3) Siarka w przeliczeniu na SO_3 całkowity		SO_3 całkowity
4	Kizeryt	Produkt pochodzenia mineralnego, którego głównym składnikiem jest uwodniony siarczan magnezu	24 % MgO 45 % SO_3 Magnez i siarka w przeliczeniu na MgO rozpuszczalny w wodzie i SO_3 rozpuszczalny w wodzie	Można dodać ogólnie przyjęte nazwy handlowe	MgO rozpuszczalny w wodzie SO_3 rozpuszczalny w wodzie (dobrowolnie)

▼M7

1	2	3	4	5	6
5	Siarczan magnezu	Produkt zawierający jako główny składnik siedmiowodny siarczan magnezu	15 % MgO 28 % SO_3 W przypadku dodania i zadeklarowania mikroskładników pokarmowych zgodnie z art. 6 ust. 4 i 6: 10 % MgO 17 % SO_3 Magnez i siarka wyrażone jako tlenek magnezu i tritlenek siarki, rozpuszczalne w wodzie	Można dodać powszechnie przyjęte nazwy handlowe	Rozpuszczalny w wodzie tlenek magnezu Rozpuszczalny w wodzie tritlenek siarki

▼B

5.1	Roztwór siarczanu magnezu	Produkt otrzymywany przez rozpuszczenie w wodzie siarczanu magnezu pochodzenia przemysłowego	5 % MgO 10 % SO_3 Magnez i siarka w przeliczeniu na MgO rozpuszczalny w wodzie i SO_3 rozpuszczalny w wodzie	Można dodać ogólnie przyjęte nazwy handlowe	MgO rozpuszczalny w wodzie SO_3 rozpuszczalny w wodzie (dobrowolnie)
5.2	Wodorotlenek magnezu	Produkt otrzymywany chemicznie, którego składnikiem głównym jest wodorotlenek magnezu	60 % MgO Skład ziarnowy: przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,063 mm, co najmniej 99 %		MgO całkowity
5.3	Zawiesina wodorotlenku magnezu	Produkt otrzymywany przez uzyskanie zawiesiny z typu 5.2	24 % MgO		MgO całkowity
6	Roztwór chlorku magnezu	Produkt otrzymywany przez rozpuszczenie chlorku magnezu pochodzenia przemysłowego	13 % MgO Magnez w przeliczeniu na MgO Zawartość wapnia: najwyżej 3 % CaO		MgO

▼B

E. **Nawozy nieorganiczne zawierające mikroskładniki pokarmowe**

Objaśnienie: Poniższe uwagi odnoszą się do treści całej części E.

Uwaga 1: Czynnik chelatujący może być oznaczony przy pomocy jego literowego skrótu/akronimu, zgodnie z zapisem zawartym w E.3.

Uwaga 2: Jeśli po rozpuszczeniu produktu w wodzie nie obserwuje się pozostałości substancji stałych to można dodać określenie „do sporządzania roztworów".

Uwaga 3: W przypadku, gdy mikroskładnik pokarmowy występuje w formie schelatowanej należy podać zakres pH gwarantujący akceptowalną stabilność frakcji schelatowanej.

E.1 *Nawozy zawierające tylko jeden mikroskładnik pokarmowy*

E.1.1. *Bor*

Nr	Nazwa typu	Informacje dotyczące metody produkcji oraz składniki główne	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m) Informacje dotyczące sposobu wyrażania zawartości składników pokarmowych Inne wymagania	Pozostałe informacje dotyczące oznaczenia typu	Deklarowane składniki pokarmowe, ich formy i rozpuszczalności Inne kryteria
1	2	3	4	5	6
1a	Kwas borowy	Produkt otrzymywany w wyniku działania kwasu na boran	14 % B rozpuszczalnego w wodzie	Można dodać ogólnie przyjęte nazwy handlowe	Bor (B) rozpuszczalny w wodzie
1b	Boran sodu	Produkt otrzymywany chemicznie zawierający jako składnik główny boran sodu	10 % B rozpuszczalnego w wodzie	Można dodać ogólnie przyjęte nazwy handlowe	Bor (B) rozpuszczalny w wodzie
1c	Boran wapnia	Produkt otrzymywany z kolemanitu lub pandermitu zawierający jako składnik główny boran wapnia	7 % B całkowitego Skład ziarnowy: przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,063 mm – co najmniej 98 %	Można dodać ogólnie przyjęte nazwy handlowe	Bor (B) całkowity
1d	Boroetanoloamina	Produkt otrzymywany w wyniku reakcji kwasu borowego z etanoloaminą	8 % B rozpuszczalnego w wodzie		Bor (B) rozpuszczalny w wodzie
1e	Roztwór nawozowy boru	Produkt otrzymywany przez rozpuszczenie w wodzie typów 1a i/lub 1b i/lub 1d	2 % B rozpuszczalnego w wodzie	Oznaczenie powinno zawierać nazwy komponentów nawozu	Bor (B) rozpuszczalny w wodzie
1f	Nawóz borowy zawiesinowy	Produkt otrzymywany przez wytworzenie wodnej zawiesiny z typów 1a i/lub 1b i/lub 1d w wodzie	2 % B rozpuszczalnego w wodzie	Oznaczenie powinno zawierać nazwy komponentów nawozu	Bor (B) rozpuszczalny w wodzie

▼B

E.1.2. *Kobalt*

Nr	Nazwa typu	Informacje dotyczące metody produkcji oraz składniki główne	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m) Informacje dotyczące sposobu wyrażania zawartości składników pokarmowych Inne wymagania	Pozostałe informacje dotyczące oznaczenia typu	Deklarowane składniki pokarmowe, ich formy i rozpuszczalności Inne kryteria
1	2	3	4	5	6
2a	Sól kobaltu	Produkt otrzymywany chemicznie, zawierający nieorganiczną sól kobaltu jako składnik główny	19 % Co rozpuszczalnego w wodzie	Oznaczenie powinno zawierać nazwę anionu nieorganicznego	Kobalt (Co) rozpuszczalny w wodzie
▼M8 2b	Chelat kobaltu	Produkt rozpuszczalny w wodzie zawierający kobalt chemicznie związany z zatwierdzonymi czynnikami chelatującymi	5 % rozpuszczalnego w wodzie kobaltu, przy czym co najmniej 80 % rozpuszczalnego w wodzie kobaltu jest w postaci schelatowanej przez zatwierdzone czynniki chelatujące	Nazwa każdego z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie kobaltu, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej	Rozpuszczalny w wodzie kobalt (Co) Dodatkowo: Całkowity kobalt (Co) schelatowany przez zatwierdzone czynniki chelatujące Kobalt (Co) schelatowany przez każdy z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie kobaltu, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej
2c	Roztwór nawozowy kobaltu	Roztwór wodny typów 2a lub typów 2b	2 % rozpuszczalnego w wodzie kobaltu	Oznaczenie powinno zawierać: 1) nazwę(-y) anionów nieorganicznych; 2) nazwę każdego z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie kobaltu, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej, jeśli takie czynniki występują	Rozpuszczalny w wodzie kobalt (Co) Dodatkowo: Całkowity kobalt (Co) schelatowany przez zatwierdzone czynniki chelatujące Kobalt (Co) schelatowany przez każdy z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie kobaltu, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej

▼M9

1	2	3	4	5	6
2d	Związek kompleksowy kobaltu	Produkt rozpuszczalny w wodzie zawierający kobalt chemicznie związany z jednym z zatwierdzonych czynników kompleksujących	5 % rozpuszczalnego w wodzie Co i frakcja skompleksowana muszą stanowić co najmniej 80 % rozpuszczalnego w wodzie Co	Oznaczenie powinno zawierać nazwę zatwierdzonego czynnika kompleksującego, dającego się zidentyfikować na podstawie normy europejskiej	Rozpuszczalny w wodzie kobalt (Co) Całkowity kobalt (Co) skompleksowany

▼B

E.1.3. *Miedź*

Nr	Nazwa typu	Informacje dotyczące metody produkcji oraz składniki główne	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m) Informacje dotyczące sposobu wyrażania zawartości składników pokarmowych Inne wymagania	Pozostałe informacje dotyczące oznaczenia typu	Deklarowane składniki pokarmowe, ich formy i rozpuszczalności Inne kryteria
1	2	3	4	5	6
3a	Sól miedzi	Produkt otrzymywany chemicznie zawierający nieorganiczną sól miedzi jako składnik główny	20 % Cu rozpuszczalnej w wodzie	Oznaczenie powinno zawierać nazwę anionu nieorganicznego	Miedź (Cu) rozpuszczalna w wodzie
3b	Tlenek miedzi	Produkt otrzymywany chemicznie zawierający tlenek miedzi jako składnik główny	70 % Cu całkowitej Skład ziarnowy: przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,063 mm – co najmniej 98 %		Miedź (Cu) całkowita
3c	Wodorotlenek miedzi	Produkt otrzymywany chemicznie zawierający wodorotlenek miedzi jako składnik główny	45 % Cu całkowitej Skład ziarnowy: przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,063 mm – co najmniej 98 %		Miedź (Cu) całkowita
▼M8 3d	Chelat miedzi	Produkt rozpuszczalny w wodzie zawierający miedź chemicznie związaną z zatwierdzonymi czynnikami chelatującymi	5 % rozpuszczalnej w wodzie miedzi, przy czym co najmniej 80 % rozpuszczalnej w wodzie miedzi jest w postaci schelatowanej przez zatwierdzone czynniki chelatujące	Nazwa każdego z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnej w wodzie miedzi, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej	Rozpuszczalna w wodzie miedź (Cu) Dodatkowo: Całkowita miedź (Cu) schelatowana przez zatwierdzone czynniki chelatujące Miedź (Cu) schelatowana przez każdy z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie kobaltu, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej

▼B

1	2	3	4	5	6
3e	►C1 Nawóz miedziowy ◄	Produkt otrzymywany przez zmieszanie typów 3a i/lub 3b i/lub 3c i/lub tylko z typu 3d i jeśli to konieczne wypełniacza, który nie jest składnikiem pokarmowym ani substancją toksyczną	5 % Cu całkowitej	Oznaczenie powinno zawierać: (1) nazwę(-y) komponentów miedziowych (2) nazwy czynników chelatujących, jeśli obecne	Miedź (Cu) całkowita Miedź (Cu) rozpuszczalna w wodzie, jeśli stanowi co najmniej 1/4 miedzi całkowitej Miedź (Cu) w postaci schelatowanej, jeśli obecna
▼M8					
3f	Roztwór nawozowy miedzi	Roztwór wodny typów 3a lub typów 3d	2 % rozpuszczalnej w wodzie miedzi	Oznaczenie powinno zawierać: 1) nazwę lub nazwy anionów nieorganicznych; 2) nazwę każdego z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnej w wodzie miedzi, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej, jeśli takie czynniki występują	Rozpuszczalna w wodzie miedź (Cu) Dodatkowo: Całkowita miedź (Cu) schelatowana przez zatwierdzone czynniki chelatujące Miedź (Cu) schelatowana przez każdy z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnej w wodzie miedzi, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej
▼B					
3g	Tlenochlorek miedzi	Produkt otrzymywany chemicznie zawierający jako składnik główny tlenochlorek miedzi [$Cu_2Cl(OH)_3$]	50 % Cu całkowitej Skład ziarnowy: przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,063 mm – co najmniej 98 %		Miedź (Cu) całkowita
3h	Tlenochlorek miedzi w zawiesinie	Produkt otrzymywany poprzez wytworzenie zawiesiny z typu 3 g	17 % Cu całkowitej		Miedź (Cu) całkowita
▼M9					
3i	Związek kompleksowy miedzi	Produkt rozpuszczalny w wodzie zawierający miedź chemicznie związaną z jednym z zatwierdzonych czynników kompleksujących	5 % rozpuszczalnej w wodzie Cu i frakcja skompleksowana musi stanowić przynajmniej 80 % rozpuszczalnej w wodzie Cu	Oznaczenie powinno zawierać nazwę zatwierdzonego czynnika kompleksującego, dającego się zidentyfikować na podstawie normy europejskiej	Rozpuszczalna w wodzie miedź (Cu) Całkowita miedź (Cu) skompleksowana

▼M4

E.1.4. *Żelazo*

Nr	Nazwa typu	Informacje dotyczące metody produkcji oraz składniki główne	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m) Informacje dotyczące sposobu wyrażania zawartości składników pokarmowych Inne wymagania	Pozostałe informacje dotyczące oznaczenia typu	Deklarowane składniki pokarmowe, ich formy i rozpuszczalności Inne kryteria
1	2	3	4	5	6
4a	Sól żelaza	Produkt otrzymywany chemicznie, zawierający jako składnik główny nieorganiczną sól żelaza	12 % Fe rozpuszczalnego w wodzie	Oznaczenie powinno zawierać nazwę anionu nieorganicznego	Żelazo (Fe) rozpuszczalne w wodzie
▼M8 4b	Chelat żelaza	Produkt rozpuszczalny w wodzie zawierający żelazo chemicznie związane z zatwierdzonymi czynnikami chelatującymi	5 % rozpuszczalnego w wodzie żelaza, przy czym część schelatowana stanowi co najmniej 80 % i co najmniej 50 % rozpuszczalnego w wodzie żelaza jest w postaci schelatowanej przez zatwierdzone czynniki chelatujące	Nazwa każdego z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie żelaza, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej	Żelazo (Fe) rozpuszczalne w wodzie Dodatkowo: Całkowite żelazo (Fe) schelatowane przez zatwierdzone czynniki chelatujące Żelazo (Fe) schelatowane przez każdy z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie żelaza, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej
4c	Roztwór nawozowy żelaza	Roztwór wodny typów 4a lub typów 4b	2 % rozpuszczalnego w wodzie żelaza	Oznaczenie powinno zawierać: 1) nazwę(-y) anionów nieorganicznych; 2) nazwę każdego z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie żelaza, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej, jeśli takie czynniki występują	Żelazo (Fe) rozpuszczalne w wodzie Dodatkowo: Całkowite żelazo (Fe) schelatowane przez zatwierdzone czynniki chelatujące Żelazo (Fe) schelatowane przez każdy z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie żelaza, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej

▼M9

1	2	3	4	5	6
4d	Związek kompleksowy żelaza	Produkt rozpuszczalny w wodzie zawierający żelazo chemicznie związane z jednym z zatwierdzonych czynników kompleksujących	5 % rozpuszczalnego w wodzie Fe i frakcja skompleksowana musi stanowić przynajmniej 80 % rozpuszczalnego w wodzie Fe	Oznaczenie powinno zawierać nazwę zatwierdzonego czynnika kompleksującego, dającego się zidentyfikować na podstawie normy europejskiej	Żelazo (Fe) rozpuszczalne w wodzie Całkowite żelazo (Fe) skompleksowane

▼B

E.1.5. *Mangan*

Nr	Nazwa typu	Informacje dotyczące metody produkcji oraz składniki główne	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m) Informacje dotyczące sposobu wyrażania zawartości składników pokarmowych Inne wymagania	Pozostałe informacje dotyczące oznaczenia typu	Deklarowane składniki pokarmowe, ich formy i rozpuszczalności Inne kryteria
1	2	3	4	5	6
5a	Sól manganu	Produkt otrzymywany chemicznie zawierający jako składnik główny nieorganiczną sól manganu (Mn II)	17 % Mn rozpuszczalnego w wodzie	Oznaczenie powinno zawierać nazwę anionu związanego	Mangan (Mn) rozpuszczalny w wodzie
▼M8 5b	Chelat manganu	Produkt rozpuszczalny w wodzie zawierający mangan chemicznie związany z zatwierdzonymi czynnikami chelatującymi	5 % rozpuszczalnego w wodzie manganu, przy czym co najmniej 80 % rozpuszczalnego w wodzie manganu jest w postaci schelatowanej przez zatwierdzone czynniki chelatujące	Nazwa każdego z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie manganu, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej	Rozpuszczalny w wodzie mangan (Mn) Dodatkowo: Całkowity mangan (Mn) schelatowany przez zatwierdzone czynniki chelatujące Mangan (Mn) schelatowany przez każdy z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie manganu, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej
▼B 5c	Tlenek manganu	Produkt otrzymywany chemicznie zawierający jako składnik główny tlenki manganu	40 % Mn całkowitego Skład ziarnowy: przesiew przez sito o wymiarach oczek 0,063 mm – co najmniej 80 %		Mangan (Mn) całkowity

▼B

1	2	3	4	5	6
5d	►C1 Nawóz manganowy ◄	Produkt otrzymywany w wyniku mieszania typów 5a i 5c	17 % Mn całkowitego	Oznaczenie powinno zawierać nazwy związków manganu	Mangan (Mn) całkowity Mangan (Mn) rozpuszczalny w wodzie, jeśli stanowi co najmniej 1/4 zawartości manganu całkowitego
▼M8					
5e	Roztwór nawozowy manganu	Roztwór wodny typów 5a lub typów 5b	2 % rozpuszczalnego w wodzie manganu	Oznaczenie powinno zawierać: 1) nazwę(-y) anionów nieorganicznych; 2) nazwę każdego z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie manganu, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej, jeśli takie czynniki występują	Rozpuszczalny w wodzie mangan (Mn) Dodatkowo: Całkowity mangan (Mn) schelatowany przez zatwierdzone czynniki chelatujące Mangan (Mn) schelatowany przez każdy z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie manganu, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej
▼M9					
5f	Nawóz manganowy zawiesinowy	Produkt otrzymywany przez wytworzenie wodnej zawiesiny z typów 5a lub 5b, lub 5c	17 % całkowitego Mn	Oznaczenie powinno zawierać: 1) nazwy anionów, jeśli obecne; 2) nazwę każdego z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie manganu, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej, jeśli takie czynniki występują	Całkowity mangan (Mn) Rozpuszczalny w wodzie mangan (Mn), jeśli obecny Mangan (Mn) schelatowany przez każdy z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie manganu, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej
5g	Związek kompleksowy manganu	Produkt rozpuszczalny w wodzie zawierający mangan chemicznie związany z jednym z zatwierdzonych czynników kompleksujących	5 % rozpuszczalnego w wodzie Mn i frakcja skompleksowana musi stanowić przynajmniej 80 % rozpuszczalnego w wodzie manganu	Oznaczenie powinno zawierać nazwę zatwierdzonego czynnika kompleksującego, dającego się zidentyfikować na podstawie normy europejskiej	Rozpuszczalny w wodzie mangan (Mn) Całkowity mangan (Mn) skompleksowany

▼B

E.1.6. *Molibden*

Nr	Nazwa typu	Informacje dotyczące metody produkcji oraz składniki główne	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m) Informacje dotyczące sposobu wyrażania zawartości składników pokarmowych Inne wymagania	Pozostałe informacje dotyczące oznaczenia typu	Deklarowane składniki pokarmowe, ich formy i rozpuszczalności Inne kryteria
1	2	3	4	5	6
6a	Molibdenian sodu	Produkt otrzymywany chemicznie zawierający jako składnik główny molibdenian sodu	35 % Mo rozpuszczalnego w wodzie		Molibden (Mo) rozpuszczalny w wodzie
6b	Molibdenian amonu	Produkt otrzymywany chemicznie zawierający jako składnik główny molibdenian amonu	50 % Mo rozpuszczalnego w wodzie		Molibden (Mo) rozpuszczalny w wodzie
6c	►C1 Nawóz molibdenowy ◄	Produkt otrzymywany w wyniku zmieszania typów 6a i 6b	35 % Mo rozpuszczalnego w wodzie	Oznaczenie powinno zawierać nazwy związków molibdenu	Molibden (Mo) rozpuszczalny w wodzie
6d	Roztwór nawozowy molibdenu	Produkt otrzymywany przez rozpuszczenie typów 6a i/lub 6b w wodzie	3 % Mo rozpuszczalnego w wodzie	Oznaczenie powinno zawierać nazwy zawartych związków molibdenu	Molibden (Mo) rozpuszczalny w wodzie

E.1.7. *Cynk*

Nr	Nazwa typu	Informacje dotyczące metody produkcji oraz składniki główne	Minimalna zawartość składników pokarmowych % (m/m) Informacje dotyczące sposobu wyrażania zawartości składników pokarmowych Inne wymagania	Pozostałe informacje dotyczące oznaczenia typu	Deklarowane składniki pokarmowe, ich formy i rozpuszczalności Inne kryteria
1	2	3	4	5	6
7a	Sól cynku	Produkt otrzymywany chemicznie zawierający jako składnik główny nieorganiczną sól cynku	15 % Zn rozpuszczalnego w wodzie	Oznaczenie powinno zawierać nazwę anionu nieorganicznego	Cynk (Zn) rozpuszczalny w wodzie

▼M8

1	2	3	4	5	6
7b	Chelat cynku	Produkt rozpuszczalny w wodzie zawierający cynk chemicznie związany z zatwierdzonymi czynnikami chelatującymi	5 % rozpuszczalnego w wodzie cynku, przy czym co najmniej 80 % rozpuszczalnego w wodzie cynku jest w postaci schelatowanej przez zatwierdzone czynniki chelatujące	Nazwa każdego z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie cynku, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej	Rozpuszczalny w wodzie cynk (Zn) Dodatkowo: Całkowity cynk (Zn) schelatowany przez zatwierdzone czynniki chelatujące Cynk (Zn) schelatowany przez każdy z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie cynku, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej

▼B

7c	Tlenek cynku	Produkt otrzymywany chemicznie zawierający jako składnik główny tlenek cynku	70 % Zn całkowitego Skład ziarnowy: przesiew przez sito o wymiarze oczek 0,063 mm – co najmniej 80 %		Cynk (Zn) całkowity
7d	►C1 Nawóz molibdenowy ◄	Produkt otrzymywany w wyniku zmieszania typów 7a i 7c	30 % Zn całkowitego	Oznaczenie powinno zawierać nazwy związków cynku	Cynk (Zn) całkowity Cynk (Zn) rozpuszczalny w wodzie, jeśli stanowi co najmniej 1/4 cynku (Zn) całkowitego

▼M8

7e	Roztwór nawozowy cynku	Roztwór wodny typów 7a lub typów 7b	2 % rozpuszczalnego w wodzie cynku	Oznaczenie powinno zawierać: 1) nazwę(-y) anionów nieorganicznych; 2) nazwę każdego z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie cynku, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej, jeśli takie czynniki występują.	Rozpuszczalny w wodzie cynk (Zn) Dodatkowo: Całkowity cynk (Zn) schelatowany przez zatwierdzone czynniki chelatujące Cynk (Zn) schelatowany przez każdy z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie cynku, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej

▼M8

1	2	3	4	5	6
7f	Nawóz cynku w zawiesinie	Produkt otrzymywany w wyniku wytworzenia zawiesiny typu 7a lub 7c lub typów 7b w wodzie	20 % całkowitej zawartości cynku	Oznaczenie powinno zawierać: 1) nazwę(-y) anionów; 2) nazwę każdego z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie cynku, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej, jeśli takie czynniki występują.	Całkowity cynk (Zn) Rozpuszczalny w wodzie cynk (Zn), jeśli występuje Cynk (Zn) schelatowany przez każdy z zatwierdzonych czynników chelatujących odpowiedzialnych za chelatację co najmniej 1 % rozpuszczalnego w wodzie cynku, dających się zidentyfikować i określić ilościowo na podstawie normy europejskiej
▼M9 7g	Związek kompleksowy cynku	Produkt rozpuszczalny w wodzie zawierający cynk chemicznie związany z jednym z zatwierdzonych czynników kompleksujących	5 % rozpuszczalnego w wodzie Zn i frakcja skompleksowana musi stanowić przynajmniej 80 % rozpuszczalnego w wodzie Zn	Oznaczenie powinno zawierać nazwę zatwierdzonego czynnika kompleksującego, dającego się zidentyfikować na podstawie normy europejskiej	Rozpuszczalny w wodzie cynk (Zn) Całkowity cynk (Zn) skompleksowany

▼M8

E.2. *Minimalna zawartość mikroskładników pokarmowych, % (m/m) nawozu; typy mieszanin nawozów z mikroskładnikami pokarmowymi*

E.2.1. *Minimalna zawartość mikroskładników pokarmowych w stałych lub płynnych mieszaninach nawozów z mikroskładnikami pokarmowymi, % (m/m) nawozu*

▼B

	Forma mikroskładnika pokarmowego	
	wyłącznie mineralna	schelatowana lub skompleksowana
Nazwa mikroskładnika pokarmowego		
Bor (B)	0,2	0,2
Kobalt (Co)	0,02	0,02
Miedź (Cu)	0,5	0,1
Żelazo (Fe)	2,0	0,3
Mangan (Mn)	0,5	0,1
Molibden (Mo)	0,02	-
Cynk (Zn)	0,5	0,1

▼M8

_____

E.2.2. *Minimalna zawartość mikroskładników pokarmowych w nawozach WE zawierających podstawowe lub drugorzędne składniki pokarmowe z dodatkiem mikroskładników pokarmowych, stosowane doglebowo, % (m/m) nawozu*

▼B

	Do upraw polowych i użytków zielonych	Dla stosowania w ogrodnictwie
Bor (B)	0,01	0,01
Kobalt (Co)	0,002	-
Miedź (Cu)	0,01	0,002
Żelazo (Fe)	0,5	0,02
Mangan (Mn)	0,1	0,01
Molibden (Mo)	0,001	0,001
Cynk (Zn)	0,01	0,002

▼M8

E.2.3. *Minimalna zawartość mikroskładników pokarmowych w nawozach WE zawierających podstawowe lub drugorzędne składniki pokarmowe z dodatkiem mikroskładników pokarmowych, stosowane dolistnie, % (m/m) nawozu*

▼B

Bor (B)	0,010
Kobalt (Co)	0,002
Miedź (Cu)	0,002
Żelazo (Fe)	0,020
Mangan (Mn)	0,010
Molibden (Mo)	0,001
Cynk (Zn)	0,002

▼M8

E.2.4. *Stałe lub płynne mieszaniny nawozów z mikroskładnikami pokarmowymi*

Nr	Nazwa typu	Informacje dotyczące metody produkcji oraz składniki główne	Minimalna całkowita zawartość mikroskładników pokarmowych w % (m/m) Informacje dotyczące sposobu wyrażania zawartości składników pokarmowych Inne wymagania	Pozostałe informacje dotyczące oznaczenia typu	Deklarowane składniki pokarmowe, ich formy i rozpuszczalności Inne kryteria
1	2	3	4	5	6
1	Mieszaniny mikroskładników pokarmowych	Produkt otrzymany w wyniku zmieszania dwóch lub większej liczby nawozów typu E.1	Całkowita zawartość mikroskładników pokarmowych: 5 % (m/m) nawozu Poszczególne mikroskładniki pokarmowe zgodnie z sekcją E.2.1	Oznaczenie powinno zawierać: 1) nazwy anionów nieorganicznych, jeśli występują; 2) nazwy zatwierdzonych czynników chelatujących, jeśli występują	Całkowita zawartość każdego składnika pokarmowego Rozpuszczalna w wodzie zawartość każdego składnika pokarmowego, jeśli takie występują Mikroskładniki pokarmowe schelatowane przez zatwierdzone czynniki chelatujące, jeśli takie występują
2	Płynne mieszaniny mikroskładników pokarmowych	Produkt otrzymany w wyniku rozpuszczenia w wodzie lub wytworzenia w wodzie zawiesiny dwóch lub większej liczby nawozów typu E.1	Całkowita zawartość mikroskładników pokarmowych: 2 % (m/m) nawozu Poszczególne mikroskładniki pokarmowe zgodnie z sekcją E.2.1	Oznaczenie powinno zawierać: 1) nazwy anionów nieorganicznych, jeśli występują; 2) nazwy zatwierdzonych czynników chelatujących, jeśli występują	Całkowita zawartość każdego składnika pokarmowego Rozpuszczalna w wodzie zawartość każdego składnika pokarmowego, jeśli takie występują Mikroskładniki pokarmowe schelatowane przez zatwierdzone czynniki chelatujące, jeśli takie występują

▼M4

E.3. *Wykaz zatwierdzonych organicznych czynników chelatujących i kompleksujących*

Zatwierdzono poniższe substancje, pod warunkiem że odpowiadający im chelat składnika pokarmowego spełnia wymagania dyrektywy Rady 67/548/EWG ([1]).

▼M9

E.3.1 *Czynniki chelatujące* ([2])

Kwasy lub ich sole sodowe, potasowe lub amonowe:

Nr	Oznaczenie	Oznaczenie alternatywne	Wzór chemiczny	Numer CAS kwasu ([1])
1	Kwas etylenodiaminotetraoctowy	EDTA	$C_{10}H_{16}O_8N_2$	60-00-4
2	Kwas 2-hydroksyetyloetylenodiaminotrioctowy	HEEDTA	$C_{10}H_{18}O_7N_2$	150-39-0
3	Kwas dietylenotriaminopentaoctowy	DTPA	$C_{14}H_{23}O_{10}N_3$	67-43-6
4	Kwas etylenodiamino-N,N'-di[(orto-hydroksyfenylo)octowy]	[o,o] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	1170-02-1
5	Kwas etylenodiamino-N-[(orto-hydroksyfenylo)octowy]-N'-[(para-hydroksyfenylo)octowy]	[o,p] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	475475-49-1
6	Kwas etylenodiamino-N,N'-di[(orto-hydroksy-metylofenylo)octowy]	[o,o] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641632-90-8

([1]) Dz.U. 196 z 16.8.1967, str. 1.

([2]) Czynniki chelatujące mają być identyfikowane i oznaczane ilościowo według normy europejskiej, która obejmuje wspomniane czynniki chelatujące.

▼M9

Nr	Oznaczenie	Oznaczenie alternatywne	Wzór chemiczny	Numer CAS kwasu (1)
7	Kwas etylenodiamino-N-[(orto-hydroksy-metylofenylo)octowy]N'-[(para-hydroksy-metylofenylo)octowy]	[o,p] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641633-41-2
8	Kwas etylenodiamino-N,N'-di[(5-karboksy-2-hydroksyfenylo)octowy]	EDDCHA	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$	85120-53-2
9	Kwas etylenodiamino-N,N'-di[(2-hydroksy-5-sulfofenylo)octowy] oraz produkty jego kondensacji	EDDHSA	$C_{18}H_{20}O_{12}N_2S_2$ + n*($C_{12}H_{14}O_8N_2S$)	57368-07-7 i 642045-40-7
10	Kwas iminodibursztynowy	IDHA	$C_8H_{11}O_8N$	131669-35-7
11	Kwas N,N'-di(2-hydroksybenzylo)- etylenodiamino-N,N'-dioctowy	HBED	$C_{20}H_{24}N_2O_6$	35998-29-9

(1) Wyłącznie do celów informacyjnych.

E.3.2. *Czynniki kompleksujące* (1)

Następujące czynniki kompleksujące dopuszczalne są wyłącznie w przypadku produktów na potrzeby fertygacji lub nawożenia dolistnego, z wyjątkiem lignosulfonianu cynku, lignosulfonianu żelaza, lignosulfonianiu miedzi i lignosulfonianu manganu, które mogą być stosowane bezpośrednio doglebowo.]

Kwasy lub ich sole sodowe, potasowe lub amonowe:

Nr	Oznaczenie	Oznaczenie alternatywne	Wzór chemiczny	Numer CAS kwasu (1)
1	Kwas lignosulfonowy	LS	Wzór chemiczny nie jest dostępny	8062-15-5

(1) Wyłącznie do celów informacyjnych.

▼M5

F. **Inhibitory nitryfikacji i ureazy**

Inhibitory ureazy i nitryfikacji wymienione w tabelach F.1 i F.2 poniżej mogą być dodawane do nawozów azotowych typów wymienionych w sekcjach A.1, B.1, B.2, B.3, C.1 i C.2 załącznika I z zastrzeżeniem następujących postanowień:

(1) przynajmniej 50 % całkowitej zawartości azotu w nawozie składa się z form azotu wymienionych w kolumnie 3;

(2) nie należą one do typów nawozów wymienionych w kolumnie 4.

Nawozom, do których został dodany inhibitor nitryfikacji wymieniony w tabeli F.1, dodaje się do oznaczenia typu słowa „z inhibitorem nitryfikacji ([oznaczenie typu inhibitora nitryfikacji])".

Nawozom, do których został dodany inhibitor ureazy wymieniony w tabeli F.2, dodaje się do oznaczenia typu słowa „z inhibitorem ureazy ([oznaczenie typu inhibitora ureazy])".

Osoba odpowiedzialna za wprowadzenie nawozu do obrotu zapewnia, że każde opakowanie jednostkowe oraz opakowanie zbiorcze zawiera możliwie najpełniejszą informację techniczną. Informacja ta ma pozwolić użytkownikowi w szczególności na ustalenie dawek i okresów stosowania nawozu w odniesieniu do danej uprawy.

(1) Czynniki kompleksujące mają być identyfikowane według normy europejskiej, która obejmuje wspomniane czynniki kompleksujące.

▼M5

Nowe inhibitory nitryfikacji lub ureazy mogą zostać włączone odpowiednio do tabel F.1 lub F.2 po ocenie danych technicznych przekazanych zgodnie z wytycznymi, które będą opracowane dla tych składników.

F.1. *Inhibitory nitryfikacji*

Nr	Oznaczenie typu i skład inhibitora nitryfikacji	Minimalna i maksymalna zawartość inhibitora jako procent masy całkowitego azotu obecnego jako azot w formie amoniaku i azotu mocznikowego	Typy nawozów UE, dla których inhibitor nie może być używany	Opis inhibitorów nitryfikacji, z którymi mieszanie jest dozwolone Dane dotyczące dopuszczalnych proporcji
1	2	3	4	5
1	Dicyjanodiamid ELINCS Nr 207-312-8	Minimalnie 2,25 Maksymalnie 4,5		

▼M9

2	Produkt zawierający dicyjanodiamid (DCD) i 1,2,4-triazol (TZ) Nr WE # EINECS 207-312-8 Nr WE # EINECS 206-022-9	Minimum 2,0 Maksimum 4,0		Skład mieszaniny 10:1 (DCD:TZ)
3	Produkt zawierający 1,2,4-triazol (TZ) i 3-metylopirazol (MP) Nr WE # EINECS 206-022-9 Nr WE # EINECS 215-925-7	Minimum 0,2 Maksimum 1,0		Skład mieszaniny 2:1 (TZ:MP)

▼M5

F.2. *Inhibitory ureazy*

Nr	Oznaczenie typu i skład inhibitora ureazy	Minimalna i maksymalna zawartość inhibitora jako procent masy całkowitego azotu obecnego jako azot mocznikowy	Typy nawozów UE, dla których inhibitor nie może być używany	Opis inhibitorów ureazy, z którymi mieszanie jest dozwolone Dane dotyczące dopuszczalnych proporcji
1	2	3	4	5
1	Triamid N-(n-butylo-)tiofosforowy (NBPT) ELINCS nr 435-740-7	Minimalnie 0,09 Maksymalnie 0,20		

▼M9

2	Triamid kwasu N-(2-nitrofenylo)fosforowego (2-NPT) Nr WE # EINECS WE nr 477-690-9	Minimum 0,04 Maksimum 0,15		

▼B

ZAŁĄCZNIK II

TOLERANCJE

Tolerancje zawarte w niniejszym załączniku są wartościami ujemnymi wyrażonymi w procentach obliczonych masowo.

Dopuszczalna tolerancja w stosunku do deklarowanej zawartości składników pokarmowych dla różnych typów nawozów WE jest następująca:

1. **Tolerancja dla nawozów prostych zawierających podstawowe składniki pokarmowe wyrażana jest jako wartość bezwzględna, w procentach obliczonych masowo, w przeliczeniu na: N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl**

1.1. *Nawozy azotowe*

azotan wapnia	0,4
azotan wapniowo-magnezowy	0,4
azotan sodu	0,4
saletra chilijska	0,4
cyjanamid wapnia	1,0
cyjanamid wapnia azotowany	1,0
siarczan amonu	0,3
azotan amonu lub azotan amonu z wypełniaczem	
— do 32 % N włącznie	0,8
— powyżej 32 % N	0,6
siarczanoazotan amonu	0,8
siarczanoazotan magnezu	0,8
nawóz azotowy z zawartością magnezu	0,8
mocznik	0,4
zawiesina azotanu wapnia	0,4
roztwór nawozu azotowego z ureaformem	0,4
zawiesina nawozu azotowego z ureaformem	0,4
siarczan mocznikowo-amonowy	0,5
roztwór nawozu azotowego	0,6
roztwór saletrzano-mocznikowy	0,6

1.2. *Nawozy fosforowe*

Tomasyna

— deklaracja wyrażona jako przedział liczbowy 2 % (m/m)	0,0
— deklaracja wyrażona w postaci jednej liczby	1,0

Inne nawozy fosforowe

Rozpuszczalność P_2O_5, w:	(numer typu nawozu wg załącznika I)	
— kwasie nieorganicznym	(3, 6, 7)	0,8
— kwasie mrówkowym	(7)	0,8
— obojętnym roztworze cytrynianu amonu	(2a, 2b, 2c)	0,8
— zasadowym roztworze cytrynianu amonu	(4, 5, 6)	0,8
— wodzie	(2a, 2b, 3)	0,9
	(2c)	1,3

▼B

1.3. *Nawozy potasowe*

sól potasowa surowa (kainit)	1,5
surowa sól potasowa wzbogacona	1,0
chlorek potasu:	
— do 55 % K_2O włącznie	1,0
— ponad 55 % K_2O	0,5
chlorek potasu z dodatkiem soli magnezu	1,5
siarczan potasu	0,5
siarczan potasu zawierający sole magnezowe	1,5

1.4. *Inne składniki*

chlorki	0,2

2. **Wieloskładnikowe nawozy nieorganiczne zawierające podstawowe składniki pokarmowe**

2.1. *Składniki pokarmowe*

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

2.2. *Całkowite ujemne odchylenia od wartości deklarowanych*

nawozy dwuskładnikowe	1,5
nawozy trójskładnikowe	1,9

3. **Składniki drugorzędne w nawozach**

Dopuszczalne tolerancje w odniesieniu do deklarowanej zawartości wapnia, magnezu, sodu i siarki powinny wynosić 1/4 ich deklarowanej zawartości jednak nie więcej niż 0,9 % dla CaO, MgO, Na_2O i SO_3, t.j. 0,64 dla Ca, 0,55 dla Mg, 0,67 dla Na i 0,36 dla S (w odniesieniu do wartości bezwzględnej).

4. **Mikroskładniki pokarmowe w nawozach**

Dopuszczalna tolerancja w odniesieniu do deklarowanych zawartości mikroskładników pokarmowych powinna wynosić:

— 0,4 % (w odniesieniu do wartości bezwzględnej) dla zawartości powyżej 2 %,

— 1/5 wartości deklarowanej przy zawartości nieprzekraczającej 2 %.

Dopuszczalna tolerancja w przypadku deklarowania kilku form azotu lub kilku rozpuszczalności P_2O_5 wynosi 1/10 całkowitej zawartości danego składnika pokarmowego w nawozie, jednak nie więcej niż 2 % (m/m) i pod warunkiem, że całkowita zawartość składnika mieści się w granicach określonych w załączniku I i wymienionej wyżej tolerancji.

▼B

ZAŁĄCZNIK III

WYMAGANIA TECHNICZNE DLA NAWOZÓW O WYSOKIEJ ZAWARTOŚCI AZOTU NA BAZIE AZOTANU AMONU

1. **Właściwości i ich wartości graniczne dla nawozów prostych o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu.**

1.1. *Porowatość (retencja oleju)*

Retencja oleju w nawozie, który wcześniej poddano dwu cyklom termicznym o temperaturze w granicach od 25 do 50 °C, i który odpowiada wymaganiom określonym w części 2 sekcji 3 niniejszego załącznika, nie może przekraczać 4 % masowych.

1.2. *Składniki palne*

Procent wagowy materiału palnego, w przeliczeniu na węgiel, nie może przekraczać 0,2 % dla nawozów o zawartości azotu co najmniej 31,5 % masowych i nie może przekraczać 0,4 % dla nawozów o zawartości azotu co najmniej 28 %, ale mniej niż 31,5 % masowych.

1.3. *pH*

Roztwór 10 g nawozu w 100 ml wody musi mieć pH co najmniej niż 4,5.

1.4. *Uziarnienie*

Nie więcej niż 5 % masowych nawozu powinno przechodzić przez sito o wymiarach oczka 1 mm, a nie więcej niż 3 % masowych powinno przechodzić przez sito o wymiarach oczka 0,5 mm.

1.5. *Chlor*

Maksymalną zawartość chloru ustala się na 0,02 % masowych.

1.6. *Metale ciężkie*

W procesie produkcji nie wolno rozmyślnie stosować dodatku metali ciężkich, a jakiekolwiek śladowe ich ilości powstałe przypadkowo w procesie nie powinny przekroczyć poziomu ustalonego przez Komitet.

Zawartość miedzi nie może być wyższa niż 10 mg/kg.

Dla innych metali ciężkich nie ustalono zawartości granicznych.

2. **Opis testu odporności na detonację w odniesieniu do nawozów o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu**

Test należy przeprowadzić na reprezentatywnej próbce nawozu. Przed badaniem odporności na detonację całą masę próbki należy poddać pięciu cyklom termicznym zgodnie z warunkami podanymi w części 3 sekcji 3 niniejszego załącznika.

Nawóz należy poddać testowi odporności na detonację w poziomej rurze stalowej w następujących warunkach:

— rura stalowa bez szwu,

— długość rury co najmniej: 1 000 mm,

— nominalna średnica zewnętrzna: co najmniej 114 mm,

— nominalna grubość ścianki: co najmniej 5 mm,

— pobudzacz: rodzaj i masa pobudzacza powinny być tak dobrane by spowodować maksymalne ciśnienie detonacyjne wywierane na próbkę celem określenia jej podatności na przenoszenie detonacji,

— temperatura badania: 15–25 °C,

▼B

— ołowiane cylindry wskaźnikowe do wykrywania detonacji: średnica 50 mm, wysokość 100 mm,

— umieszczone w odstępach co 150 mm poziomo pod rurą. Badanie należy przeprowadzić dwukrotnie. Test uważa się za rozstrzygający, gdy w obu badaniach jeden lub więcej nośnych cylindrów ołowianych uległ zgnieceniu o mniej niż 5 %.

3. **Metody sprawdzania zgodności z wartościami granicznymi podanymi w załącznikach III-1 i III-2**

Metoda 1

Metody stosowania cykli termicznych

1. **Zakres i dziedzina zastosowania**

Niniejszy dokument określa procedury stosowania cykli termicznych przed wykonaniem oznaczania retencji oleju dla nawozów prostych o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu oraz testu odporności na detonację dla nawozów prostych i wieloskładnikowych o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu.

Metody zamkniętych cykli termicznych, zgodne z opisem w niniejszej sekcji, uważane są za wystarczające symulacje warunków, które należy uwzględniać w zakresie stosowania tytułu II, rozdziału IV, jednakże metody te niekoniecznie odtwarzają wszystkie warunki zachodzące podczas transportu i przechowywania.

2. **Cykle termiczne wymienione w załączniku III-1**

2.1. *Dziedzina zastosowania*

Niniejsza procedura dotyczy cykli termicznych stosowanych przed oznaczaniem retencji oleju w nawozie.

2.2. *Zasada i definicja*

Podgrzać próbkę w kolbie Erlenmeyera od temperatury otoczenia do temperatury 50 °C i utrzymywać w tej temperaturze przez dwie godziny (faza w 50 °C). Następnie schłodzić próbkę do temperatury 25 °C i pozostawić w tej temperaturze na dwie godziny (faza w 25 °C). Kombinacja następujących po sobie faz w 50°C i w 25 °C stanowi jeden cykl termiczny. Po poddaniu badanej próbki dwu cyklom termicznym, przechowuje się ją w temperaturze 20 ± 3 °C w celu oznaczenia retencji oleju.

2.3. *Aparatura*

Standardowa aparatura laboratoryjna, a w szczególności:

— łaźnie wodne z termostatem ustawionym odpowiednio na 25 (± 1) i 50 (± 1) °C,

— kolby Erlenmeyera o pojemności 150 ml każda.

2.4. *Sposób postępowania*

Umieścić każdą badaną próbkę o masie 70 (± 5) g w kolbie Erlenmeyera, którą następnie zamknąć korkiem.

Co dwie godziny przekładać kolby z łaźni wodnej o temperaturze 50 °C do łaźni o temperaturze 25 °C i odwrotnie.

Utrzymywać wodę w każdej łaźni w stałej temperaturze i ciągłym ruchu, szybko mieszając, aby zapewnić utrzymanie poziomu wody nad poziomem próbek. Korki okryć kołpakami z gumowej pianki, aby zapobiec kondensacji.

3. **Cykle termiczne stosowane zgodnie z załącznikiem III-2**

3.1. *Dziedzina zastosowania*

Niniejsza procedura dotyczy stosowania cykli termicznych przed wykonaniem testu wybuchowości.

▼B

3.2. *Zasada i definicja*

Próbkę umieścić w wodoszczelnym naczyniu i podgrzać od temperatury otoczenia do temperatury 50 °C i utrzymywać w tej temperaturze przez 1 godzinę (faza w 50°C). Następnie ochłodzić próbkę do temperatury 25 °C i utrzymywać w tej temperaturze przez godzinę (faza w 25 °C). Kombinacja następujących po sobie faz w 50 °C i w 25 °C stanowi jeden cykl termiczny. Po poddaniu wymaganej liczbie cykli termicznych, przechowuje się badaną próbkę w temperaturze 20 ± 3 °C do czasu przeprowadzenia testu detonacyjnego.

3.3. *Aparatura-*

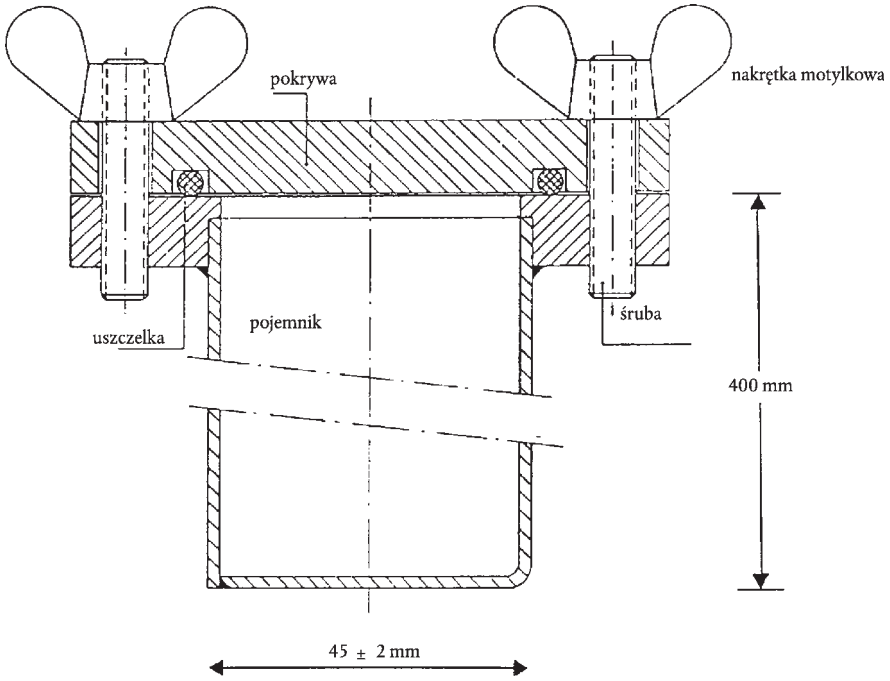
— Łaźnia wodna termostatowana w zakresie temperatur od 20 do 51 °C o minimalnej szybkości ogrzewania i chłodzenia równej 10 °C/h albo dwie łaźnie wodne, jedna o temperaturze 20 °C, a druga 51 °C. Wodę w łaźni(-ach) należy stale mieszać; pojemność łaźni powinna być wystarczająco duża, by zapewnić wystarczającą cyrkulację wody.

— Pojemnik ze stali nierdzewnej, całkowicie wodoszczelny, zaopatrzony wewnątrz w termoelement. Zewnętrzna szerokość pojemnika powinna wynosić 45 (± 2) mm, a grubość ścianki 1,5 mm (patrz: rys. 1). Wysokość i długość pojemnika można tak dobrać, by odpowiadały wymiarom łaźni wodnej, np. długość 600 mm, wysokość 400 mm.

3.4. *Sposób postępowania*

Włożyć określoną ilość nawozu, wystarczającą do przeprowadzenia pojedynczej detonacji, do pojemnika i zamknąć jego pokrywę. Umieścić pojemnik w łaźni wodnej. Podgrzać wodę do temperatury 51 °C i zmierzyć temperaturę w środku próbki nawozu. Godzinę po osiągnięciu wewnątrz próbki temperatury 50 °C, wodę ochłodzić. W godzinę po obniżeniu wewnątrz próbki temperatury do 25 °C podgrzać wodę by rozpocząć drugi cykl. W przypadku korzystania z dwu łaźni wodnych, przenosić pojemnik z łaźni do łaźni po każdym okresie podgrzewania/ochładzania.

Rysunek 1



▼B

Metoda 2

Oznaczanie retencji oleju

1. **Zakres i dziedzina zastosowania**

Niniejszy dokument określa procedurę oznaczania retencji oleju przez nawozy proste o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu.

Metoda ta ma zastosowanie zarówno dla nawozów sypkich, jak i granulowanych, niezawierających substancji rozpuszczalnych w oleju.

2. **Definicja**

Retencja oleju przez nawóz: ilość oleju zatrzymywana przez nawóz, oznaczona w określonych warunkach roboczych i wyrażona jako procent masy.

3. **Zasada**

Całkowite zanurzenie badanej porcji nawozu w oleju napędowym na określony czas, a następnie odsączenie nadmiaru oleju w określonych warunkach. Pomiar przyrostu masy badanej porcji nawozu.

4. **Odczynnik**

Olej napędowy

Lepkość maksymalna: 5 mPas w 40 °C

Gęstość: 0,8 do 0,85 g/ml w 20 °C

Zawartość siarki: ≤ 1,0 % (m/m)

Popiół: ≤ 0,1 % (m/m)

5. **Aparatura**

Standardowa aparatura laboratoryjna i:

5.1 Waga o dokładności ważenia do 0,01 g.

5.2. Zlewki o pojemności 500 ml.

5.3. Lejek z tworzywa sztucznego, najlepiej o ściankach cylindrycznych w górnej części, o średnicy około 200 mm.

5.4. Sito kontrolne o oczkach 0,5 mm, dopasowane do lejka (5.3).

Uwaga:Rozmiary lejka i sita powinny być tak dobrane, by tylko kilka granulek leżało jedna na drugiej, a olej napędowy można było łatwo odsączyć.

5.5. Bibuła filtracyjna, marszczona, miękka, o gramaturze 150 g/m^2.

5.6. Bibuła chłonna (jakość laboratoryjna).

6. **Sposób postępowania**

6.1. W krótkim odstępie czasu przeprowadza się dwa oddzielne oznaczenia, jedno po drugim, na różnych porcjach tej samej badanej próbki.

▼M7

6.2. Usunąć cząstki mniejsze niż 0,5 mm przy użyciu sita kontrolnego (5.4). Zważyć z dokładnością do 0,01 g około 50 g badanej próbki w zlewce (5.2). Dodać odpowiedni olej gazowy (pkt 4), tak aby całkowicie pokrył bryłki lub granulki, dokładnie zamieszać, by powierzchnia wszystkich bryłek lub granulek była całkowicie zamoczona. Przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i pozostawić na jedną godzinę w temperaturze 25 (± 2) °C.

▼B

6.3. Przesączyć całą zawartość zlewki przez lejek (5.3) wyposażony w sito kontrolne (5.4). Część próbki, zatrzymaną na sicie, pozostawić na nim na jedną godzinę, aby nadmiar oleju mógł spłynąć.

6.4. Rozłożyć na równej powierzchni dwa arkusze bibuły filtracyjnej (5.5) (około 500 × 500 mm) jeden na drugim; zagiąć cztery brzegi obydwu arkuszy bibuły filtracyjnej na szerokości 40 mm w górę, aby zapobiec staczaniu się granulek nawozu z bibuły. Umieścić dwie warstwy bibuły chłonnej (5.6) na środku bibuły filtracyjnej. Wysypać całą zawartość sita kontrolnego (5.4) na powierzchnię bibuły pochłaniającej i rozprowadzić granulki równą warstwą za pomocą miękkiej, płaskiej szczoteczki. Po dwu minutach unieść jedną stronę bibuły pochłaniającej i przenieść granulki na leżącą pod spodem bibułę filtracyjną, poczym rozprowadzić je równą warstwą na powierzchni bibuły filtracyjnej.za pomocą szczoteczki. Przykryć nałożoną warstwę granulek badanej próby drugim arkuszem bibuły filtracyjnej, także z zagiętymi do góry brzegami, i kolistymi ruchami, lekko naciskając przetaczać granulki między bibułami. Po każdych ośmiu kolistych ruchach przerwać tę czynność i podniósłszy krawędź bibuły przesunąć w kierunku środka granulki, które znalazły się na skraju arkusza dolnej bibuły. Przestrzegać następującego sposobu postępowania: wykonać cztery pełne ruchy koliste, najpierw zgodnie z ruchem wskazówek zegara, a następnie w kierunku przeciwnym. Potem przesunąć granulki do środka arkusza jak opisano powyżej. Tę procedurę należy powtórzyć trzykrotnie (24 ruchy koliste, brzegi unoszone dwukrotnie). Ostrożnie włożyć nowy arkusz bibuły filtracyjnej między arkusz dolny a górny i poprzez uniesienie brzegów arkusza górnego pozwolić, aby granulki nawozu stoczyły się na ten nowy arkusz. Przykryć warstwę granulek nowym arkuszem bibuły filtracyjnej i powtórzyć tę samą procedurę, jak opisano powyżej. Natychmiast po ukończeniu przetaczania granulek przesypać je do wytarowanego naczynia i zważyć z dokładnością do 0,01 g celem oznaczenia masy zatrzymanego oleju napędowego.

6.5. *Powtórzenie procedury przetaczania i powtórne ważenie*

Jeśli ilość oleju napędowego zatrzymanego w porcji badanej próbki okaże się większa niż 2 g, należy umieścić porcję na świeżej bibule filtracyjnej i powtórzyć procedurę przetaczania, podnosząc rogi zgodnie z opisem w sekcji 6.4 (dwa razy ośmiokrotne ruchy koliste, raz podnoszenie). Następnie powtórnie zważyć porcję.

7. **Wyrażanie wyników**

7.1. *Sposób obliczania i wzór*

Retencję oleju, z każdego oznaczenia (6.1), wyrażoną jako procent masy przesianej porcji, oblicza się ze wzoru:

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

gdzie:

m_1 – masa przesianej części badanej próbki, g (6.2),

▼B

m_2 – masa badanej porcji zgodnie z sekcją 6.4 lub 6.5, jako wynik ostatniego ważenia, g.

Jako wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oddzielnych oznaczeń.

Metoda 3

Oznaczanie składników palnych

1. **Zakres i dziedzina zastosowania**

Niniejszy dokument określa procedurę oznaczania materiału palnego zawartego w nawozie prostym o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu.

2. **Zasada**

Dwutlenek węgla, pochodzący z wypełniaczy nieorganicznych, usuwa się za pomocą kwasu. Związki organiczne utlenia się za pomocą mieszaniny kwasu chromowego i siarkowego. Powstający dwutlenek węgla jest pochłaniany przez roztwór wodorotlenku baru. Wytrącony osad rozpuszcza się w roztworze kwasu chlorowodorowego, którego nadmiar odmiareczkowuje się roztworem wodorotlenku sodu.

3. **Odczynniki**

3.1. Trójtlenek chromu (VI) $Cr_2 O_3$, czysty do analiz (cz.d.a.)

3.2. Kwas siarkowy, 60 % objętościowych: wlać 360 ml wody do zlewki o pojemności jednego litra i dodać ostrożnie 640 ml kwasu siarkowego (gęstość w 20 °C = 1,83 g/ml).

3.3. Azotan srebra: roztwór o stężeniu 0,1 mol/l

3.4. *Wodorotlenek baru*

Odważyć 15 g wodorotlenku baru [$Ba(OH)_{2x}8H_2O$] i całkowicie rozpuścić w gorącej wodzie. Ostudzić i przelać do kolby o pojemności jednego litra. Dopełnić do kreski i wymieszać. Przesączyć przez sączek z bibuły karbowanej.

3.5. Kwas chlorowodorowy: roztwór mianowany o stężeniu 0,1 mol/l.

3.6. Wodorotlenek sodu: roztwór mianowany o stężeniu 0,1 mol/l.

3.7. Błękit bromofenolowy: roztwór wodny o stężeniu 0,4 g/l.

3.8. Fenolftaleina: roztwór 2 g/l alkoholu etylowego (60 % objętościowych).

3.9. Wapno sodowane: uziarnienie 1,0 do 1,5 mm.

3.10. Woda zdemineralizowana, świeżo przegotowana celem usunięcia dwutlenku węgla.

4. **Aparatura**

4.1. *Standardowy sprzęt laboratoryjny, a w szczególności:*

— tygiel filtracyjny z płytką ze spiekanego szkła, o pojemności 15 ml; średnica płytki: 20 mm; całkowita wysokość: 50 mm; porowatość 4 (średnica porów od 5 do 15 μm),

— zlewka o pojemności 600 ml.

4.2. Źródło sprężonego azotu.

4.3. Aparat złożony z następujących części połączonych, w miarę możliwości, za pomocą szlifów kulistych *(patrz: rysunek 2)*.

4.3.1. Rurka absorpcyjna A o długości około 200 mm i średnicy 30 mm, napełniona wapnem sodowanym (3.9) utrzymywanym w miejscu za pomocą zatyczek z włókna szklanego.

▼B

4.3.2. Kolba reakcyjna B okrągłodenna, z boczną szyjką, o pojemności 500 ml.

4.3.3. Kolumna rektyfikacyjna Vigreux o długości około 150 mm (C').

4.3.4. Chłodnica z podwójnym płaszczem C, o długości 200 mm (C).

▼M7

4.3.5. Płuczka Drechsela D, pochłaniająca nadmiar kwasu w procesie destylacji.

▼B

4.3.6. Łaźnia lodowa E do chłodzenia płuczki Drechsela.

4.3.7. Płuczki absorpcyjne F_1 i F_2 o średnicy od 32 do 35 mm, w których rozdzielacz gazu zawiera krążek o średnicy 10 mm ze szkła spiekanego o niskiej porowatości.

4.3.8. Pompa ssąca i przyrząd regulujący ssanie G, składający się z elementu szklanego w kształcie litery T, umieszczony w obiegu, którego boczne ramię przyłączone do cienkiej rurki kapilarnej za pomocą krótkiego węża gumowego zaopatrzonego w zaciskacz śrubowy.

Uwaga:Stosowanie wrzącego roztworu kwasu chromowego w aparacie pod obniżonym ciśnieniem jest działaniem niebezpiecznym i wymaga zachowania odpowiedniej ostrożności.

5. **Sposób postępowania**

5.1. *Próbka do analizy*

Zważyć około 10 g azotanu amonu z dokładnością do 0,001 g.

5.2. *Usuwanie węglanów*

▼M7

Umieścić próbkę do analizy w kolbie do reakcji B. Dodać 100 ml H_2SO_4 (3.2). Bryłki lub granulki rozpuszczają się w ciągu około 10 minut w temperaturze otoczenia. Zmontować aparaturę, jak wskazano na rysunku: połączyć jeden koniec rurki absorpcyjnej (A) ze źródłem azotu (4.2) przez jednokierunkowe urządzenie przepływowe zawierające 667–800 Pa, a drugi koniec do rurki zasilającej, która łączy się z kolbą, do reakcji. Umieścić w odpowiednim miejscu kolumnę rektyfikacyjną Vigreux (C′) i chłodnicę (C) z dopływem wody chłodzącej. Uregulować dopływ azotu, ustawiając jego przepływ przez roztwór na umiarkowanym poziomie, doprowadzić roztwór do temperatury wrzenia i odgrzewać przez dwie minuty. Po upływie tego czasu nie powinny się już wydzielać pęcherzyki dwutlenku węgla. Jeśli musowanie jest widoczne, kontynuować podgrzewanie przez 30 minut. Pozostawić roztwór do ostygnięcia na co najmniej 20 minut, zapewniając swobodny przepływ azotu.

▼B

Zakończyć montowanie aparatu, jak pokazano na rysunku, przyłączając rurki chłodnicy do płuczki Drechsela (D), a płuczkę do płuczek absorpcyjnych F_1 i F_2. Podczas wykonywania montażu aparatu azot powinien przez cały czas przepływać przez roztwór. Szybko wprowadzić 50 ml roztworu wodorotlenku baru (3.4) do każdej z płuczek absorpcyjnych (F_1 i F_2).

Przedmuchiwać zestaw strumieniem azotu przez około 10 minut. Roztwór w płuczkach musi pozostać klarowny. Jeżeli tak nie jest, należy powtórzyć proces usuwania węglanów.

5.3. *Utlenianie i absorpcja*

Po odłączeniu dopływu azotu, dodać natychmiast przez boczną szyjkę kolby reakcyjnej (B) 20 g trójtlenku chromu (3.1) i 6 ml. roztworu azotanu srebra (3.3). Podłączyć aparat do pompy ssącej i uregulować przepływ azotu tak, by równomierny strumień pęcherzyków przechodził przez naczyńka absorpcyjne ze spiekanego szkła F_1 i F_2.

▼B

Podgrzać kolbę reakcyjną (B) do wrzenia cieczy i utrzymać w stanie wrzenia przez 1,5 godz ([1]). Może okazać się konieczne wyregulowanie zaworu ssącego (G), aby sterować przepływem azotu, ponieważ istnieje możliwość blokowania płytek ze spieku szklanego przez wytrącony w czasie badania węglan baru. Przebieg procesu jest zadowalający, gdy roztwór wodorotlenku baru w płuczce F_2 pozostaje klarowny. W przeciwnym przypadku test należy powtórzyć. Przerwać podgrzewanie i rozebrać aparat. Celem usunięcia wodorotlenku baru przemyć rurki ze spiekiem (3.10) zarówno wewnątrz, jak i z zewnątrz i zebrać popłuczyny w odpowiedniej płuczce. Umieścić rurki kolejno w zlewce o pojemności 600 ml, która będzie następnie stosowana w toku oznaczenia.

Natychmiast przesączyć pod próżnią najpierw zawartość płuczki F_2, a następnie płuczki F_1, używając do tego celu tygla filtracyjnego ze spiekiem szklanym. Zebrać osad spłukując płuczki wodą (3.10) i umyć tygle 50 ml tej samej wody. Umieścić tygiel filtracyjny w zlewce o pojemności 600 ml i dodać około 100 ml przegotowanej wody (3.10). Wlać 50 ml przegotowanej wody do każdego z płuczek i przepuszczać przez nie azot w ciągu 5 min. Wodę dołączyć do wody w zlewce. Powtórzyć tę operację jeszcze raz, by mieć pewność, płuczki zostały dokładnie wymyte.

5.4. *Oznaczanie węglanów pochodzących z materiału organicznego*

Do zawartości zlewki dodać 5 kropli fenolftaleiny (3.8). Roztwór zabarwi się na kolor czerwony. Dodawać kroplami kwasu chlorowodorowy (3.5), kropla po kropli, do momentu zaniku różowego koloru cieczy. Zamieszać starannie roztwór w zlewce z tyglem celem sprawdzenia, czy nie pojawi się ponownie kolor różowy. Dodać 5 kropli błękitu bromofenolowego (3.7) i miareczkować kwasem chlorowodorowym (3.5) do uzyskania żółtego zabarwienia. Dodać jeszcze 10 ml kwasu chlorowodorowego.

Ogrzać roztwór do wrzenia i utrzymać w tym stanie maksymalnie przez 1 min. Sprawdzić ostrożnie, czy osad się rozpuścił.

Zostawić próbkę do ochłodzenia i odmiareczkować nadmiar kwasu roztworem wodorotlenku sodu (3.6).

6. **Ślepa próba**

Przeprowadzić ślepą próbę według tej samej procedury i stosując te same ilości odczynników.

7. **Wyrażanie wyników**

Zawartość składników palnych (C), w przeliczeniu na węgiel, jako procent masy próbki, oblicza się ze wzoru:

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

gdzie:

E = masa próbki wziętej do oznaczania, g.

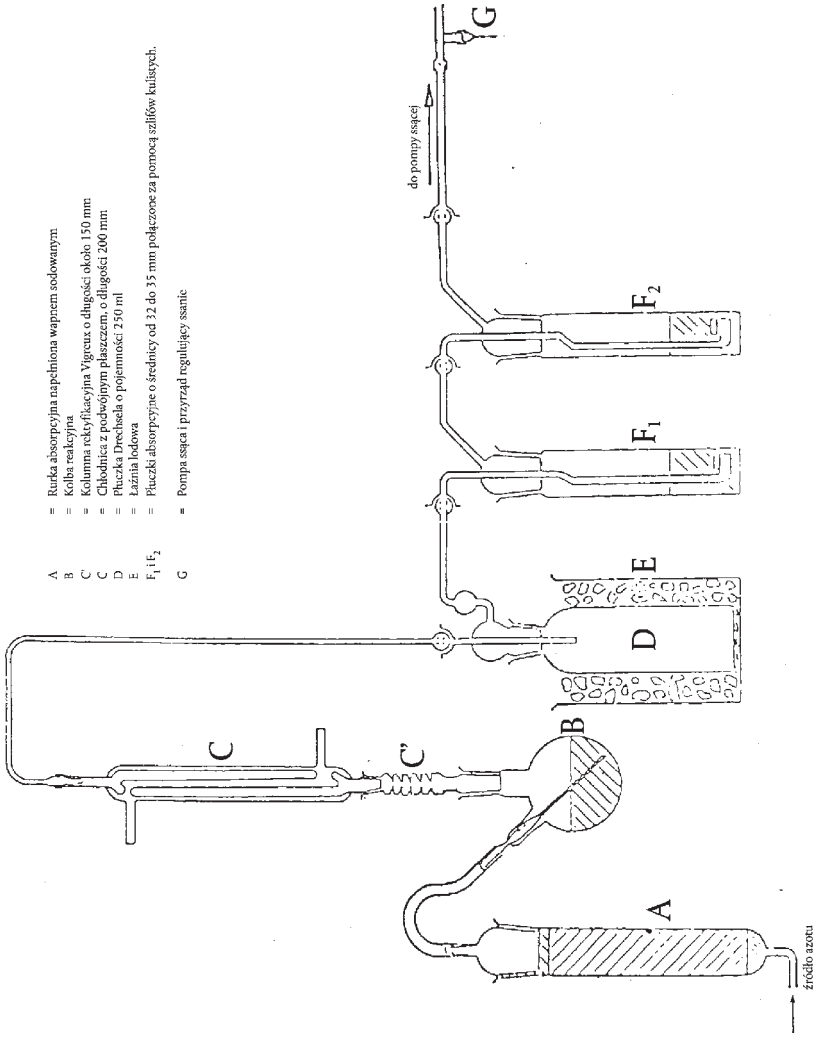
V_1 = całkowita objętość kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,1 mol/l dodanego po *zmianie zabarwienia fenolftaleiny, ml.*

V_2 = objętość 0,1 mol/l roztworu wodorotlenku sodu zużytego do odmiareczkowania *nadmiaru kwasu, ml.*

([1]) Półtoragodzinny czas reakcji jest wystarczający w gprzypadku większości substancji organicznych w gobecności azotanu srebra jako katalizatora.

▼B

Rysunek 2



Metoda 4

Oznaczenie wartości pH

1. **Zakres i dziedzina zastosowania**

Niniejszy dokument określa procedurę pomiaru wartości pH roztworu nawozu prostego o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu.

2. **Zasada**

Pomiar pH roztworu azotanu amonu za pomocą pehametru.

3. **Odczynniki**

Woda destylowana lub zdemineralizowana, niezawierająca dwutlenku węgla.

3.1. *Roztwór buforowy pH 6,88 w temperaturze 20 °C*

Rozpuścić 3,40 ± 0,01 g diwodorofosforanu potasu (KH_2PO_4) w około 400 ml wody. Następnie rozpuścić 3,55 ± 0,01 g wodorofosforanu sodu (Na_2HPO_4) w około 400 ml wody. Przenieść obydwa roztwory ilościowo do kolby miarowej o pojemności 1 000 ml, dopełnić do kreski i wymieszać. Roztwór przechowywać w szczelnym naczyniu.

▼B

3.2. *Roztwór buforowy pH 4,00 w temperaturze 20 °C*

Rozpuścić 10,21 ± 0,01 g wodoroftalanu potasu ($KHC_8O_4H_4$) w wodzie i przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 1 000 ml. Uzupełnić do kreski i wymieszać.

Roztwór przechowywać w hermetycznym naczyniu.

3.3. Do oznaczania pH można stosować także handlowy roztwór buforowy.

4. **Aparatura**

Pehametr, wyposażony w elektrody, szklaną i kalomelową lub ich odpowiedniki, czułość 0,05 jednostek pH.

5. **Sposób postępowania**

5.1. *Kalibracja pehametru*

Wykalibrować pehametr (4) w temperaturze 20 (± 0,01) °C, stosując roztwory buforowe (3.1), (3.2) lub (3.3). Nad powierzchnią roztworu przepuszczać powoli strumień azotu i utrzymywać go w czasie całego testu.

5.2. *Oznaczanie*

Wlać 100,0 ml wody na 10 (± 0,01) g badanej próbki do zlewki o pojemności 250 ml. Usunąć substancje nierozpuszczalne przez filtrowanie, dekantację lub odwirowanie. Zmierzyć wartość pH klarownego roztworu w temperaturze 20 (± 0,01) °C, zgodnie z procedurą taką, jak dla kalibracji pehametru.

6. **Wyrażanie wyników**

Wyrazić wyniki w postaci jednostek pH, z dokładnością do 0,1 jednostki i podać temperaturę w której wykonano oznaczanie.

Metoda 5

Oznaczanie uziarnienia

1. **Zakres i dziedzina zastosowania**

Ten dokument określa procedurę testu przesiewania prostego nawozu azotowego o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu.

2. **Zasada**

Próbkę przesiewa się ręcznie lub mechanicznie przez zestaw trzech sit. Należy odnotować masę zatrzymaną na każdym sicie i obliczyć w procentach ilość materiału przesianego przez odpowiednie sita.

3. **Aparatura**

3.1 Sita kontrolne o średnicy 200 mm, tkane z drutu, z oczkami o standardowej wielkości odpowiednio 2 mm, 1 mm i 0,5 mm, pokrywa oraz naczynie zbierające.

3.2 Waga o dokładności ważenia do 0,1 g.

3.3 Mechaniczna wytrząsarka sit (jeśli jest dostępna) umożliwiająca wprowadzanie badanej próbki w ruch zarówno pionowy, jak i poziomy.

4. **Sposób postępowania**

4.1. Próbę podzielić na porcje reprezentatywne po około 100 g.

4.2. Zważyć jedną z tych porcji z dokładnością do 0,1 g.

▼B

4.3. Ustawić komplet sit w rosnącej kolejności; naczynie zbierające, sito 0,5 mm, sito 1 mm, sito 2 mm; umieścić badaną porcję na górnym sicie i założyć pokrywę.

4.4. Wstrząsać ręcznie lub mechanicznie zarówno w kierunku pionowym, jak i poziomym; jeśli oznaczenie wykonuje się ręcznie, postukiwać od czasu do czasu. Przesiewać przez 10 minut albo do czasu, gdy ilość przesiewu przez każde sito w ciągu minuty będzie mniejsza niż 0,1 g.

4.5. Usuwać kolejno sita z zestawu i zbierać materiał na nich zatrzymany, w razie potrzeby zmieść miękką szczotką materiał zatrzymany na spodzie sita.

4.6. Zważyć materiał zatrzymany na każdym sicie i zebrany w naczyniu zbierającym z dokładnością do 0,1 g.

5. **Ocena wyników**

5.1. Przeliczyć masy frakcji na procenty w stosunku do sumy mas wszystkich frakcji (nie w stosunku do pierwotnej wielkości próby).

Obliczyć udział procentowy materiału zebranego w naczyniu zbierającym (tj. < 0,5 mm): A %

Obliczyć udział procentowy materiału pozostałego na sicie 0,5 mm: B %

Obliczyć udział procentowy materiału przesianego przez sito 1 mm: (A + B) %

Suma mas frakcji nie powinna różnić się więcej niż 2 % od masy wziętej do oznaczania.

5.2. Należy przeprowadzić co najmniej dwa oddzielne oznaczenia, a poszczególne wyniki nie powinny się różnić więcej niż: dla A o 1,0 % wartości bezwzględnej, dla B o 1,5 % wartości bezwzględnej. Jeśli jest inaczej, oznaczanie należy powtórzyć.

6. **Wyrażanie wyników**

Podać średnią arytmetyczną dwu otrzymanych wartości dla A i A + B.

Metoda 6

Oznaczenie zawartości chloru (jako jonu chlorkowego)

1. **Zakres i dziedzina zastosowania**

Niniejszy dokument określa procedurę oznaczania zawartości chloru (jako jonu chlorkowego) w nawozie prostym o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu.

2. **Zasada**

Jony chlorkowe rozpuszczone w wodzie oznacza się za pomocą miareczkowania potencjometrycznego azotanem srebra w środowisku kwaśnym.

3. **Odczynniki**

Woda destylowana lub zdemineralizowana, niezawierająca jonów chlorkowych.

3.1. Aceton AR.

3.2. Stężony kwas azotowy (gęstość w 20 °C = 1,40 g/ml).

3.3. Wzorcowy roztwór azotanu srebra o stężeniu 0,1 mol/l. Roztwór należy przechowywać w butelce z ciemnego szkła.

3.4. Wzorcowy roztwór azotanu srebra o stężeniu 0,004 mol/l – roztwór przygotować tuż przed użyciem.

▼B

3.5. Wzorcowy roztwór chlorku potasu o stężeniu 0,1 mol/l. Odważyć z dokładnością do 0,1 mg 3,7276 g chlorku potasu cz.d.a., uprzednio suszonego przez godzinę w suszarce o temperaturze 130 °C i schłodzonego w eksykatorze do temperatury otoczenia. Rozpuścić w małej ilości wody, przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 500 ml, rozcieńczyć do kreski i wymieszać.

3.6. Wzorcowy roztwór chlorku potasu o stężeniu 0,004 mol/l – roztwór przygotować tuż przed użyciem.

4. **Aparatura**

4.1. Potencjometr ze wskaźnikową elektrodą srebrową i kalomelową elektrodą porównawczą o czułości 2 mV, obejmujący zakres od –500 do +500 mV.

4.2. Klucz elektrolityczny, zawierający nasycony roztwór azotanu potasu, podłączony do elektrody kalomelowej (4.1), zaopatrzony na końcach w porowate zatyczki.

4.3. Mieszadło magnetyczne pokryte teflonem.

4.4. Mikrobiureta z cienką końcówką i podziałką co 0,01 ml.

5. **Sposób postępowania**

5.1 *Ustalenie miana roztworu azotanu srebra*

Pobrać 5 ml i 10 ml wzorcowego roztworu chlorku potasu (3.6) i umieścić w dwu niskich zlewkach o dogodnej pojemności (na przykład 250 ml). Następnie wykonać miareczkowanie zawartości każdej zlewki.

Dodać 5 ml roztworu kwasu azotowego (3.2), 120 ml acetonu (3.1) i tyle wody, aby całkowita objętość wynosiła około 150 ml. Umieścić w zlewce mieszadło magnetyczne (4.3) i uruchomić je. Zanurzyć elektrodę srebrową (4.1) i wolny koniec klucza elektrolitycznego (4.2) w roztworze. Przyłączyć elektrody do potencjometru (4.1) i, po sprawdzeniu wyzerowania aparatu, odnotować wartość potencjału początkowego.

Miareczkować przy użyciu mikrobiurety (4.4), dodając najpierw odpowiednio 4 lub 9 ml roztworu azotanu srebra w zależności od stosowanego wzorcowego roztworu chlorku potasu. Kontynuować dodawanie azotanu srebra w porcjach po 0,1 ml do roztworów o stężeniu 0,004 mol/l, a w porcjach po 0,05 ml do roztworów o stężeniu 0,1 mol/l. Po dodaniu każdej porcji odczekać do ustabilizowania się potencjału.

W dwu pierwszych kolumnach tabeli odnotować dodane objętości roztworu i odpowiadające im wartości potencjału.

W trzeciej kolumnie tabeli zapisać kolejne przyrosty (Δ_1E) potencjału E. W czwartej kolumnie zanotować dodatnie lub ujemne różnice (Δ_2E) między przyrostami potencjału (Δ_1E). Koniec miareczkowania odpowiada dodaniu 0,1 lub 0,05 ml porcji roztworu azotanu srebra (V_1), która daje maksymalną wartość Δ_1E.

Do wyliczenia dokładnej objętości (V_{eq}) roztworu azotanu srebra odpowiadającej zakończeniu reakcji zastosować wzór:

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

gdzie:

V_0 = całkowita objętość azotanu srebra, bezpośrednio niższa od objętości, która daje maksymalny *przyrost Δ_1E, ml.*

V_1 = objętość, ostatniej dodanej porcji roztworu azotanu srebra (0,1 lub 0,05 ml), ml.

▼B

b = ostatnia dodatnia wartość Δ_2E, mV

B = suma wartości bezwzględnych ostatnich dodatnich wartości Δ_2E i pierwszej ujemnej wartości Δ_2E (patrz: przykład w tabeli 1), mV.

5.2 *Ślepa próba*

Wykonać ślepą próbę i uwzględnić ją przy obliczaniu wyniku końcowego.

Wynik V_4 ślepej próby przeprowadzonej na odczynnikach bez dodatku badanej próbki (w ml) oblicza się ze wzoru:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

gdzie:

V_2 = objętość (V_{eq}) roztworu azotanu srebra zużyta do miareczkowania 10 ml wzorcowego roztworu chlorku potasu, ml.

V_3 = objętość (V_{eq}) roztworu azotanu srebra zużyta do miareczkowania 5 ml wzorcowego roztworu chlorku potasu, ml.

5.3 *Próba kontrolna*

Próba ślepa może równocześnie służyć do sprawdzenia sprawności działania aparatu i poprawności oznaczania.

5.4 *Oznaczanie*

Wziąć porcję próbki w ilości 10 do 20 g i zważyć z dokładnością do 0,01 g. Przenieść ilościowo zważoną porcję do zlewki o pojemności 250 ml. Dodać 20 ml wody, 5 ml roztworu kwasu azotowego (3.2), 120 ml acetonu (3.1) i taką ilość wody, aby całkowita objętość wynosiła około 150 ml.

Umieścić pręcik mieszadła magnetycznego (4.3) w zlewce, zlewkę ustawić na mieszadle i uruchomić je. Zanurzyć elektrodę srebrową (4.1) i wolny koniec klucza elektrolitycznego (4.2) w roztworze, przyłączyć elektrody do potencjometru (4.1) i, po sprawdzeniu wyzerowania aparatu, odnotować wartość potencjału początkowego.

Miareczkować dodając za pomocą mikrobiurety (4.4) roztwór azotanu srebra w porcjach po 0,1 ml. Po dodaniu każdej porcji odczekać do ustabilizowania się potencjału.

Kontynuować miareczkowanie zgodnie z opisem w punkcie 5.1, począwszy od ustępu czwartego: „W dwu pierwszych kolumnach tabeli odnotować dodane objętości roztworu i odpowiadające im wartości potencjału…”.

6. **Wyrażanie wyników**

Wyniki analizy wyrazić jako procentową zawartość chloru w próbce otrzymanej do analizy. Zawartość chloru (Cl) obliczyć ze wzoru:

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

gdzie:

T = stężenie stosowanego roztworu azotanu srebra, mol/l,

V_4 = wynik ślepej próby (5.2), ml,

▼B

V_5 = wartość V_{eq}, odpowiadająca oznaczeniu (5,4), ml,

m = masa badanej próbki, g.

Tabela 1: Przykład obliczania V_{eq}

Objętość roztworu azotanu srebra V (ml)	Potencjał E (mV)	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	– 49
5,10	306	23	– 10
5,20	319	13	

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

Metoda 7

Oznaczanie miedzi

1. **Zakres i dziedzina zastosowania**

Niniejszy dokument określa procedurę oznaczania zawartości miedzi w nawozach prostych o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu.

2. **Zasada**

Próbkę rozpuszcza się w rozcieńczonym kwasie chlorowodorowym i oznacza zawartość miedzi metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej.

3. **Odczynniki**

3.1. Kwas chlorowodorowy (gęstość w 20 °C = 1,18 g/ml).

3.2. Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu 6 mol/l.

3.3. Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu 0,5 mol/l.

3.4. Azotan amonu.

3.5. Nadtlenek wodoru, roztwór 30 % (m/v).

3.6. Roztwór miedzi ([1]) (roztwór wzorcowy): odważyć 1 g czystej miedzi z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 25 ml roztworu kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (3.2), dodawać porcjami 5 ml nadtlenku wodoru (3,5) i rozcieńczyć wodą do objętości 1 litra. 1 ml tego roztworu zawiera 1 000 µg miedzi (Cu).

3.6.1. Roztwór miedzi (rozcieńczony): 10 ml roztworu podstawowego (3.6) rozcieńczyć wodą do 100 ml .10 ml otrzymanego roztworu rozcieńczyć wodą do 100 ml. 1 ml tak rozcieńczonego roztworu zawiera 10 µg miedzi (Cu).

Roztwór przygotować tuż przed użyciem

4. **Aparatura**

Spektrofotometr absorpcji atomowej wyposażony w lampę miedziową (324,8 nm).

5. **Sposób postępowania**

5.1. *Przygotowanie roztworu do analizy*

Odważyć 25 g próbki z dokładnością do 0,001 g, umieścić w zlewce o pojemności 400 ml, dodać ostrożnie 20 ml kwasu chlorowodorowego (3.1) (może wystąpić gwałtowna reakcja wskutek wydzielania dwutlenku węgla). Jeśli trzeba, dodać więcej kwasu chlorowodorowego. Kiedy burzliwa reakcja ustanie, odparować do sucha na łaźni

([1]) Można stosować handlowy wzorcowy roztwór miedzi.

▼B

wodnej, mieszając od czasu do czasu szklaną bagietką. Dodać 15 ml roztworu kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (3.2) i 120 ml wody. Zamieszać szklaną bagietką, pozostawiając ją w zlewce, i przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym. Gotować ostrożnie roztwór do całkowitego rozpuszczenia, a następnie ochłodzić.

Przenieść roztwór ilościowo do kolby miarowej o pojemności 250 ml, przemywając zlewkę 5 ml kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (3.2) i dwukrotnie 5 ml wrzącej wody, dopełnić do kreski kwasem chlorowodorowym o stężeniu 0,5 mol/l (3.3) i ostrożnie wymieszać.

Przesączyć przez sączek z bibuły filtracyjnej wolnej od miedzi ([1]), odrzucając pierwsze 50 ml przesączu.

5.2. *Roztwór ślepej próby*

Przygotować roztwór ślepej próby, w którym pomija się tylko badaną próbkę, i uwzględnić w obliczeniach wyniku końcowego.

5.3. *Oznaczanie*

5.3.1. Przygotowanie roztworu badanej próbki i roztworu ślepej próby

Rozcieńczyć roztwór badanej próbki (5.1) i roztwór próby ślepej (5.2) kwasem chlorowodorowym o stężeniu 0,5 mol/l (3.3) do stężenia miedzi odpowiadającego optymalnemu zakresowi pomiarowemu spektrofotometru. Zwykle nie zachodzi potrzeba rozcieńczania.

5.3.2. *Przygotowanie roztworów wzorcowych*

Rozcieńczając roztwór wzorcowy (3.6.1) roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (3.3), przygotować co najmniej pięć roztworów wzorcowych odpowiadających optymalnemu zakresowi pomiarowemu spektrofotometru (0 do 5 mg/l Cu). Przed dopełnieniem roztworów do kreski dodać do każdego z nich roztworu azotanu amonu (3.4) w ilości dającej stężenie 100 mg/ml.

5.4. *Pomiar*

Ustawić spektrofotometr (4) na długość fali 324,8 nm. Zastosować utleniający płomień acetylenowo-powietrzny. Rozpylać kolejno, trzykrotnie, roztwór wzorcowy (5.3.2), roztwór próby i roztwór próby ślepej (5.3.1), przemywając przyrząd wodą destylowaną między kolejnymi operacjami rozpylania. Wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych średnie wartości absorbancji otrzymane dla każdego roztworu wzorcowego, a na osi odciętych odpowiadające im stężenia miedzi w μg/ml.

Odczytać z krzywej wzorcowej stężenie miedzi w próbce końcowej i roztworze próby ślepej.

6. **Wyrażanie wyników**

Obliczyć zawartość miedzi w próbce, uwzględniając masę badanej próbki, rozcieńczenia wykonane w trakcie analizy i wynik ślepej próby. Wynik wyrazić w mg Cu/kg.

4. **Oznaczenie odporności na detonację**

4.1. *Zakres i dziedzina zastosowania*

Niniejszy dokument określa procedurę oznaczania odporności na detonację nawozów o wysokiej zawartości azotu na bazie azotanu amonu.

([1]) Czynniki chelatujące powinny być identyfikowane i kwantyfikowane zgodnie z Normą Europejską EN 13368 część 1 i część 2, w takim zakresie, w jakim norma obejmuje ww. czynniki

▼B

4.2. *Zasada*

Badaną próbę umieszcza się w stalowej rurze i poddaje szokowi detonacyjnemu za pomocą ładunku detonującego. Rozprzestrzenianie się wybuchu jest określone stopniem zgniotu cylindrów ołowianych, na których podczas testu spoczywa poziomo rura z badaną próbką.

4.3. *Materiały*

4.3.1. Plastyczny materiał wybuchowy zawierający 83 do 86 % pentrytu

Gęstość: 1 500 do 1 600 kg/m^3

Prędkość detonacji: 7 300 do 7 700 m/s

Masa: 500 (±1) g.

4.3.2. Siedem odcinków elastycznego lontu detonującego w osłonie niemetalowej

Masa wypełniacza: 11–13 g/m

Długość każdego odcinka lontu detonującego: 400 (±2) mm.

4.3.3. Sprasowana pastylka wtórnego materiału wybuchowego z wgłębieniem na umieszczenie detonatora

Materiał wybuchowy: heksogen/wosk 95/5 albo tetryl lub podobny wtórny materiał wybuchowy, z dodatkiem lub bez dodatku grafitu.

Gęstość: 1 500 do 1 600 kg/m^3

Średnica: 19 do 21 mm

Wysokość: 19 do 23 mm

Centralnie umieszczone wgłębienie na umieszczenie detonatora: średnica 7 do 7,3 mm, głębokość 12 mm.

4.3.4. Rura stalowa bez szwu odpowiadająca specyfikacji ISO 65 – 1981 – Ciężka Seria, o nominalnych wymiarach DN 100 (4)

Średnica zewnętrzna: 113,1 do 115,0 mm

Grubość ścianki: 5,0 do 6,5 mm

Długość: 1 005 (±2) mm

4.3.5. Płytka denna

Materiał: stal o dobrych własnościach zgrzewalnych

Wymiary: 160 x 160 mm

Grubość: 5 do 6 mm.

4.3.6. Sześć cylindrów ołowianych

Średnica: 50 (±1) mm

Wysokość: 100 do 101 mm

Materiały: miękki ołów, o czystości co najmniej 99,5 %.

4.3.7. Blok stalowy

Długość: co najmniej 1 000 mm

▼B

Szerokość: co najmniej 150 mm

Wysokość: co najmniej 150 mm

Masa: co najmniej 300 kg, jeśli nie ma mocnego podłoża dla bloku stalowego.

4.3.8. Cylinder z tworzywa sztucznego lub tektury na ładunek detonujący

Grubość ścianki: 1,5 do 2,5 mm

Średnica: 92 do 96 mm

Wysokość: 64 do 67 mm

4.3.9. Detonator (elektryczny lub nieelektryczny) o sile inicjującej 8 do 10.

4.3.10. Krążek drewniany

Średnica: 92 do 96 mm. Średnica powinna być dopasowana do wewnętrznej średnicy cylindra z tworzywa sztucznego lub tektury (4.3.8)

Grubość: 20 mm

4.3.11. Pręt drewniany o takich samych wymiarach, jak detonator (4.3.9)

4.3.12. Szpilki krawieckie (długość maksymalna 20 mm)

4.4. *Sposób postępowania*

4.4.1. Przygotowanie ładunku detonującego do umieszczenia w rurze stalowej

W zależności od posiadanego sprzętu, istnieją dwie metody inicjacji materiału wybuchowego w ładunku detonującym.

4.4.1.1. Jednoczesna inicjacja w siedmiu punktach

Ładunek detonujący przygotowany do użycia jest przedstawiony na rys. 1.

4.4.1.1.1. Wywiercić otwory w drewnianym krążku (4.3.10), jeden centralnie równolegle do osi krążka i sześć w punktach rozmieszczonych symetrycznie na obwodzie koncentrycznego koła o średnicy 55 mm. Średnica otworów musi wynosić 6 do 7 mm (patrz: przekrój A-B na rys. 1), zależnie od średnicy lontu detonującego (4.3.2).

4.4.1.1.2. Odciąć siedem odcinków elastycznego lontu detonującego (4.3.2) po 400 mm każdy poprzez dokonanie ostrego cięcia i natychmiastowe uszczelnienie końca klejem, aby uniknąć jakichkolwiek strat materiału wybuchowego na każdym końcu. Przepchać każdy z siedmiu odcinków przez otwór w drewnianym krążku (4.3.10) na tyle, aby po drugiej stronie krążka wystawało kilka centymetrów. Następnie przekłuć poprzecznie tekstylną osłonę każdego odcinka lontu małą szpilką krawiecką (4.3.12) w odległości 5 do 6 mm od końca i wokół zewnętrznej powierzchni odcinków lontu nałożyć klej pierścieniem o szerokości 2 cm bezpośrednio przy szpilce. Następnie przyciągnąć szpilkę bezpośrednio do powierzchni drewnianego krążka, pociągając za długi koniec każdego lontu.

4.4.1.1.3. Ukształtować plastyczny materiał wybuchowy (4.3.1) w walec o średnicy 92 do 96 mm, w zależności od średnicy cylindra (4.3.8). Ustawić cylinder pionowo na równej powierzchni i włożyć uformowany materiał wybuchowy. Następnie umieścić drewniany krążek ([1]) z siedmioma odcinkami lontu detonującego na górze cylindra i docisnąć do materiału wybuchowego. Dopasować wysokość cylindra (64 do 67 mm) tak, by jego górna krawędź nie wystawała nad drewniany krążek. Na koniec przytwierdzić cylinder do drewnianego krążka, na przykład za pomocą zszywek lub gwoździków wokół całego jego obwodu.

([1]) Średnica krążka musi zawsze odpowiadać wewnętrznej średnicy cylindra.

▼B

4.4.1.1.4. Zebrać wolne końce siedmiu odcinków lontu detonującego wokół obwodu drewnianego pręta (4.3.11) w taki sposób, by wszystkie ich końce ułożyły się w płaszczyźnie prostopadłej do tego pręta. Umocować je w postaci wiązki wokół tego pręta za pomocą taśmy przylepnej ([1]).

4.4.1.2 Centralna inicjacja za pomocą sprasowanej pastylki

Ładunek detonujący przygotowany do użycia pokazany jest na rys. 2.

4.4.1.2.1. Przygotowanie sprasowanej pastylki

Umieścić, zachowując niezbędne środki ostrożności, 10 g wtórnego materiału wybuchowego (4.3.3) w formie o średnicy wewnętrznej 19 do 21 mm i sprasować do właściwego kształtu i gęstości.

(Stosunek średnica: wysokość powinien wynosić w przybliżeniu 1:1).

Na środku dna formy znajduje się sworzeń o wysokości 12 mm i średnicy 7 do 7,3 mm (zależnie od średnicy stosowanego detonatora), tworzący cylindryczne wgłębienie w sprasowanym ładunku, w którym następnie umieszcza się detonator.

4.4.1.2.2. Przygotowanie ładunku detonującego

Umieścić materiał wybuchowy (4.3.1) w cylindrze (4.3.8), stojącym pionowo na poziomej powierzchni, następnie ugnieść go za pomocą drewnianego stempla, nadając mu kształt cylindryczny z wgłębieniem na środku. Włożyć sprasowaną pastylkę to tego wgłębienia. Przykryć cylindrycznie ukształtowany materiał wybuchowy ze sprasowaną pastylkę drewnianym krążkiem (4.3.10) z wywierconym na środku otworem o średnicy 7 do 7,3 mm służącym do wkładania detonatora. Połączyć drewniany krążek z cylindrem taśmą samoprzylepną przyklejoną na krzyż. Zapewnić współosiowe położenie otworu wywierconego w drewnianym krążku z wgłębieniem w sprasowanej kostce poprzez włożenie pręta drewnianego (4.3.11).

4.4.2. Przygotowanie rur stalowych do testów detonacyjnych

Na jednym końcu stalowej rury (4.3.4) wywiercić, po przeciwnych stronach średnicy, dwa otwory o średnicy 4 mm prostopadle przez ściankę rury w odległości 4 mm od jej krawędzi.

Przyspawać na styk płytkę denną (4.3.5) do przeciwległego końca rury, wypełniając całkowicie spoiwem kąt prosty między płytką denną a ścianką rury na całym jej obwodzie.

4.4.3. Napełnianie rury stalowej i przygotowanie ładunku

Patrz: rys. 1 i 2

4.4.3.1. Badaną próbkę, rurę stalową i ładunek detonujący należy doprowadzić do temperatury 20 (±5) °C. Do przeprowadzenia dwóch testów na detonację potrzeba 16 do 18 kg badanej próbki.

4.4.3.2. Ustawić rurę pionowo opierając jej kwadratową płytkę denną na twardym, płaskim podłożu, najlepiej betonie. Napełnić rurę do około jednej trzeciej wysokości badaną próbką i opuść ją pięciokrotnie z wysokości 10 centymetrów na podłogę, aby jak najlepiej ubić cząstki lub granulki w rurze. W celu przyśpieszenia ubijania spowodować wibracje rury, postukując młotkiem o ciężarze 750 do 1 000 g w jej boczną ściankę, ogółem 10 razy, między uderzeniami rurą o podłogę.

([1]) NB:Podczas gdy po zebraniu sześć obwodowych odcinków lontu jest napiętych, to środkowy lont powinien pozostać w glekkim zwisie.

▼B

Powtórzyć ten sposób napełniania z następną porcją badanej próbki. Kolejną, ostatnią porcję należy dodać tak, aby po ubiciu w efekcie 10-ciokrotnego unoszenia i opuszczania rury, a w przerwach łącznie 20 uderzeń młotkiem, wsad wypełnił rurę do wysokości 70 mm poniżej jej wylotu.

Wysokość napełnienia rury stalowej badaną próbką trzeba tak skorygować, aby ładunek detonujący (4.4.1.1 albo 4.4.1.2), po jego późniejszym umieszczeniu, stykał się z próbką na całej swej powierzchni.

4.4.3.3. Włożyć ładunek detonujący do rury tak, by stykał się on badaną próbką; górna powierzchnia drewnianego krążka powinna znajdować się 6 mm poniżej końca rury. Zapewnić bezpośredni kontakt między materiałem wybuchowym a badaną próbką, dodając lub ujmując niewielkie ilości tej próbki. Jak pokazano na rys. 1 i 2, zawleczki należy włożyć w otwory znajdujące się w pobliżu otwartego końca rury, a ich rozgięte końce płasko na powierzchni zewnętrznej rury.

4.4.4. Ustawianie rury stalowej i cylindrów ołowianych (patrz: rysunek 3)

4.4.4.1. Ponumerować podstawy cylindrów ołowianych (4.3.6) od 1 do 6. Na bloku stalowym (4.3.7), leżącej na poziomym podłożu, zrobić w odstępach co 150 mm sześć znaków wzdłuż jego linii środkowej, nanosząc pierwszy znak w odległości co najmniej 75 mm od krawędzi bloku. Na każdym ze znaków umieścić pionowo ołowiany cylinder tak, aby na znaku znajdował się środek jego podstawy.

4.4.4.2. Rurę stalową przygotowaną zgodnie z 4.4.3 ułożyć poziomo na cylindrach ołowianych tak, aby oś rury była równoległa do środkowej linii bloku stalowego, a zaspawany koniec rury wystawał 50 mm poza cylinder ołowiany nr 6. Aby zapobiec staczaniu się rury, włożyć małe drewniane kliny między górne krawędzie cylindrów ołowianych a ściankę rury (po jednym z każdej strony) lub umieścić krzyżak drewniany między rurą a blokiem stalowym.

Uwaga: Upewnić się, że rura styka się ze wszystkimi sześcioma ołowianymi cylindrami; nieznaczną krzywiznę powierzchni rury można skompensować, obracając rurę wokół jej osi wzdłużnej; jeśli któryś z cylindrów jest za wysoki, delikatnie uderzać go młotkiem, dopóki nie osiągnie wymaganej wysokości.

4.4.5. Przygotowanie do detonacji

4.4.5.1. Zestawić aparaturę zgodnie z 4.4.4. w bunkrze lub odpowiednio przygotowanym podziemiu (np. kopalni lub tunelu). Zapewnić, aby przed detonacją temperatura rury stalowej wynosiła 20 (±5) ºC.

Uwaga: Gdyby takie miejsca na odpalenie były nieosiągalne, test można wykonać, w razie potrzeby, w wybetonowanym wykopie przykrytym belkami drewnianymi. Wybuch może spowodować wyrzucenie odłamków stalowych o dużej energii kinetycznej, dlatego odpalanie należy przeprowadzać w odpowiedniej odległości od osiedli mieszkaniowych i szlaków komunikacyjnych.

4.4.5.2. Jeśli stosowany jest ładunek detonujący o siedmiu punktach inicjacji, należy zapewnić, aby lonty były naprężone jak podano w przypisie do 4.4.1.1.4 i ustawione w miarę możliwości jak najbardziej poziomo.

4.4.5.3. Na koniec usunąć pręt drewniany i włożyć na jego miejsce detonator. Nie odpalać, dopóki strefa rażenia nie zostanie całkowicie ewakuowana, a personel badawczy nie znajdzie się w ukryciu.

▼B

4.4.5.4. Odpalić ładunek wybuchowy

4.4.6. Odczekać, dopóki dym i wyziewy (gazowe, a czasem toksyczne produkty rozkładu, takie jak tlenki azotu) nie rozproszą się, następnie zebrać cylindry ołowiane i zmierzyć ich wysokości suwmiarką z noniuszem.

Odnotować dla każdego z oznakowanych cylindrów stopień zgniecenia wyrażony jako procent pierwotnej wysokości równej 100 mm. W przypadku skośnego zgniecenia cylindrów, należy odnotować wartości najwyższą i najniższą i obliczyć średnią.

4.4.7. Do ciągłego pomiaru szybkości wybuchu można zastosować sondę; należy ją umieścić wzdłuż osi rury albo wzdłuż jej ścianki bocznej.

4.4.8. Dla każdej badanej próbki należy przeprowadzić dwa testy odporności na detonację.

4.5. *Protokół z przeprowadzonego testu*

W protokóle z każdego przeprowadzonego testu odporności na detonację należy podać wartości następujących parametrów:

— średnica zewnętrzna rury stalowej i grubości jej ścianki zgodnie z rzeczywistym pomiarem,

— twardość rury stalowej według Brinella,

— temperatura rury i badanej próbki na krótko przed odpaleniem,

— gęstość upakowania (kg/m^3) próbki w rurze stalowej,

— wysokość każdego cylindra po odpaleniu, z podaniem odpowiedniego numeru cylindra,

— metoda inicjacji zastosowana w ładunku detonującym.

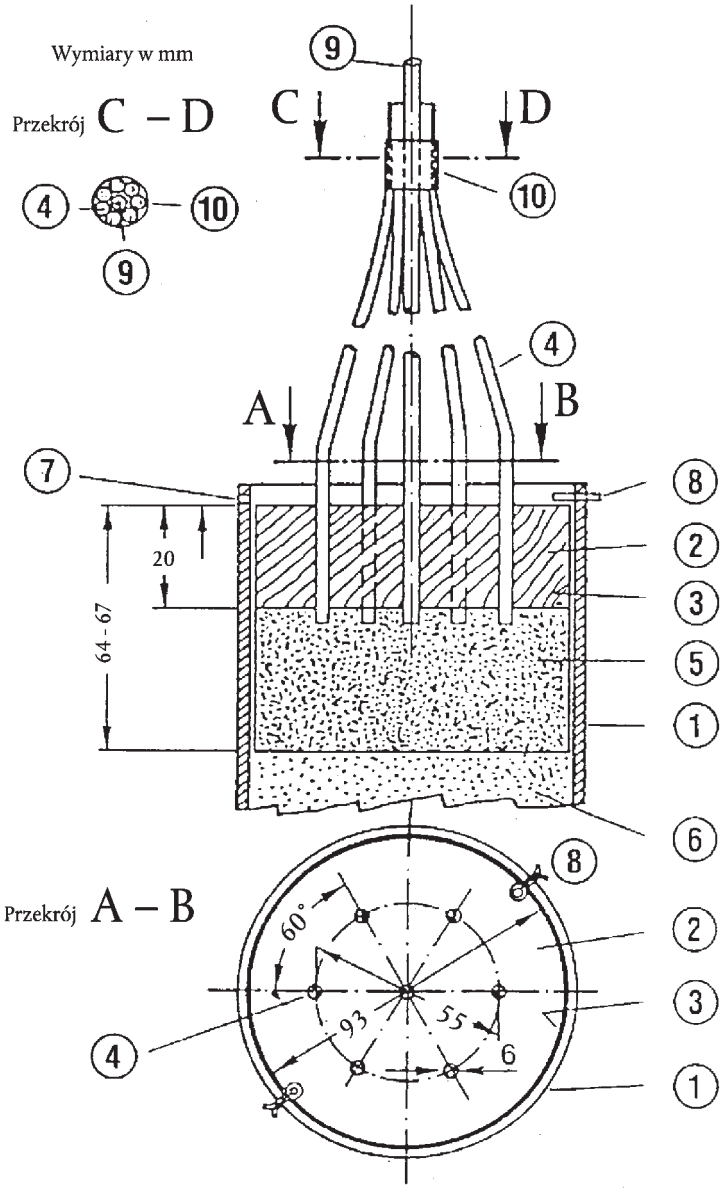
4.5.1. Ocena wyników testu

Jeśli, w każdym odpalaniu, zgniecenie co najmniej jednego cylindra ołowianego wynosi mniej niż w 5 %, to należy uznać test za rozstrzygający, a badaną próbkę za zgodną z wymaganiami załącznika III.2.

▼B

Rysunek 1

Ładunek detonujący z siedmioma punktami inicjacji



① Rura stalowa

② Krążek drewniany z siedmioma otworami

③ Cylinder z tworzywa sztucznego lub tektury

④ Lonty detonujące

⑤ Plastyczny materiał wybuchowy

⑥ Badana próbka

⑦ Otwór o średnicy 4 mm wywiercony dla włożenia zawleczki ⑧

⑧ Zawleczka

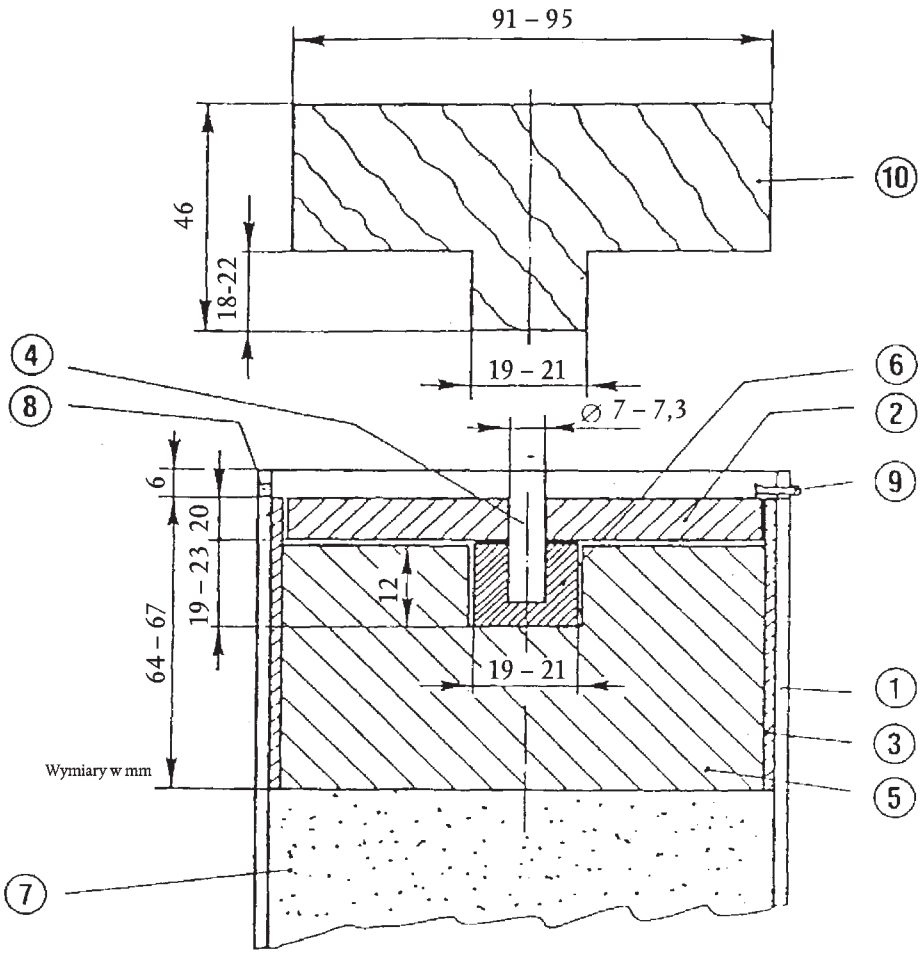
⑨ Pręt drewniany otoczony przez ④

⑩ Taśma samoprzylepna do owinięcia ④ wokół ⑨

▼B

Rysunek 2

Ładunek detonujący z centralnym punktem inicjacji



(1) Rura stalowa

(2) Krążek drewniany

(3) Cylinder z tworzywa sztucznego lub tektury

(4) Pręt drewniany

(5) Plastyczny materiał wybuchowy

(6) Sprasowana pastylka

(7) Badana próbka

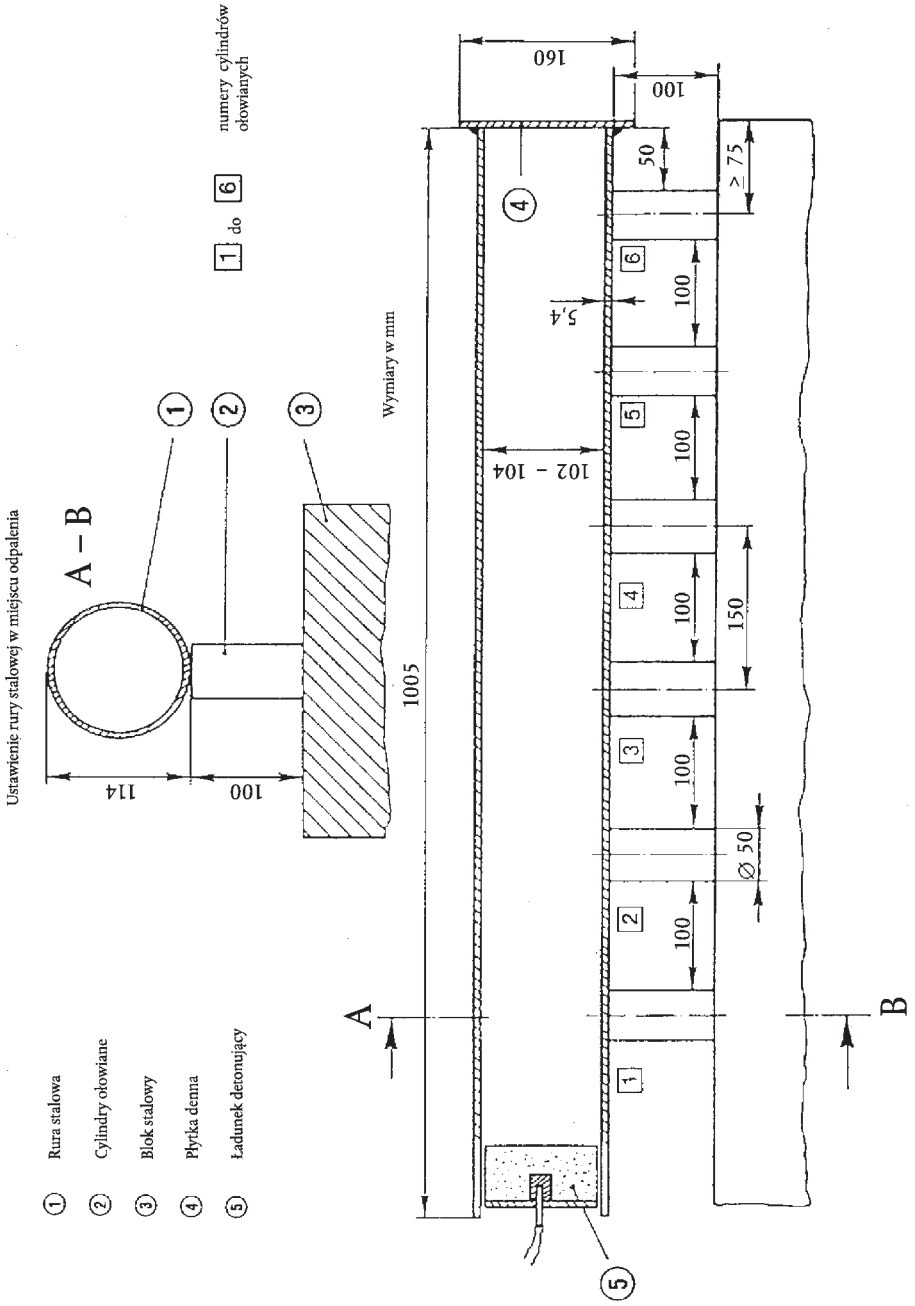
(8) Otwór o średnicy 4 mm wywiercony dla włożenia zawleczki (9)

(9) Zawleczka

(10) Stempel drewniany do (5)

▼B

Rysunek 3


Ustawienie rury stalowej w miejscu odpalenia
A – B
114
100
1 2 3
Wymiary w mm
1005
160
100
50
≥ 75
100
5,4
102 – 104
150
Ø 50
A
B
1 do 6
numery cylindrów ołowianych
① Rura stalowa
② Cylindry ołowiane
③ Blok stalowy
④ Płytka denna
⑤ Ładunek detonujący

▼B

ZAŁĄCZNIK IV

POBIERANIE PRÓBEK I METODY ANALIZ

A. METODA POBIERANIA PRÓBEK DO KONTROLI NAWOZÓW

WSTĘP

Prawidłowe pobieranie próbek jest operacją trudną, wymagającą dużej staranności. Należy przestrzegać aby próbki przeznaczone do urzędowej kontroli nawozów były wystarczająco reprezentatywne.

Metoda opisana poniżej powinna być ściśle przestrzegana przez specjalistów posiadających praktyczną znajomość standardowej procedury pobierania próbek.

1. **Cel i zakres**

Próbki przeznaczone do sprawdzania nawozu pod kątem jakości i składu, należy pobierać zgodnie z opisanymi niżej metodami. Próbki otrzymane w ten sposób będą uważane za reprezentatywne.

2. **Próbkobiorcy**

Próbki powinny być pobierane przez wyspecjalizowanych próbkobiorców, upoważnionych do tego celu przez Państwa Członkowskie.

3. **Definicje**

Partia: ilość produktu stanowiąca całość, dla której można przyjąć że ma jednorodne własności.

Próbka pierwotna: ilość produktu pobrana jednorazowo z jednego punktu partii.

Próbka ogólna: próbka otrzymana z połączenia wszystkich próbek pierwotnych pobranych z tej samej partii.

Próbka pomniejszona: reprezentatywna część próbki ogólnej otrzymana przez jej pomniejszenie.

Próbka końcowa (średnia próbka laboratoryjna): reprezentatywna część próbki pomniejszonej, przeznaczona do wykonania badań.

4. **Przyrządy**

4.1. Przyrządy do pobierania próbek powinny być wykonane z materiałów niemogących wpływać na właściwości produktów, z których będą pobierane próbki.

4.2. *Przyrządy zalecane do pobierania próbek nawozów stałych*

4.2.1. Ręczne pobieranie próbek

4.2.1.1. Szufelka do pobierania próbek o płaskim dnie i prostopadłych ściankach bocznych.

4.2.1.2. Sonda o szczelinie długiej lub z przegródkami. Wymiary sondy powinny być dostosowane do charakterystyki partii, z której będą pobierane próbki (głębokość zbiornika, wymiary worka itd.) i uziarnienia nawozu.

4.2.2. Mechaniczne pobieranie próbek

Do pobierania próbek nawozów znajdujących się w ruchu (np. na taśmociągu) mogą być używane zatwierdzone przyrządy mechaniczne.

4.2.3. Rozdzielacz mechaniczny

Aparat przeznaczony do dzielenia próbki na części o zbliżonych masach może być używany zarówno do pobierania próbek pierwotnych, jak również do przygotowywania próbek pomniejszonych i końcowych.

▼B

4.3. *Przyrządy zalecane do pobierania próbek nawozów płynnych*

4.3.1. Ręczne pobieranie próbek

Otwarta rurka, próbnik, butelka lub inny przyrząd do pobierania próbek z partii.

4.3.2. Mechaniczne pobieranie próbek

Do pobierania próbek nawozów płynnych znajdujących się w ruchu mogą być używane zatwierdzone przyrządy mechaniczne.

5. **Wymagania ilościowe**

5.1. *Partia*

Wielkość partii powinna być taka, aby można było pobierać próbki z każdej części składowej.

5.2. *Próbki pierwotne*

5.2.1 Nawozy stałe luzem lub nawozy płynne w pojemnikach przekraczających 100 kg

5.2.1.1. Partia zawierająca 2,5 tony nawozu lub mniej:

Minimalna liczba próbek pierwotnych: siedem

5.2.1.2. Partia zawierająca więcej niż 2,5 tony nawozu i nieprzekraczająca 80 ton:

Minimalna liczba próbek pierwotnych: $\sqrt{20 \times \text{ilość nawozu w partii}}$

5.2.1.3. Partia zawierająca więcej niż 80 ton nawozu:

Minimalna liczba próbek pierwotnych: czterdzieści

5.2.2 Nawozy stałe i płynne w opakowaniach nieprzekraczających 100 kg

5.2.2.1. Opakowania o zawartości powyżej 1 kg

5.2.2.1.1. Partia zawierająca mniej niż 5 opakowań:

Minimalna liczba próbek pierwotnych: liczba próbek równa liczbie opakowań w partii ([1])

5.2.2.1.2. Partia zawierająca 5 opakowań i nieprzekraczająca 16 opakowań:

Minimalna liczba próbek pierwotnych: cztery ([1])

5.2.2.1.3. Partia zawierająca 17 opakowań i nieprzekraczająca 400 opakowań:

Minimalna liczba próbek pierwotnych ([1]):

$\sqrt{(\text{liczba opakowań składających się na partię nawozu})}$

5.2.2.1.4. Partia przekraczająca 400 opakowań:

Minimalna liczba próbek pierwotnych: dwadzieścia ([1])

5.2.2.2. Opakowania o zawartości poniżej 1 kg.

Minimalna liczba próbek pierwotnych ([1]): cztery

5.3. *Próbka ogólna*

Dla jednej partii nawozu wymagana jest jedna próbka ogólna. Całkowita masa próbek pierwotnych składających się na próbkę ogólną nie może być mniejsza niż:

5.3.1. Nawozy stałe luzem i nawozy płynne w pojemnikach powyżej 100 kg 4 kg

([1]) W przypadku opakowań nieprzekraczających 1 kg, próbkę pierwotną stanowi cała zawartość opakowania.

▼B

5.3.2. Nawozy stałe i płynne w opakowaniach o zawartości 100 kg i mniej

5.3.2.1. Opakowania o zawartości powyżej 1 kg: 4 kg

5.3.2.2. Opakowania o zawartości 1 kg i mniej próbkę stanowi masa czterech opakowań

5.3.3. Nawozy na bazie azotanu amonu; próbki do testu wg załącznika III.2: 75 kg

5.4. *Próbka końcowa (średnia próbka laboratoryjna)*

Próbki końcowe otrzymuje się z próbki ogólnej przez jej pomniejszenie, jeśli to konieczne. Wymagane jest wykonanie badań co najmniej jednej próbki końcowej. Masa próbki przeznaczonej do badań nie powinna być mniejsza niż 500 g.

5.4.1. Nawozy stałe i płynne

5.4.2. Nawozy azotowe na bazie azotanu amonu

W przypadku gdy to konieczne próbka ogólna może być przekształcona w próbkę końcową przez pomniejszenie.

5.4.2.1. Minimalna masa próbki końcowej do badań wg załącznika III.1: 1 kg.

5.4.2.2. Minimalna masa próbki końcowej do badań wg załącznika III.2: 25 kg.

6. **Pobieranie, przygotowanie i pakowanie próbek**

6.1. *Uwagi ogólne*

Próbki należy pobierać i przygotowywać możliwie szybko, tak aby pozostały reprezentatywne dla partii nawozu, z której zostały pobrane. Przyrządy, a także powierzchnie oraz pojemniki przeznaczone do pobierania próbek powinny być czyste i suche.

W przypadku nawozów płynnych, jeżeli to możliwe, próbki powinny być pobierane z wcześniej wymieszanego nawozu.

6.2. *Pobieranie próbek pierwotnych*

Próbki pierwotne powinny być pobierane losowo z całej partii nawozu. Masa pobieranych próbek powinna być w przybliżeniu równa.

6.2.1. Nawozy stałe luzem lub nawozy płynne w pojemnikach powyżej 100 kg

Partię nawozu należy podzielić umownie na pewną liczbę w przybliżeniu równych części. Następnie wybrać losowo taką liczbę części, która odpowiada liczbie próbek pierwotnych podanej w (5.2). Pobrać co najmniej jedną próbkę z każdej z tych części. Jeżeli podczas pobierania próbek nawozu luzem nie jest możliwe spełnienie warunku wg (5.1), wówczas próbki należy pobierać w czasie, gdy partia znajduje się w ruchu (w czasie załadunku lub wyładunku). W tym przypadku próbki pobiera się z wybranych losowo umownych części partii, w czasie gdy są one w ruchu. Jeżeli podczas pobierania próbek nawozów ciekłych z pojemników powyżej 100 kg nie jest możliwe spełnienie warunku wg (5.1), wówczas próbki należy pobierać, w czasie gdy partia nawozu znajduje się w ruchu (w czasie załadunku lub wyładunku).

6.2.2. Nawozy stałe i płynne w opakowaniach o zawartości 100 kg i mniej

Wybrać zgodnie z (5.2) wymaganą liczbę opakowań i z każdego wybranego opakowania pobrać próbkę. Tam gdzie to konieczne, próbki można pobierać po wysypaniu nawozu z opakowania.

6.3. *Przygotowanie próbki ogólnej*

Wszystkie próbki pierwotne pobrane z partii nawozu połączyć razem i dokładnie wymieszać.

▼B

6.4. *Przygotowanie próbek końcowych (średnich próbek laboratoryjnych)*

Materiał zawarty w próbce ogólnej należy dokładnie wymieszać ([1]).

Jeżeli to konieczne, próbkę ogólną należy pomniejszyć do co najmniej 2 kg za pomocą rozdzielacza mechanicznego lub metodą kwartowania.

Następnie przygotować co najmniej trzy próbki końcowe mające w przybliżeniu taką samą masę, spełniającą wymagania wg (5.4). Każdą próbkę końcową umieścić w hermetycznym pojemniku. Należy zachować wszelkie środki ostrożności, aby uniknąć jakichkolwiek zmian pierwotnych własności próbki

Próbka końcowa do testów wg załącznika III część 1 i 2 powinna być przechowywana w temperaturze od 0 °C do 25 °C.

7. **Pakowanie próbek końcowych**

Pojemniki lub opakowania próbek końcowych powinny być czyste, suche i szczelne. Każdy pojemnik lub opakowanie należy zaopatrzyć w etykietę i pieczętować (plombować) w taki sposób, aby nie można go było otworzyć bez uszkodzenia pieczęci (plomby). Etykieta powinna być włączona do systemu zamknięcia pojemnika zawierającego próbkę.

8. **Protokół pobierania próbek**

Z każdego przeprowadzonego pobierania próbek należy sporządzić protokół pozwalający zidentyfikować partię nawozu, z której zostały pobrane próbki.

9. **Przeznaczenie próbek**

Z każdej partii nawozu, z której pobrano próbki, co najmniej jedna próbka końcowa powinna być jak najszybciej przekazana do upoważnionego laboratorium w celu przeprowadzenia badań.

B. METODY ANALIZ NAWOZÓW

(Patrz: spis treści s. 2)

Uwagi ogólne

Sprzęt laboratoryjny

W opisach metod nie określono ściśle powszechnie stosowanego sprzętu laboratoryjnego, z wyjątkiem rozmiarów kolb i pipet. We wszystkich przypadkach sprzęt laboratoryjny powinien być dokładnie oczyszczony, zwłaszcza wtedy gdy mają być oznaczane małe ilości pierwiastków.

Badania kontrolne

Przed wykonaniem analiz należy upewnić się czy cały sprzęt działa prawidłowo i czy technika analityczna jest stosowana poprawnie, użyć, tam gdzie jest to właściwe, związków chemicznych o znanym składzie (np. siarczan amonu, monofosforan potasu, itd.). Tym niemniej jeżeli technika wykonania analiz nie będzie ściśle przestrzegana, otrzymane wyniki analizowanych nawozów mogą wykazywać niewłaściwy skład chemiczny. Z drugiej strony, pewna liczba oznaczeń to oznaczania empiryczne i dotyczące produktów o złożonym składzie chemicznym. Zaleca się aby tam gdzie to możliwe laboratoria stosowały znormalizowane nawozy mineralne jako wzorce o ściśle określonym składzie.

Postanowienia ogólne dotyczące metod analizowania nawozów

1. Odczynniki

Jeżeli nie podano inaczej, to w metodach analiz stosowane odczynniki powinny mieć stopień czystości cz.d.a. Tam gdzie będą analizowane mikroskładniki pokarmowe, czystość odczynników powinna być sprawdzona za pomocą próby ślepej. W zależności od uzyskanego wyniku może okazać się konieczne przeprowadzenie dalszego oczyszczania

([1]) Wszelkie zbrylenia należy rozdrobnić i w razie potrzeby oddzielić.

▼B

2. Woda

Operacje rozpuszczania, rozcieńczania, płukania i przemywania, wyszczególnione w metodach analiz bez dokładnego podawania charakteru rozpuszczalnika czy rozcieńczalnika, wymagają użycia wody. Woda powinna być zdemineralizowana lub destylowana.

3. Sprzęt laboratoryjny

Aparaturę opisaną w metodach analiz ogranicza się do wyszczególnienia instrumentów i aparatów specjalnych lub spełniających szczególne wymagania. Wyposażenie powinno być czyste, szczególnie tam, gdzie oznacza się małe ilości składników. Laboratorium powinno zapewnić dokładność stosowanego pomiarowego szkła laboratoryjnego używanego do sprawdzania wzorców.

▼M7

Metoda 1

Przygotowanie próbki do badań

EN 1482-2: Nawozy i środki wapnujące – Pobranie i przygotowanie próbki – Część 2: Przygotowanie próbki

▼B

Metody 2

Azot

▼M7

Metoda 2.1

Oznaczanie azotu amonowego

EN 15475: Nawozy – Oznaczanie azotu amonowego.

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

▼B

Metoda 2.2

Oznaczanie azotu azotanowego i amonowego

▼M7

Metoda 2.2.1

Oznaczanie azotu azotanowego i amonowego według Ulscha

EN 15558: Nawozy – Oznaczanie azotu azotanowego i amonowego według Ulscha

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

Metoda 2.2.2

Oznaczanie azotu azotanowego i amonowego według Arnda

EN 15559: Nawozy – Oznaczanie azotu azotanowego i amonowego według Arnda

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

Metoda 2.2.3

Oznaczanie azotu azotanowego i amonowego według Devarda

EN 15476: Nawozy – Oznaczanie azotu azotanowego i amonowego według Devarda

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

▼B

Metody 2.3

Oznaczanie azotu całkowitego

▼M7

Metoda 2.3.1

Oznaczanie azotu całkowitego w cyjanamidzie wapnia w nieobecności azotanów

EN 15560: Nawozy – Oznaczanie azotu całkowitego w cyjanamidzie wapnia w nieobecności azotanów

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

Metoda 2.3.2

Oznaczanie azotu całkowitego w cyjanamidzie wapnia zawierającym azotany

EN 15561: Nawozy – Oznaczanie azotu całkowitego w cyjanamidzie wapnia zawierającym azotany

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

Metoda 2.3.3

Oznaczanie azotu całkowitego w moczniku

EN 15478: Nazwa – Oznaczanie azotu całkowitego w moczniku

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

Metoda 2.4

Oznaczanie azotu cyjanamidowego

EN 15562: Nawozy – Oznaczanie azotu cyjanamidowego

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

Metoda 2.5

Spektrofotometryczne oznaczanie biuretu w moczniku

EN 15479: Nawozy – Spektrofotometryczne oznaczanie biuretu w moczniku

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

▼B

Metody 2.6

Oznaczanie różnych postaci azotu w tej samej próbce

▼M7

Metoda 2.6.1

Oznaczanie różnych postaci azotu w tej samej próbce nawozów zawierających azot: azotanowy, amonowy, amidowy i cyjanamidowy

EN 15604: Nawozy – Oznaczanie różnych postaci azotu w tej samej próbce nawozów zawierających azot: azotanowy, amonowy, amidowy i cyjanamidowy

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

▼M8

Metoda 2.6.2

Oznaczanie zawartości azotu całkowitego w nawozach zawierających wyłącznie azot azotanowy, amonowy i amidowy dwoma różnymi metodami

EN 15750: Nawozy. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego w nawozach zawierających wyłącznie azot azotanowy, amonowy i amidowy dwoma różnymi metodami

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

▼M8

Metoda 2.6.3

Oznaczanie produktów kondensacji mocznika z wykorzystaniem wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC) – izobutylidenodimocznik i krotonylidenodimocznik (metoda A) oraz oligomery metyleno-mocznikowe (metoda B)

EN 15705: Nawozy. Oznaczanie produktów kondensacji mocznika z wykorzystaniem wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC) – izobutylidenodimocznik i krotonylidenodimocznik (metoda A) oraz oligomery metyleno-mocznikowe (metoda B)

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

▼B

Metody 3

Fosfor

Metody 3.1

Metody ekstrakcji

▼M9

Metoda 3.1.1

Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w kwasach mineralnych

EN 15956: Nawozy – Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w kwasach mineralnych

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 3.1.2

Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w 2 % kwasie mrówkowym

EN 15919: Nawozy – Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w 2 % kwasie mrówkowym

Niniejsza metoda analizy nie została poddana badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 3.1.3

Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w 2 % kwasie cytrynowym

EN 15920: Nawozy – Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w 2 % kwasie cytrynowym

Niniejsza metoda analizy nie została poddana badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 3.1.4

Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w obojętnym cytrynianie amonu

EN 15957: Nawozy – Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w obojętnym cytrynianie amonu

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu międzylaboratoryjnemu.

▼B

Metody 3.1.5

Ekstrakcja fosforu alkalicznym roztworem cytrynianu amonu

▼M9

Metoda 3.1.5.1

Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego wg Petermanna w temperaturze 65 °C

EN 15921: Nawozy – Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego wg Petermanna w temperaturze 65 °C

Niniejsza metoda analizy nie została poddana badaniu międzylaboratoryjnemu.

▼M9

Metoda 3.1.5.2

Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego wg Petermanna w temperaturze otoczenia

EN 15922: Nawozy – Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego wg Petermanna w temperaturze otoczenia

Niniejsza metoda analizy nie została poddana badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 3.1.5.3

Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w alkalicznym cytrynianie amonu wg Joulie

EN 15923: Nawozy – Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w alkalicznym cytrynianie amonu wg Joulie

Niniejsza metoda analizy nie została poddana badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 3.1.6

Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w wodzie

EN 15958: Nawozy – Ekstrakcja fosforu rozpuszczalnego w wodzie

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 3.2

Oznaczanie wyekstrahowanego fosforu

EN 15959: Nawozy – Oznaczanie wyekstrahowanego fosforu

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu międzylaboratoryjnemu.

▼B

Metoda 4

Potas

▼M7

Metoda 4.1

Oznaczanie zawartości potasu rozpuszczalnego w wodzie

EN 15477: Nawozy – Oznaczanie potasu rozpuszczalnego w wodzie

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

▼B

Metoda 5

▼M8

Dwutlenek węgla

Metoda 5.1

Oznaczanie dwutlenku węgla – część I: metoda dla nawozów stałych

EN 14397-1: Nawozy i środki wapnujące. Oznaczanie dwutlenku węgla. Część I: metoda dla nawozów stałych

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

▼B

Metoda 6

Chlor

Metoda 6.1

Oznaczanie zawartości chlorków pod nieobecność substancji organicznej

1. **Dziedzina**

Niniejszy dokument określa metodę oznaczania chlorków pod nieobecność substancji organicznych.

2. **Zakres stosowania**

Wszystkie nawozy, które niezawierają substancji organicznych.

3. **Zasada metody**

Chlorki rozpuszczone w wodzie wytrąca się w środowisku kwaśnym nadmiarem mianowanego roztworu azotanu srebra. Nadmiar azotanu srebra odmiareczkowuje się roztworem tiocyjanianu amonu w obecności siarczanu żelazowo-amonowego (metoda Volharda).

4. **Odczynniki**

Woda destylowana lub zdemineralizowana niezawierająca chlorków.

4.1. Nitrobenzen lub eter dietylowy

4.2. Kwas azotowy o stężeniu: 10 mol/l

4.3. *Roztwór wskaźnika*

Rozpuścić w wodzie 40 g siarczanu żelazowo-amonowego, $Fe_2(SO_4)_3.(NH_4)_2SO_4.24H_2O$, i dopełnić do 1 litra.

4.4. *Azotan srebra, roztwór mianowany o stężeniu 0,1 mol/l*

Przygotowanie

Związek jest higroskopijny i nie można go suszyć bez ryzyka rozkładu, dlatego zaleca się odważyć około 9 g tiocyjanianu amonu, rozpuścić w wodzie i dopełnić do objętości 1 l. Stężenie roztworu ustalić przez miareczkowanie mianowanym roztworem azotanu srebra o stężeniu 0,1 mol/l.

5. **Aparatura**

5.1. Wstrząsarka obrotowa (35 do 40 obrotów na minutę)

5.2. Biurety

5.3. Kolba pomiarowa o pojemności 500 ml

5.4. Kolba stożkowa (Erlenmeyera) o pojemności 250 ml

6. **Przygotowanie próbki**

Patrz: metoda 1.

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Przygotowanie roztworu próbki*

Umieścić 5 g próbki odważonej z dokładnością do 0,001 g w kolbie pomiarowej o pojemności 500 ml i dodać 450 ml wody. Mieszać przez 0,5 godz. na wstrząsarce (5.1), uzupełnić wodą destylowaną do 500 ml, wymieszać i przesączyć do zlewki.

7.2. *Oznaczanie*

Do kolby Erlenmeyera o pojemności 300 ml pobrać porcję przesączu zawierającą nie więcej niż 0,150 g chlorków, na przykład 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g), lub 100 ml (1 g). Jeśli pobrana porcja jest mniejsza niż 50 ml, wówczas objętość należy uzupełnić wodą destylowaną do 50 ml.

Dodać 5 ml roztworu kwasu azotowego o stężeniu 10 mol/l (4.2.), 20 ml roztworu wskaźnika (4.3.) i dwie krople mianowanego roztworu tiocyjanianu amonu, który odmierza się biuretą ustawioną na zero.

▼B

Następnie biuretą dodać mianowanego roztworu azotanu srebra (4.4.) w nadmiarze 2–5 ml. Dodać 5 ml nitrobenzenu lub 5 ml eteru dietylowego (4.1.) i dobrze wstrząsnąć, aby spowodować aglomerację osadu. Nadmiar azotanu srebra odmiareczkować mianowanym roztworem tiocyjanianu amonu o stężeniu 0,1 mol/l (4.5.) do pojawienia się barwy czerwonobrązowej, która utrzymuje się po lekkim potrząśnięciu kolbą.

Uwaga:

Nitrobenzen lub eter dietylowy (ale przede wszystkim nitrobenzen) zapobiegają reakcji chlorku srebra z jonami tiocyjanianu. W ten sposób uzyskuje się wyraźną zmianę koloru.

7.3. *Ślepa próba*

W takich samych warunkach przeprowadzić oznaczanie w próbie ślepej (pomijając próbkę) i jej wynik uwzględnić przy obliczaniu wyniku końcowego.

7.4. *Próba kontrolna*

Przed przeprowadzaniem oznaczeń sprawdzić dokładność metody, używając porcji świeżo przygotowanego roztworu chlorku potasu zawierającej około 100 mg chlorków.

8. **Wyrażanie wyników**

Wynik analizy przedstawić jako procentową zawartość chlorków w próbce wziętej do analizy.

Procentową zawartość chlorków obliczyć ze wzoru:

$$\%\ \text{chlorkúw} = 0,003546 \times \frac{(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M}$$

gdzie:

V_z = liczba mililitrów mianowanego roztworu azotanu srebra o stężeniu 0,1 mol/l,

V_{cz} = liczba mililitrów mianowanego roztworu azotanu srebra o stężeniu 0,1 mol/l zużyta w próbie ślepej,

V_a = liczba mililitrów mianowanego roztworu tiocyjanianu amonu o stężeniu 0,1 mol/l,

V_{ca} = liczba mililitrów mianowanego roztworu tiocyjanianu amonu o stężeniu 0,1 mol/l zużyta w próbie ślepej,

M = masa, w gramach, próbki w pobranej porcji roztworu (7.2).

Metody 7

Stopień rozdrobnienia

▼M9

Metoda 7.1

Oznaczanie stopnia rozdrobnienia (metoda na sucho)

EN 15928: Nawozy – Oznaczanie stopnia rozdrobnienia (metoda na sucho)

Niniejsza metoda analizy nie została poddana badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 7.2

Oznaczanie stopnia rozdrobnienia fosforytów miękkich

EN 15924: Nawozy – Oznaczanie stopnia rozdrobnienia fosforytów miękkich

Niniejsza metoda analizy nie została poddana badaniu międzylaboratoryjnemu.

▼B

Metody 8

Drugorzędne składniki pokarmowe

▼M9

Metoda 8.1

Ekstrakcja całkowitego wapnia, całkowitego magnezu, całkowitego sodu i całkowitej siarki obecnej w postaci siarczanów

EN 15960: Nawozy – Ekstrakcja całkowitego wapnia, całkowitego magnezu, całkowitego sodu i całkowitej siarki obecnej w postaci siarczanów

Niniejsza metoda analizy nie została poddana badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 8.2

Ekstrakcja siarki całkowitej obecnej w różnych postaciach

EN 15925: Nawozy – Ekstrakcja siarki całkowitej obecnej w różnych postaciach

Niniejsza metoda analizy nie została poddana badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 8.3

Ekstrakcja rozpuszczalnego w wodzie wapnia, magnezu, sodu i siarki obecnej w postaci siarczanów

EN 15961: Nawozy – Ekstrakcja rozpuszczalnego w wodzie wapnia, magnezu, sodu i siarki obecnej w postaci siarczanów

Niniejsza metoda analizy nie została poddana badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 8.4

Ekstrakcja siarki rozpuszczalnej w wodzie, występującej w różnych postaciach

EN 15926: Nawozy – Ekstrakcja siarki rozpuszczalnej w wodzie, występującej w różnych postaciach

Niniejsza metoda analizy nie została poddana badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 8.5

Ekstrakcja i oznaczanie siarki elementarnej

EN 16032: Nawozy – Ekstrakcja i oznaczanie siarki elementarnej

Niniejsza metoda analizy nie została poddana badaniu międzylaboratoryjnemu.

▼B

Metoda 8.6

Manganometryczne oznaczanie wyekstrahowanego wapnia wytrąconego w postaci szczawianu

1. **Dziedzina**

Niniejszy dokument określa metodę oznaczania wapnia w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Metodę stosuje się do nawozów WE, dla których w załączniku I przewidziane jest deklarowanie zawartości wapnia całkowitego i/lub rozpuszczalnego w wodzie.

▼M4

3. **Zasada**

Wytrącenie wapnia zawartego w porcji roztworu po ekstrakcji w postaci szczawianu, a po wydzieleniu i rozpuszczeniu tego ostatniego, przez miareczkowanie kwasu szczawiowego nadmanganianem potasu.

▼B

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy, roztwór rozcieńczony*

Zmieszać jedną objętość kwasu chlorowodorowego (d_{20} = 1,18 g/ml) z jedną objętością wody.

4.2. *Kwas siarkowy, roztwór rozcieńczony (1:10)*

Zmieszać jedną objętość kwasu siarkowego (d_{20} = 1,84 g/ml) z dziesięcioma objętościami wody.

4.3. *Amoniak, roztwór rozcieńczony (1:1)*

Zmieszać jedną objętość amoniaku (d_{20} = 0,88 g/ml) z jedną objętością wody.

4.4. Szczawian amonu $(NH_4)_2C_2O_4.H_2O$, roztwór nasycony w temperaturze otoczenia (około 40 g/l)

4.5. Kwas cytrynowy, roztwór o stężeniu 30 % (m/v)

4.6. Chlorek amonu, roztwór o stężeniu 5 % (m/v)

4.7. Błękit bromotymolowy – wskaźnik, roztwór o stężeniu 0,1 % (m/v) w 95 % etanolu

4.8. Zieleń bromokrezolowa – wskaźnik, roztwór o stężeniu 0,04 % (m/v) w 95 % etanolu

4.9. Nadmanganian potasu, roztwór mianowany o stężeniu 0,02 mol/l

5. **Aparatura**

5.1. Tygiel filtracyjny ze spiekiem szklanym o porowatości 5–20 μm

5.2. Łaźnia wodna

6. **Przygotowanie porcji roztworu próbki do analizy**

Pipetą pobrać porcję roztworu po ekstrakcji, otrzymanego wg Metody 8.2 lub 8.3, zawierającą 15–50 miligramów Ca (tj. 21-70 miligramów CaO). Objętość porcji oznaczyć jako v_2. Przenieść do zlewki o pojemności 400 ml. Jeśli to konieczne, zobojętnić kilkoma kroplami roztworu amoniaku (4.3) [zmiana barwy wskaźnika (4.7) z zielonego na niebieski].

Dodać 1 ml roztworu kwasu cytrynowego (4.5) i 5 mililitrów roztworu chlorku amonu (4.6).

7. **Wytrącanie szczawianu wapnia**

Dodać około 100 ml wody. Doprowadzić do wrzenia, dodać 8–10 kropli roztworu wskaźnika (4.8) i powoli 50 ml gorącego roztworu szczawianu amonu (4.4). Jeśli powstanie osad, rozpuścić go, dodając kilka kropli kwasu chlorowodorowego (4.1). Zobojętniać bardzo powoli roztworem amoniaku (4.3), do pH 4,4-4,6 (zmiana barwy wskaźnika (4.8) z zielonego na niebieski), cały czas mieszając. Umieścić zlewkę na wrzącej łaźni wodnej (5.2) na około 30 min.

Zdjąć zlewkę z łaźni, odstawić na 1 godz. i przesączyć przez tygiel (5.1).

8. **Miareczkowanie wytrąconego szczawianu**

Przemyć zlewkę i tygiel do całkowitego usunięcia nadmiaru szczawianu amonu (można to sprawdzić reakcją na obecność chlorków w wodzie z przemywania). Umieścić tygiel w zlewce o pojemności 400 ml i rozpuścić osad w 50 ml gorącego roztworu kwasu siarkowego (4.2). Do zlewki dodać tyle wody, aby uzupełnić objętość do około 100 ml. Podgrzać do temperatury 70–80°C i miareczkować, kropla po kropli, mianowanym roztworem nadmanganianu potasu (4.9) do momentu, gdy różowe zabarwienie roztworu będzie się utrzymywało co najmniej przez 1 minutę. Zużytą objętość roztworu nadmanganianu potasu oznaczyć jako n.

▼B

9. **Wyrażanie wyników**

Zawartość wapnia (Ca) w nawozie jest następująca:

$$Ca\ (\%) = n \times 0,2004 \times \frac{t}{0,02} \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

gdzie:

n = ilość roztworu nadmanganianu potasu zużyta do miareczkowania, ml,

m = masa badanej próbki, g,

v_2 = objętość porcji, ml,

v_1 = objętość roztworu po ekstrakcji, ml,

t = stężenie roztworu nadmanganianu potasu, mol/l.

CaO (%) = Ca (%) × 1,400

Metoda 8.7

Oznaczanie zawartości magnezu metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej

1. **Dziedzina**

W niniejszym dokumencie określono metodę oznaczania magnezu w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Metodę stosuje się do ekstraktów nawozów WE otrzymanych wg metod 8.1 i 8.3, dla których wymagane jest podanie zawartości magnezu całkowitego i/lub magnezu rozpuszczalnego w wodzie, z wyjątkiem nawozów wymienionych w załączniku I D zawierających drugorzędne składniki odżywcze:

— typ 4 (kizeryt),

— typ 5 (siarczan magnezu) i typ 5.1 (roztwór siarczanu magnezu),

— z wyjątkiem następujących nawozów wymienionych w załączniku I A 3 dotyczących nawozów potasowych:

— typ 7 (kizeryt z siarczanem potasu),

— do którego stosuje się metodę 8.8.

Metoda podana poniżej odnosi się do wszystkich ekstraktów nawozowych zawierających pierwiastki w ilościach, które mogą zakłócić kompleksometryczne oznaczanie magnezu.

3. **Zasada**

Oznaczanie magnezu metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej po odpowiednim rozcieńczeniu ekstraktu.

4. **Odczynniki**

4.1. Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu 1 mol/l

4.2. Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu 0,5 mol/l

4.3. *Wzorcowy roztwór magnezu, o stężeniu 1,00 mg/ml*

4.3.1. Rozpuścić 1,013 g siarczanu magnezu ($MgSO_4.7H_2O$) w roztworze kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2)

4.3.2. Odważyć 1,658 g tlenku magnezu (MgO), uprzednio wyprażonego, w celu usunięcia śladów dwutlenku węgla. Umieścić w zlewce zawierającej 100 ml wody i 120 ml kwasu chlorowodorowego o stężeniu 1 mol/l (4.1). Po rozpuszczeniu zdekantować ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dopełnić do kreski wodą i wymieszać.

albo

▼B

4.3.3. Handlowy roztwór wzorcowy

Laboratorium ma obowiązek zbadać takie roztwory.

4.4. *Roztwór chlorku strontu*

Rozpuścić 75 g chlorku strontu ($SrCl_2.6H_2O$) w roztworze kwasu chlorowodorowego (4.2) i dopełnić tym samym roztworem kwasu do objętości 500 ml.

5. **Aparatura**

Spektrometr absorpcji atomowej z lampą magnezową, nastawiony na długość fali 285,2 nm.

Płomień powietrze-acetylen.

6. **Przygotowanie próbki do badań**

Patrz: metody 8.1 i 8.3.

7. **Sposób postępowania**

7.1. Jeśli nawóz zawiera powyżej 6 % magnezu (Mg) (tj. 10 % jako MgO), pobrać 25 ml (V_1) roztworu ekstrakcyjnego (6). Przenieść do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml, dopełnić do kreski wodą i wymieszać. Współczynnik rozcieńczenia wynosi $D_1 = 100/V_1$.

7.2. Pobrać pipetą 10 ml roztworu ekstrakcyjnego (6) lub roztworu (7.1). Przenieść do kolby pomiarowej o pojemności 200 ml, dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i wymieszać. Współczynnik rozcieńczenia wynosi 200/10.

7.3. Rozcieńczyć roztwór (7.2) roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2), tak aby uzyskać stężenie w optymalnym zakresie roboczym spektrometru (5). V_2 jest objętością próbki w 100 ml. Współczynnik rozcieńczenia wynosi $D_2 = 100/V_2$.

Roztwór końcowy powinien zawierać 10 % (v/v) roztworu chlorku strontu (4.4).

7.4. *Przygotowanie roztworu próby ślepej*

Próbę ślepą przygotować, powtarzając cały sposób postępowania od ekstrakcji (metoda 8.1 lub 8.3) z pominięciem dodatku próbki badanego nawozu.

7.5. *Przygotowanie roztworów wzorcowych*

Przygotować co najmniej pięć roztworów o rosnącym stężeniu w granicach optymalnego zakresu pomiarowego aparatu (5), rozcieńczając roztwór wzorcowy (4.3) kwasem chlorowodorowym o stężeniu 0,5 mol/l.

Każdy z roztworów powinien zawierać 10 % (v/v) roztworu chlorku strontu (4.4).

7.6. *Pomiar*

Nastawić spektrometr (5) na długość fali 285,2 nm.

Zasysać kolejno: roztwory wzorcowe (7.5), roztwór próbki (7.3.) oraz roztwór próby ślepej (7.4), przemywając aparat roztworem, który ma być mierzony jako następny. Każdą operację powtórzyć trzy razy. Wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych średnie wartości absorbancji dla każdego roztworu wzorcowego (7.5), a na osi odciętych odpowiadające im stężenie magnezu w µg/ml. Z krzywej wzorcowej odczytać stężenie magnezu (X_s) w próbce badanej (7.3) i stężenie magnezu (X_b) w próbie ślepej (7.4).

8. **Wyrażanie wyników**

Zawartość magnezu (Mg) lub tlenku magnezu (MgO) w próbce obliczyć z krzywej wzorcowej uwzględniając wartość ślepej próby.

▼B

Zawartość magnezu, w procentach masowych, obliczyć ze wzoru:

$$\text{Mg}\ (\%) = \frac{(X_s - X_b)\ D_1 (200/10)\ D_2 500,100}{1000.1000\ M}$$

gdzie:

x_s = stężenie magnezu w roztworze do badań, µg/ml

x_b = stężenie magnezu w próbie ślepej, µg/ml

D_1 = współczynnik rozcieńczenia, gdy roztwór przygotowywano wg (7.1) jest równy:

— (chk)4, jeśli pobrano 25 ml.

— 1, jeśli roztwór nie jest rozcieńczony.

— D_2 = współczynnik rozcieńczenia zgodnie z (7.3).

— M = masa badanej próbki, g.

— MgO (%) = Mg (%)/0,6.

Metoda 8.8

Oznaczanie magnezu metodą kompleksometryczną

1. **Dziedzina**

Niniejszy dokument określa metodę oznaczania magnezu w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Metodę stosuje się do następujących ekstraktów nawozów WE, dla których oznaczanie zawartości magnezu całkowitego i/lub magnezu rozpuszczalnego w wodzie, jest przewidziane:

— nawozy wymienione w załączniku I: proste nawozy azotowe typ 1b + 1c (azotan wapnia i magnezu), typ 7 (siarczanoazotan magnezu), typ 8 (nawozy azotowe z magnezem); proste nawozy potasowe, typ 2 (wzbogacony kainit), typ 4 (chlorek potasu z dodatkiem soli magnezu), typ 6 (siarczan potasu zawierający sole magnezu),

— nawozy wymienione w załączniku I D, zawierające drugorzędne składniki pokarmowe.

3. **Zasada metody**

Magnez ekstrahuje się wg metod 8.1 i/lub 8.3. Najpierw miareczkuje się wapń i magnez roztworem EDTA w obecności czerni eriochromowej-T. Następnie miareczkuje się wapń za pomocą roztworu EDTA w obecności kalceiny lub kwasu kalkono-karboksylowego. Magnez oznacza się z różnicy miareczkowań.

4. **Odczynniki**

4.1. *Roztwór wzorcowy magnezu, o stężeniu 0,05 mol/l:*

4.1.1. Rozpuścić 1,232 g siarczanu magnezu ($MgSO_4.7H_2O$) w roztworze kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.11) i dopełnić do 100 ml tym samym roztworem kwasu

lub

4.1.2. Odważyć 2,016 g tlenku magnezu, uprzednio wyprażonego, w celu usunięcia śladów dwutlenku węgla. Umieścić w zlewce zawierającej 100 ml wody.

Dodać, mieszając, 120 ml roztworu kwasu chlorowodorowego o stężeniu około 1 mol/l (4.12).

▼B

Po rozpuszczeniu przenieść ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dopełnić do kreski wodą i wymieszać.

1 mililitr tych roztworów powinien zawierać 1,216 miligramów Mg (tj. 2,016 mg MgO).

Za badanie stężenia tego roztworu wzorcowego odpowiedzialne jest laboratorium.

4.2. *Wersenian dwusodowy (EDTA), roztwór o stężeniu 0,05 mol/l*

Odważyć 18,61 g dwuwodnej dwusodowej soli kwasu etylenodiaminotetraoctowego ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8.2H_2O$), umieścić w zlewce o pojemności 1 000 ml i rozpuścić w 600-800 ml wody. Przenieść roztwór ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Miano roztworu nastawić na roztwór wzorcowy magnezu (4.1), pobierając 20 ml roztworu wzorcowego i miareczkując zgodnie z (7.2).

1 ml roztworu EDTA powinien odpowiadać 1,216 mg Mg (tj. 2,016 mg MgO) i 2,004 mg Ca (tj. 2,804 mg CaO) (patrz: uwagi 10.1 i 10.6).

4.3. *Roztwór wzorcowy wapnia, o stężeniu 0,05 mol/l*

Odważyć 5,004 g suchego węglanu wapnia. Umieścić w zlewce zawierającej 100 ml wody. Stopniowo dodawać, mieszając, 120 ml roztworu kwasu chlorowodorowego o stężeniu około 1 mol/l (4.12).

Doprowadzić do wrzenia w celu odpędzenia dwutlenku węgla, schłodzić. Przenieść ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 1 l, dopełnić do kreski wodą i wymieszać. Miano roztworu ustalić, stosując roztwór EDTA (4.2) postępując zgodnie z (8.3). 1 ml tego roztworu powinien zawierać 2,004 mg Ca (tj. 2,804 mg CaO) i powinien odpowiadać 1 ml roztworu EDTA (4.2) o stężeniu 0,05 mol/l.

4.4. *Kalceina, wskaźnik*

W moździerzu starannie wymieszać 1 g kalceiny ze 100 g chlorku sodowego. Do oznaczania stosować po 10 mg tej mieszaniny. Wskaźnik zmienia barwę z zielonej na pomarańczową. Miareczkowanie należy prowadzić do uzyskania barwy czysto pomarańczowej bez odcienia zieleni.

4.5. *Kwas kalkowo-karboksylowy, wskaźnik*

Rozpuścić 400 mg kwasu kalkono-karboksylowego w 100 ml metanolu. Roztwór ten można przechowywać tylko przez około 4 tygodnie. Do oznaczania stosować po trzy krople roztworu. Wskaźnik zmienia barwę z czerwonej na niebieską. Miareczkowanie należy prowadzić do uzyskania barwy czysto niebieskiej bez odcienia czerwieni.

4.6. *Czerń eriochromowa-T, wskaźnik*

Rozpuścić 300 mg czerni eriochromowej-T w mieszaninie 25 ml propanolu-1 i 15 ml trietanoloaminy. Roztwór można być przechowywać tylko przez około 4 tygodnie. Do oznaczania stosować po trzy krople tego roztworu. Wskaźnik zmienia barwę z czerwonej na niebieską; miareczkowanie należy prowadzić do uzyskania barwy czysto niebieskiej bez odcienia czerwieni. Wskaźnik zmienia barwę tylko w obecności magnezu. Jeśli trzeba, dodać 0,1 ml roztworu wzorcowego (4.1).

Jeżeli obecny jest zarówno wapń, jak i magnez, EDTA tworzy najpierw związek kompleksowy z wapniem, a następnie z magnezem. W takim przypadku oznacza się sumę obydwu pierwiastków.

4.7. *Roztwór cyjanku potasu*

Cyjanek potasu (KCN), roztwór wodny o stężeniu 2 %. (Nie napełniać pipety ustami; patrz: 10.7)

4.8. *Roztwór wodorotlenku potasu i cyjanku potasu*

Rozpuścić 280 g wodorotlenku potasu i 66 g cyjanku potasu w wodzie, dopełnić wodą do 1 litra i wymieszać.

▼B

4.9. *Roztwór buforowy o pH 10,5*

W kolbie pomiarowej o pojemności 500 ml rozpuścić 33 g chlorku amonu w 200 ml wody, dodać 250 ml roztworu amoniaku (d_{20} = 0,91 g/ml), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Regularnie sprawdzać pH roztworu.

4.10. Kwas chlorowodorowy, roztwór rozcieńczony

Zmieszać jedną objętość kwasu chlorowodorowego (d_{20} = 1,18g/ml) z jedną objętością wody.

4.11. Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 0,5 mol/l

4.12. Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 1 mol/l

4.13. Wodorotlenek sodu, roztwór o stężeniu 5 mol/l

5. **Aparatura**

5.1. Mieszadło magnetyczne lub mechaniczne

5.2. Pehametr

6. **Próba kontrolna**

Oznaczanie przeprowadzić w porcjach roztworów (4.1 i 4.3) tak, aby stosunek Ca/Mg był mniej więcej taki jak w roztworze do analizy. W tym celu pobrać (a) ml roztworu wzorcowego wapnia (4.3) i (b–a) ml roztworu wzorcowego (4.1) (a) i (b) są to ilości mililitrów roztworu EDTA, użyte w dwóch miareczkowaniach przeprowadzonych na roztworze do analizy. Procedura ta jest poprawna tylko wtedy, gdy roztwory EDTA, wapnia i magnezu mają dokładnie te same stężenia. Jeśli tak nie jest, należy przeprowadzić korekty.

7. **Przygotowanie roztworu do analizy**

Patrz: metody 8.1 i 8.3.

8. **Oznaczanie**

8.1. *Pobieranie porcji roztworu próbki do badań*

Porcja roztworu próbki powinna zawierać 9–18 mg magnezu (tj. 15–30 mg MgO).

8.2. *Miareczkowanie w obecności czerni eriochromowej-T*

Pobrać pipetą porcję roztworu do badań (8.1) do zlewki o pojemności 400 ml. Używając pehametru, zobojętnić nadmiar kwasu roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 5 mol/l (4.13). Rozcieńczyć wodą do około 100 ml. Dodać 5 ml roztworu buforowego (4.9). Wartość pH mierzone pehametrem powinno wynieść 10,5 ± 0,1. Dodać 2 ml roztworu cyjanku potasu (4.7) i 3 krople czerni eriochromowej-T (4.6). Miareczkować roztworem EDTA (4.2) łagodnie mieszając mieszadłem (5.1). Oznaczyć jako „b” ilość mililitrów roztworu EDTA o stężeniu 0,05 mol/l zużytą do miareczkowania.

8.3. *Miareczkowanie w obecności kalceiny lub kwasu kalkono-karboksylowego*

Pobrać pipetą porcję roztworu do badań, równą pobranej w miareczkowaniu opisanym wyżej, i umieścić w zlewce o pojemności 400 ml. Używając pehametru, zobojętnić nadmiar kwasu roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 5 mol/l (4.13). Rozcieńczyć wodą do około 100 ml. Dodać 10 ml roztworu wodorotlenku potasu i cyjanku potasu (4.8) i wskaźnik (4.4 lub 4.5). Łagodnie mieszając mieszadłem (5.1) miareczkować roztworem EDTA (4.2).(patrz: 10.2; 10.3 i 10.4). Oznaczyć jako „ilość” ilość mililitrów roztworu EDTA o stężeniu 0,05 mol/l zużytą do miareczkowania.

▼B

9. **Wyrażanie wyników**

Dla nawozów WE, do których stosuje się tę metodę (5 g nawozu w 500 ml ekstraktu), procentowa zawartość w nawozie jest następująca:

$$\text{MgO (\%) w nawozie} = \frac{(b - a) \times T}{M}$$

$$\text{Mg (\%) w nawozie} = \frac{(b - a) \times T'}{M}$$

gdzie:

a = ilość roztworu EDTA o stężeniu 0,05 mol/l zużyta do miareczkowania w obecności kalceiny lub kwasu kalkono-karboksylowego, ml,

b = ilość roztworu EDTA o stężeniu 0,05 mol/l zużyta do miareczkowania w obecności czerni eriochromowej-T, ml,

M = masa próbki zawarta w pobranej porcji roztworu, g,

T = 0,2016 × molowość roztworu EDTA/0,05 (patrz: 4.2),

T = 0,1216 × molowość roztworu EDTA /0,05 (patrz: 4.2).

10. **Uwagi**

10.1. Stosunek stechiometryczny EDTA: metal w analizach kompleksometrycznych wynosi zawsze 1:1, niezależnie od wartościowości metalu i faktu, że EDTA jest czterowartościowy. Roztwór EDTA do miareczkowania oraz roztwory wzorcowe będą, więc molowe, a nie normalne.

10.2. Wskaźniki kompleksometryczne są często wrażliwe na powietrze. Roztwór może stracić barwę podczas miareczkowania. W takim przypadku należy dodać jedną lub dwie krople wskaźnika. Odnosi się to szczególnie do czerni eriochromowej-T i kwasu kalkono-karboksylowego.

10.3. Związki kompleksowe metal-wskaźnik są często stosunkowo trwałe i zmiana barwy może następować powoli. Pod koniec miareczkowania roztwór EDTA należy dodawać powoli, a następnie dodać kroplę roztworu magnezu (4.1) lub wapnia (4.3), aby sprawdzić czy nie nastąpiła zmiana barwy. Odnosi się to szczególnie do związku kompleksowego czerń eriochromowa T-magnez

10.4. Zmianę wskaźnika należy obserwować nie z góry, lecz z boku, a zlewka powinna być umieszczona na białym tle, w miejscu dobrze oświetlonym. Zmiana zabarwienia wskaźnika może być łatwo zaobserwowana po umieszczeniu zlewki na matowym szkle lekko oświetlonym od dołu (żarówką 25 W).

10.5. Analiza ta wymaga pewnego doświadczenia. Zadanie obejmuje m.in. obserwowanie zmian zabarwienia roztworów wzorcowych (4.1) i (4.3). Zaleca się, aby oznaczania były przeprowadzane przez tego samego analityka.

10.6. Zastosowanie roztworu EDTA o gwarantowanym stężeniu (na przykład Titrisol, Normex) może uprościć kontrolę równoważności roztworów wzorcowych 4.1, 4.2 i 4.3.

10.7. Roztworów zawierających cyjanek potasu nie wolno wylewać do zlewu (ścieków), zanim cyjanek nie zostanie rozłożony do nieszkodliwego związku, np. przez utlenienie za pomocą podchlorynu sodu, a następnie alkalizację.

▼M8

Metoda 8.9

Oznaczanie zawartości siarczanów trzema różnymi metodami

EN 15749: Nawozy. Oznaczanie zawartości siarczanów trzema różnymi metodami

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

▼B

Metoda 8.10

Oznaczanie zawartości wyekstrahowanego sodu

1. **Dziedzina**

Niniejszy dokument określa metodę oznaczania sodu w ekstraktach nawozowych.

2. **Dziedzina zastosowania**

Metodę stosuje się do nawozów WE, dla których deklarowanie zawartości sodu jest ustalone w załączniku I.

3. **Zasada metody**

Po odpowiednim rozcieńczeniu ekstraktu otrzymanego wg metody 8.1 i/lub 8.3 zawartość sodu w roztworze oznacza się metodą płomieniowej spektrofotometrii emisyjnej.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy, roztwór rozcieńczony*

Zmieszać jedną objętość kwasu chlorowodorowego (d_{20} = 1,18 g/ml) z jedną objętością wody

4.2. Azotan glinu, $Al(NO_3)_3.9H_2O$

4.3. Chlorek cezu, CsCl

4.4. Chlorek sodu, NaCl, bezwodny

4.5. *Roztwór chlorku cezu i azotanu glinu*

Rozpuścić w wodzie 50 g chlorku cezu (4.3) i 250 g azotanu glinu (4.2) w kolbie pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

4.6. *Roztwór wzorcowy sodu zawierający 1 mg Na /ml*

Rozpuścić w wodzie 2,542 g chlorku sodu (4.4) w kolbie pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dodać 10 ml kwasu chlorowodorowego (4.1). Dopełnić do kreski wodą i wymieszać.

5. **Aparatura**

Spektrofotometr do emisji płomieniowej, nastawiony na długość fali 589,3 nm.

6. **Roztwory wzorcowe**

6.1. Umieścić 10 ml roztworu wzorcowego sodu (4.6) w kolbie pomiarowej o pojemności 250 ml. Dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie roztworu wynosi 40 μg Na/ml.

6.2. Umieścić 0, 5, 10, 15, 20 i 25 ml roztworu pośredniego (6.1) w kolbach pomiarowych o pojemności 100 ml. Dodać 10 ml roztworu (4.5). Dopełnić do kreski wodą i wymieszać. Stężenia roztworów wynoszą odpowiednio: 0, 2, 4, 6, 8 i 10 μg Na/ml.

▼B

7. **Przygotowanie roztworów do pomiaru**

W zależności od przewidywanej zawartości sodu w roztworze ekstrakcyjnym przygotowanym wg metody 8.1 lub 8.3 (5 g nawozu w 500 ml) należy przeprowadzić rozcieńczenia zgodnie z poniższą tabelą:

Na_2O	(Na (%))	Rozcieńczenie pośrednie		Rozcieńczenie końcowe		Stopień rozcieńczenia
		Próbka (ml) (v_2)	Rozcieńczenie do ml (v_3)	Próbka (ml) (v_4)	Rozcieńczenie do 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

Do rozcieńczania pośredniego używać wody. Do rozcieńczenia końcowego dodać 10 ml roztworu (4.5) do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml.

Dla próbki badanej równej 1 g pomnożyć objętość rozcieńczenia końcowego (V_4) przez 5.

8. **Oznaczanie**

Przygotować spektrofotometr (5.1) do pomiarów przy długości fali 589,3 nm. Wykalibrować aparat, mierząc intensywność promieniowania roztworów wzorcowych (6.2). Ustawić optymalną czułość aparatu przy użyciu roztworu o najwyższym stężeniu. Następnie zmierzyć intensywność promieniowania roztworu próbki do analizy (7). Operację tę powtarzać trzykrotnie.

9. **Wyrażanie wyników**

Wykreślić krzywą wzorcową, nanosząc na osi rzędnych średnią intensywność promieniowania każdego roztworu wzorcowego, a na osi odciętych odpowiadające im stężenia, wyrażone w μg/ml. Z krzywej wzorcowej odczytać stężenie sodu w roztworze badanym. Obliczyć zawartość sodu w roztworach wzorcowych, uwzględniając ich rozcieńczenie.

Procentową zawartość sodu obliczyć ze wzoru:

$$\text{Na } \% = \text{x}.\frac{v_3}{v_4}\frac{v_1}{v_2}\frac{10^{-2}}{\text{m}}$$

$$Na_2O\ (\%) = Na(\%)\ \times\ 1,348$$

gdzie:

x = stężenie roztworu próbki wprowadzonej do spektrometru, odczytane z krzywej wzorcowej, μg/ml

v_1 = objętość roztworu ekstrakcyjnego, ml

v_2 = objętość porcji wziętej do pośredniego rozcieńczenia, ml

v_3 = objętość rozcieńczenia pośredniego, ml

v_4 = objętość porcji wziętej do rozcieńczenia końcowego (w 100 ml)

m = masa badanej próbki, g.

▼M9

Metoda 8.11

Oznaczanie zawartości wapnia i mrówczanu w mrówczanie wapnia

EN 15909: Nawozy – Oznaczanie zawartości wapnia i mrówczanu w wapniowych nawozach dolistnych

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu międzylaboratoryjnemu.

▼B

Metody 9

Mikroskładniki pokarmowe o zawartości mniejszej lub równej 10 %

Metoda 9.1

Ekstrakcja całkowitej zawartości mikroskładników pokarmowych

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda określa sposób wykonania ekstrakcji całkowitej zawartości następujących mikroskładników pokarmowych: boru, kobaltu, miedzi, żelaza, manganu, molibdenu i cynku. Celem jest przeprowadzenie minimalnej liczby ekstrakcji, wykorzystując tam, gdzie to możliwe ten sam ekstrakt do określenia całkowitej zawartości każdego z wymienionych mikroskładników pokarmowych.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania dotyczy nawozów WE, zamieszczonych w załączniku I E, zawierających jeden lub kilka następujących mikroskładników pokarmowych: bor, kobalt, miedź, żelazo, mangan, molibden i cynk. Stosuje się ją do każdego mikroskładnika, którego deklarowana zawartość jest mniejsza lub równa 10 %.

3. **Zasada**

Rozpuszczanie badanej próbki we wrzącym rozcieńczonym roztworze kwasu chlorowodorowego.

Uwaga:

Ekstrakcja ta jest procesem empirycznym i może nie być ilościowa; zależy od produktu lub innych składników nawozowych. W przypadku niektórych tlenków manganu, wyekstrahowana ilość tego pierwiastka może być znacznie niższa niż jego całkowita zawartość w nawozie. Na producentach nawozów spoczywa odpowiedzialność za to, że zadeklarowana zawartość rzeczywiście odpowiada wyekstrahowanej ilości w warunkach właściwych dla metody.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy (HCl), roztwór rozcieńczony, o stężeniu około 6 mol/l*

Zmieszać 1 objętość kwasu chlorowodorowego (d_{20} = 1,18 g/ml) z 1 objętością wody.

4.2. Amoniak, roztwór stężony (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml)

5. **Aparatura**

Elektryczna płytka grzejna umożliwiająca regulację temperatury.

Uwaga:

Gdy w ekstrakcie ma być oznaczana zawartość boru, nie używać szkła borokrzemowego. Ponieważ metoda wymaga gotowania zaleca się stosowanie naczyń teflonowych lub kwarcowych. Jeżeli naczynia szklane były myte detergentami zawierającymi borany, należy je dokładnie wypłukać.

6. **Przygotowanie próbki**

Patrz: metoda 1.

▼B

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Próbka do badań*

Odważyć 2–10 g badanego nawozu z dokładnością do 1mg, w zależności od deklarowanej zawartości mikroskładnika w produkcie. Poniższą tabelę należy stosować do określenia końcowego rozcieńczenia roztworu do badań, w którym stężenie oznaczanego pierwiastka mieści się w zakresie pomiarowym podanym dla każdej metody:

Deklarowana zawartość mikroskładnika w nawozie (%)	< 0,01	0,01– <5	≥ 5–10
Masa próbki do badań (g)	10	5	2
Masa mikroskładnika w próbce (mg)	1	0,5–250	100–200
Objętość ekstraktu V (ml)	250	500	500
Stężenie mikroskładnika w ekstrakcie (mg/l)	4	1–500	200–400

Umieścić próbkę w zlewce o pojemności 250 ml.

7.2. *Przygotowanie roztworu*

Jeśli to konieczne, zwilżyć odważkę niewielką ilością wody, dodać ostrożnie małymi porcjami rozcieńczonego roztworu kwasu chlorowodorowego (4.1), po 10 ml na gram nawozu, następnie dodać około 50 ml wody. Przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i wymieszać. Zawartość zlewki doprowadzić do wrzenia na płytce grzejnej i gotować przez 30 min. Pozostawić do ochłodzenia, od czasu do czasu mieszając. Następnie przenieść ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 250 lub 500 ml (patrz: tabela). Uzupełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać. Przesączyć przez suchy sączek do suchego naczynia, odrzucając pierwszą porcję przesączu. Ekstrakt powinien być klarowny.

Zaleca się niezwłoczne przeprowadzanie oznaczania w porcjach klarownego przesączu; jeśli nie, naczynia powinny być zamknięte korkiem.

U w a g a :

W ekstraktach do oznaczania zawartości boru uregulować pH do wartości 4–6, używając stężonego roztworu amoniaku (4.2).

8. **Oznaczanie**

Oznaczanie każdego mikroskładnika należy przeprowadzać w odpowiedniej porcji roztworu do badań, zależnej od metody oznaczania.

Jeśli to konieczne, usunąć organiczne substancje chelatujące lub kompleksujące z porcji ekstraktu do oznaczania, stosując metodę 9.3. W przypadku oznaczania metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej, postępowanie takie może nie być konieczne.

M e t o d a 9 . 2

Ekstrakcja mikroskładników pokarmowych rozpuszczalnych w wodzie

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda określa sposób ekstrakcji rozpuszczalnych w wodzie następujących mikroskładników pokarmowych: boru, kobaltu, miedzi, żelaza, manganu, molibdenu i cynku. Celem jest przeprowadzenie jak najmniejszej liczby ekstrakcji z wykorzystaniem tam, gdzie to możliwe, tego samego ekstraktu do oznaczenia zawartości każdego z wymienionych wyżej mikroskładników.

▼B

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób stosuje się do nawozów WE zamieszczonych w załączniku 1E, zawierających jeden lub kilka następujących mikroskładników pokarmowych: bor, kobalt, miedź, żelazo, mangan, molibden i cynk. Stosuje się ją do każdego mikroskładnika, którego deklarowana zawartość jest mniejsza lub równa 10 %.

3. **Zasada**

Ekstrakcja mikroskładników pokarmowych przez wytrząsanie nawozu w wodzie o temperaturze 20 °C (± 2) °C.

U w a g a :

Ekstrakcja ta jest procesem empirycznym i może, lecz nie musi, być ilościowa.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy (HCl), roztwór rozcieńczony, o stężeniu około 6 mol/l*

Zmieszać 1 objętość kwasu chlorowodorowego (d_{20} = 1,18 g/ml) z 1 objętością wody.

5. **Aparatura**

5.1. Aparat rotacyjny o częstotliwości 35–40 obrotów/min.

5.2. Pehametr

U w a g a :

Gdy w ekstrakcie ma być oznaczana zawartość boru, nie należy używać naczyń ze szkła borokrzemowego. Do tej ekstrakcji zaleca się stosowanie naczyń z teflonu lub kwarcu. Jeżeli naczynia szklane były myte detergentami zawierającymi borany, należy je dokładnie wypłukać.

6. **Przygotowanie próbki**

Patrz: metoda 1

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Próbka do badań*

Odważyć 2–10 g badanego nawozu z dokładnością do1 mg, w zależności od zadeklarowanej zawartości mikroskładnika w nawozie. Poniższą tabelę należy stosować do określenia końcowego rozcieńczenia roztworu do badań, w którym stężenie oznaczanego pierwiastka mieści się w zakresie pomiarowym podanym dla każdej metody.

Deklarowana zawartość mikroskładnika w nawozie (%)	< 0,01	0,01–< 5	≥ 5–10
Masa próbki do badań (g)	10	5	2
Masa mikroskładnika w próbce (mg)	1	0,5–250	100–200
Objętość ekstraktu V (ml)	250	500	500
Stężenie mikroskładnika w ekstrakcie (mg/l)	4	1–500	200–400

Umieścić próbkę w kolbie pomiarowej o pojemności 250 lub 500 ml (zgodnie z tabelą).

▼B

7.2. *Przygotowanie roztworu*

Dodać około 200 ml wody do kolby o pojemności 250 ml, lub 400 ml wody do kolby o pojemności 500 ml.

Kolbę dobrze zakorkować i mocno wstrząsać ręcznie, aby zdyspergować próbkę. Następnie umieścić kolbę w aparacie rotacyjnym i wytrząsać przez 30 min.

Dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać.

7.3. *Przygotowanie roztworu do badań*

Otrzymany ekstrakt przesączyć niezwłocznie do czystej, suchej kolby. Zamknąć korkiem. Przeprowadzić oznaczanie natychmiast po przesączeniu.

Uwaga:

Jeśli przesącz stopniowo mętnieje, należy przeprowadzić ponownie ekstrakcję, postępując zgodnie z 7.1 i 7.2 w kolbie o pojemności Ve. Otrzymany ekstrakt przesączyć do kolby pomiarowej o pojemności W, która była uprzednio wysuszona i do której wprowadzono 5,00 ml rozcieńczonego roztworu kwasu chlorowodorowego (4.1). Przerwać sączenie w momencie, gdy poziom cieczy dojdzie do kreski. Dokładnie wymieszać.

W tym przypadku objętość V obliczyć ze wzoru:

$$V = Ve \times W/(W–5)$$

Rozcieńczenia przy wyrażaniu wyników zależą od wartości V.

8. **Oznaczanie**

Oznaczanie każdego mikroskładnika pokarmowego przeprowadzić w odpowiedniej porcji roztworu do badań, zależnej od metody oznaczania danego mikroskładnika.

Jeśli to konieczne, usunąć organiczne substancje chelatujące lub kompleksujące z porcji roztworu do badań, stosując metodę 9.3. W przypadku oznaczania metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej, takie postępowanie może nie być konieczne.

Metoda 9.3

Usuwanie związków organicznych z ekstraktów nawozowych

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda określa sposób usuwania związków organicznych z ekstraktów nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do analizowania próbek nawozów ekstrahowanych metodami 9.1 i 9.2, dla których załącznik I E do niniejszego rozporządzenia wymaga deklarowania całkowitej i/lub rozpuszczalnej w wodzie zawartości mikroskładników pokarmowych.

Uwaga:

Obecność niewielkich ilości substancji organicznych nie wpływa na oznaczanie metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

3. **Zasada metody**

Związki organiczne zawarte w porcji ekstraktu do oznaczania utlenia się za pomocą nadtlenku wodoru.

▼B

4. **Odczynniki i roztwory**

4.1. *Kwas chlorowodorowy (HCl), roztwór rozcieńczony o stężeniu około 0,5 mol/l*

Zmieszać 1 objętość kwasu chlorowodorowego (d_{20} = 1,18 g/ml) z 20 objętościami wody.

4.2. Nadtlenek wodoru, roztwór 30 % (d_{20}= 1,11 g/ml), niezawierający mikroskładników pokarmowych

5. **Aparatura**

Elektryczna płytka grzejna z regulacją temperatury.

6. **Sposób postępowania**

Pobrać 25 ml ekstraktu otrzymanego metodą 9.1 lub 9.2 i umieścić w zlewce o pojemności 100 ml. W przypadku metody 9.2 dodać 5 ml rozcieńczonego roztworu kwasu chlorowodorowego (4.1).Następnie dodać 5 ml roztworu nadtlenku wodoru (4.2). Przykryć szkiełkiem zegarkowym. Zostawić w temperaturze pokojowej na około 1 godz., aby nastąpiło utlenienie związków organicznych, następnie stopniowo doprowadzić do wrzenia i gotować 30 min. Jeśli to konieczne, po ochłodzeniu, dodać kolejne 5 ml roztworu nadtlenku wodoru, po czym ponownie zagotować w celu usunięcia jego nadmiaru. Zawartość zlewki pozostawić do ochłodzenia, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 50 ml, uzupełnić do kreski. Jeśli to konieczne przesączyć.

Rozcieńczenie to należy uwzględnić przy pobieraniu porcji roztworu do oznaczania i obliczaniu procentowej zawartości mikroskładnika w nawozie.

Metoda 9.4

Oznaczanie mikroskładników pokarmowych w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (procedura ogólna)

1. **Dziedzina**

Niniejszy dokument opisuje procedurę ogólną oznaczania zawartości niektórych mikroskładników pokarmowych w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do nawozów ekstrahowanych metodami 9.1 i 9.2, dla których zgodnie z załącznikiem I E do niniejszego rozporządzenia wymagane jest deklarowanie zawartości całkowitego i/lub rozpuszczalnego w wodzie mikroskładnika.

Przystosowanie tej procedury do różnych mikroskładników pokarmowych jest podane szczegółowo w metodach określonych oddzielnie dla każdego pierwiastka.

Uwaga:

W większości przypadków obecność małych ilości substancji organicznych nie ma wpływu na oznaczanie metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

3. **Zasada**

Po poddaniu ekstraktu obróbce w celu zredukowania wpływu lub usunięcia zakłócających związków chemicznych, ekstrakt rozcieńcza się tak, aby jego stężenie znajdowało się w optymalnym zakresie spektrometru przy długości fali charakterystycznej dla oznaczanego mikroskładnika.

▼B

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy (HCl), rozcieńczony, o stężeniu około 6 mol/l*

Zmieszać jedną objętość kwasu solnego (d_{20} = 1,18 g/ml) z jedną objętością wody.

4.2. *Kwas chlorowodorowy (HCl), rozcieńczony, o stężeniu około 0,5 mol/l;*

Zmieszać jedną objętość kwasu solnego (d_{20} =1,18 g/ml) z 20 objętościami wody.

4.3. *Roztwory soli lantanu (10 g La w litrze)*

Odczynnik ten jest stosowany w oznaczeniach zawartości kobaltu, żelaza, manganu i cynku. Można go otrzymać w następujący sposób:

a) z tlenku lantanu rozpuszczonego w kwasie chlorowodorowym (4.1). Umieścić 11,73 g tlenku lantanu (La_2O_3) w kolbie pomiarowej o pojemności 1 litra, dodać 150 ml wody i 120 ml kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1). Zostawić do rozpuszczenia, a następnie dopełnić wodą do 1 litra i dokładnie wymieszać. Jest to roztwór lantanu w kwasie chlorowodorowym o stężeniu około 0,5 mol/objętość;

b) z roztworów chlorku, siarczanu lub azotanu lantanu. Rozpuścić 26,7 g siedmiowodnego chlorku lantanu ($LaCl_3.7H_2O$) lub 31,2 g sześciowodnego azotanu lantanu [$La(NO_3)_3.6H_2O$] lub 26,2 g dziewięciowodnego siarczanu lantanu [$La_2(SO_4)_3.9H_2O$] w 150 ml wody. Następnie dodać 85 ml kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1). Zostawić do rozpuszczenia, a następnie dopełnić wodą do 1 litra i dokładnie wymieszać. Jest to roztwór lantanu w kwasie chlorowodorowym o stężeniu około 0,5 mol/l.

4.4. *Roztwory wzorcowe*

Sposób przygotowania roztworów znajduje się w opisie metody oznaczania każdego mikroskładnika.

5. **Aparatura**

Spektrometr absorpcji atomowej wyposażony w źródła emitujące promieniowanie charakterystyczne dla mikroskładników pokarmowych, które maja być oznaczane.

Analityk powinien przestrzegać instrukcji producenta i być zaznajomiony z aparatem. Aparat powinien umożliwiać korekcje tła, tak aby można ją było stosować, jeśli zajdzie potrzeba (Co i Zn). Stosowane gazy to powietrze i acetylen.

6. **Przygotowanie roztworu badanego**

6.1. *Przygotowanie roztworów ekstrakcyjnych mikroskładników pokarmowych, które mają być oznaczane.*

Patrz: metody 9.1 i/lub 9/2 i, jeśli trzeba, 9.3.

6.2. *Obróbka roztworu badanego*

Porcję ekstraktu, który otrzymano metodą 9.1, 9.2 lub 9.3, rozcieńczyć wodą i/lub kwasem chlorowodorowym (4.1) lub (4.2) tak, aby otrzymać w końcowym roztworze do oznaczania stężenie mikroskładnika, odpowiednie do stosowanego zakresu kalibracyjnego i stężenie kwasu chlorowodorowego co najmniej 0,5mol/l i nie wyższe niż 2,5 mol/l. Ta operacja może wymagać jednego lub więcej kolejnych rozcieńczeń.

Pobrać porcję roztworu końcowego otrzymanego przez rozcieńczenie ekstraktu o objętości (a) w ml, i przenieść do kolby pomiarowej, o pojemności 100 ml. Przy oznaczaniu zawartości kobaltu, żelaza, manganu lub cynku dodać 10 ml roztworu soli lantanu (4.3). Dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać. Jest to końcowy roztwór do pomiaru. D jest współczynnikiem rozcieńczenia.

▼B

7. **Sposób postępowania**

7.1 *Przygotowanie roztworu próby ślepej*

Przygotować roztwór próby ślepej, powtarzając cała procedurę od etapu ekstrakcji, pomijając jedynie dodatek badanej próbki.

7.2 *Przygotowanie roztworów wzorcowych*

Z roboczego roztworu wzorcowego otrzymanego przy zastosowaniu metody podanej dla każdego mikroskładnika, przygotować w kolbach pomiarowych o pojemności 100 ml serię składającą się z co najmniej pięciu roztworów wzorcowych o rosnącym stężeniu w optymalnym zakresie pomiarowym spektrometru. Jeśli to konieczne, dostosować stężenie kwasu chlorowodorowego, tak aby było jak najbliższe rozcieńczonego roztworu badanego (6.2). Przy oznaczaniu zawartości kobaltu, żelaza, manganu lub cynku, dodać 10 ml tego samego roztworu soli lantanu (4.3) jaki został użyty w 6.2. Dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać.

7.3 *Oznaczanie*

Przygotować spektrometr (5) do oznaczania i nastawić na długość fali odpowiednią dla danej metody i oznaczanego mikroskładnika.

Zasysać kolejno roztwory wzorcowe (7.2), roztwór badany (6.2) i roztwór próby ślepej (7.1), za każdym razem zapisując wynik i przepłukując aparat wodą destylowaną pomiędzy kolejnymi zassaniami.

Sporządzić krzywą wzorcową, zaznaczając na osi rzędnych wartości absorbancji odczytane ze spektrometru dla każdego roztworu wzorcowego (7.2), a na osi odciętych odpowiadające im stężenia mikroskładnika, wyrażone w μg/ml.

Z krzywej wzorcowej odczytać stężenie odpowiedniego mikroskładnika w roztworze badanym (x_s) (6.2) i stężenie w roztworze próby ślepej (x_b) (7.1), w μg/ml.

8. **Wyrażanie wyników**

Zawartość procentowa mikroskładnika pokarmowego (E) w nawozie jest równa:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

lub jeśli zastosowano metodę 9.3:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

gdzie:

E = zawartość mikroskładnika w nawozie, %

x_s = stężenie mikroskładnika w roztworze badanym (6.2.), μg/ml

x_b = stężenie mikroskładnika w roztworze próby ślepej (7.1), μg/ml

V = objętość ekstraktu, otrzymana wg metod 9.1 lub 9.2, ml

D = współczynnik odpowiadający rozcieńczeniu wykonanemu w 6.2

M = masa badanej próbki, pobranej wg metod 9.1 lub 9.2, g.

▼B

Obliczanie współczynnika rozcieńczenia D:

jeśli (a1), (a2), (a3) … (ai) i (a) są kolejnymi porcjami, natomiast (v1), (v2), (v3) … (vi) i (100) są objętościami w ml, odpowiadającymi ich odpowiednim rozcieńczeniom, to współczynnik rozcieńczenia D wyraża się wzorem:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times .. \times .. \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 9.5

Oznaczanie boru w ekstraktach z nawozowych metodą spektrofotometryczną z użyciemazometyny-H

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda opisuje sposób wykonania oznaczenia zawartości boru w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do nawozów ekstrahowanych metodami 9.1 i 9.2, dla których w załączniku I do niniejszego Rozporządzenia wymagane jest deklarowanie zawartości całkowitego i/lub rozpuszczalnego w wodzie boru.

3. **Zasada**

W roztworze azometyny-H jony boranowe tworzą żółty kompleks, którego stężenie oznacza się spektrofotometrycznie przy długości fali 410 nm. Jony zakłócające są maskowane roztworem EDTA.

4. **Odczynniki**

4.1. *Roztwór buforowy EDTA*

Umieścić w kolbie pomiarowej o pojemności 500 ml, zawierającej 300 ml wody:

— 75 g octanu amonu (NH_4OOCCH_3);

— 10 g dwusodowej soli kwasu etylenodwuaminoczterooctowego (Na_2EDTA);

— 40 ml kwasu octowego (CH_3COOH, d_{20} = 1,05 g/ml).

Dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać. pH roztworu sprawdzone przy użyciu elektrody szklanej powinno wynosić 4,8 ± 0,1.

4.2. *Roztwór azometyny-H*

Umieścić w kolbie pomiarowej o pojemności 200 ml

— 10 ml roztworu buforowego (4.1);

— 400 mg azometyny-H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$);

— 2 g kwasu askorbinowego ($C_6H_8O_6$);

— Dopełnić do kreski i dokładnie wymieszać. Nie przygotowywać zbyt dużej ilości tego odczynnika, ponieważ jest on trwały tylko kilka dni.

4.3. *Roztwory wzorcowe boru*

4.3.1. Roztwór podstawowy boru (100 μg/ml)

Rozpuścić 0,5719 g kwasu borowego (H_2BO_3) w wodzie, w kolbie pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać. Przenieść do butelki z tworzywa sztucznego i przechowywać w lodówce.

4.3.2. Roztwór roboczy boru (10 μg/ml)

Umieścić 50 ml roztworu podstawowego (4.3.1) w kolbie pomiarowej o pojemności 500 ml. Dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać.

▼B

5. **Aparatura**

Spektrofotometr o zakresie obejmującym długość fali 410 nm z kuwetami o grubości warstwy pochłaniającej 10 mm.

6. **Przygotowanie roztworu do analizy**

6.1. *Przygotowanie roztworu boru*

Patrz: metody 9.1 i/lub 9.2 i, jeśli trzeba, 9.3.

6.2. *Przygotowanie roztworu badanego*

Rozcieńczyć roztwór (6.1) w taki sposób, aby otrzymać stężenie boru jakie podano w 7.2. Mogą być konieczne dwa kolejne rozcieńczenia. Współczynnik rozcieńczenia oznaczyć jako D.

6.3. *Przygotowanie roztworu korygującego*

Jeśli roztwór badany (6.2) jest zabarwiony, przygotować roztwór korygujący: do kolby z tworzywa sztucznego przenieść 5 ml roztworu badanego (6.2), 5 ml roztworu buforowego EDTA (4.1), 5 ml wody i dokładnie wymieszać.

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Przygotowanie roztworu próby ślepej*

Przygotować roztwór próby ślepej, powtarzając całą procedurę od etapu ekstrakcji, pomijając jedynie dodatek badanej próbki nawozu.

7.2. *Przygotowanie roztworów wzorcowych*

Do sześciu kolb pomiarowych o pojemności 100 ml przenieść 0, 5, 10, 15, 20 i 25 ml roboczego roztworu wzorcowego (4.3.3). Dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Roztwory te zawierają od 0 do 2,5 μg/ml boru.

7.3. *Wywoływanie barwy*

Przenieść po 5 ml roztworów wzorcowych (7.2), roztworu badanego (6.2) i roztworu próby ślepej (7.1) do kolb z tworzywa sztucznego. Dodać 5 ml roztworu buforowego EDTA (4.1). Dodać 5 ml roztworu azometyny-H (4.2).

Dokładnie wymieszać i zostawić w ciemnym miejscu na 2,5-3 godz do pojawienia się i utrwalenia barwy.

7.4. *Oznaczanie*

Zmierzyć absorbancję roztworów otrzymanych wg 7.3 i, jeśli trzeba, roztworu korygującego (6.3) przy długości fali 410 nm, stosując jako odnośnik wodę. Przed każdym nowym pomiarem przemyć kuwetę wodą.

8. **Wyrażanie wyników**

Wykreślić krzywą wzorcową w układzie: stężenia roztworów wzorcowych (7.2) na osi odciętych, i odpowiadające im absorbancje wskazane przez spektrofotometr (7.4) na osi rzędnych.

Odczytać z krzywej wzorcowej stężenie boru w roztworze próby ślepej (7.1), stężenie boru w roztworze badanym (6.2) i, jeśli roztwór badany jest zabarwiony, skorygować jego stężenie. Aby obliczyć stężenie skorygowane, należy odjąć absorbancję roztworu korygującego (6.3) od absorbancji roztworu badanego (6.2). Zapisać stężenie roztworu badanego (6.2) ze skorygowaniem lub bez jako X (x_s) i roztworu próby ślepej (x_b).

▼B

Zawartość procentowa boru w nawozie jest równa:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

lub jeśli zastosowano metodę 9.3:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

gdzie:

B = zawartość boru w nawozie, wyrażona w procentach;

x_s = stężenie w roztworze badanym (6.2), ze skorygowaniem lub bez, µg/ml;

x_b = stężenie w roztworze próby ślepej (7.1), µg/ml;

V = objętość ekstraktu otrzymanego metodą 9.1 lub 9.2, ml;

D = współczynnik odpowiadający rozcieńczeniu wykonanemu w 6.2;

M = masa, badanej próbki pobranej zgodnie z metodą 9.1 lub 9.2, g.

Obliczanie współczynnika rozcieńczenia D: jeśli (a1) i (a2) są kolejnymi porcjami ekstraktu, a (v1) i (v2) są objętościami odpowiadającymi ich odpowiednim rozcieńczeniom, to współczynnik rozcieńczenia wyraża się następująco:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Metoda 9.6

Oznaczanie kobaltu w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda opisuje sposób wykonania oznaczania kobaltu w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do nawozów ekstrahowanych metodami 9.1 i 9.2, dla których w załączniku I E do niniejszego rozporządzenia wymagane jest deklarowanie zawartości całkowitego i/lub rozpuszczalnego w wodzie kobaltu.

3. **Zasada**

Po odpowiedniej obróbce i rozcieńczeniu ekstraktów oznacza się zawartość kobaltu metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 6 mol/l*

Patrz: metoda 9.4 (4.1).

4.2. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu 0,5 mol/l*

Patrz: metoda 9.4 (4.2).

4.3. *Roztwory soli lantanu (10 g La w 1 l)*

Patrz: metoda 9.4 (4.3).

▼B

4.4. *Roztwory wzorcowe kobaltu*

4.4.1. Roztwór podstawowy kobaltu (1 000 μg/ml)

W zlewce o pojemności 250 ml odważyć 1 g kobaltu, z dokładnością do 0,1 mg, dodać 25 ml kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1) i ogrzewać na płytce grzejnej, aż kobalt całkowicie się rozpuści. Po ochłodzeniu przenieść roztwór ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać.

4.4.2. Roztwór roboczy kobaltu (100 μg/ml)

Umieścić 10 ml roztworu podstawowego kobaltu (4.4.1) w kolbie pomiarowej o pojemności 100 ml. Dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać.

5. **Aparatura**

Spektrometr absorpcji atomowej – patrz: metoda 9.4 (5). Aparat powinien być wyposażony w źródło promieniowania charakterystyczne dla kobaltu (240,7 nm). Spektrometr powinien umożliwiać korekcję tła.

6. **Przygotowanie roztworu do analizy**

6.1. *Roztwór ekstraktu kobaltu*

Patrz: metody 9.1 i/lub 9.2 i, jeśli to konieczne, 9.3.

6.2. *Przygotowanie roztworu badanego*

Patrz: metoda 9.4 (6.2). Roztwór badany powinien zawierać 10 % (v/v) roztworu soli lantanu (4.3).

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Przygotowanie roztworu próby ślepej*

Patrz: metoda 9.4 (7.1). Roztwór próby ślepej powinien zawierać 10 % (v/v) roztworu soli lantanu użytego w 6.2.

7.2. *Przygotowanie roztworów wzorcowych*

Patrz: metoda 9.4 (7.2).

Do serii kolb pomiarowych o pojemności 100 ml przenieść odpowiednio 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 i 5 ml roztworu roboczego (4.4.2). Jeśli to konieczne, doprowadzić stężenie kwasu chlorowodorowego, tak aby było jak najbliższe stężeniu roztworu badanego. Do każdej kolby dodać 10 ml roztworu soli lantanu użytego w 6.2. Dopełnić do objętości 100 ml roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać. Tak przygotowane roztwory zawierają odpowiednio 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 i 5 μg/ml kobaltu.

7.3. *Oznaczanie*

Patrz: metoda 9.4 (7.3). Przygotować spektrometr (5) do pomiaru przy długości fali 240,7 nm.

8. **Wyrażanie wyników**

Patrz: metoda 9.4 (8).

Zawartość procentowa kobaltu w nawozie jest równa:

$$\mathrm{Co}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

▼B

lub jeśli zastosowano metodę 9.3:

$$Co\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

gdzie:

Co = zawartość kobaltu w nawozie, wyrażona w procentach;

x_s = stężenie roztworu badanego (6.2), μg/ml;

x_b = stężenie roztworu próby ślepej (7.1), μg/ml;

V = objętość ekstraktu otrzymanego metodą 9.1 lub 9.2, ml;

D = współczynnik odpowiadający rozcieńczeniu wykonanemu w 6.2;

M = masa badanej próbki pobranej zgodnie z metodą 9.1 lub 9.2, g.

Obliczanie współczynnika rozcieńczenia D: jeśli (a1), (a2), (a3) … (ai) i (a) są porcjami ekstraktu, a (v1), (v2), (v3) … (vi) i (100) są objętościami w ml odpowiadającymi ich odpowiednim rozcieńczeniom, to współczynnik rozcieńczenia D wyraża się następująco:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 9.7

Oznaczanie miedzi w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda opisuje sposób wykonania oznaczania miedzi w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do nawozów ekstrahowanych metodami 9.1 i 9.2, dla których w załączniku I E do niniejszego Rozporządzenia wymagane jest deklarowanie zawartości całkowitej i/lub rozpuszczalnej w wodzie miedzi.

3. **Zasada**

Po odpowiedniej obróbce i rozcieńczeniu ekstraktów oznacza się zawartość miedzi metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 6 mol/l*

Patrz: metoda 9.4 (4.1).

4.2. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 0,5 mol/l*

Patrz: metoda 9.4 (4.2).

4.3. Nadtlenek wodoru, roztwór (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), niezawierający mikroskładników pokarmowych

4.4. *Roztwory wzorcowe miedzi*

4.4.1. Roztwór podstawowy miedzi (1 000 μg/ml)

W zlewce o pojemności 250 ml, odważyć 1 g miedzi z dokładnością do 0,1mg, dodać 25 ml kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1), 5 ml roztworu nadtlenku wodoru (4.3) i ogrzewać na płytce grzejnej, aż miedź całkowicie się rozpuści. Przenieść roztwór ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać.

▼B

4.4.2. Roztwór roboczy miedzi (100 μg/ml)

Umieścić 20 ml roztworu podstawowego (4.4.1) w kolbie pomiarowej o pojemności 200 ml. Dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać.

5. **Aparatura**

Spektrometr absorpcji atomowej – patrz: metoda 9.4 (5). Aparat powinien być wyposażony w źródło promieniowania charakterystycznego dla miedzi (324,8 nm).

6. **Przygotowanie roztworu do analizy**

6.1. *Roztwór ekstraktu miedzi*

Patrz: metody 9.1 i/lub 9.2 i, jeśli to konieczne, 9.3.

6.2. *Przygotowanie roztworu badanego*

Patrz: metoda 9.4 (6.2).

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Przygotowanie roztworu próby ślepej*

Patrz: metoda 9.4 (7.1).

7.2. *Przygotowanie roztworów wzorcowych*

Patrz: metoda 9.4 (7.2).

Do serii kolb pomiarowych o pojemności 100 ml przenieść odpowiednio 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 i 5 ml roztworu roboczego (4.4.2). Jeśli to konieczne, doprowadzić stężenie kwasu chlorowodorowego do takiego, aby było jak najbliższe stężeniu roztworu badanego (6.2). Dopełnić do 100 ml roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać. Tak otrzymane roztwory zawierają odpowiednio 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 i 5 μg/ml miedzi.

7.3. *Oznaczanie*

Patrz: metoda 9.4 (7.3). Przygotować spektrometr (5) do pomiaru przy długości fali 324,8 nm.

8. **Wyrażanie wyników**

Patrz: metoda 9.4 (8).

Zawartość procentowa miedzi w nawozie jest równa:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

lub jeśli zastosowano metodę 9.3:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

gdzie:

Cu = zawartość miedzi w nawozie, wyrażona w procentach;

x_s = stężenie roztworu badanego (6.2), μg/ml;

x_b = stężenie roztworu próby ślepej (7.1), μg/ml;

V = objętość ekstraktu otrzymanego metodą 9.1 lub 9.2, ml;

D = współczynnik odpowiadający rozcieńczeniu wykonanemu w 6.2;

M = masa badanej próbki pobranej zgodnie z metodą 9.1 lub 9.2, g.

▼B

Obliczanie współczynnika rozcieńczenia D: jeśli (a1), (a2), (a3)… (ai) i (a) są porcjami ekstraktu, a (v1), (v2), (v3) … (vi) i (100) są objętościami w ml odpowiadającymi ich odpowiednim rozcieńczeniom, to współczynnik rozcieńczenia D wyraża się następująco:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 9.8

Oznaczanie żelaza w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda opisuje sposób wykonania oznaczania żelaza w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do nawozów ekstrahowanych metodami 9.1 i 9.2, dla których w załączniku I E do niniejszego rozporządzenia wymagane jest deklarowanie zawartości całkowitego i/lub rozpuszczalnego w wodzie żelaza.

3. **Zasada**

Po odpowiedniej obróbce i rozcieńczeniu ekstraktów, zawartość żelaza oznacza się metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 6 mol/l*

Patrz: metoda 9.4 (4.1).

4.2. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 0,5 mol/l*

Patrz: metoda 9.4 (4.2).

4.3. Nadtlenek wodoru, roztwór (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), niezawierający mikroskładników pokarmowych

4.4. *Roztwory soli lantanu (10 g La w 1 l)*

Patrz: metoda 9.4 (4.3).

4.5. *Roztwory wzorcowe żelaza*

4.5.1. Roztwór podstawowy żelaza (1 000 µg/l)

W zlewce o pojemności 500 ml umieścić, 1 g drutu żelaznego odważonego, z dokładnością do 0,1 mg, dodać 200 ml kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1) i 15 ml roztworu nadtlenku wodoru (4.3). Ogrzewać na płytce grzejnej, aż żelazo całkowicie się rozpuści. Po schłodzeniu przenieść roztwór ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać.

4.5.2. Roztwór roboczy żelaza (100 µg/ml)

Umieścić 20 ml roztworu podstawowego (4.5.1) w kolbie pomiarowej o pojemności 200 ml. Dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać.

5. **Aparatura**

Spektrometr absorpcji atomowej: patrz: metoda 9.4 (5). Aparat powinien być wyposażony w źródło promienio-wania charakterystycznego dla żelaza (248,3 nm).

6. **Przygotowanie roztworu do analizy**

6.1. *Roztwór ekstraktu żelaza*

Patrz: metody 9.1 i/lub 9.2 i, jeśli to konieczne, 9.3.

▼B

6.2. *Przygotowanie roztworu badanego*

Patrz: metoda 9.4 (6.2). Roztwór badany powinien zawierać 10 % (v/v) roztworu soli lantanu.

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Przygotowanie roztworu próby ślepej*

Patrz: metoda 9.4 (7.1). Roztwór badany powinien zawierać 10 % (v/v) roztworu soli lantanu użytego w 6.2.

7.2. *Przygotowanie roztworów wzorcowych*

Patrz: metoda 9.4 (7.2).

Do serii kolb pomiarowych o pojemności 100 ml przenieść odpowiednio 0, 2, 4, 6, 8 i 10 ml roztworu roboczego (4.5.2). Jeśli to konieczne, doprowadzić stężenie kwasu chlorowodorowego, tak aby było jak najbliższe stężeniu roztworu badanego. Dodać 10 ml roztworu soli lantanu użytego w 6.2. Dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać. Tak otrzymane roztwory zawierają odpowiednio: 0, 2, 4, 6, 8 i 10 µg/ml żelaza.

7.3. *Oznaczanie*

Patrz: metoda 9.4 (7.3). Przygotować spektrometr (5) do pomiaru przy długości fali 248,3 nm.

8. **Wyrażanie wyników**

Patrz: metoda 9.4 (8).

Zawartość procentowa żelaza w nawozie jest równa:

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

lub jeśli zastosowano Metodę 9.3,:

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

gdzie:

Fe = zawartość żelaza w nawozie, wyrażona w procentach;

x_s = stężenie roztworu badanego (6.2), µg/ml;

x_b = stężenie w µg/ml roztworu próby ślepej (7.1), µg/ml;

V = objętość ekstraktu otrzymanego Metodą 9.1 lub 9.2, ml;

D = współczynnik odpowiadający rozcieńczeniu wykonanemu w 6.2;

M = masa badanej próbki pobranej zgodnie z Metodą 9.1 lub 9.2, g.

Obliczanie współczynnika rozcieńczenia D: jeśli (a1), (a2), (a3)… (ai) i (a) są porcjami ekstraktu, a (v1), (v2), (v3) … (vi) i (100) są objętościami w ml odpowiadającymi ich odpowiednim rozcieńczeniom, to współczynnik rozcieńczenia D wyraża się następująco:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

Metoda 9.9

Oznaczanie manganu w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda opisuje sposób wykonania oznaczania manganu w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do nawozów ekstrahowanych metodami 9.1 i 9.2, dla których w załączniku I E do niniejszego rozporządzenia wymagane jest deklarowanie zawartości całkowitego i/lub rozpuszczalnego w wodzie manganu.

3. **Zasada**

Po odpowiedniej obróbce i rozcieńczeniu ekstraktów zawartość manganu oznacza się metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 6 mol/l*

Patrz: metoda 9.4 (4.1).

4.2. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 0,5 mol/l*

Patrz: metoda 9.4 (4.2).

4.3. *Roztwory soli lantanu (10 g La w 1l)*

Patrz: metoda 9.4 (4.3).

4.4. *Roztwory wzorcowe manganu*

4.4.1. Roztwór podstawowy manganu (1 000 μg/ml)

W zlewce o pojemności 250 ml umieścić 1 g manganu, odważony z dokładnością do 0,1 mg, dodać 25 ml roztworu kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1). Ogrzewać na płytce grzejnej, aż mangan całkowicie się rozpuści. Po ochłodzeniu przenieść roztwór ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać.

4.4.2. Roztwór roboczy manganu (100 μg /ml)

W kolbie pomiarowej o pojemności 200 ml rozcieńczyć 20 ml roztworu podstawowego (4.4.1) roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l. Dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać.

5. **Aparatura**

Spektrometr absorpcji atomowej: patrz: metoda 9.4 (5). Aparat powinien być wyposażony w źródło promieniowania charakterystycznego dla manganu (279,6 nm).

6. **Przygotowanie roztworu do analizy**

6.1. *Roztwór ekstraktu manganu*

Patrz: metody 9.1 i/lub 9.2 i, jeśli to konieczne, 9.3.

6.2. *Przygotowanie roztworu badanego*

Patrz: metoda 9.4 (6.2). Roztwór badany powinien zawierać 10 % (v/v) roztworu soli lantanu (4.3).

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Przygotowanie roztworu próby ślepej*

Patrz: metoda 9.4 (7.1). Roztwór badany powinien zawierać 10 % (v/v) roztworu soli lantanu użytego w 6.2.

▼B

7.2. *Przygotowanie roztworów wzorcowych*

Patrz: metoda 9.4 (7.2).

Do serii kolb pomiarowych o pojemności 100 ml przenieść odpowiednio 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 i 5 ml roztworu roboczego (4.4.2). Tam, gdzie to konieczne, doprowadzić stężenie kwasu chlorowodorowego, tak aby było jak najbliższe stężeniu roztworu badanego. Do każdej kolby dodać 10 ml roztworu soli lantanu użytego w 6.2. Dopełnić do 100 ml roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać. Tak otrzymane roztwory zawierają odpowiednio 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 i 5 µg/ml manganu.

7.3. *Oznaczanie*

Patrz: metoda 9.4 (7.3). Przygotować spektrometr (5) do pomiarów przy długości fali 279,6 nm.

8. **Wyrażanie wyników**

Patrz: metoda 9.4 (8).

Zawartość procentowa manganu w nawozie jest równa:

$$Fe\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

lub jeśli zastosowano Metodę 9.3:

$$Fe\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

gdzie:

Mn = zawartość manganu w nawozie, wyrażona w procentach;

x_s = stężenie roztworu badanego (6.2), µg/ml;

x_b = stężenie roztworu próby ślepej (7.1), µg/ml;

V = objętość ekstraktu otrzymanego Metodą 9.1 lub 9.2, ml;

D = współczynnik odpowiadający rozcieńczeniu wykonanemu w 6.2;

M = masa badanej próbki pobranej zgodnie z Metodą 9.1 lub 9.2, g.

Obliczanie współczynnika rozcieńczenia D: jeśli (a1), (a2), (a3) … (ai) i (a) są porcjami ekstraktu, a (v1), (v2), (v3)… (v_i) i (100) są objętościami w ml odpowiadającymi ich odpowiednim rozcieńczeniom, to współczynnik rozcieńczenia D wyraża się następująco:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 9.10

Oznaczanie molibdenu w ekstraktach nawozowych metodą spektrofotometryczną z tiocyjanianem amonu

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda opisuje sposób oznaczania molibdenu w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Metodę stosuje się do nawozów ekstrahowanych metodami 9.1 i 9.2, dla których w załączniku I E do niniejszego rozporządzenia jest wymagane deklarowanie zawartości całkowitego i/lub rozpuszczalnego w wodzie molibdenu.

▼B

3. **Zasada metody**

Molibden (V) w środowisku kwaśnym tworzy z jonami SCN związek kompleksowy o wzorze $[MoO(SCN)_5]$.

Kompleks ten jest ekstrahowany octanem n-butylu, przy czym jony przeszkadzające, np. żelaza, pozostają w fazie wodnej. Absorbancję żółtopomarańczowego ekstraktu mierzy się przy długości fali 470 nm.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy(HCl), roztwór rozcieńczony o stężeniu około 6 mol/l*

Patrz: metoda 9.4 (4.1).

4.2. *Roztwór miedzi (70 mg/l) w roztworze kwasu chlorowodorowego o stężeniu 1,5 mol/l*

Odważyć 275 mg siarczanu miedzi ($CuSO_4.5H_2O$) z dokładnością do 0,1 mg i rozpuścić w 250 ml roztworu kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1) w kolbie pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać.

4.3. *Roztwór kwasu askorbinowego (50 g/l)*

Rozpuścić 50 g kwasu askorbinowego ($C_6H_8O_6$) w wodzie, w kolbie pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dopełnić do kreski wodą, dokładnie wymieszać. Przygotowany roztwór przechowywać w lodówce.

4.4. Octan n-butylu

4.5. *Roztwór tiocyjanianu amonu, o stężeniu 0,2 mol/l*

Rozpuścić 15,224 g tiocyjanianu amonu NH_4SCN w wodzie, w kolbie pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dopełnić do kreski wodą; dokładnie wymieszać. Przygotowany roztwór przechowywać w butelce z ciemnego szkła.

4.6. *Roztwór chlorku cynawego (50 g/l) w roztworze kwasu chlorowodorowego o stężeniu 2 mol/l*

Roztwór powinien być całkiem klarowny i przygotowany tuż przed użyciem. Należy użyć bardzo czystego chlorku cynawego, w przeciwnym razie roztwór nie będzie klarowny.

W kolbie pomiarowej o pojemności 100 ml rozpuścić 5 g chlorku cynawego ($SnCl_2.2H_2O$) w 35 ml roztworu kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1). Dodać 10 ml roztworu miedzi (4.2). Dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać.

4.7. *Roztwory wzorcowe molibdenu*

4.7.1. Roztwór podstawowy molibdenu (500 μg/ml)

0,920 g molibdenianu amonu $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O]$ odważonego z dokładnością do 0,1 mg rozpuścić w kolbie pomiarowej o pojemności 1 000 ml, w roztworze kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1). Dopełnić do kreski tym samym roztworem i dokładnie wymieszać.

4.7.2. Roztwór pośredni molibdenu (25 μg/ml)

Umieścić 25 ml roztworu podstawowego (4.7.1) w kolbie pomiarowej o pojemności 500 ml. Dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1) i dokładnie wymieszać.

4.7.3. Roztwór roboczy molibdenu (2,5 μg/ml)

Umieścić 10 ml roztworu pośredniego (4.7.2) w kolbie pomiarowej o pojemności 100 ml. Dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1) i dokładnie wymieszać.

5. **Aparatura**

5.1. Spektrofotometr nastawiony na długość fali 470 nm z kuwetami o grubości warstwy pochłaniającej 20 mm.

▼B

5.2. Rozdzielacze o pojemności 200 lub 250 ml.

6. **Przygotowanie roztworu do analizy**

6.1. *Roztwór ekstraktu molibdenu*

Patrz: metody 9.1 i/lub 9.2 i, jeśli to konieczne 9.3.

6.2. *Przygotowanie roztworu do analizy*

Rozcieńczyć porcję ekstraktu (6.1) roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1), tak aby uzyskać odpowiednie stężenie molibdenu. Współczynnik rozcieńczenia oznaczyć jako D.

Wziąć odpowiednią porcję (a) roztworu ekstraktu zawierającą od 1 do 12 µg molibdenu i umieścić w rozdzielaczu (5.2.). Dopełnić do 50 ml roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1).

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Przygotowanie roztworu próby ślepej*

Przygotować roztwór próby ślepej, powtarzając cały tok postępowania od etapu ekstrakcji, z pominięciem badanej próbki nawozu.

7.2. *Przygotowanie serii roztworów wzorcowych*

Przygotować serię co najmniej sześciu roztworów wzorcowych o wzrastającym stężeniu.

Dla przedziału zawartości molibdenu 0–12,5 µg pobrać odpowiednio 0, 1, 2, 3, 4 i 5 ml roztworu roboczego (4.7.3) i przenieść do rozdzielaczy (5.2). Dopełnić do 50 ml roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1). Roztwory w rozdzielaczach zawierają odpowiednio 0; 2,5; 5; 7,5; 10 i 12,5 µg molibdenu.

7.3. *Wytworzenie i ekstrakcja kompleksu*

Do każdego z rozdzielaczy zawierających roztwory przygotowane wg 6.2., 7.1. i 7.2. dodać w następującej kolejności:

— 10 ml roztworu miedzi (4.2),

— 20 ml roztworu kwasu askorbinowego (4.3.),

dokładnie wymieszać i odczekać 2–3 min.;

— 10 ml octanu n-butylu (4.4.), używając pipety jednomiarowej,

— 20 ml roztworu tiocyjanianu (4.5.).

Zawartość rozdzielaczy wytrząsać przez 1 min, aby wyekstrahować kompleks w warstwie organicznej; pozostawić do rozdzielenia warstw. Po rozdzieleniu się dwóch warstw odciągnąć całą warstwę wodną i odrzucić ją; następnie przemyć warstwę organiczną:

— 10 ml roztworu chlorku cynawego (4.6).

Ponownie wytrząsać przez 1 min. Pozostawić do rozdzielenia warstw i odciągnąć całą warstwę wodną. Warstwę organiczną przesączyć przez sączek do kuwety.

7.4 *Oznaczanie*

Zmierzyć absorbancje roztworów otrzymanych po ekstrakcji 7.3. przy długości fali 470 nm, stosując jako odnośnik roztwór wzorcowy zawierający 0 µg/ml molibdenu (7.2).

8. **Wyrażanie wyników**

Sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych zawartość molibdenu w poszczególnych roztworach wzorcowych (7.2), w µg, a na osi rzędnych odpowiadające im wartości absorbancji (7.4) odczytane na spektrofotometrze.

▼B

Z otrzymanej krzywej wzorcowej odczytać zawartość molibdenu w roztworze badanym (6.2.) i roztworze próby ślepej (7.1.). Zawartości te są oznaczone odpowiednio (x_s) i (x_b).

Zawartość procentową molibdenu w nawozie obliczyć ze wzorów:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

lub jeśli zastosowano metodę 9.3:

$$Mn\% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

gdzie:

a = objętość porcji roztworu pobrana do oznaczania z ostatniego rozcieńczenia roztworu (6.2.), ml;

x_s = zawartość molibdenu (Mo) w roztworze badanym (6.2.), μg;

x_b = zawartość molibdenu (Mo) w roztworze próby ślepej (7.1.), którego objętość odpowiada objętości (a) porcji roztworu badanego (6.2.), μg;

V = objętość ekstraktu otrzymanego Metodą 9.1 lub 9.2, ml;

D = współczynnik odpowiadający rozcieńczeniu wykonanemu w 6.2;

M = masa badanej próbki pobranej zgodnie z Metodą 9.1 lub 9.2, g.

Obliczanie współczynnika rozcieńczenia D: jeśli (a_1) i (a_2) są kolejnymi porcjami ekstraktu, natomiast (v_1) i (v_2) są objętościami odpowiadającymi ich odpowiednim rozcieńczeniem, to współczynnik rozcieńczenia wyraża się następująco:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Metoda 9.11

Oznaczanie cynku w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda opisuje sposób wykonania oznaczania cynku w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres zastosowania**

Niniejszy sposób wykonania oznaczania stosuje się do nawozów ekstrahowanych metodami 9.1 i/lub 9.2, dla których w załączniku I E do niniejszego rozporządzenia wymagane jest deklarowanie zawartości całkowitego i/lub rozpuszczalnego w wodzie cynku.

3. **Zasada**

Po odpowiedniej obróbce i rozcieńczeniu ekstraktów zawartość cynku oznacza się metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 6 mol/l*

Patrz: metoda 9.4 (4.1).

4.2. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 0,5 mol/l*

Patrz: metoda 9.4 (4.2).

▼B

4.3. *Roztwory soli lantanu (10 g La w 1 l)*

Patrz: metoda 9.4 (4.3).

4.4. *Roztwory wzorcowe cynku*

4.4.1. Roztwór podstawowy cynku (1 000 µg/ml)

W kolbie pomiarowej o pojemności 1 000 ml rozpuścić 1 g sproszkowanego cynku lub płatków cynkowych, odważonych z dokładnością do 0,1 mg, w 25 ml kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1). Po całkowitym rozpuszczeniu, dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać.

4.4.2. Roztwór roboczy cynku (100 µg/ml)

W kolbie pomiarowej o pojemności 200 ml rozcieńczyć 20 ml roztworu podstawowego (4.4.1) roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2). Dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l i dokładnie wymieszać.

5. **Aparatura**

Spektrometr absorpcji atomowej, patrz: metoda 9.4 (5). Aparat powinien być wyposażony w źródło promieniowania charakterystycznego dla cynku (213,8 nm), spektrometr powinien umożliwiać przeprowadzenie korekcji tła.

6. **Przygotowanie roztworu do analizy**

6.1. *Roztwór ekstraktu cynku*

Patrz: metody 9.1 i/lub 9.2 i, jeśli to konieczne, 9.3.

6.2. *Przygotowanie roztworu badanego*

Patrz: metoda 9.4 (6.2). Roztwór badany powinien zawierać 10 % objętościowych roztworu soli lantanu (4.3).

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Przygotowanie roztworu próby ślepej*

Patrz: metoda 9.4 (7.1). Roztwór badany powinien zawierać 10 % objętościowych roztworu soli lantanu użytego w 6.2.

7.2. *Przygotowanie roztworów wzorcowych*

Patrz: metoda 9.4 (7.2).

Do serii kolb pomiarowych o pojemności 100 ml przenieść odpowiednio 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 i 5 ml roztworu roboczego (4.4.2). Tam, gdzie to konieczne, doprowadzić stężenie kwasu chlorowodorowego, tak aby było jak najbliższe stężeniu roztworu badanego. Do każdej kolby dodać 10 ml roztworu soli lantanu użytego w 6.2. Dopełnić do 100 ml roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać. Tak przygotowane roztwory zawierają odpowiednio: 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 i 5 µg/ml cynku.

7.3. *Oznaczanie*

Patrz: metoda 9.4 (7.3). Przygotować spektrometr (5) do pomiaru przy długości fali 213,8 nm.

8. **Wyrażanie wyników**

Patrz: metoda 9.4 (8).

Zawartość procentowa cynku w nawozie jest równa:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times D]/(M \times 10^4)$$

▼B

lub jeśli zastosowano metodę 9.3:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D]/(M \times 10^4)$$

gdzie:

Zn = zawartości cynku w nawozie, wyrażona w procentach;

x_s = stężenie w roztworze badanym (6.2), μg/ml;

x_b = stężenie w roztworze próby ślepej (7.1), μg/ml;

V = objętość ekstraktu otrzymanego Metodą 9.1 lub 9.2, ml;

D = współczynnik odpowiadający rozcieńczeniu wykonanemu w 6.2;

M = masa badanej próbki pobranej zgodnie z Metodą 9.1 lub 9.2, g.

Obliczanie współczynnika rozcieńczenia D: jeśli (a1), (a2), (a3) … (ai) i (a) są porcjami ekstraktu, a (v1), (v2), (v3) … (vi) i (100) są objętościami w ml odpowiadającymi ich odpowiednim rozcieńczeniom, to współczynnik rozcieńczenia D wyraża się następująco:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metody 10

Mikroskładniki pokarmowe o zawartości powyżej 10 %

Metoda 10.1

Ekstrakcja całkowitej zawartości mikroskładników pokarmowych

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda opisuje sposób wykonania ekstrakcji całkowitej zawartości następujących mikroskładników pokarmowych: boru, kobaltu, miedzi, żelaza, manganu, molibdenu i cynku. Celem jest przeprowadzenie minimalnej liczby ekstrakcji, wykorzystując tam, gdzie to możliwe, ten sam ekstrakt do określenia całkowitej zawartości każdego z wymienionych mikroskładników.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do nawozów WE zawartych w załączniku I E do niniejszego rozporządzenia, zawierających jeden lub więcej następujących mikroskładników pokarmowych: boru, kobaltu, miedzi, żelaza, manganu, molibdenu i cynku. Stosuje się ją do każdego mikroskładnika, którego deklarowana zawartość wynosi powyżej 10 %.

3. **Zasada metody**

Rozpuszczanie badanej próbki we wrzącym rozcieńczonym roztworze kwasu chlorowodorowego.

Uwaga:

Ekstrakcja ta jest procesem empirycznym i może nie być ilościowa. Zależy od własności produktu lub innych składników nawozowych. W przypadku niektórych tlenków manganu, wyekstrahowana ilość tego pierwiastka może być znacznie mniejsza niż całkowita jego zawartość w nawozie. Na producentach nawozów spoczywa odpowiedzialność, że zadeklarowana zawartość rzeczywiście odpowiada wyekstrahowanej ilości w warunkach właściwych dla danej metody.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy (HCl), roztwór rozcieńczony o stężeniu około 6 mol/l*

Zmieszać 1 objętość kwasu chlorowodorowego (d_{20} = 1,18 g/ml) z 1 objętością wody.

▼B

4.2. Amoniak, roztwór stężony (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml)

5. **Aparatura**

5.1. Elektryczna płytka grzejna umożliwiająca regulację temperatury

5.2. Pehametr

Uwaga:

Gdy w ekstrakcie ma być oznaczana zawartość boru, nie należy stosować naczyń ze szkła borokrzemowego. Zalecane są naczynia laboratoryjne teflonowe lub kwarcowe, ponieważ metoda przewiduje gotowanie. Jeśli naczynia szklane były myte w detergentach zawierających borany, należy je dokładnie wypłukać.

6. **Przygotowanie próbki**

Patrz: metoda 1.

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Próbka do badań*

Odważyć 1–2 g badanego nawozu z dokładnością do 1 mg, w zależności od zadeklarowanej zawartości mikroskładnika w produkcie. Poniższą Tabelę należy stosować do określenia końcowego rozcieńczenia roztworu do badań, w którym stężenie oznaczanego pierwiastka mieści się w zakresie pomiarowym podanym dla każdej metody:

Deklarowana zawartość mikroskładnika w nawozie (%)	> 10 < 25	≥ 25
Masa próbki do badań (g)	2	1
Masa mikroskładnika w próbce (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Objętość ekstraktu V (ml)	500	500
Stężenie mikroskładnika w ekstrakcie (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Odważoną próbkę umieścić w zlewce o pojemności 250 ml.

7.2. *Przygotowanie roztworu badanej próbki*

Jeśli to konieczne, zwilżyć odważkę niewielką ilością wody, dodać ostrożnie niewielkimi porcjami rozcieńczony roztwór kwasu chlorowodorowego (4.1) po 10 ml na każdy gram nawozu, następnie 50 ml wody. Przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i wymieszać. Zawartość zlewki doprowadzić do wrzenia na płytce grzejnej i gotować przez 30 min. Pozostawić do ochłodzenia od czasu do czasu mieszając. Następnie przenieść ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 500 ml. Uzupełnić objętość wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Przesączyć przez suchy sączek do suchego naczynia, odrzucając pierwszą porcję przesączu. Ekstrakt powinien być klarowny.

Zaleca się niezwłoczne przeprowadzenie oznaczań na porcjach klarownego przesączu; jeśli nie, naczynia powinny być zamknięte korkiem.

Uwaga:

W ekstraktach przeznaczonych do oznaczania zawartości boru uregulować pH do wartości 4–6 przy pomocy stężonego roztworu amoniaku (4.2.).

8. **Oznaczanie**

Oznaczanie każdego mikroskładnika pokarmowego należy przeprowadzić w odpowiedniej objętości roztworu do badań, zależnej od metody oznaczania pierwiastka.

▼B

Metod 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 i 10.10 nie można stosować do oznaczania mikroskładników pokarmowych znajdujących się w postaci schelatowanej lub w formie kompleksu. W tych przypadkach należy przed właściwym oznaczaniem usunąć związki organiczne, stosując metodę 10.3.

W przypadku oznaczania metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (metody 10.8 i 10.11), postępowanie takie nie jest konieczne.

Metoda 10.2

Ekstrakcja mikroskładników pokarmowych rozpuszczalnych w wodzie

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda opisuje sposób ekstrakcji następujących mikroskładników pokarmowych rozpuszczalnych w wodzie: boru, kobaltu, miedzi, żelaza, manganu, molibdenu i cynku. Celem jest przeprowadzenie jak najmniejszej liczby ekstrakcji, z wykorzystaniem tam, gdzie to możliwe, tego samego ekstraktu do określenia zawartości każdego z wymienionych wyżej mikroskładników.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do nawozów WE zawartych w załączniku I E do niniejszego rozporządzenia, zawierających jeden lub więcej następujących mikroskładników pokarmowych: boru, kobaltu, miedzi, żelaza, manganu, molibdenu i cynku. Odnosi się ona do każdego mikroskładnika, którego deklarowana zawartość wynosi powyżej 10 %.

3. **Zasada**

Ekstrakcja mikroskładników pokarmowych przez wytrząsanie nawozu w wodzie o temperaturze 20 ± 2 °C.

Uwaga:

Ekstrakcja ta jest procesem empirycznym i może, ale nie musi, być ilościowa.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy (HCl), roztwór o stężeniu około 6 mol/l*

Zmieszać 1 objętość kwasu chlorowodorowego (d_{20} = 1,18 g/ml) z 1 objętością wody.

5. **Aparatura**

5.1. Aparat rotacyjny o częstotliwości 35–40 obrotów na minutę

Uwaga:

Gdy w ekstrakcie ma być oznaczana zawartość boru, nie należy stosować naczyń ze szkła borokrzemowego. Przy tej ekstrakcji zalecane są naczynia laboratoryjne teflonowe lub kwarcowe. Jeśli naczynia szklane były myte w detergentach zawierających borany, należy je dokładnie wypłukać.

6. **Przygotowanie próbki**

Patrz: metoda 1.

7. **Sposób postępowania**

7.1 *Próbka do badań*

Odważyć od 1 do 2 g badanego nawozu z dokładnością do 1 mg, w zależności od zadeklarowanej zawartości mikroskładnika. Poniższą tabelę należy stosować do określenia końcowego stężenia roztworu do badań, w którym stężenie oznaczanego pierwiastka mieści się w zakresie pomiarowym podanym dla każdej metody:

▼B

Deklarowana zawartość mikroskładnika w nawozie (%)	> 10 < 25	≥ 25
Masa próbki do badań (g)	2	1
Masa mikroskładnika w próbce (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Objętość ekstraktu V (ml)	500	500
Stężenie mikroskładnika w ekstrakcie (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Odważoną próbkę umieścić w kolbie o pojemności 500 ml.

7.2 *Przygotowanie ekstraktu*

Do kolby z próbką dodać około 400 ml wody.

Kolbę dobrze zamknąć korkiem i mocno wstrząsnąć ręcznie, by zdyspergować próbkę. Następnie umieścić w aparacie rotacyjnym i wytrząsać przez 30 min.

Dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

7.3 *Przygotowanie roztworu do badań*

Otrzymany ekstrakt przesączyć niezwłocznie do czystej, suchej kolby. Zamknąć korkiem. Oznaczanie przeprowadzić natychmiast po przesączeniu.

U w a g a :

Jeśli przesącz stopniowo mętnieje, należy przeprowadzić ponowną ekstrakcję zgodnie z 7.1 i 7.2, stosując kolbę objętości V_e. Otrzymany ekstrakt przesączyć do kolby pomiarowej objętości W, którą uprzednio wysuszono i do której wprowadzono 5 ml rozcieńczonego roztworu kwasu chlorowodorowego (4.1). Przerwać sączenie w momencie, gdy poziom cieczy dojdzie do kreski. Zawartość kolby dokładnie wymieszać.

W tym przypadku objętość V obliczyć ze wzoru:

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Rozcieńczenia przy wyrażaniu wyników zależą od wartości V.

8. **Oznaczanie**

Oznaczanie każdego mikroskładnika przeprowadzić w odpowiedniej objętości roztworu do badań zależnej od Metody oznaczania danego pierwiastka.

Metod 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 i 10.10 nie można stosować do oznaczania mikroskładników pokarmowych znajdujących się w postaci schelatowanej lub w formie kompleksu. W tych przypadkach należy przed właściwym oznaczeniem usunąć związki organiczne, stosując Metodę 10.3.

W przypadku oznaczań metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (Metody10.8 i 10.11), postępowanie takie może nie być konieczne.

▼B

Metoda 10.3

Usuwanie związków organicznych z ekstraktów nawozowych

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda określa sposób usuwania związków organicznych ekstraktów nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do nawozów ekstrahowanych według Metod 10.1 i 10.2, dla których w załączniku I E do niniejszego rozporządzenia jest wymagane deklarowanie całkowitej i/lub rozpuszczalnej w wodzie zawartości mikroskładnika.

Uwaga:

Obecność niewielkich ilości substancji organicznych zwykle nie wpływa na oznaczanie przeprowadzane metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

3. **Zasada**

Związki organiczne zawarte w porcji ekstraktu do oznaczania utlenia się przy pomocy nadtlenku wodoru.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy (HCl), roztwór rozcieńczony o stężeniu około 0,5 mol/l*

Zmieszać 1 objętość kwasu chlorowodorowego (d_{20}=1,18 g/ml) z 20 objętościami wody.

4.2. Nadtlenek wodoru (H_2O_2), roztwór 30 %, (d_{20} =1,11 g/ml) niezawierający mikroskładników pokarmowych.

5. **Aparatura**

Elektryczna płytka grzejna z regulacją temperatury.

6. **Sposób postępowania**

Pobrać 25 ml ekstraktu uzyskanego metodą 10.1 lub 10.2 i umieścić w zlewce o pojemności 100 ml. W przypadku metody 10.2, dodać 5 ml roztworu kwasu chlorowodorowego (4.1). Następnie dodać 5 ml roztworu nadtlenku wodoru (4.2). Przykryć szkiełkiem zegarkowym i zostawić w temperaturze pokojowej na około 1 godz. Następnie roztwór stopniowo doprowadzić do wrzenia i gotować przez 30 min. Jeśli to konieczne, po ochłodzeniu dodać kolejne 5 ml nadtlenku wodoru. Ponownie zagotować w celu usunięcia nadmiaru nadtlenku wodoru. Zostawić zawartość zlewki do ochłodzenia i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 50 ml i uzupełnić do kreski. Jeśli to konieczne, przesączyć.

To rozcieńczenie należy uwzględnić przy pobieraniu porcji roztworu do oznaczania i obliczaniu procentowej zawartości mikroskładnika w nawozie.

Metoda 10.4

Oznaczanie mikroskładników pokarmowych w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (procedura ogólna)

1. **Dziedzina**

Niniejszy dokument opisuje procedurę ogólną oznaczania zawartości żelaza i cynku w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

▼B

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do nawozów ekstrahowanych wg metod 10.1 i 10.2, dla których w załączniku I E do niniejszego rozporządzenia jest wymagane deklarowanie zawartości całkowitego i/lub rozpuszczalnego w wodzie żelaza i cynku.

Dostosowanie tej procedury do różnych mikroskładników pokarmowych jest podane szczegółowo w metodach określonych specjalnie dla każdego mikroskładnika.

U w a g a :

W większości przypadków obecność niewielkich ilości substancji organicznych nie ma wpływu na oznaczanie metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

3. **Zasada**

Po poddaniu ekstraktu obróbce, w celu zredukowania wpływu lub usunięcia zakłócających związków chemicznych, ekstrakt rozcieńcza się tak, aby jego stężenie było w optymalnym zakresie pomiarowym spektrometru przy długości fali charakterystycznej dla oznaczanego mikroskładnika.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy (HCl), roztwór rozcieńczony o stężeniu około 6 mol/l*

Zmieszać jedną objętość kwasu chlorowodorowego (d_{20}=1,18 g/ml) z jedną objętością wody.

4.2. *Kwas chlorowodorowy (HCl), roztwór rozcieńczony o stężeniu około 0,5 mol/l*

Zmieszać jedną objętość kwasu solnego (d_{20}=1,18 g/ml) z 20 objętościami wody.

4.3. *Roztwory soie lantanu, (10 g La w 1 l)*

Odczynnik ten jest stosowany do oznaczań żelaza i cynku. Można go przygotować następującymi sposobami:

a) z tlenku lantanu rozpuszczonego w kwasie chlorowodorowym (4.1).Umieścić w kolbie pomiarowej o pojemności 1 litra, 11,73 g tlenku lantanu (La_2O_3) dodać 150 ml wody i 120 ml kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1). Zostawić do rozpuszczenia, a następnie uzupełnić do 1 l wodą i dokładnie wymieszać. To jest roztwór lantanu w kwasie chlorowodorowym o stężeniu około 0,5 mol/l.

b) z roztworów chlorku, siarczanu lub azotanu lantanu. Rozpuścić 26,7 g siedmiowodnego chlorku lantanu ($LaCl_3.7H_2O$) lub 31,2 g sześciowodnego azotanu lantanu ($La(NO_3)_3.6H_2O$) lub 26,2 g dziewięciowodnego siarczanu lantanu ($La_2(SO_4)_3.9H_2O$) w 150 ml wody, następnie dodać 85 ml kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1). Zostawić do rozpuszczenia, a następnie uzupełnić wodą do 1 l. Dokładnie wymieszać. To jest roztwór lantanu w kwasie chlorowodorowym o stężeniu około 0,5 mol/l.

4.4. *Roztwory wzorcowe*

Patrz: poszczególne metody oznaczania każdego mikroskładnika pokarmowego.

5. **Aparatura**

Spektrometr absorpcji atomowej wyposażony w źródło emitujące promieniowanie charakterystyczne dla mikroskładnika pokarmowego, który ma być oznaczany.

Analityk powinien postępować zgodnie z instrukcją producenta i powinien być zaznajomiony z aparatem. Aparat powinien być zaopatrzony w korekcję tła, aby można ją było stosować, jeśli zajdzie taka potrzeba (np. Zn). Stosowane gazy to powietrze i acetylen.

▼B

6. **Przygotowanie roztworu do badań**

6.1. *Przygotowanie roztworów ekstraktów zawierających oznaczane mikroskładniki pokarmowe*

Patrz: metoda 10.1 i/lub 10.2 i, jeśli to konieczne 10.3.

6.2. *Obróbka roztworu badanego*

Rozcieńczyć porcję ekstraktu otrzymanego metodą 10.1, 10.2 lub 10.3 wodą i/lub kwasem chlorowodorowym (4.1) lub (4.2), tak aby uzyskać w końcowym roztworze do oznaczania stężenie mikroskładnika odpowiednie dla zastosowanego zakresu kalibracyjnego (7.2) i stężenie kwasu chlorowodorowego co najmniej 0,5 mol/l i nie wyższe niż 2,5 mol/l. Operacja ta może wymagać jednego lub kilku kolejnych rozcieńczeń.

Końcowy roztwór należy otrzymać, umieszczając porcję rozcieńczonego ekstraktu w kolbie pomiarowej o pojemności 100 ml. Objętość porcji wyniesie (a) ml. Dodać 10 ml roztworu soli lantanu (4.3). Uzupełnić objętość roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać. D jest współczynnikiem rozcieńczenia.

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Przygotowanie roztworu próby ślepej*

Przygotować roztwór próby ślepej, powtarzając całą procedurę od etapu ekstrakcji, pomijając jedynie dodatek próbki badanego nawozu.

7.2. *Przygotowanie roztworów wzorcowych*

Z roboczego roztworu wzorcowego otrzymanego metodą podaną dla każdego mikroskładnika przygotować w kolbach pomiarowych pojemności 100 ml serię co najmniej pięciu roztworów wzorcowych o rosnącym stężeniu w optymalnym zakresie pomiarowym spektrometru. Jeśli to konieczne, należy doprowadzić stężenie kwasu chlorowodorowego do takiego, aby było jak najbardziej zbliżone do stężenia rozcieńczonego roztworu do badań (6.2). Przy oznaczaniu żelaza lub cynku dodać 10 ml tego samego roztworu soli lantanu (4.3) jaki zastosowano w (6.2). Uzupełnić objętość do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać.

7.3. *Oznaczanie*

Przygotować spektrometr (5) do oznaczania, nastawić na długość fali podaną w metodzie dla mikroskładnika pokarmowego, który będzie oznaczany.

Zasysać kolejno: roztwory wzorcowe (7.2), roztwór badany (6.2) i roztwór próby ślepej (7.1), za każdym razem zapisując wynik i przepłukując aparat wodą destylowaną między poszczególnymi zassaniami.

Wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji odczytane ze spektrometru dla każdego roztworu wzorcowego (7.2), a na osi odciętych odpowiadające im stężenia mikroskładnika, wyrażone w μg/ml.

Z krzywej odczytać stężenie odpowiedniego mikroskładnika (x_s) w roztworze badanym (6.2) i stężenie (x_b) w roztworze próby ślepej (7.1), w μg/ml.

8. **Wyrażenie wyników**

Zawartość procentową mikroskładnika pokarmowego (E) w nawozie obliczyć ze wzoru:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

▼B

lub jeśli zastosowano metodę 10.3:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

gdzie:

E – zawartość mikroskładnika w nawozie, wyrażona w procentach;

x_s – stężenie mikroskładnika w roztworze badanym (6.2.), µg/ml;

x_b – stężenie mikroskładnika w roztworze próby ślepej (7.1), µg/ml;

V – objętość ekstraktu, otrzymana wg metod 10.1 lub 10.2, ml;

D – współczynnik odpowiadający rozcieńczeniu wykonanemu w 6.2;

M – masa badanej próbki, pobrana zgodnie z metodą 10.1 lub 10.2, w g.

Obliczanie współczynnika rozcieńczenia D:

jeśli (a_1), (a_2), (a_3)… (a_i) i (a) są kolejnymi porcjami, natomiast (v_1), (v_2), (v_3) … (v_i) i (100) są objętościami w ml, odpowiadającymi ich odpowiednim rozcieńczeniom, to współczynnik rozcieńczenia D wyraża się wzorem:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 10.5

Oznaczanie zawartości boru w ekstraktach nawozowych metodą miareczkową

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda określa sposób wykonania oznaczenia zawartości boru w ekstraktach nawozowych

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do ekstraktów nawozowych otrzymanych metodami 10.1 lub 10.2, dla których deklaracja odnośnie zawartości ogólnego i/lub rozpuszczalnego boru wymagana jest w załączniku 1 E do niniejszego rozporządzenia.

3. **Zasada metody**

Kompleks mannitoborowy tworzy się według następującej reakcji boranu z mannitem:

$$C_6H_8(OH)_6 + H_3BO_3\ C_6H_{15}O_8B + H_2O$$

Kompleks miareczkuje się roztworem wodorotlenku sodu do wartości pH = 6,3.

4. **Odczynniki**

4.1. *Czerwień metylowa, roztwór wskaźnika:*

Rozpuścić 0,1 g czerwieni metylowej ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) w 50 ml etanolu (95 % w kolbie pomiarowej o pojemności 100 ml). Dopełnić do 100 ml wodą. Dokładnie wymieszać.

4.2. *Kwas chlorowodorowy, roztwór r ozcieńczony o stężeniu około 0,5 mol/l*

Zmieszać 1 objętość kwasu chlorowodorowego HCl (d_{20}=1,18 g/ml) z 20 objętościami wody.

4.3. *Wodorotlenek sodu, roztwór mianowany o stężeniu około 0,5 mol/l*

Roztwór niezawierający dwutlenku węgla. Rozpuścić 20 g wodorotlenku sodu (NaOH) w postaci pastylek w kolbie pomiarowej o pojemności 1 l zawierającej około 800 ml przegotowanej wody. Po ochłodzeniu roztworu dopełnić przegotowaną wodą do objętości 1 000 ml i dokładnie wymieszać.

▼B

4.4. *Wodorotlenek sodu, roztwór mianowany o stężeniu około 0,025 mol/l*

Roztwór nie powinien zawierać dwutlenku węgla. Rozcieńczyć roztwór wodorotlenku sodu (4.3) o stężeniu 0,5 mol/l przegotowaną wodą w stosunku 1:20 i dokładnie wymieszać. Ustalić miano roztworu w przeliczeniu na bor (B) wg (9).

4.5. *Roztwór wzorcowy boru (100 µg/ml B)*

Rozpuścić w wodzie 0,5719 g kwasu borowego (H_3BO_3), odważonego z dokładnością do 0,1 mg, w kolbie pomiarowej o pojemności 1000 ml. Dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Przenieść do butelki z tworzywa sztucznego i przechowywać w lodówce.

4.6. D-mannit (C_6 H_{14} O_6), sproszkowany

4.7. Chlorek sodu (NaCl)

5. **Aparatura**

5.1. Pehametr z elektrodą szklaną

5.2. Mieszadło magnetyczne

5.3. Zlewka o pojemności 400 ml z pałeczką teflonową

6. **Przygotowanie roztworu do badań**

6.1. *Przygotowanie roztworu boru*

Patrz: metody 10.1, 10.2 i, jeśli to konieczne 10.3

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Wykonanie oznaczenia*

W zlewce (5.3) o pojemności 400 ml umieścić porcję (a) ekstraktu (6.1), zawierającą od 2 do 4 mg B. Dodać 150 ml wody.

Dodać kilka kropel roztworu czerwieni metylowej (4.1).

W przypadku ekstrakcji metodą 10. 2, roztwór należy zakwasić, dodając kwas chlorowodorowy o stężeniu 0,5 mol/l (4.2), do chwili zmiany barwy wskaźnika, następnie dodać jeszcze 0,5 ml kwasu chlorowodorowego (4.2).

Po dodaniu 3 g chlorku sodu (4.7) roztwór doprowadzić do wrzenia i odpędzić dwutlenek węgla. Zostawić do ochłodzenia. Umieścić zlewkę na mieszadle magnetycznym (5.2) i zanurzyć elektrody uprzednio skalibrowanego pehametru (5.1).

Doprowadzić pH do wartości 6,3 najpierw za pomocą roztworu wodorotlenku sodu o stężeniu 0,5 mol/l (4.3), a następnie o stężeniu 0,025 mol/l (4.4).

Dodać 20 g D-mannitu (4.6), całkowicie rozpuścić i dokładnie wymieszać. Miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego o stężeniu 0,025 mol/l (4.4.) do wartości pH = 6,3 (nie zmieniającej się przez co najmniej 1 min). Zużytą do miareczkowania objętość wodorotlenku sodu oznaczyć (x_1).

8. **Roztwór próby ślepej**

Przygotować roztwór próby ślepej, powtarzając całą procedurę od etapu ekstrakcji, pomijając jedynie dodatek próbki badanego nawozu. Zużytą do miareczkowania objętość wodorotlenku sodu oznaczyć (x_o).

9. **Miano roztworu wodorotlenku sodu (4.4) w przeliczeniu na bor (B)**

Przenieść pipetą 20 ml (2,0 mg B) roztworu wzorcowego (4.5) do zlewki o pojemności 400 ml i dodać kilka kropli roztworu czerwieni metylowej (4.1), następnie dodać 3 g chlorku sodu (4.7) oraz roztworu kwasu chlorowodorowego (4.2), do zmiany barwy roztworu (4.1),

▼B

Dopełnić wodą do około 150 ml i stopniowo doprowadzić do wrzenia, aby usunąć dwutlenek węgla. Zostawić do schłodzenia. Umieścić zlewkę na mieszadle magnetycznym (5.2) i włożyć elektrody uprzednio skalibrowanego pehametru (5.1). Doprowadzić pH roztworu dokładnie do wartości 6,3 za pomocą roztworu wodorotlenku sodu najpierw o stężeniu 0,5 mol/l (4.3), a następnie o stężeniu 0,025 mol/l (4.4).

Dodać 20 g D-mannitu (4.6), całkowicie rozpuścić i dokładnie wymieszać. Miareczkować roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 0,025 mol/l (4.4) do pH = 6,3 (nie zmieniającego się przez co najmniej 1 min). Zużytą do miareczkowania objętość wodorotlenku sodu oznaczyć (V_1).

Przygotować roztwór próby ślepej w ten sam sposób, zastępując roztwór wzorcowy 20 ml wody. Zużytą do miareczkowania objętość wodorotlenku sodu oznaczyć (V_o).

Miano roztworu wodorotlenku sodu (4.4) w przeliczeniu na bor w mg/ml obliczyć ze wzoru:

$$F\ (\text{in mg/ml}) = 2/(V_1 - V_0)$$

1 ml roztworu wodorotlenku sodu o stężeniu ściśle 0,025 mol/l odpowiada 0,27025 mg B.

10. **Wyrażanie wyników**

Zawartość procentową boru w nawozie wyliczyć ze wzoru:

$$B\ (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

gdzie:

B % – zawartość boru w nawozie, wyrażona w procentach;

x_1 – objętość roztworu wodorotlenku sodu (4.4.) o stężeniu 0,025 mol/l zużyta do miareczkowania badanej próbki, ml;

x_o – objętość roztworu wodorotlenku sodu (4.4.) o stężeniu 0,025 mol/l zużyta do miareczkowania próby ślepej, ml;

F – miano roztworu wodorotlenku sodu (4.4.) o stężeniu 0,025 mol/l w przeliczeniu na bor, mg/ml;

V – objętość ekstraktu otrzymanego metodą 10.1 lub 10.2, ml;

a – objętość ekstraktu 7.1 pobrana z roztworu ekstraktu (6.1.), ml;

M – masa badanej próbki pobranej zgodnie z metodą 10.1 lub 10.2, g.

Metoda 10.6

Oznaczenie kobaltu w ekstraktach nawozowych metodą grawimetryczną z użyciem 1-nitrozo-2-naftolu

1. **Dziedzina**

Niniejszy dokument określa sposób wykonania oznaczania zawartości kobaltu w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do ekstraktów nawozowych otrzymanych metodą 10.1 lub 10.2, dla których w załączniku I E do niniejszego rozporządzenia jest wymagane deklarowanie zawartości kobaltu.

▼B

3. **Zasada metody**

Kobalt zawarty w ekstrakcie przeprowadza się w jon kobaltu (III), który wytrąca się w środowisku kwasu octowego roztworem 1-nitrozo-2-naftolu. Po przesączeniu otrzymany czerwony osad przemywa się i suszy do stałej masy, a następnie waży jako $Co(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$.

4. **Odczynniki**

4.1. Nadtlenek wodoru (H_2O_2), roztwór 30 % (d_{20}=1,11 g/ml)

4.2. *Wodorotlenek sodu, roztwór o stężeniu około 2 mol/l*

Rozpuścić 8 g wodorotlenku sodu w postaci pastylek w 100 ml wody.

4.3. *Kwas chlorowodorowy, roztwór rozcieńczony o stężeniu około 6 mol/l*

Zmieszać jedną objętość kwasu chlorowodorowego (d_{20} =1,18 g/ml) z 1 objętością wody.

4.4 Kwas octowy (99,7 % CH_3COOH) (d_{20}=1,05 g/ml)

4.5. *Kwas octowy, rozcieńczony (1:2), tj. o stężeniu około 6 mol/l*

Zmieszać jedną objętość kwasu octowego (4.4) z 2 objętościami wody.

4.6. Roztwór 1-nitrozo-2-naftol. Rozpuścić 2 g 1-nitrozo-2-naftolu w 100 ml stężonego kwasu octowego (4.4). Do otrzymanego roztworu dodać 100 ml ciepłej wody, dokładnie wymieszać i natychmiast przesączyć.

5. **Aparatura**

5.1. Tygiel filtracyjny P 16/ISO 4793 o porowatości 4 i pojemności 30 ml lub 50 ml

5.2. Suszarka laboratoryjna umożliwiająca uzyskanie temperatury 130 (± 2) °C

6. **Przygotowanie roztworu do analizy**

6.1. *Przygotowanie ekstraktu kobaltu*

Patrz: metoda 10.1 lub 10.2.

6.2. *Przygotowanie roztworu do oznaczania*

W zlewce o pojemności 400 ml umieścić objętość ekstraktu zawierającą nie więcej niż 20 mg Co. Jeśli ekstrakt otrzymano metodą 10.2, zakwasić go pięcioma kroplami kwasu chlorowodorowego (4.3). Dodać około 10 ml roztworu nadtlenku wodoru (4.1). Pozostawić roztwór na 15 min w celu utlenienia substancji organicznej, a następnie dopełnić wodą do około 100 ml. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym, doprowadzić roztwór do wrzenia, gotować przez około 10 min i ochłodzić. Zalkalizować roztworem wodorotlenku sodu (4.2), dodając kropla po kropli dotąd, aż zacznie się wytrącać czarny wodorotlenek kobaltu.

7. **Sposób postępowania**

Dodać 10 ml kwasu octowego (4.4), uzupełnić roztwór wodą do około 200 ml i ogrzewać do wrzenia. Za pomocą biurety dodać kroplami 20 ml roztworu 1-nitrozo-2-naftolu (4.6), cały czas mieszając aż do skoagulowania osadu.

Przesączyć otrzymany osad przez uprzednio zważony tygiel filtracyjny (5.1.), tak aby go nie zapchać. Należy pamiętać o tym, aby ciecz znajdowała się nad osadem podczas całego pro-cesu sączenia.

▼B

Przemyć zlewkę rozcieńczonym roztworem kwasu octowego (4.5), aby usunąć cały osad, tym samym roztworem przemyć również osad w tyglu, a następnie przemyć go trzy razy gorącą wodą.

Tygiel z osadem wysuszyć w suszarce laboratoryjnej (5.2) w temperaturze 130 ± 2 °C do uzyskania stałej masy.

8. **Wyrażanie wyników**

1 mg osadu $Co(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$ odpowiada 0,096381 mg Co.

Zawartość procentowa kobaltu (Co) w nawozie jest wyrażona wzorem:

$$Co\ (\%) = X \times 0,0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

gdzie:

X – masa osadu, mg;

V – objętość ekstraktu otrzymanego metodą 10.1 lub 10.2), ml;

a – objętość ekstraktu pobrana do oznaczania z ostatniego rozcieńczenia, ml;

D – współczynnik rozcieńczenia ekstraktu;

M – masa badanej próbki, g.

Metoda 10.7

Oznaczanie zawartości miedzi w ekstraktach nawozowych metodą miareczkową

1. **Dziedzina**

Niniejszy dokument określa metodę oznaczania zawartości miedzi w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do ekstraktów nawozowych otrzymanych wg metody 10.1 lub 10.2, dla których w załączniku 1 E do niniejszego rozporządzenia jest wymagane deklarowanie zawartości miedzi.

3. **Zasada metody**

Jony miedziowe są redukowane w środowisku kwaśnym za pomocą jodku potasu.

$$2Cu^{++} + 4I^- \rightarrow 2CuI + I_2$$

Uwolniony w ten sposób jod miareczkuje się mianowanym roztworem tiosiarczanu sodu w obecności skrobi jako wskaźnika zgodnie z równaniem:

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

4. **Odczynniki**

4.1. Kwas azotowy (HNO_3, d_{20}=1,40 g/ml)

4.2. Mocznik $[(NH_2)_2\ C = 0]$

4.3. *Wodorofluorek amonu (NH_4HF_2), roztwór 10 % (m/v)*

Roztwór przechowywać w butelce z tworzywa sztucznego.

4.4. *Wodorotlenek amonu, roztwór rozcieńczony (1+1)*

Zmieszać 1 objętość wodorotlenku amonu (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) z 1 objętością wody.

▼B

4.5. *Tiosiarczan sodu, roztwór mianowany*

7,812 g tiosiarczanu sodu ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej o pojemności 1 l. Roztwór należy przygotować tak, aby 1 ml odpowiadał 2 mg Cu. W celu zwiększenia trwałości roztworu dodać kilka kropel chloroformu. Roztwór ten powinien być przechowywany w szklanej butelce z ciemnego szkła i chroniony przed światłem.

4.6. Jodek potasu (KJ)

4.7. *Tiocyjanian potasu (KSCN), roztwór 25 % (m/v)*

Roztwór przechowywać w kolbie z tworzywa sztucznego.

4.8. *Roztwór skrobi (około 0,5 %)*

2,5 g skrobi umieścić w zlewce o pojemności 600 ml. Dodać około 500 ml wody. Zagotować mieszając. Schłodzić do temperatury otoczenia. Tak przygotowany roztwór ma krótki okres przechowywania. Jego przechowywanie można przedłużyć, dodając około 10 mg jodku rtęci.

5. **Przygotowanie roztworu do oznaczania**

Przygotowanie roztworu miedzi

Patrz: metody 10.1 i 10.2

6. **Sposób postępowania**

6.1. *Przygotowanie roztworu do miareczkowania*

Porcję ekstraktu zawierającą nie mniej niż 20–40 mg Cu umieścić w kolbie Erlenmeyera o pojemności 500 ml.

Zawarty nadmiar tlenu usunąć przez gotowanie. Uzupełnić objętość wodą do około 100 ml. Dodać 5 ml kwasu azotowego (4.1), doprowadzić do wrzenia i gotować przez około 0,5 min.

Zdjąć kolbę Erlenmeyera z płytki grzejnej, dodać około 3 g mocznika (4.2) i ponownie gotować przez około 0,5 min.

Zdjąć kolbę z płytki grzejnej, dodać 200 ml zimnej wody i, jeśli to konieczne, ochłodzić zawartość kolby do temperatury otoczenia.

Stopniowo dodawać roztwór wodorotlenku amonu (4.4) do momentu, aż roztwór stanie się niebieski, i jeszcze dodatkowo 1 ml.

Następnie dodać 50 ml roztworu wodorofluorku amonu (4.3).

Doda ć 10 g jodku potasu (4.6) i wymieszać.

6.2. *Miareczkowanie roztworu*

Kolbę Erlenmeyera umieścić na mieszadle magnetycznym. Włączyć mieszadło na odpowiednią ilość obrotów.

Za pomocą biurety dodawać mianowany roztwór tiosiarczanu sodu (4.5) do chwili, aż brązowy kolor uwolnionego z roztworu jodu stanie się mniej intensywny.

Następnie dodać 10 ml roztworu skrobi (4.8.).

Kontynuować miareczkowanie roztworem tiosiarczanu sodu (4.5), do chwili gdy purpurowy kolor prawie zniknie.

Po czym dodać 20 ml roztworu tiocyjanianu potasu (4.7) i kontynuować miareczkowanie do całkowitego zaniku fioletowej barwy roztworu.

Zanotować objętość zużytego tiosiarczanu.

▼B

7. **Wyrażanie wyników**

1ml mianowanego roztworu tiosiarczanu sodu (4.5) odpowiada 2 mg Cu.

Zawartość procentowa miedzi w nawozie jest wyrażona wzorem:

$$\text{Cu}\ (\%) = X\frac{V}{a \times M \times 5}$$

gdzie:

X – objętość zużytego roztworu tiosiarczanu sodu, ml;

V – objętość ekstraktu otrzymanego metodą 10.1 lub 10.2, ml;

a – objętość porcji roztworu wziętej do oznaczania, ml;

M – masa badanej próbki pobranej zgodnie z metodą 10.1 lub 10.2, g.

Metoda 10.8

Oznaczanie żelaza w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda określa sposób wykonania oznaczenia zawartości żelaza w ekstraktach nawozów.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do nawozów ekstrahowanych metodami 10.1 lub 10.2, dla których deklaracja odnośnie do zawartości ogólnego i/lub rozpuszczanego w wodzie żelaza jest wymagana w załączniku I E do niniejszego rozporządzenia.

3. **Zasada metody**

Po odpowiedniej obróbce i rozcieńczeniu ekstraktu zawartość żelaza oznacza się metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 6 mol/l*

Patrz: metoda 10.4 (4.1).

4.2. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 0,5 mol/l*

Patrz: metoda 10.4 (4.2).

4.3. Nadtlenek wodoru, roztwór (30 % H_2O_2, d_{20}=1,11 g/ml) wolny od mikroskładników pokarmowych

4.4. *Roztwór soli lantanu, (10 g La w 1 l).*

Patrz: metoda 10.4 (4.3).

4.5. *Roztwór żelaza do kalibracji*

4.5.1. Roztwór podstawowy żelaza (1 000 µg/ml)

W zlewce o pojemności 500 ml umieścić l g czystego drutu żelaznego odważonego z dokładnością do 0,1 mg. Dodać 200 ml kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1) i 15 ml roztworu nadtlenku wodoru (4.3). Ogrzewać na gorącej płycie, aż do całkowitego rozpuszczenia się żelaza. Po ostygnięciu przenieść ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 1 000 ml. Dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

▼B

4.5.2. Roboczy roztwór żelaza (100 μg/ml)

Umieścić 20 ml roztworu podstawowego żelaza (4.5.1) w kolbie pomiarowej o pojemności 200 ml. Dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać.

5. **Aparatura**

5.1. Spektrometr absorpcji atomowej: patrz: metoda 10.4 (5). Aparat powinien być wyposażony w źródło promieniowania charakterystycznego dla żelaza (248,3 nm).

6. **Przygotowanie roztworu do badań**

6.1. *Roztwór ekstraktu żelaza*

Patrz: metody 10.1 i /lub 10.2 i, jeśli to konieczne 10.3.

6.2. *Przygotowanie roztworu do badań*

Patrz: metoda 10.4 (6.2). Roztwór badany powinien zawierać 10 % (v/v) roztworu soli lantanu (4.4).

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Przygotowanie roztworu do próby ślepej*

Patrz: metoda 10.4 (7.1). Roztwór do ślepej próby musi zawierać 10 % (v/v) roztworu soli lantanu użytego w 6.2.

7.2. *Przygotowanie roztworów do kalibracji*

Patrz: metoda 10.4 (7.2).

Dla optymalnego zakresu oznaczenia od 0 do 10 μg/ml żelaza przenieść odpowiednio: 0, 2, 4, 6, 8 i 10 ml roztworu roboczego (4.5.2) do serii kolb pomiarowych o pojemności 100 ml. Jeśli to konieczne, doprowadzić stężenie kwasu chlorowodorowego tak, aby było jak najbliższe stężeniu roztworu do badań. Dodać 10 ml roztworu soli lantanu użytego w 6.2. Dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2.) i dokładnie wymieszać. Roztwory te zawierają odpowiednio 0, 2, 4, 6, 8 i 10 μg/ml żelaza.

7.3. *Oznaczanie*

Patrz: metoda 10. 4 (7.3). Przygotować spektrometr (5) do pomiaru przy długości fali 248,3 nm.

8. **Wyrażanie wyników**

Patrz: metoda 10.4 (8).

Procentowa zawartość żelaza w nawozie wynosi:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

lub jeśli stosuje się metodę 10.3:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

gdzie:

Fe – zawartość żelaza w nawozie, wyrażona w procentach;

x_s – stężenie roztworu do badań (6.2), μg/ml;

x_b – stężenie roztworu do próby ślepej (7.1), μg/ml;

V – objętość ekstraktu otrzymanego zgodnie z metodą 10.1 lub 10.2, ml;

D – współczynnik odpowiadający rozcieńczeniu przeprowadzonemu w 6.2;

▼B

M – masa badanej próbki, pobranej zgodnie z metodą 10.1 lub 10.2. g.

Obliczanie współczynnika rozcieńczenia D: jeśli (a_1), (a_2), (a_3)… (a_i) i (a) są kolejnymi porcjami, natomiast (v_1), (v_2), (v_3)… (v_i) i (100) są objętościami w ml, odpowiadającymi ich odpowiednim rozcieńczeniom, to współczynnik rozcieńczenia D będzie równy:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 10.9

Oznaczanie manganu w ekstraktach nawozowych metodą miareczkową

1. **Dziedzina**

Niniejsza metoda określa sposób oznaczania manganu w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do ekstraktów nawozowych otrzymanych metodami 10.1 i 10.2, dla których w załączniku I E do niniejszego rozporządzenia jest wymagane deklarowanie zawartości manganu.

3. **Zasada**

Jeśli w ekstraktach obecne są jony chlorkowe, wówczas przed wykonaniem oznaczenia usuwa się je przez gotowanie z kwasem siarkowym. Mangan utleniany jest do jonów nadmanganianowych za pomocą bizmutanu sodu w środowisku kwasu azotowego.Utworzony nadmanganian jest redukowany nadmiarem siarczanu żelazawego. Nadmiar ten miareczkuje się roztworem nadmanganianu potasu.

4. **Odczynniki**

4.1. Kwas siarkowy (H_2SO_4), (d_{20}=1,84 g/ml).

4.2. *Kwas siarkowy, roztwór o stężeniu około 9 mol/l*

Ostrożnie zmieszać 1 objętość stężonego kwasu siarkowego (4.1) z 1 objętością wody.

4.3 *Kwas azotowy, roztwór o stężeniu 6 mol/l*

Zmieszać 3 objętości kwasu azotowego (HNO_3), (d_{20} = 1,40 g/ml) z 4 objętościami wody.

4.4. *Kwas azotowy, roztwór o stężeniu 0,3 mol/l*

Zmieszać 1 objętość kwasu azotowego o stężeniu 6 mol/l z 19 objętościami wody.

4.5. Bizmutan sodu ($NaBiO_3$) (85 %)

4.6. Ziemia okrzemkowa

4.7. Kwas ortofosforowy (H_3PO_4), roztwór o stężeniu 15 mol/l (d_{20}=1,71 g/ml)

4.8. *Siarczan żelazawy, roztwór o stężeniu 0,15 mol/l*

Rozpuścić w wodzie 41,6 g siarczanu żelazawego siedmiowodnego ($FeSO_4.7H_2O$) w kolbie pomiarowej o pojemności 1 l.

Dodać 25 ml stężonego kwasu siarkowego (4.1) i 25 ml kwasu ortofosforowego (4.7). Dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

4.9. *Nadmanganian potasu, roztwór o stężeniu 0,020 mol/l*

Odważyć 3,160 g nadmanganianu potasu ($KMnO_4$) z dokładnością do 0,1 mg. Rozpuścić w wodzie w kolbie o pojemności 1 000 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

4.10. *Azotan srebra, roztwór o stężeniu 0,1 mol/l*

Rozpuścić w wodzie 1,7 g azotanu srebra ($AgNO_3$) i dopełnić do 100 ml.

▼B

5. **Aparatura**

5.1. Tygiel filtracyjny P 16/160 4 793 o porowatości 4 i o pojemności 50 ml, zamontowany na zlewce filtracyjnej o pojemności 500 ml.

5.2. Mieszadło magnetyczne

6. **Przygotowanie roztworu do oznaczania**

6.1. *Roztwór ekstraktu manganu*

Patrz: metody 10.1 i 10.2. Jeśli nie wiadomo, czy są obecne jony chlorkowe, należy przeprowadzić test na obecność chlorków jedną kroplą roztworu azotanu srebra (4.10).

6.2. W przypadku nieobecności jonów chlorkowych, porcję ekstraktu zawierającą od 10 do 20 mg manganu umieścić w wysokiej zlewce o pojemności 400 ml. Doprowadzić do objętości około 25 ml przez odparowanie lub przez dodanie wody. Dodać 2 ml stężonego kwasu siarkowego (4.1).

6.3. *W przypadku obecności jonów chlorkowych należy usunąć jony chlorkowe w następujący sposób*

Porcję ekstraktu, zawierającą od 10 do 20 mg manganu, umieścić w wysokiej zlewce o pojemności 400 ml. Dodać 5 ml kwasu siarkowego o stężeniu 9 mol/l (4.2). Pod wyciągiem laboratoryjnym doprowadzić do wrzenia na płytce grzejnej i gotować do wydzielenia się obfitych białych dymów. Ogrzewanie kontynuować do czasu, aż objętość zmniejszy się do około 2 ml (cienka warstwa syropowatej cieczy na dnie zlewki) i ochłodzić do temperatury otoczenia.

Ostrożnie dodać 25 ml wody i ponownie przeprowadzić test na obecność chlorków jedną kroplą roztworu azotanu srebra (4.10). Jeśli chlorki są nadal obecne, operację powtórzyć, dodając 5 ml roztworu kwasu siarkowego (4.2).

7. **Sposób postępowania**

Do zlewki o pojemności 400 ml zawierającej badany roztwór dodać 25 ml roztworu kwasu azotowego o stężeniu 6 mol/l (4.3) i 2,5 g bizmutanu sodu (4.5). Intensywnie mieszać przez trzy minuty na mieszadle magnetycznym (5.2).

Dodać 50 ml kwasu azotowego o stężeniu 0,3 mol/l (4.4) i ponownie zamieszać. Przesączyć pod próżnią przez tygiel (5.1), którego dno jest pokryte ziemią okrzemkową (4.6). Tygiel przemyć kilka razy roztworem kwasu azotowego o stężeniu 0,3 mol/l do uzyskania bezbarwnego przesączu.

Przenieść przesącz i roztwór z przemywania do zlewki o pojemności 500 ml. Wymieszać i dodać 25 ml roztworu siarczanu żelazawego o stężeniu 0,15 mol/l (4.8). Jeśli po dodaniu siarczanu żelazawego przesącz stanie się żółty, dodać 3 ml kwasu ortofosforowego o stężeniu 15 mol/l (4.7).

Używając biurety, odmiareczkować nadmiar siarczanu żelazawego mianowanym roztworem nadmanganianu potasu o stężeniu 0,02 mol/l (4.9) do pojawienia się różowej barwy nieznikającej w ciągu 1 min. W tych samych warunkach przeprowadzić oznaczenie ślepej próby.

U w a g a :

Utleniony roztwór nie może mieć kontaktu z gumą.

8. **Wyrażanie wyników**

1 ml roztworu nadmanganianu potasu o stężeniu 0,02 mol/l odpowiada 1,099 mg manganu (Mn).

▼B

Zawartość procentowa manganu w nawozie jest wyrażona wzorem:gdzie

$$\text{Mn (\%) gdzie : } (x_b - x_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

gdzie:

x_b – objętość roztworu nadmanganianu zużytego do miareczkowania próby ślepej, ml;

x_s – objętość roztworu nadmanganianu zużytego do miareczkowania badanej próbki, ml;

V – objętość ekstraktu otrzymanego metodą 10.1 lub 10.2, ml;

a – objętość porcji ekstraktu pobrana do oznaczania, ml;

M – masa badanej próbki pobranej zgodnie z metodą 10.1 lub 10.2, g.

Metoda 10.10

Oznaczanie zawartości molibdenu w ekstraktach nawozowych metodą grawimetryczną z 8-hydroksychinoliną

1. **Dziedzina**

Niniejszy dokument określa metodę oznaczania molibdenu w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do ekstraktów nawozowych otrzymanych metodami 10.1 i 10.2, dla których w załączniku I E do niniejszego rozporządzenia jest wymagane deklarowanie zawartości molibdenu.

3. **Zasada**

Zawartość molibdenu określa się przez jego wytrącanie w określonych warunkach jako oksynian molibdenylu.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas siarkowy (H_2SO_4), roztwór o stężeniu około 1 mol/l*

Ostrożnie wlać 55 ml kwasu siarkowego (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g /ml) do kolby pomiarowej o pojemności 1 l, zawierającej 800 ml wody i wymieszać. Po ochłodzeniu dopełnić wodą do 1 l. Wymieszać.

4.2. *Woda amoniakalna, roztwór rozcieńczony (1:3)*

Zmieszać 1 objętość wody amoniakalnej (NH_4OH, d_{20}=0,9 g/ml) z 3 objętościami wody.

4.3. *Kwas octowy (CH_3COOH), roztwór rozcieńczony (1:3)*

Zmieszać 1 objętość stężonego kwasu octowego (stężenie 99,7 % CH_3COOH, d_{20}=1,049 g/ml) z 3 objętościami wody.

4.4. *Roztwór soli dwusodowej kwasu etylenodwuaminoczterooctowego (EDTA)*

Rozpuścić 5 g Na_2EDTA w wodzie, w kolbie pomiarowej o pojemności 100 ml. Dopełnić do kreski i wymieszać.

4.5. *Roztwór buforowy*

W kolbie pomiarowej o pojemności 100 ml rozpuścić w wodzie15 ml stężonego kwasu octowego i 30 g octanu amonu i dopełnić wodą. Wymieszać.

▼B

4.6. *Roztwór 8-hydroksychinoliny (oksyny)*

W kolbie pomiarowej o pojemności 100 ml rozpuścić 3 g 8-hydroksychinoliny w 5 ml stężonego kwasu octowego. Dodać 80 ml wody. Kroplami dodawać wodę amoniakalną (4.2), aż roztwór zmętnieje, następnie dodawać kwas octowy (4.3), aż roztwór ponownie stanie się klarowny.

Dopełnić wodą do 100 ml.

5. **Aparatura**

5.1. Tygiel filtracyjny P16/ISO 4 793, o porowatości 4 i o pojemności co najmniej 30 ml

5.2. Pehametr ze szklaną elektrodą

5.3. Suszarka laboratoryjna umożliwiająca uzyskanie temperatury 130–135 °C

6. **Przygotowanie ekstraktu do oznaczania**

6.1. Przygotowanie ekstraktu molibdenu. Patrz: metoda 10.1 i 10.2.

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Przygotowanie roztworu do oznaczania*

Porcję ekstraktu zawierającą od 25 do 100 mg Mo umieścić w zlewce o pojemności 250 ml i dopełnić wodą do 50 ml.

Wyregulować pH roztworu do wartości 5, dodając kroplami, roztwór kwasu siarkowego (4.1.). Dodać 15 ml roztworu EDTA (4.4.) i 5 ml roztworu buforowego (4.5.). Dopełnić wodą do około 80 ml.

7.2. *O trzymywanie i przemywanie osadu*

Otrzymywanie osadu

Roztwór lekko ogrzać. Ciągle mieszając, dodawać roztwór 8-hydroksychinoliny (4.6.). Kontynuować wytrącanie do czasu, gdy osad nie będzie już powstawał. Dodać jeszcze nieco odczynnika w nadmiarze, aż klarowny roztwór nad osadem stanie się żółtawy. Zazwyczaj powinno wystarczyć 20 ml roztworu 8-hydroksychinoliny. Kontynuować lekkie podgrzewanie osadu przez 2–3 min.

Sączenie i przemywanie

Przesączyć osad przez tygiel filtracyjny (5.1.). Przepłukać kilkakrotnie porcjami gorącej wody po 20 ml. Woda z przepłukiwania osadu powinna stopniowo stawać się bezbarwna, wskazując na odmycie 8-hydroksychinoliny.

7.3. *Ważenie osadu*

Otrzymany osad wysuszyć w suszarce w temperaturze 130–135°C do stałej masy (co najmniej przez 1 godz.).

Zostawić do ochłodzenia w eksykatorze, a następnie zważyć.

8. **Wyrażanie wyników**

1 mg oksynianu molibdenylu $MoO_2(C_9H_6ON)_2$ odpowiada 0,2305 mg Mo.

Zawartość procentowa molibdenu w nawozie jest wyrażona wzorem:

$$\text{Co}\ (\%) = \text{X} \times 0,0096381 \times \frac{\text{V} \times \text{D}}{\text{a} \times \text{M}}$$

gdzie:

X – ilość osadu oksynianu molibdenylu, mg;

V – objętość ekstraktu otrzymanego metodami 10.1 lub 10.2, ml;

a – objętość porcji roztworu pobranej do oznaczania z ostatniego rozcieńczenia, ml;

▼B

D – współczynnik rozcieńczenia;

M – masa badanej próbki, g.

Metoda 10.11

Oznaczanie cynku w ekstraktach nawozowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej

1. **Dziedzina**

W rozdziale opisano metodę oznaczania cynku w ekstraktach nawozowych.

2. **Zakres stosowania**

Niniejszy sposób wykonania stosuje się do nawozów ekstrahowanych metodami 10.1 i 10.2 dla których deklaracja zawartości cynku jest wymagana w załączniku IE do niniejszego rozporządzenia.

3. **Zasada metody**

Po odpowiedniej obróbce i rozcieńczeniu ekstraktów zawartość cynku oznacza się metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 6 mol/l*

Patrz: metoda 10. 4 (4.1).

4.2. *Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu około 0,5 mol/l*

Patrz: metoda 10. 4 (4.2).

4.3. *Roztwór soli lantanu, (10 g La w 1 l)*

Patrz: metoda 10. 4 (4.3).

4.4. *Roztwory cynku do kalibracji*

4.4.1. Podstawowy roztwór cynku (1 000 μg/ml)

W kolbie pomiarowej o pojemności 1 000 ml rozpuścić 1 g sproszkowanego cynku lub płatków cynkowych, odważonych z dokładnością do 0,1 mg, w 25 ml kwasu chlorowodorowego o stężeniu 6 mol/l (4.1). Gdy cynk się całkowicie rozpuści, dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać.

4.4.2. Roztwór roboczy cynku (100 μg/ml)

W kolbie pomiarowej o pojemności 200 ml rozcieńczyć 20 ml roztworu podstawowego (4.4.1) roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2). Dopełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l i dokładnie wymieszać.

5. **Aparatura**

Spektrometr absorpcji atomowej

Patrz: metoda 10.4 (5). Aparat powinien być wyposażony w źródło promieniowania charakterystycznego dla cynku (213,8 nm).

Spektrometr powinien umożliwiać wykonanie korekcji tła.

6. **Przygotowanie roztworu do analizy**

6.1. *Roztwór ekstraktu cynku*

Patrz: metody 10.1 i/lub 10.2.

6.2. *Przygotowanie roztworu do badań*

Patrz: metoda 10.4 (6.2). Roztwór do badań powinien zawierać 10 % (v/v) roztworu soli lantanu (4.3).

▼B

7. **Sposób postępowania**

7.1. *Przygotowanie roztworu próby ślepej*

Patrz: metoda 10. 4 (7.1). Roztwór próby ślepej powinien zawierać 10 % (v/v) roztworu soli lantanu użytego w 6.2.

7.2. *Przygotowanie roztworów do kalibracji*

Patrz: metoda 10.4 (7.2). Dla optymalnego zakresu od 0 do 5 μg/ml cynku przenieść odpowiednio 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 i 5 ml roztworu roboczego (4.4.2) do serii kolb pomiarowych o pojemności 100 ml. Jeśli to konieczne, uregulować stężenie kwasu chlorowodorowego tak, aby było ono najbliższe stężeniu roztworu do badań. Do każdej kolby pomiarowej dodać 10 ml roztworu soli lantanu (6.2). Dopełnić do 100 ml roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,5 mol/l (4.2) i dokładnie wymieszać.

Tak przygotowane roztwory zawierają odpowiednio: 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 i 5 μg/ml cynku.

7.3. *Oznaczanie*

Patrz: metoda 10.4 (7.3). Przygotować spektrometr (5) do pomiarów przy długości fali 213,8 nm.

8. **Wyrażanie wyników**

Patrz: metoda 10.4 (8).

Procentowa zawartość cynku w nawozie jest równa:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

lub jeśli zastosowano metodę 10.3:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

gdzie:

Zn – zawartość cynku w nawozie, wyrażona w procentach;

x_s – stężenie cynku w roztworze do badań (6.2), μg/ml;

x_b – stężenie cynku w roztworze do ślepej próby (7.1), μg/ml;

V – objętość ekstraktu otrzymanego metodą 10.1 lub 10.2, ml;

D – współczynnik odpowiadający rozcieńczeniu przeprowadzonemu w (6.2);

M – masa badanej próbki pobranej zgodnie z Metodą 10.1 lub 10.2, g.

Obliczanie współczynnika rozcieńczenia D:

jeśli (a_1), (a_2), (a_3)… (a_i) i (a) są kolejnymi porcjami, natomiast (v_1), (v_2), (v_3) … (v_i) i (100) są objętościami w ml, odpowiadającymi ich odpowiednim rozcieńczeniom, to współczynnik rozcieńczenia D jest równy:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼M7

Metody 11

Czynniki chelatujące

Metoda 11.1

Oznaczanie zawartości schelatowanych mikroskładników pokarmowych lub frakcji schelatowanej mikroskładników pokarmowych

EN 13366: Nawozy – Zastosowanie żywicy kationowej do oznaczania zawartości schelatowanego mikroskładnika lub schelatowanej frakcji mikroskładników

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

Metoda 11.2

Oznaczanie EDTA, HEDTA i DTPA

EN 13368-1: Nawozy – Oznaczanie czynników chelatujących w nawozach metodą chromatografii jonowej – Część 1: EDTA, HEDTA i DTPA

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

▼M9

Metoda 11.3

Oznaczanie żelaza schelatowanego przez o,o-EDDHA, o,o-EDDHMA i HBED

EN 13368-2: Nawozy – Chromatograficzne oznaczanie czynników chelatujących w nawozach - Część 2: Oznaczanie żelaza schelatowanego przez o,o-EDDHA, o,o-EDDHMA i HBED metodą chromatografii jonowej

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu międzylaboratoryjnemu.

▼M7

Metoda 11.4

Oznaczanie żelaza schelatowanego przez EDDHSA

EN 15451: Nawozy – Oznaczanie czynników chelatujących – Oznaczanie żelaza schelatowanego przez EDDHSA metodą chromatografii par jonowych

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

Metoda 11.5

Oznaczanie żelaza schelatowanego przez o,p-EDDHA

EN 15452: Nawozy – Oznaczanie czynników chelatujących – Oznaczanie żelaza schelatowanego przez o,p- EDDHA metodą chromatografii fazy odwróconej

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

▼M9

Metoda 11.6

Oznaczanie IDHA

EN 15950: Nawozy – Oznaczanie kwasu N-(1,2-dikarboksyetylo)-D,L-asparaginowego (kwasu iminodibursztynowego, IDHA) za pomocą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC)

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 11.7

Oznaczanie lignosulfonianów

EN 16109: Nawozy – Oznaczanie skompleksowanych jonów mikroskładników w nawozach – Identyfikacja lignosulfonianów

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu międzylaboratoryjnemu.

▼M9

Metoda 11.8

Oznaczanie zawartości skompleksowanych mikroskładników oraz skompleksowanej frakcji mikroskładników

EN 15962: Nawozy – Oznaczanie zawartości skompleksowanych mikroskładników oraz skompleksowanej frakcji mikroskładników

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu międzylaboratoryjnemu.

▼M7

Metody 12

Inhibitory nitryfikacji i ureazy

Metoda 12.1

Oznaczanie dicyjanodiamidu

EN 15360: Nawozy – Oznaczanie dicyjanodiamidu – Metoda z użyciem wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPCL)

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

Metoda 12.2

Oznaczanie NBPT

EN 15688: Nawozy – Oznaczanie inhibitora ureazy triamidu kwasu N-(n-butylo)tiofosforowego (NBPT) metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPCL)

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

▼M9

Metoda 12.3

Oznaczanie zawartości 3-metylopirazolu

EN 15905: Nawozy – Oznaczanie zawartości 3-metylopirazolu (MP) z użyciem wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC).

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 12.4

Oznaczanie TZ

EN 16024: Nawozy – Oznaczanie 1H,1,2,4-triazolu w moczniku i w nawozach zawierających mocznik – Metoda z wykorzystaniem wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC)

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu międzylaboratoryjnemu.

Metoda 12.5

Oznaczanie 2-NPT

EN 16075: Nawozy – Oznaczanie triamidu kwasu N-(2-nitrofenylo)fosforowego (2-NPT) w moczniku i w nawozach zawierających mocznik – Metoda z wykorzystaniem wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC)

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu międzylaboratoryjnemu.

▼M7

Metody 13

Metale ciężkie

Metoda 13.1

Oznaczanie zawartości kadmu

EN 14888: Nawozy i środki wapnujące – Oznaczanie zawartości kadmu.

Niniejsza metoda analizy poddana została badaniu pierścieniowemu.

▼B

ZAŁĄCZNIK V

A. **WYKAZ DOKUMENTÓW DO UWZGLĘDNIENIA PRZEZ PRODUCENTÓW LUB ICH PRZEDSTAWICIELI PRZY KOMPLETOWANIU DOKUMENTACJI TECHNICZNEJ DLA NOWEGO TYPU NAWOZÓW W CELU DODANIA GO DO ZAŁĄCZNIKA I NINIEJSZEGO ROZPORZĄDZENIA**

1. Przewodnik dotyczący kompletowania dokumentacji technicznej do wniosku o nadanie nawozom oznakowania „Nawóz WE”.

   Dziennik Urzędowy Wspólnot Europejskich C 138 z 20.05.1994, str. 4.

2. Dyrektywa Komisji 91/155/EWG z dnia 5 marca 1991 r. określająca i ustanawiająca szczegółowe uzgodnienia dotyczące systemu szczególnych informacji o preparatach niebezpiecznych w związku z wykonaniem art. 10 dyrektywy 88/379/EWG.

   Dziennik Urzędowy Wspólnot Europejskich L 76/35 z 22.03.1991, str. 35.

3. Dyrektywa Komisji 93/112/WE z dnia 10 grudnia 1993 r. zmieniająca dyrektywę Komisji 91/155/EWG określającą i ustanawiającą szczegółowe uzgodnienia dotyczące systemu szczególnych informacji o preparatach niebezpiecznych w związku z wykonaniem art. 10 dyrektywy 88/379/EWG.

   Dziennik Urzędowy Wspólnot Europejskich L 314 z 16.12.1993, str. 38.

▼M7

B. **WYMOGI DOTYCZĄCE ZATWIERDZANIA LABORATORIÓW WŁAŚCIWYCH DO ŚWIADCZENIA USŁUG KONIECZNYCH DO SPRAWDZANIA ZGODNOŚCI NAWOZÓW WE Z WYMAGANIAMI NINIEJSZEGO ROZPORZĄDZENIA I JEGO ZAŁĄCZNIKÓW**

1. Norma stosowana na poziomie laboratoriów.

   — Laboratoria, które otrzymały akredytację zgodnie z normą EN ISO/IEC 17025, Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących, dla przynajmniej jednej z metod określonych w załączniku III lub IV.

   — Do dnia 18 listopada 2014 r. laboratoria jeszcze nie zatwierdzone, pod warunkiem że dane laboratorium:

     — wykaże, że wszczęło ono i przeprowadza konieczne procedury akredytacji zgodnie z normą EN ISO/IEC 17025 dla przynajmniej jednej z metod określonych w załączniku III lub IV, oraz

     — przedstawi właściwemu organowi dowody, że laboratorium to uczestniczy z dobrymi wynikami w badaniach międzylaboratoryjnych.

2. Norma stosowana na poziomie organizacji akredytujących:

   EN ISO/IEC 17011, Ocena zgodności: Ogólne wymagania dla jednostek akredytujących prowadzących akredytację jednostek oceniających zgodność.