

METODE ISPITIVANJA ĐUBRIVA

A. METODE UZORKOVANJA ZA KONTROLU ĐUBRIVA

UVOD

Postupak uzorkovanja sprovodi se radi dobijanja reprezentativnog uzorka, za službena ispitivanja đubriva.

1. Svrha i područje primjene

Uzorci namijenjeni za službene kontrole kvaliteta i sastava đubriva uzimaju se u skladu sa metodama ovog priloga i smatraće se reprezentativnima u odnosu na dijelove uzoraka.

2. Ovlašćeni službenici za uzorkovanja

Uzorke namijenjene za službene kontrole kvaliteta i sastava đubriva uzimaju obučena lica.

3. Definicije

Uzorkovani dio (*sampled portion*) je količina proizvoda koja čini jednu jedinicu i pretpostavlja se da ima uniformne (jedinstvene) karakteristike.

Pojedinačni uzorak (*incremental sample*) je količina uzeta iz jedne tačke uzorkovanog dijela.

Zbirni uzorak (*aggregat sample*) je zbir pojedinačnih uzoraka uzetih iz istog uzorkovanog dijela.

Redukovani uzorak (*reduced sample*) je reprezentativni dio zbirnog uzorka, dobijen iz ranijeg procesa redukcije.

Konačni uzorak (*final sample*) je reprezentativni dio redukovanog uzorka.

4. Oprema

4.1. Oprema za uzorkovanje napravljena je od materijala koji ne mogu uticati na karakteristike proizvoda koji se uzorkuju.

4.2. Oprema koja se preporučuje za uzorkovanje čvrstih đubriva

4.2.1. Ručno uzorkovanje

4.2.1.1. Ravna lopata sa vertikalnim stranama.

4.2.1.2. Koplje za uzorkovanje (*sampling spear*) sa dugačkim razdjelnikom ili pregradama.

Dimenzije koplja za uzorkovanje treba da su prilagođene karakteristikama dijela koji se uzorkuje (dubina kontejnera, dimenzije vreće itd.) i veličini čestica đubriva.

4.2.2. Mehaničko uzorkovanje

Za uzorkovanje đubriva koja se kreću (*moving fertilisers*) može se koristiti prilagođena mehanička oprema.

4.2.3. Razdjeljivač

Oprema namijenjena za dijeljenje uzoraka na jednake dijelove koristiti se za uzimanje pojedinačnih uzoraka i za pripremu redukovanih i konačnih uzoraka.

4.3. Oprema koja se preporučuje za uzorkovanje tečnih đubriva

4.3.1. Ručno uzorkovanje

Otvorena cijev, sonda, boca ili druga odgovarajuća oprema kojom se nasumce uzimaju uzorci iz uzorkovanog dijela.

4.3.2. Mehaničko uzorkovanje

Mehanička oprema može se koristiti za uzorkovanje tečnih đubriva koja se kreću.

5. Kvantitativni zahtjevi

5.1. Uzorkovani dio

Veličina uzorkovanog dijela prilagođava se na način da se može uzorkovati svaki konstitutivni dio uzorka.

5.2. Pojedinačni uzorci

5.2.1. Rasuta čvrsta ili tečna đubriva u kontejnerima većim od 100 kg

5.2.1.1. Uzorkovani dijelovi do 2,5 tone:

Minimalni broj pojedinačnih uzoraka: sedam (7)

5.2.1.2. Uzorkovani dijelovi više od 2,5 tone do 80 tona:

Minimalni broj pojedinačnih uzoraka:

$$\sqrt{20 \text{ times the number of tonnes making up the sampled portion}}^1$$

5.2.1.3. Uzorkovani dijelovi veći od 80 tona:

Minimalni broj pojedinačnih uzoraka: 40

5.2.2. Zapakovana čvrsta đubriva ili tečna đubriva u kontejnerima (= nijedno pakovanje ne prelazi 100 kg)

5.2.2.1. Pakovanje veće od 1 kg

5.2.2.1.1. Uzorkovani dijelovi manji od pet pakovanja:

Minimalni broj pakovanja koja se uzorkuju²: sva pakovanja.

5.2.2.1.2. Uzorkovani dijelovi od 5 do 16 pakovanja:

Minimalni broj pakovanja koja se uzorkuju²: četiri.

5.2.2.1.3. Uzorkovani dijelovi od 17 do 400 pakovanja:

Minimalni broj pakovanja koja se uzorkuju²:

$$\sqrt{\text{number of packages making up the sampled portion}}$$

5.2.2.1.4. Uzorkovani dijelovi više od 400 pakovanja:

Minimalni broj pakovanja koja se uzorkuju²: 20.

5.2.2.2. Pakovanja koja ne prelaze 1 kg:

¹ Gdje dobijeni broj nije cijeli broj, treba ga zaokružiti na sljedeći cijeli broj.

² Za pakovanja čiji sadržaj ne prelazi 1 kg, pojedinačni uzorak jednak je sadržaju jednog originalnog pakovanja.

Minimalni broj pakovanja koja se uzorkuju ²: četiri.

5.3. Zbirni uzorak

Jedan zbirni uzorak se zahtijeva po uzorkovanom dijelu.

Ukupna masa pojedinačnih uzoraka koji dopunjavaju zbirni uzorak ne smije biti manja od:

5.3.1. za **rasuta čvrsta đubriva ili tečna đubriva** u kontejnerima većim 100 kg: **4 kg**.

5.3.2. za **zapakovana čvrsta đubriva ili tečna đubriva** u kontejnerima (= pakovanjima) do **100 kg**

5.3.2.1. za pakovanja više od 1 kg: **4 kg**.

5.3.2.2. za pakovanja do **1 kg**: masa sadrži četiri originalna pakovanja.

5.3.3. **uzorak amonijum nitratnog đubriva** za ispitivanja iz Priloga 2 tačka 2 ovog pravilnika: **75 kg**.

5.4. Konačni uzorci

Zbirni uzorak daje konačni uzorak redukcijom, ako je to potrebno.

Zahtijeva se ispitivanje najmanje jednog konačnog uzorka.

Masa uzorka za ispitivanje ne smije biti manja od 500 g.

5.4.1. **Čvrsta i tečna đubriva**

5.4.2. **Uzorak amonijum nitratnog đubriva za ispitivanja**

Zbirni uzorak daje konačni uzorke redukcijom, ako je to potrebno.

5.4.2.1. Minimalna masa konačnog uzorka za ispitivanja u skladu sa Prilogom 2 tačka 1 ovog pravilnika: **1 kg**.

5.4.2.2. Minimalna masa konačnog uzorka za ispitivanja u skladu sa Prilogom 2 tačka 2 ovog pravilnika: **25 kg**.

6. Instrukcije za uzimanje, pripremanje i pakovanje uzoraka

6.1. Opšte

Uzorci se uzimaju i pripremaju što je brže moguće uz mjere predostrožnosti radi osiguranja reprezentativnosti u odnosu na uzorkovano đubrivo.

Instrumenti, površine i kontejneri čija je namjena preuzimanje uzoraka, moraju biti čisti i suvi.

U slučaju tečnih đubriva, gdje je to moguće, uzorkovani dio se miješa prije uzorkovanja.

6.2. Pojedinačni uzorci

Pojedinačni uzorci se uzimaju nasumice po cijelom dijelu koji se uzorkuje i približno su iste veličine.

6.2.1. **Rasuta čvrsta đubriva ili tečna đubriva u kontejnerima većim od 100 kg ili 1**

Za uzorkovane dijelove pravi se zamišljena podjela približno jednakih dijelova.

Broj dijelova koji odgovara broju zahtijevanih pojedinačnih uzoraka u skladu sa tačkom 5.2. ove metode, odabira se nasumice i najmanje jedan uzorak se uzima iz svakog dijela. Ukoliko nije moguće ispuniti zahtjeve iz tačke 5.1. ove metode, pri uzorkovanju rasutih čvrstih ili tečnih đubriva u kontejnerima većim od 100 kg, prije uzorkovanja, dio koji se uzorkuje se premješta (kod utovara ili istovara), a uzorci se uzimaju iz nasumce odabranih zamišljenih dijelova, za vrijeme premještanja.

6.2.2. **Zapakovana čvrsta ili tečna đubriva** u kontejnerima (= pakovanjima) do 100 kg

Nakon odabira broja pakovanja koji je potreban za uzorkovanje iz tačke 5.2. ove metode, dio sadržaja svakog pakovanja se uklanja. Po potrebi, uzorci se uzimaju odvojeno nakon uklanjanja pakovanja.

6.3. Pripremanje zbirnog uzorka

Pojedinačni uzorci se miješaju radi dobijanja jednog zbirnog uzorka.

6.4. Pripremanje konačnog uzorka

Materijal zbirnog uzorka se pažljivo miješa³.

Po potrebi, zbirni uzorak se redukuje na najmanje 2 kg (redukovani uzorak) ili upotrebom mehaničkog razdjeljivača ili metodom četvrtanja.

Nakon toga se pripremaju najmanje tri konačna uzorka, otprilike iste količine koji količinski odgovaraju zahtjevima iz tačke 5.4. ove metode.

Svaki uzorak se stavlja u odgovarajući hermetički kontejner.

Preduzimaju se potrebne mjere opreza radi izbjegavanja bilo kakvih promjena u karakteristikama uzorka.

Za ispitivanja u skladu sa Prilogom 3 odjeljak 1 i 2 ovog pravilnika, konačni uzorci se drže na temperaturi između 0 °C i 25 °C.

7. Pakovanje konačnih uzoraka

Kontejneri ili pakovanja vagaju se i označavaju etiketama (konačna etiketa uklapa se u pečat) na način da se ne može otvoriti bez uništenja pečata.

8. Evidencija uzorkovanja

O uzorcima vodi se evidencija radi omogućavanja nedvosmislenog prepoznavanja svakog uzorkovanog dijela.

9. Odredište (destinacija) uzoraka

Za svaki uzorkovani dio najmanje jedan konačni uzorak šalje se što je moguće brže u ovlašćenu laboratoriju, zajedno sa informacijama potrebnima za ispitivanje.

B. METODE ZA ISPITIVANJE ĐUBRIVA

Opšte odredbe

Laboratorijska oprema

U opisu metoda, laboratorijska oprema nije tačno definisana, ali su date veličine laboratorijskog posuđa i pipeta.

Laboratorijska oprema mora biti dobro očišćena, naročito kad se određuju male količine elemenata.

Kontrolna ispitivanja

Prije ispitivanja potrebno je obezbijediti da aparatura dobro radi i da se analitička tehnika pravilno primjenjuje i gdje je to potrebno koriste se odgovarajuća hemijska jedinjenja poznatog sastava (npr. amonijum sulfat, monokalijum fosfat itd.).

Ne primjenjivanje propisanih analitičkih tehnika, dobijeni rezultati ispitanih đubriva mogu ukazivati na pogrešan hemijski sastav, a neka određivanja su empirijska i relativna za proizvode sa kompleksnim hemijskim sastavom.

Laboratorije, kod god je moguće, treba da koriste standardna referentna đubriva sa jasno definisanim sastavom.

Opšte odredbe u vezi metoda za ispitivanje đubriva

1. Reagensi

Svi reagensi moraju biti analitički čisti, osim ako nije drugačije određeno u metodi ispitivanja. Prilikom ispitivanja mikro-hraniva, čistoća reagenasa provjerava se pomoću slijepe probe.

³ Bilo kakve grudve treba razbiti (ako je potrebno, odvajajući ih i vraćajući ih u uzorak).

Zavisno od dobijenog rezultata, može biti potrebno sprovođenje daljeg pročišćavanja.

2. Voda

Ako postupci rastvaranja, razrjeđivanja, pročišćavanja ili pranja iz metoda ispitivanja ne specifikuju prirodu rastvarača ili razrjeđivača, podrazumijeva se korišćenje vode.

Uobičajeno voda mora biti demineralizovana ili destilovana.

U specifičnim slučajevima, u skladu sa metodom ispitivanja, voda treba biti izložena tačno određenim postupcima pročišćavanja.

3. Laboratorijska oprema

Oprema koja se uobičajeno koristi u kontrolnim laboratorijima, opisana aparatura u metodama ispitivanja ograničena je na posebne instrumente i aparaturu ili na one za koje postoje posebni zahtjevi.

Oprema mora biti čista, naročito radi određivanja malih količina.

Laboratorija obezbjeđuje tačnost svakog razvrstanog dijela staklene opreme koja se koristi u skladu sa odgovarajućim standardima za mjere.

METODE 1. PRIPREMA UZORKA ZA ISPITIVANJE

Metoda 1.1 Uzorkovanje radi ispitivanja

EN 1482-1: Đubriva i supstance za kalcifikaciju - Uzorkovanje i priprema uzorka - Dio 1: Uzorkovanje.

Metoda 1.2. Priprema uzoraka za ispitivanje vrši se prema standardu:

EN 1482-2: Đubriva i supstance za kalcifikaciju - Uzorkovanje i priprema uzorka - Dio 2: Priprema uzoraka.

Metoda 1.3 Uzorkovanje statičkih gomila đubriva radi ispitivanje

EN 1482-3: Đubriva i supstance za kalcifikaciju - Uzorkovanje i priprema uzorka - Dio 3: Uzorkovanje statičkih gomila đubriva

METODE 2. ODREĐIVANJE AZOTA

Određivanje azota vrši se prema metodama:

Metoda 2.1. Određivanje amonijačnog azota vrši se prema standardu:

EN 15475: Đubriva - Određivanje amonijačnog azota (metoda ispitivanja testom).

Metode 2.2. Određivanje nitratnog i amonijačnog azota vrši se prema metodama:

Metoda 2.2.1. Određivanje nitratnog i amonijačnog azota Ulschu vrši se prema standardu::

EN 15558: Đubriva - Određivanje nitratnog i amonijačnog azota prema Ulschu (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 2.2.2. Određivanje nitratnog i amonijačnog azota prema Arndu vrši se prema standardu:

EN 15559: Đubriva - Određivanje nitratnog i amonijačnog prema Arndu (metoda analize nije ispitana ring testom).

Metoda 2.2.3. Određivanje nitratnog i amonijačnog prema Devardi vrši se prema standardu:

EN 15476: Đubriva - Određivanje nitratnog i amonijačnog azota prema Devardi (metoda ispitivanja testom).

Metode 2.3. Određivanje ukupnog azota vrši se prema metodama:

Metoda 2.3.1. Određivanje ukupnog azota u kalcijum cijanamidu bez nitrata vrši se prema standardu:

EN 15560: Đubriva - Određivanje ukupnog azota u kalcijum cijanamidu bez nitrata (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 2.3.2. Određivanje ukupnog azota u kalcijum cijanamidu koji sadrži nitrata vrši se prema standardu:

EN 15561: Đubriva - Određivanje ukupnog azota u kalcijum cijanamidu bez nitrata (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 2.3.3. Određivanje ukupnog azota u urei vrši se prema standardu:

EN 15478: Đubriva - Određivanje ukupnog azota u urei (metoda ispitivanja testom).

Metoda 2.4. Određivanje cijanamidnog azota vrši se prema standardu:

EN 15562: Đubriva - Određivanje cijanamidnog azota (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 2.5. Spektrofotometrijsko određivanje biureta u urei:

Standard:

EN 15479: Spektrofotometrijsko određivanje biureta u urei (metoda ispitivanja testom).

Metode 2.6. Određivanje različitih oblika azota u istom uzorku:

Metoda 2.6.1. Određivanje različitih oblika azota u istom uzorku u đubrivima koja sadrže azot u obliku nitrata, amonijaka, uree i cijanamidnog azota:

Standard:

EN 15604: Određivanje različitih oblika azota u istom uzorku koja sadrže azot u obliku nitrata, amonijaka, uree i cijanamidnog dušika (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 2.6.2. Određivanje ukupnog azota u đubrivima koja sadrže ukupan azot samo kao azot u obliku nitrata, amonijaka i uree putem dvije različite metode:

Standard:

EN 15750: Đubriva. Određivanje ukupnog azota u đubrivima koja sadrže azot u obliku nitrata, amonijaka i uree putem dvije različite metode (metoda ispitana ring testom).

Metoda 2.6.3. Određivanje kondenzata uree upotrebom HPLC-a - Izobutilendiurea i krotonilendiurea (metoda A) i metilen-urea oligomeri (metoda B):

Standard:

EN 15705: Đubriva. Određivanje kondenzata uree upotrebom tečne hromatografije visokog efekta (HPLC). Izobutilendiurea i krotonilendiurea (metoda A) i metilen-urea oligomeri (metoda B) (metoda ispitivanja ring testom).

METODE 3. EKSTRAKCIJE FOSFORA I ODREĐIVANJE EKSTRAHOVANOG FOSFORA:

Metode 3.1. Ekstrakcije:

Metoda 3.1.1. Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u mineralnim kiselinama:

Standard:

EN 15956: Đubriva - Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u mineralnim kiselinama (metoda ispitana ring testom).

Metoda 3.1.2. Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u 2 % mravlje kiseline:

Standard:

EN 15919: Đubriva – Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u 2 % mravlje kiseline (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 3.1.3. Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u 2 % limunske kiseline:

Standard:

EN 15920: Đubriva - Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u 2 % limunske kiseline (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 3.1.4. Ekstrakcija fosfora koji je rastvorljiv u neutralnom amonijum citrate:

Standard:

EN 15957: Đubriva - Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u neutralnom amonijum citrate (metoda nije ispitana ring testom).

Metode 3.1.5. Ekstrakcija alkalnim amonijum citratom:

Standardi:

EN 15921: Đubriva - Ekstrakcija rastvorljivog fosfora prema Petermannu na 65 °C (metoda nije ispitana ring testom).

EN 15922: Đubriva - Ekstrakcija rastvorljivog fosfora prema Petermannu na sobnoj temperaturi (metoda nije ispitana ring testom).

EN 15923: Đubriva - Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u Joulievom alkalnom amonijum citrate (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 3.1.6. Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u vodi

Standard:

EN 15958: Đubriva - Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u vodi (metoda ispitana ring testom).

Metoda 3.2. Određivanje ekstrahovanog fosfora:

Standard:

EN 15959: Đubriva - Određivanje ekstrahovanog fosfora (metoda ispitana ring testom).

METODA 4. ODREĐIVANJE KALIJUMA

Metoda 4.1. Određivanje sadržaja kalijuma rastvorljivog u vodi:

Standard:

EN 15477: Đubriva - Određivanje sadržaja kalijuma rastvorljivog u vodi (metoda ispitana ring testom).

METODA 5. ODREĐIVANJE UGLJEN DIOKSIDA

Metoda 5.1. Određivanje ugljen dioksida — Dio I.: metoda za čvrsta đubriva:

Standard:

EN 14397-1: đubriva i krečni (liming) materijali. Određivanje ugljen dioksida - Dio I.: metoda za čvrsta đubriva (metoda ispitana ring testom).

METODA 6. ODREĐIVANJE HLORA

Metoda 6.1. Određivanje hlora u odsutnosti organskih materijala:

Standard:

EN 16195: Đubriva - Određivanje hlora u odsutnosti organskih materijala (metoda je ispitana ring testom).

METODE 7. ODREĐIVANJE FINOĆE USITNJAVANJA

Metoda 7.1. Određivanje finoće usitnjavanja (suvi postupak):

Standard:

EN 15928: Đubriva – Određivanje finoće usitnjavanja (suvi postupak) (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 7.2. Određivanje finoće usitnjavanja mekih prirodnih fosfata:

Standard:

EN 15924: Đubriva – Određivanje finoće usitnjavanja mekih prirodnih fosfata (metoda nije ispitana ring testom).

METODE 8. SEKUNDARNA HRANIVA:

Metoda 8.1. Ekstrakcija ukupnog kalcijuma, ukupnog magnezijuma, ukupnog natrijuma i ukupnog sumpora u obliku sulfata:

Standard:

EN 15960: Đubriva – Ekstrakcija ukupnog kalcijuma, ukupnog magnezijuma, ukupnog natrijuma i ukupnog sumpora u obliku sulfata (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 8.2. Ekstrakcija ukupnog sumpora prisutnog u različitim oblicima:

Standard:

EN 15925: Đubriva – Ekstrakcija ukupnog sumpora prisutnog u različitim oblicima (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 8.3. Ekstrakcija kalcijuma, magnezijuma, natrijuma i sumpora (u obliku sulfata) rastvorljivih u vodi:

Standard:

EN 15961: Đubriva – Ekstrakcija kalcijuma, magnezijuma, natrijuma i sumpora (u obliku sulfata) rastvorljivih u vodi (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 8.4. Ekstrakcija sumpora rastvorljivog u vodi gdje je sumpor u različitim oblicima:

Standard:

EN 15926: Đubriva – Ekstrakcija sumpora rastvorljivog u vodi gdje je sumpor u različitim oblicima (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 8.5. Ekstrakcija i određivanje elementarnog sumpora:

Standard:

EN 16032: Đubriva – Ekstrakcija i određivanje elementarnog sumpora (metoda nije ispitana ring testom).

Metoda 8.6. Manganimetrijsko određivanje ekstrahovanog kalcijuma taloženog u obliku oksalata:

Standard:

EN 16196: Đubriva - Manganimetrijsko određivanje ekstrahovanog kalcijuma taloženog u obliku oksalata (metoda je ispitana ring testom).

Metoda 8.7. Određivanje magnezijuma atomskom apsorpcionom spektrometrijom:

Standard:

EN 16197: Đubriva - Određivanje magnezijuma atomskom apsorpcionom spektrometrijom (metoda je ispitana ring testom).

Metoda 8.8. Određivanje magnezijuma kompleksometrijski:

Standard:

EN 16198: Đubriva - Određivanje magnezijuma kompleksometrijski (metoda je ispitana ring testom).

Metoda 8.9. Određivanje sadržaja sulfata upotrebom tri različite metode:

Standard:

EN 15749: Đubriva. Određivanje sadržaja sulfata upotrebom tri različite metode (metoda ispitana ring testom).

Metoda 8.10. Određivanje ekstrahovanog natrijuma plamena-emisijom spektrometrije:

Standard:

EN 16199: Đubriva - Određivanje ekstrahovanog natrijuma plamena-emisijom spektrometrije (metoda je ispitana ring testom).

Metoda 8.11. Određivanje kalcijuma i formatizovanje u kalcijumov format:

Standard:

EN 15909: Đubriva - Određivanje kalcijuma i formatizovanje u kalcijumovim folijarnim đubrivima (metoda ispitana ring testom).

METODE 9. MIKRO-HRANIVA U KONCENTRACIJI MANJOJ ILI JEDNAKOJ 10 %

Metoda 9.1. Ekstrakcija ukupnih mikrohraniva u đubrivima carskom vodom

EN 16946: Đubriva – Ekstrakcija ukupnih mikrohraniva carskom vodom u đubrivima

Za ovu metodu ispitivanja sproveden je “ring test”.

Metoda 9.2. Ekstrakcija vodorastvorljivih mikro-hraniva u đubrivima i uklanjanje organskih spojeva iz ekstrakata đubriva

EN 16962: Đubriva – Ekstrakcija vodorastvorljivih mikro-hraniva u đubrivima i uklanjanje organskih spojeva iz ekstrakata đubriva

Za ovu metodu ispitivanja sproveden je “ring test”.

Metoda 9.3 Određivanje kobalta, bakra, gvožđa, mangana i cinka plamenom atomskom apsorpcijskom spektrometrijom (FAAS)

EN 16965: Đubriva – Određivanje kobalta, bakra, gvožđa, mangana i cinka plamenom atomskom apsorpcijskom spektrometrijom (FAAS)

Za ovu metodu ispitivanja sproveden je “ring test”.

Metoda 9.4. Određivanje bora, kobalta, bakra, gvožđa, mangana, molibdena i cinka tehnikom ICP-AES

EN 16963: Đubriva – Određivanje bora, kobalta, bakra, gvožđa, mangana, molibdena i cinka tehnikom ICP-AES

Za ovu metodu ispitivanja sproveden je “ring test”.

Metoda 9.5. Određivanje bora spektrometrijom s azometinom-H

EN 17041: Đubriva – Određivanje bora u koncentracijama ≤ 10 % spektrometrijom sa azometinom-H

Za ovu metodu ispitivanja sproveden je “ring test”.

Metoda 9.6. Određivanje molibdena spektrometrijom kompleksa sa amonijum tiocijanatom

EN 17043: Đubriva – Određivanje molibdena u koncentracijama ≤ 10 % spektrometrijom kompleksa sa amonijum tiocijanatom

Za ovu metodu ispitivanja sproveden je "ring test".

Metoda 9.7. Određivanje bakra u ekstraktima đubriva pomoću atomske apsorpcijske spektrometrije

1. Obim

Metoda opisuje postupak određivanja bakra u ekstraktima đubriva.

2. Područje primjene

Postupak se primjenjuje na analizirane uzorke đubriva, ekstrahovanih metodama 9.1. i 9.2. ovog priloga, kod kojih se Prilogom 1. tabela E ovog pravilnika zahtijeva iskazivanje ukupnog bakra i/ili bakra rastvorljivog u vodi.

3. Načelo

Nakon odgovarajućeg tretmana i razređivanja ekstrakata, sadržaj bakra određuje se pomoću atomske apsorpcijske spektrometrije.

4. Reagensi

4.1. Razrijeđena hlorovodonična kiselina, oko 6 mol/l prema:

tački 4.1. metode 9.4. ovog priloga.

4.2. Razrijeđen rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l prema:

tački 4.2. metode 9.4. ovog priloga.

4.3. Rastvor vodonik peroksida (30 % H₂O₂, d₂₀ = 1,11 g/ml), bez mikro-hraniva

4.4. Kalibracijski rastvori bakra

4.4.1. Osnovni rastvor bakra (1 000 µg/ml)

U čaši od 250 ml, izvaga se do tačnosti 0,1 mg, 1 g bakra, doda se 25 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline iz tačke 4.1. ove metode, doda se 5 ml rastvora vodonik peroksida (4.3.) i zagrijava na grejnoj ploči sve dok se bakar potpuno ne rastopi.

Količina se premjesti u odmjernu tikvicu od 1 000 ml.

Dopuni se vodom do oznake i dobro promiješa.

4.4.2. Radni rastvor bakra (100 µg/ml)

Stavi se 10 ml osnovnog rastvora iz tačke 4.4.1. ove metode u odmjernu tikvicu od 200 ml. Dopuni se do oznake s 0,5 mol/l hlorovodonične kiseline iz tačke 4.2. ove metode i dobro promiješa.

5. Oprema

Atomski apsorpcijski spektrometar: iz tačka 5. metode 9.4. ovog priloga.

Instrument je opremljen izvorom zračenja karakterističnog za bakar (324,8 nm).

6. Pripremanje rastvora za analizu

6.1. Rastvor ekstrakta bakra prema:

metodi 9.1. i/ili metodi 9.2. ovog priloga i, ako je potrebno, metodi 9.3. ovog priloga.

6.2. Pripremanje rastvora za ispitivanje prema:

tački 6.2. metode 9.4. ovog priloga

7. Postupak

7.1. Pripremanje slijepog rastvora prema:

tački 7.1. metode 9.4. ovog priloga

7.2. Pripremanje kalibracijskih rastvora prema:

tački 7.2. metode 9.4. ovog priloga

Za optimalni raspon određivanja od 0 do 5 µg/ml bakra, stavi se 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, i 5 ml radnog rastvora iz tačke 4.4.2. ove metode u niz odmjernih tikvica od 100 ml.

Ako je potrebno, podesi se koncentracija rastvora hlorovodonične kiseline što je moguće bliže koncentraciji rastvora za ispitivanje.

Dolije se do 100 ml 0,5 mol/l rastvora hlorovodonične kiseline iz tačke 4.2. ove metode i dobro promiješa.

Rastvori sadrže 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, i 5 µg/ml bakra.

7.3. Određivanje prema:

tački 7.3. metode 9.4. ovog priloga

Priprema se spektrometar iz tačke 5. ove metode za mjerenje na talasnoj dužini od 324,8 nm.

8. Izražavanje rezultata prema:

tački 8. metode 9.4. ovog priloga

Procenat bakra u đubrivu:

$$\text{Cu \%} = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Ako se koristi metoda 9.3.:

$$\text{Cu \%} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Gdje je:

Cu količina bakra izražena kao procenat đubriva;

X_s koncentracija (µg/ml) u rastvoru za ispitivanje iz tačke 6.2. ove metode;

X_b koncentracija (µg/ml) u rastvoru slijepe probe iz tačke 7.1. ove metode;

V zapremina, u ml, ekstrakta dobijenog u skladu sa metodom 9.1. ili 9.2. ovog priloga;

D faktor koji odgovara razrjeđivanju sprovedenom u iz tačke 6.2. ove metode;

M masa, u gramima, uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa metodom 9.1. ili 9.2. ovog priloga.

Izračunavanje faktora razrjeđivanja D: ako su (a₁), (a₂), (a₃),..., (a_i) ili (a) alikvotni djelovi, a (v₁), (v₂), (v₃),..., (v_i) i (100) zapremini u ml koji odgovaraju svom razrjeđivanju, faktor razrjeđivanja **D** biće jednak:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

Metoda 9.8. Određivanje gvožđa u ekstraktima đubriva pomoću atomske apsorpcijske spektrometrije

1. Obim

Metoda opisuje postupak određivanja gvožđa u ekstraktima đubriva.

2. Područje primjene

Postupak se primjenjuje na analizirane uzorke đubriva, ekstrahiranih metodama 9.1. i 9.2. ovog priloga, čij deklarirani sadržaj ukupnog gvožđa i/ili gvožđa rastvorljivog u vodi dat je u Prilogu 1. Tabela E ovog pravilnika.

3. Načelo

Nakon odgovarajućeg tretmana i razređivanja ekstrakata, sadržaj gvožđa određuje se pomoću atomske apsorpcijske spektrometrije.

4. Reagensi

4.1. Razrijeđena hlorovodonična kiselina, oko 6 mol/l prema:

tački 4.1. metode 9.4. ovog priloga.

4.2. Razrijeđeni rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l prema:

tački 4.2. metode 9.4. ovog priloga.

4.3. Rastvor vodonik peroksida (30 % H₂O₂, d₂₀ = 1,11 g/ml), bez mikro-hraniva

4.4. Rastvor lantanove soli (10 g La po litri) prema:

tački 4.3. metode 9.4. ovog priloga.

4.5. Kalibracijski rastvora gvožđa

4.5.1. Osnovni rastvor gvožđa (1 000 µg/ml)

U čaši od 500 ml izvaga se, do tačnosti 0,1 mg, 1 g žice od gvožđa, doda se 200 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline iz tačke 4.1. ove metode i 15 ml rastvora vodonik peroksida iz tačke 4.3. ove metode.

Zagrijava se na grejnoj ploči sve dok se gvožđe potpuno ne rastopi.

Količina se premjesti u odmjernu tikvicu od 1 000 ml.

Dopuni se vodom do oznake i dobro promiješa.

4.5.2. Radni rastvor gvožđa (100 µg/ml)

Stavi se 20 ml osnovnog rastvora iz tačke 4.5.1. ove metode u odmjernu tikvicu od 200 ml.

Dopuni se zapremina sa 0,5 mol/l hlorovodonične kiseline iz tačke 4.2. ove metode i dobro promiješa.

5. Oprema

Atomski apsorpcijski spektrometar: iz tačke 5. metode 9.4. ovog priloga.

Instrument je opremljen izvorom zračenja karakterističnog za gvožđe (248,3 nm).

6. Pripremanje rastvora za analizu

6.1. Rastvor ekstrakta gvožđa prema:

metodi 9.1. i/ili metodi 9.2. ovog priloga i, ako je potrebno, metodi 9.3. ovog priloga.

6.2. Pripremanje rastvora za ispitivanje prema:

tački 6.2. metode 9.4. ovog priloga.

Rastvor za ispitivanje sadrži 10 % (v/v) rastvora lantanove soli.

7. Postupak

7.1. Pripremanje slijepe rastvora prema:

tački 7.1. metode 9.4. ovog priloga.

Rastvor za ispitivanje sadrži 10 % (v/v) rastvora lantanove soli korišćene iz tačke 6.2. ove metode.

7.2. Pripremanje kalibracijskih rastvora prema:

tački 7.2. metode 9.4. ovog priloga.

Za optimalni raspon određivanja od 0 do 10 µg/ml gvožđa, stavi se 0, 2, 4, 6, 8 i 10 ml radnog rastvora iz tačke 4.5.2. ove metode u niz odmjernih tikvica od 100 ml.

Ako je potrebno, podesi se koncentracija rastvora hlorovodonične kiseline što je moguće bliže koncentraciji rastvora za ispitivanje.

Doda se svakoj boci 10 ml rastvora lantanove soli korišćene u iz tačke 6.2. ove metode.

Poveća se zapremina sa 0,5 mol/l rastvora hlorovodonične kiseline iz tačke 4.2. ove metode i dobro promiješa.

Rastvori sadrže 0, 2, 4, 6, 8 i 10 µg/ml gvožđa.

7.3. Određivanje prema:

tački 7.3. metode 9.4. ovog priloga.

Pripremi se spektrometar iz tačke 5. ove metode za mjerenje na talasnoj dužini od 248,3 nm.

8. Izražavanje rezultata prema:

tački 8. metode 9.4. ovog priloga.

Procenat gvožđa u đubrivu:

$$\text{Fe \%} = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Ako se koristi metoda 9.3. ovog priloga:

$$\text{Fe \%} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Gdje je:

Fe količina gvožđa izražena kao procenat đubriva;

X_s koncentracija (µg/ml) u rastvoru za ispitivanje iz tačke 6.2. ove metode;

X_b koncentracija (µg/ml) u rastvoru slijepe probe iz tačke 7.1. ove metode;

V zapremina, u ml, ekstrakta dobijenog u skladu sa metodom 9.1. ili 9.2. ovog priloga;

D faktor koji odgovara razrjeđivanju sprovedenom u tački 6.2. ove metode.;

M masa, u gramima, uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa metodom 9.1. ili 9.2. ovog priloga.

Izračunavanje faktora razrjeđivanja D: ako su (a₁), (a₂), (a₃),..., (a_i) ili (a) alikvotni dijelovi, a (v₁), (v₂), (v₃),..., (v_i) i (100) zapremine u ml koji odgovaraju svom razrjeđivanju, faktor razrjeđivanja **D** biće jednak:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

Metoda 9.9. Određivanje mangana u ekstraktima đubriva pomoću atomske apsorpcijske spektrometrije

1. Obim

Metoda opisuje postupak određivanja mangana u ekstraktima đubriva.

2. Područje primjene

Postupak se primjenjuje na analizirane uzorke đubriva, ekstrahovanih metodama 9.1. i 9.2. ovog priloga, čiji deklarirani sadržaj ukupnog mangana i/ili mangana rastvorljivog u vodi iz Priloga 1. Tabela E ovog pravilnika.

3. Načelo

Nakon odgovarajućeg tretmana i razrjeđenja ekstrakata, sadržaj mangana određuje se pomoću atomske apsorpcijske spektrometrije.

4. Reagensi

4.1. Razrijeđena hlorovodonična kiselina, oko 6 mol/l prema:

tački 4.1. metode 9.4. ovog priloga

4.2. Razrijeđeni rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l prema:

tački 4.2. metode 9.4. ovog priloga

4.3. Rastvora lantanove soli (10 g La po litri) prema:

tački 4.3. metode 9.4. ovog priloga

4.4. Kalibracijski rastvori mangana

4.4.1. Osnovni rastvor mangana (1 000 µg/ml)

U čaši od 250 ml, izvaga se do tačnosti 0,1 mg, 1 g mangana, doda se 25 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline iz tačke 4.1. ove metode.

Zagrijava se na grejnoj ploči sve dok se mangan potpuno ne rastopi.

Količina se premjesti u odmjernu tikvicu od 1 000 ml.

Dopuni se vodom do oznake i dobro promiješa.

4.4.2. Radni rastvor mangana (100 µg/ml)

Stavi se 20 ml osnovnog rastvora iz tačke 4.4.1 ove metode u 0,5 mol/l rastvora hlorovodonične kiseline iz tačke 4.2. ove metode, u odmjernu tikvicu od 200 ml.

Dopuni se zapremina sa 0,5 mol/l hlorovodonične kiseline iz tačke 4.2. ove metode i dobro promiješa.

5. Oprema

Atomski apsorpcijski spektrometar: iz tačke 5. metode 9.4. ovog priloga.

Instrument je opremljen izvorom zračenja karakterističnog za mangan (279,6 nm).

6. Pripremanje rastvora za analizu

6.1. Rastvor ekstrakta mangana prema:

metodi 9.1. i/ili metodi 9.2. ovog priloga i, ako je potrebno, metodi 9.3. ovog priloga.

6.2. Pripremanje rastvora za ispitivanje prema:

tački 6.2. metode 9.4. ovog priloga

Rastvor za ispitivanje sadrži 10 % (v/v) rastvora lantanove soli iz tačke 4.3. ove metode.

7. Postupak

7.1. Pripremanje rastvora slijepe probe prema:

tački 7.1. metode 9.4. ovog priloga.

Rastvor za ispitivanje sadrži 10 % (v/v) rastvora lantanove soli korišćene iz tačke 6.2. ove metode.

7.2. Pripremanje kalibracijskih rastvora prema:

tački 7.2. metode 9.4. ovog priloga.

Za optimalni raspon određivanja od 0 do 5 µg/ml mangana, stavi se 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 i 5 ml radnog rastvora iz tačke 4.4.2. ove metode u niz odmjernih tikvica od 100 ml.

Ako je potrebno, podesi se koncentracija rastvora hlorovodonične kiseline što je moguće bliže koncentraciji rastvoru za ispitivanje.

Doda se svakoj boci 10 ml rastvora lantanove soli korišćene iz tačke 6.2. ove metode.

Dopuni se zapremina sa 0,5 mol/l rastvora hlorovodonične kiseline iz tačke 4.2. ove metode i dobro promiješa.

Rastvori sadrže 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 i 5 µg/ml mangana.

7.3. Određivanje prema:

tački 7.3. metode 9.4. ovog priloga.

Pripremi se spektrometar iz tačke 5. ove metode za mjerenje na talasnoj dužini od 279,6 nm.

8. Izražavanje rezultata prema:

tački 8. metode 9.4. ovog priloga.

Procenat mangana u đubrivu:

$$\text{Mn \%} = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Ako se koristi metoda 9.3.:

$$\text{Mn \%} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Gdje je:

Mn količina mangana izražena kao procenat đubriva;

Xs koncentracija (µg/ml) u rastvoru za ispitivanje iz tačke 6.2. ove metode;

Xb koncentracija (µg/ml) u rastvoru slijepe probe iz tačke 7.1. ove metode;

V zapremina, u ml, ekstrakta dobijenog u skladu s metodom 9.1. ili 9.2. ovog priloga;

D faktor koji odgovara razrjeđivanju sprovedenom u tački 6.2. ove metode;

M = masa, u gramima, uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa metodom 9.1. ili 9.2. ovog priloga.

Izračunavanje faktora razrjeđivanja D: ako su (a1), (a2), (a3),..., (ai) ili (a) alikvotni dijelovi, a (v1), (v2), (v3),..., (vi) i (100) zapremina u ml koji odgovaraju svom razrjeđivanju, faktor razrjeđivanja **D** biće jednak:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metoda 9.10. Određivanje molibdena u ekstraktima đubriva pomoću spektrometrije kompleksa sa amonijevim cijanatom

1. Obim

Metoda opisuje postupak određivanja molibdena u ekstraktima đubriva.

2. Područje primjene

Postupak se primjenjuje na analizirane uzorke đubriva, ekstrahiranih metodama 9.1. i 9.2. ovog priloga, čiji deklarirani sadržaj ukupnog i/ili molibdena rastvorljivog u vodi dat je u Prilogu 1. tabela E ovog pravilnika.

3. Načelo

Molibden (V) formira kompleks $[\text{MoO}(\text{SCN})_5]$ – u kiselom mediju sa SCN jonima.

Kompleks se ekstrahuje sa n-butil acetatom.

Ometajući joni, npr. željezni, ostaju u vodenoj fazi.

Žutonarančasta boja određuje se molekulskom apsorpcijskom spektrometrijom na 470 nm.

4. Reagensi

4.1. Razrijeđena hlorovodonična kiselina (HCl), oko 6 mol/l prema:

Tački 4.1. metode 9.4. ovog priloga

4.2. Rastvor bakra (70 mg/l) u 1,5 mol/l hlorovodonične kiseline

Rastopi se 275 mg bakrovog sulfata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) izvaganog do tačnosti 0,1 mg u 250 ml 6 mol/l rastvora hlorovodonične kiseline iz tačke 4.1. ove metode u odmjernoj tikvici od 1 000 ml. Dopuni se zapremina vodom i dobro promiješa.

4.3. Rastvor askorbinske kiseline (50 g/l)

Rastopi se 50 g askorbinske kiseline ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) u vodi u odmjernoj tikvici od 1 000 ml.

Dopuni se zapremina vodom, dobro promiješaj i drži u hladnjaku.

4.4. n-butilni acetat

4.5. Rastvor amonijum tiocijanata, 0,2 mol/l

Rastopi se 15,224 g NH_4SCN u vodi u odmjernoj tikvici od 1 000 ml.

Dopuni se zapremina vodom, dobro promiješa i sačuva u boci tamne boje.

4.6. Rastvor kositrenog hlorida (50 g/l) u 2 mol/l hlorovodonične kiseline

Rastvor mora biti savršeno bistar i pripremljen odmah prije upotrebe.

Koristi se vrlo čist kalaj hlorid jer inače rastvor neće biti bistar.

Za pripremanje 100 ml rastvora, rastopi se 5 g ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) u 35 ml 6 mol/l HCl rastvora iz tačke 4.1. ove metode.

Doda se 10 ml rastvora bakra iz tačke 4.2. ove metode.

Dopuni se zapreminu vodom i dobro promiješa.

4.7. Kalibracijski rastvori molibdena

4.7.1. Osnovni rastvor molibdena (500 µg/ml)

Rastopi se 0,920 g amonijum molibdata $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ izvaganog do tačnosti 0,1 mg u 6 mol/l hlorovodonične kiseline iz tačke 4.1. ove metode u odmjernoj tikvici od 1 000 ml.

Dopuni se zapremina tim rastvorom i dobro promiješa.

4.7.2. Srednji rastvor molibdena (25 µg/ml)

Stavi se 25 ml osnovnog rastvora iz tačke 4.7.1. ove metode u odmjernu tikvicu od 500 ml.

Dopuni se zapremina sa 6 mol/l rastvora hlorovodonične kiseline iz tačke 4.1. ove metode i dobro promiješa.

4.7.3. Radni rastvor molibdena (2,5 µg/ml)

Stavi se 10 ml osnovnog rastvora iz tačke 4.7.1. ove metode u odmjernu tikvicu od 100 ml.

Dopuni se zapremina sa 6 mol/l rastvora hlorovodonične kiseline iz tačke 4.1. ove metode i dobro promiješa.

5. Oprema

5.1. Molekularni apsorpcijski spektrometar sa cjevčicama optičke putanje 20 mm i postavljenim na talasnu dužinu od 470 nm

5.2. Lijevci za odjeljivanje od 200 ili 250 ml

6. Pripremanje rastvora za analizu

6.1. Rastvor ekstrakta mangana prema:

metodi 9.1. i/ili metodi 9.2. ovog priloga i, ako je potrebno, metode 9.3. ovog priloga.

6.2. Pripremanje rastvora za ispitivanje

Razrijedi se alikvotni dio ekstrakta iz tačke 6.1. ove metode sa 6 mol/l rastvora hlorovodonične kiseline iz tačke 4.1. ove metode radi dobijanja odgovarajuće koncentracija molibdena.

Neka D bude faktor razrjeđivanja.

Uzima se alikvotni dio (a) iz rastvora ekstrakta koji sadrži 1 do 12 µg molibdena i stavi u lijevak za odjeljivanje iz tačke 5.2. ove metode.

Dolije se do 50 ml 6 mol/l rastvora hlorovodonične kiseline iz tačke 4.1. ove metode.

7. Postupak

7.1. Pripremanje rastvora slijepe probe

Priprema se rastvor slijepe probe ponavljajući cijeli postupak od faze ekstrakcije, preskačući jedino uzorak za ispitivanje đubriva.

7.2. Pripremanje niza kalibracijskih rastvora

Priprema se niz od najmanje šest kalibracijskih rastvora rastuće koncentracije koja odgovara optimalnom rasponu odziva spektrometra.

Za interval 0-12,5 µg molibdena, stavi se 0, 1, 2, 3, 4 i 5 ml radnog rastvora iz tačke 4.7.3. ove metode u lijevke za odjeljivanje iz tačke 5.2. ove metode.

Dolije se do 50 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (4.1.).

Lijevci sadrže 0, 2,5, 5, 7,5, 10 i 12,5 µg molibdena.

7.3. Razvoj i razdvajanje kompleksa

U svaki lijevak za odjeljivanje iz tač. 6.2., 7.1. i 7.2. ove metode, dodaje se:

- 10 ml bakarnog rastvora iz tačke 4.2. ove metode;

- 20 ml rastvora askorbinske kiseline iz tačke 4.3. ove metode;

dobro promiješa i čeka dvije ili tri minute.

Zatim se dodaje:

- 10 ml n-butil acetata iz tačke 4.4. ove metode, koristeći preciznu pipetu

- 20 ml rastvora tiocijanata iz tačke 4.5. ove metode.

Trese se jedan minut radi ekstrahiranja kompleksa u organskoj fazi; ostavi se da se nataloži; nakon razdvajanja dviju faza, odlije se cijela vodena faza; zatim se opere organska fazasa:

- 10 ml rastvora kalaj hlorida iz tačke 4.6. ove metode.

Trese se jedan minut.

Ostavi se da se nataloži i odlije se vodena faza.

Sakupi se organska faza u epruvetu ardi skupljanja kapljica vode u suspenziji.

7.4. Određivanje

Mjeri se apsorpcija rastvora dobijena u tački 7.3. ove metode, na talasnoj dužini od 470nm koristeći 0 µg/ml kalibracijske rastvore molibdena iz tačke 7.2. ove metode kao referencu.

8. Izražavanje rezultata

Kalibracijska kriva se konstruiše na način da se duž apscise stavi odgovarajuća masa molibdena u kalibracijskoj rastvoru iz tačke 7.2. ove metode izražena u µg, a duž ordinate odgovarajuća vrijednost apsorpcije iz tačke 7.4. ove metode, očitanjem na spektrometru.

Iz krive se odredi masa molibdena u rastvoru za ispitivanje iz tačke 6.2. ove metode i rastvor slijepe probe iz tačke 7.1. ove metode.

Mase se označuju se kao (xs) i (xb).

Procenat molibdena u đubrivu:

$$Mo \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times D] / (M \times 10^4)$$

Ako se koristi metoda 9.3. ovog priloga:

$$Mo \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Gdje je:

Mo količina molibdena izražena kao procenat đubriva;

a zapremina alikvota, u ml, uzet iz posljednjeg razrijeđenog rastvora iz tačke 6.2. ove metode;

Xs masa Mo u µg u probnoj rastvoru iz tačke 6.2. ove metode;

Xb masa Mo u µg u rastvoru slijepe probe iz tačke 7.1. ove metode, čiji zapremina odgovara zapremini (a) alikvota rastvora za ispitivanje iz tačke 6.2. ove metode.

V zapremina, u ml, rastvora ekstrakta dobijenog u skladu sa metodom 9.1. ili 9.2. ovog priloga;

D faktor koji odgovara razrjeđivanju sprovedenom u iz tačke 6.2. ove metode.

M masa, u gramima, uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa metodom 9.1. ili 9.2. ovog priloga.

Izračunavanje faktora razrjeđivanja D: ako su (a1), (a2) uzastopni alikvotni djelovi, a (v1), (v2) zapremine koji odgovaraju svom razrjeđivanju, faktor razrjeđivanja D biće jednak:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Metoda 9.11. Određivanje cinka u ekstraktima đubriva pomoću atomske apsorpcijske spektrometrije

1. Obim

Metoda opisuje postupak određivanja cinka u ekstraktima đubriva.

2. Područje primjene

Postupak se primjenjuje na analizirane uzorke đubriva, ekstrahovanih metodama 9.1. i 9.2. ovog priloga, čiji deklarirani sadržaj ukupnog i/ili cinka rastvorljivog u vodi datog u Prilogu 1. Tabele E ovog pravilnika.

3. Načelo

Nakon odgovarajućeg tretmana i razrjeđivanja ekstrakata, sadržaj cinka određuje se pomoću atomske apsorpcijske spektrometrije.

4. Reagensi

4.1. Razrijeđena hlorovodonična kisjelina, oko 6 mol/l prema:

tački 4.1. metode 9.4. ovog priloga.

4.2. Razrijeđeni rastvor hlorovodonične kisjeline, oko 0,5 mol/l prema:

tački 4.2. metode 9.4. ovog priloga.

4.3. Rastvora lantanove soli (10 g La po litri) prema:

tački 4.3. metode 9.4. ovog priloga.

4.4. Kalibracijski rastvor cinka

4.4.1. Osnovni rastvor cinka (1 000 µg/ml)

U odmjernoj tikvici od 1 000 ml rastopi se 1 g cinkovog praha ili ljuspica do 0,1 mg u 25 ml 6 mol/l hlorovodonične kisjeline iz tačke 4.1. ove metode.

Kad je potpuno rastopljeno, dopuni se zapremina vodom i dobro promiješa.

4.4.2. Radni rastvor cinka (100 µg/ml)

Razrijedi se 20 ml osnovnog rastvora iz tačke 4.4.1. ove metode u 0,5 mol/l rastvora hlorovodonične kisjeline iz tačke 4.2. ove metode, u odmjernu tikvicu od 200 ml.

Dopuni se zapremina sa 0,5 mol/l hlorovodonične kisjeline iz tačke 4.2. ove metode i dobro promiješa.

5. Oprema

Atomski apsorpcijski spektrometar: iz tačke 5 metode 9.4. ovog priloga.

Instrument je opremljen izvorom zračenja karakterističnog za cink (213,8 nm), a spektrometar dozvoljava da se uradi pozadinska korekcija.

6. Pripremanje rastvora za analizu

6.1. Rastvor ekstrakta cinka prema:

metodi 9.1. i/ili metodi 9.2. ovog priloga i, ako je potrebno, metode 9.3 ovog priloga.

6.2. Pripremanje rastvora za ispitivanje prema:

tački 6.2. metode 9.4. ovog priloga

Rastvor za ispitivanje sadrži 10 % (v/v) rastvora lantanove soli iz tačke 4.3. ove metode.

7. Postupak

7.1. Pripremanje rastvora slijepe probe prema:

tački 7.1. metode 9.4. ovog priloga.

Rastvor za ispitivanje sadrži 10 % (v/v) rastvora lantanove soli korišćene u iz tačke 6.2. ove metode

7.2. Pripremanje kalibracijskih rastvora prema:

tački 7.2. metode 9.4. ovog priloga

Za optimalni raspon određivanja od 0 do 5 µg/ml cinka, stavi se 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 i 5 ml radnog rastvora iz tačke 4.4.2. ove metode u niz odmjernih tikvica od 100 ml.

Ako je potrebno, podesi se koncentracija rastvora hlorovodonične kisjeline što je moguće bliže koncentraciji rastvora za ispitivanje.

Doda se svakoj boci 10 ml rastvora lantanove soli korišćene u tački 6.2. ove metode.

Dopuni se zapremina na 100 ml s 0,5 mol/l rastvora hlorovodonične kisjeline iz tačke 4.2. ove metode i dobro promiješa.

Rastvori sadrže 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 i 5 µg/ml cinka.

7.3. Određivanje prema:

tački 7.3. metode 9.4. ovog priloga.

Pripremi se spektrometar (5) za mjerenje na talasnoj dužini od 213,8 nm.

8. Izražavanje rezultata prema:

tački 8. metode 9.4. ovog priloga.

Procenat cinka u đubrivu:

$$Zn \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Ako se koristi metoda 9.3.:

$$Zn \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Gdje je:

Zn količina cinka izražena kao procenat đubriva;

Xs koncentracija (µg/ml) u rastvoru za ispitivanje iz tačke 6.2. ove metode;

Xb koncentracija (µg/ml) u rastvoru slijepe probe iz tačke 7.1. ove metode;

V zapremina, u ml, ekstrakta dobijenog u skladu sa metodom 9.1. ili 9.2. ovog priloga;

D faktor koji odgovara razrjeđivanju sprovedenom iz tačke 6.2. ove metode.

M masa, u gramima, uzorka za ispitivanje uzetog u skladu s metodom 9.1. ili 9.2 ovog priloga.

Izračunavanje faktora razrjeđivanja D: ako su (a1), (a2), (a3),..., (ai) ili (a) alikvotni djelovi, a (v1), (v2), (v3),..., (vi) i (100) zapremine u ml koji odgovaraju svom razrjeđivanju, faktor razrjeđivanja **D** biće jednak:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

METODE 10. MIKRO-HRANIVA U KONCENTRACIJI VEĆOJ OD 10 %

Metoda 10.1. Ekstrakcija ukupnih mikro-hraniva u đubrivima carskom vodom

Standard:

EN 16964: Đubriva – Ekstrakcija ukupnih mikrohraniva u đubrivima carskom vodom

Za ovu ispitnu metodu sproveden je “ring test”.

Metoda 10.2. Ekstrakcija vodorastvorljivih mikrohraniva u đubrivima i uklanjanje organskig spojeva iz ekstrakata đubriva

Standard:

EN 16962: Gnojiva – Ekstrakcija vodorastvorljivih mikrohraniva u đubrivima i uklanjanje organskig spojeva iz ekstrakata đubriva

Za ovu ispitnu metodu sproveden je “ring test”.

Metoda 10.3. Određivanje kobalta, bakra, gvožđa, mangana i cinka plamenom atomskom apsorpcijskom spektrometrijom (FAAS)

Standard:

EN 16965: Đubriva – Određivanje kobalta, bakra, gvožđa, mangana i cinka plamenom atomskom apsorpcijskom spektrometrijom (FAAS)

Za ovu ispitnu metodu sproveden je “ring test”.

Metoda 10.4. Određivanje bora, kobalta, bakra, gvožđa, mangana, molibdena i cinka tehnikom ICP-AES

Standard:

EN 16963: Đubriva – Određivanje bora, kobalta, bakra, gvožđa, mangana, molibdena i cinka tehnikom ICP-AES

Za ovu ispitnu metodu sproveden je “ring test”.

Metoda 10.5. Određivanje bora acidimetrijom

Standard:

EN 17042: Đubriva – Određivanje bora u koncentracijama > 10 % acidimetrijom

Za ovu ispitnu metodu sproveden je “ring test”.

Metoda 10.6. Određivanje molibdena gravimetrijskom metodom sa 8-hidroksikinolinom

Standard:

CEN/TS 17060: Đubriva – Određivanje molibdena u koncentracijama > 10 % gravimetrijskom metodom sa 8-hidroksikinolinom

Za ovu ispitnu metodu sproveden je “ring test”.

Metoda 10.7. Određivanje bakra u ekstraktima đubriva titrimetrijskom metodom

1. Obim

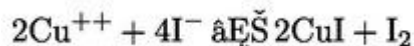
Metoda opisuje postupak određivanja bakra u ekstraktima đubriva.

2. Područje primjene

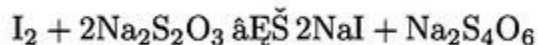
Postupak se primjenjuje na analizirane uzorke đubriva, ekstrahovanih metodama 10.1. i 10.2. ovog priloga, čiji je deklarirani sadržaj bakra dat u Prilogu 1 tabela E ovog pravilnika.

3. Načelo

Joni bakra reduciraju se u kisjelom mediju kalijevim jodidom:



Jod koji se oslobađa na taj način titrira se standardnim rastvorom natrijumovog tiosulfata u prisutnosti škroba kao indikatora u skladu sa:



4. Reagensi

4.1. Azotna kiselina (HNO₃, d₂₀ = 1,40 g/ml)

4.2. Urea [(NH₂)₂C = O]

4.3. Rastvor amonijum bifluorida (NH₄HF₂) 10 % m/v

Rastvor se drži u plastičnoj posudi.

4.4. Rastvor amonijum hidroksida (1 + 1)

Promiješa se 1 zapremina amonijaka (NH₄OH, d₂₀ = 0,9 g/ml) sa jednom zapreminom vode.

4.5. Standardni rastvor natrijumovog tiosulfata

Rastopi se 7,812 g natrijumovog tiosulfata pentahidrata (Na₂S₂O₃ 5H₂O) sa vodom u odmjernoj tikvici od jednog litra.

Rastvor se priprema tako da je 1 ml = 2 mg Cu.

Zbog stabilizacije, dodaje se nekoliko kapi hloroforma.

Rastvor se drži u staklenoj posudi zaštićen od direktnog svjetla.

4.6. Kalijev jodid (KI)

4.7. Rastvor kalijum tiocijanata (KSCN) (25 % m/v)

Rastvor se drži u plastičnoj tikvici.

4.8. Rastvor škroba (oko 0,5 %)

Stavi se 2,5 g škroba u čašu od 600 ml.

Doda se oko 500 ml vode.

Rastvor treba da ključa tokom miješanja.

Ohladi se do sobne temperature.

Rastvor ima kratak rok trajanja koji se može produžiti dodavanjem oko 10 mg živinog jodida.

5. Pripremanje rastvora za analizu

Pripremanje rastvora bakra prema:

metodi 10.1. i 10.2. ovog priloga.

6. Postupak

6.1. Pripremanje titracijskog rastvora

Stavi se alikvotni dio rastvora koji ne sadrži manje od 20 – 40 mg Cu u Erlenmeyerovu tikvicu od 500 ml.

Odstrani se višak kiseonika koji se nakratko pojavi prilikom ključanja.

Dopuni se zapremina vodom do oko 100 ml.

Doda se 5 ml azotne kiseline iz tačke 4.1. ove metode, dovede se do ključanja i ostavi da ključa otprilike pola minuta.

Skloni se Erlenmeyerova tikvica sa grejne ploče, dodati oko 3 g uree iz tačke 4.2. ove metode i ostavi se da ključa još oko pola minute.

Skloniti sa uređaja za zagrijavanje i dodati oko 200 ml hladne vode.

Ohladi se sadržaj Erlenmeyerove tikvice do sobne temperature, ako je potrebno.

Postepeno se dodaje rastvor amonijum hidroksida iz tačke 4.4. ove metode sve dok rastvor ne postane plav i se doda višak od 1 ml.

Doda se 50 ml rastvora amonijum bifluorida iz tačke 4.3. ove metode i promiješa se.

Doda se 10 g kalijum jodida iz tačke 4.6. ove metode i rastopi se.

6.2. Titriranje rastvora

Stavi se Erlenmeyerova tikvica na magnetsku miješalicu.

Ubaciti štapić u Erlenmeyerovu tikvicu i podesi se miješalica na željenu brzinu.

Koristeći biretu, dodaje se standardni rastvor natrijumovog tiosulfata iz tačke 4.5. ove metode sve dok smeđa boja joda oslobođenog iz rastvora ne postane manje intenzivna.

Dodaje se 10 ml rastvora škroba iz tačke 4.8. ove metode.

Nastavi se titriranje s rastvorom natrijumovog tiosulfata iz tačke 4.5. ove metode sve dok se ljubičasta boja skoro potpuno ne izgubi.

Dodaje se 20 ml rastvora kalijum tiocijanata iz tačke 4.7. ove metode i nastavi se titriranje sve dok ljubičastoplava boja potpuno ne nestane.

Zabilježiti zapreminu upotrijebljenog rastvora tiosulfata.

7. Izražavanje rezultata

1 ml standardne rastvora natrijumovog tiosulfata iz tačke 4.5. ove metode odgovara 2 mg Cu.

Procenat bakra u dubrivu izražava se:

$$\text{Cu (\%)} = X \frac{V}{a \times M \times 5}$$

Gdje je:

X zapremina, u ml, korišćene rastvora natrijumovog tiosulfata;

V zapremina, u ml, ekstraktne rastvora dobijenog u skladu sa metodom 10.1. ili 10.2. ovog priloga;

a zapremina, u ml, alikvotnog dijela;

M masa, u gramima, uzorka za ispitivanje sa kojim se postupalo u skladu sa metodom 10.1. i 10.2. ovog priloga.

Metoda 10.8. Određivanje gvožđa u ekstraktima đubriva atomskom apsorpcijskom spektrometrijom

1. Obim

Metoda opisuje postupak određivanja gvožđa u ekstraktima đubriva.

2. Područje primjene

Postupak se primjenjuje na analizirane uzorke đubriva, ekstrahovanih metodama 10.1. i 10.2. ovog priloga, čiji deklarirani sadržaj ukupnog gvožđa i/ili gvožđa rastvorljivog u vodi datim u Prilogu 1 tabela E ovog pravilnika.

3. Načelo

Nakon odgovarajućeg tretmana i razređivanja ekstrakata, sadržaj gvožđa određuje se atomskom apsorpcijskom spektrometrijom.

4. Reagensi

4.1. Razrijeđena hlorovodonična kiselina, oko 6 mol/l prema:

tački 4.1. metode 10.4. ovog priloga.

4.2. Razrijeđeni rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l prema:

tački 4.2. metode 10.4. ovog priloga.

4.3. Rastvor vodonik peroksida (30 % H₂O₂, d₂₀ = 1,11 g/ml), bez mikro-hraniva

4.4. Rastvora lantanove soli (10 g La po litri) prema:

tački 4.3. metode 10.4. ovog priloga

4.5. Kalibracijska rastvor gvožđa

4.5.1. Osnovni rastvor gvožđa (1 000 µg/ml)

U čaši od 500 ml izvaga se, do tačnosti 0,1 mg, 1 g željezne žice, doda se 200 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline iz tačke 4.1. ove metode, i 15 ml rastvora vodonik peroksida iz tačke 4.3. ove metode.

Zagrijava se na grejnoj ploči sve dok se gvožđe potpuno ne rastopi.

Kad se ohladi, količina se premjesti u odmjernu tikvicu od 1 000 ml.

Dopuni se vodom do oznake i dobro promiješa.

4.5.2. Radni rastvor gvožđa (100 µg/ml)

Stavi se 20 ml osnovnog rastvora iz tačke 4.5.1. ove metode u odmjernu tikvicu od 200 ml. Dopuni se do oznake 0,5 mol/l hlorovodonične kiseline iz tačke 4.2. ove metode i dobro promiješa.

5. Oprema

Atomski apsorpcijski spektrometar: iz tačke 5. metode 10.4. ovog priloga.

Instrument je opremljen izvorom zračenja karakterističnog za gvožđe (248,3 nm).

6. Pripremanje rastvora za analizu

6.1. Rastvor ekstrakta gvožđa prema:

metodi 10.1. i/ili metodi 10.2. ovog priloga i, ako je potrebno, metode 10.3. ovog priloga.

6.2. Pripremanje rastvora za ispitivanje prema:

tački 6.2. i metode 9.4. ovog priloga

Rastvor za ispitivanje sadrži 10 % (v/v) rastvora lantanove soli.

7. Postupak

7.1. Pripremanje slijepe rastvora prema:

tački 7.1. i metode 10.4. ovog priloga.

Rastvor za ispitivanje sadrži 10 % (v/v) rastvora lantanove soli korišćene u tački 6.2. ove metode.

7.2. Pripremanje kalibracijskih rastvora prema

tački 7.2. metode 10.4. ovog priloga.

Za optimalni raspon određivanja od 0 do 10 µg/ml gvožđa, u niz odmjernih tikvica od 100 ml stavlja se redom 0, 2, 4, 6, 8 i 10 ml radnog rastvora iz tačke 4.5.2. ove metode.

Ako je potrebno, podesi se koncentracija rastvora hlorovodonične kiseline što je moguće bliže koncentraciji rastvora za ispitivanje.

Dodaje se 10 ml rastvora lantanove soli korišćene u tački 6.2. ove metode.

Povećava se zapremina sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline iz tačke 4.2. ove metode i dobro promiješa.

Rastvori sadrže 0, 2, 4, 6, 8 i 10 µg/ml gvožđa.

7.3. Određivanje prema:

tački 7.3. metode 10.4. ovog priloga.

Priprema se spektrometar iz tačke 5 ove metode za mjerenje na talasnoj dužini od 248,3 nm.

8. Izražavanje rezultata prema:

tački 8 metode 10.4. ovog priloga.

Procenat gvožđa u đubrivu:

$$\text{Fe (\%)} = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Ako se koristi metoda 10.3.:

$$\text{Fe (\%)} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Gdje je:

Fe količina gvožđa izražena kao procenat đubriva;

X_s koncentracija (µg/ml) u rastvoru za ispitivanje iz tačke 6.2. ove metode;

X_b koncentracija (µg/ml) u rastvoru slijepe probe iz tačke 7.1. ove metode;

V zapremina, u ml, ekstrakta dobijenog u skladu s metodom 10.1. ili 10.2. ovog priloga;

D faktor koji odgovara razrjeđivanju provedenom u tački 6.2. ove metode.

M masa, u gramima, uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa metodom 10.1. ili 10.2. ovog priloga.

Izračunavanje faktora razrjeđivanja D: ako su (a₁), (a₂), (a₃),..., (a_i) ili (a) alikvotni djelovi, a (v₁), (v₂), (v₃),..., (v_i) i (100) zapremina u ml koji odgovaraju svom razrjeđivanju, faktor razrjeđivanja **D** biće jednak:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

Metoda 10.9. Određivanje mangana u ekstraktima đubriva titriranjem

1. Obim

Metoda opisuje postupak određivanja mangana u ekstraktima đubriva.

2. Područje primjene

Postupak se primjenjuje na analizirane uzorke đubriva, ekstrahovanih metodama 10.1. i 10.2. ovog priloga, čiji je deklarirani sadržaj mangana dat u Prilogu 1 tabela E ovog pravilnika.

3. Načelo

Ako su joni hlorida prisutni u ekstraktu, oni se odstranjuju ključanjem ekstrakta sumpornom kiselinom.
Mangan oksidira sa natrijumim bizmutatom u azotno kisjelom mediju.
Stvoreni permanganat reducira se viškom gvožđevog sulfata.
Višak se titrira na rastvoru kalijum permanganata.

4. Reagensi

4.1. Koncentrovana sumporna kiselina (H_2SO_4 , $d_{20} = 1,84$ g/ml)

4.2. Sumporna kiselina, oko 9 mol/l

Promiješa se pažljivo 1 zapremina koncentrovane sumporne kiseline iz tačke 4.1. ove metode sa 1 zapreminom vode.

4.3. Azotna kiselina, 6 mol/l

Promiješa se 3 zapremine azotne kiseline (HNO_3 , $d_{20} = 1,40$ g/ml) sa 4 zapremine vode.

4.4. Azotna kiselina, 0,3 mol/l

Promiješa se 1 zapremina 6 mol/l azotne kiseline sa 19 zapremina vode.

4.5. Natrijum bizmutat ($NaBiO_3$), (85 %).

4.6. Dijatomejska zemlja

4.7. Ortofosforna kiselina, 15 mol/l (H_3PO_4 , $d_{20} = 1,71$ g/ml)

4.8. Rastvor gvožđa sulfata, 0,15 mol/l

Rastopi se 41,6 g gvožđa sulfata heptahidrata ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) u odmjernoj tikvici od jednog litra.

Doda se 25 ml koncentrovane sumporne kiseline iz tačke 4.1. ove metode i 25 ml fosforne kiseline iz tačke 4.7. ove metode.

Dolije se do 1000 ml. i promiješa.

4.9. Rastvor kalijum permanganata, 0,020 mol/l

Izvaga se 3,160 g kalijum permanganata ($KMnO_4$) do tačnosti 0,1 mg.

Rastopi se i poveća zapremina vodom do 1 000 ml.

4.10. Rastvor srebrnog nitrata, 0,1 mol/l

Rastopi se 1,7 g srebrnog nitrata ($AgNO_3$) u vodi i poveća zapremina do 100 ml.

5. Oprema

5.1. Filter lončić P 16/ISO 4 793, poroznost 4, kapacitet 50 ml, postavljen na tikvicu za filtriranje od 500 ml.

5.2. Magnetska miješalica

6. Pripremanje rastvora za analizu

6.1. Rastvor manganovog ekstrakta prema:

metodi 10.1. i 10.2. ovog priloga.

Ako nije poznato jesu li prisutni jonihlorida, sprovodi se ispitivanje na rastvoru s jednom kapi rastvora srebrnog nitrata iz tačke 4.10. ove metode.

6.2. U nedostatku jona hlorida, stavlja se alikvot ekstrakta koji sadrži 10 do 20 mg mangana u čašu od 400 ml.

Zapremina treba da se postigne do otprilike 25 ml isparavanjem ili dodavanjem vode.

Dodaje se 2 ml koncentrovane sumporne kiseline iz tačke 4.1. ove metode.

6.3. Ako su prisutni hloridni joni, potrebno ih je odstraniti na sljedeći način

Stavi se alikvot ekstrakta koji sadrži 10 do 20 mg mangana u visoku čašu od 400 ml.

Doda se 5 ml 9 mol/l sumporne kiseline iz tačke 4.2. ove metode.

Rastvor se stavi u digestor, dovede se do ključanja na grejnoj ploči i ostavi da ključa dok se ne oslobodi obilni bijeli dim.

Nastavlja se dok zapremina ne bude smanjena na otprilike 2 ml (tanki film sirupaste tečnosti na dnu čaše).

Ostavlja se da se ohladi na sobnoj temperaturi.

Pažljivo se dodaje 25 ml vode i još jednom

a prisutnost hlorida sa jednom kapi rastvora srebrnog nitrata iz tačke 4.10. ove metode.

Ako još uvijek ima hlorida, postupak se ponavlja nakon dodavanja 5 ml 9 mol/l sumporne kiseline iz tačke 4.2. ove metode.

7. Postupak

Doda se 25 ml 6 mol/l azotne kiseline iz tačke 4.3. ove metode i 2,5 g natrijumovog bizmutata iz tačke 4.5. ove metode u čašu od 400 ml koja sadrži rastvor za ispitivanje.

Snažno se miješa tri minute na magnetskoj miješalici iz tačke 5.2. ove metode.

Doda se 50 ml 0,3 mol/l azotne kiseline iz tačke 4.4. ove metode i ponovo promiješati.

Filtrira se u vakuumu kroz filter lončić iz tačke 5.1. ove metode, čije dno je pokriveno dijatomejskom zemljom iz tačke 4.6. ove metode.

Oprati lončić nekoliko puta sa 0,3 mol/l azotne kiseline iz tačke 4.4. ove metode dok se ne dobije bezbojni filtrat.

Premjesti se filtrat i rastvor za pranje u čašu od 500 ml.

Promiješa i doda 25 ml 0,15 mol/l rastvora gvožđevog sulfata iz tačke 4.8. ove metode.

Ako nakon dodavanja gvožđevog sulfata filtrat požuti, doda se 3 ml 15 mol/l ortofosforne kiseline iz tačke 4.7. ove metode.

Koristeći biretu, titrira se višak gvožđa sulfata sa 0,02 mol/l rastvora kalijum permanganata iz tačke 4.9. ove metode dok mješavina ne postane ružičasta, a boja ostane stabilna jedan minut. Sprovodi se slijepa proba u istim uslovima, preskačući jedino uzorak za ispitivanje.

Napomena:

Oksidirani rastvor ne smije doći u kontakt sa gumom.

8. Izražavanje rezultata

1 ml 0,02 mol/l rastvora kalijum permanganata odgovara 1,099 mg mangana (Mn).

Procenat mangana u dubrivu:

$$Mn (\%) \text{ where } = (x_b - x_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

Gdje je:

x_b zapremina, u ml, permanganata korišćenog u rastvoru slijepa probe;

x_s zapremina, u ml, permanganata korišćenog u ispitnom uzorku;

V zapremina, u ml, rastvora ekstrakta dobijenog u skladu sa metodom 10.1. ili 10.2. ovog priloga;

a zapremina, u ml, alikvotnog dijela uzetog iz ekstrakta;

M masa, u gramima, uzorka za ispitivanje.

Metoda 10.10. Određivanje molibdena u ekstraktima đubriva gravimetrijskom metodom sa 8-hidroksikinolinom

1. Obim

Metoda opisuje postupak određivanja molibdena u ekstraktima đubriva.

2. Područje primjene

Postupak se primjenjuje na analizirane uzorke đubriva, ekstrahovanih metodama 10.1. i 10.2. ovog priloga, čiji deklarirani sadržaj molibdena dat u Prilogu 1 Tabela E ovog pravilnika.

3. Načelo

Nivo molibdena određuje se taloženjem kao molibdenil oksinat u posebnim uslovima.

4. Reagensi

4.1. Rastvor sumporne kiseline, otprilike 1 mol/l

Pažljivo se izlije 55 ml sumporne kiseline (H_2SO_4 , $d_{20} = 1,84$ g/ml) u odmjernu tikvicu od 1 litra, koja sadrži 800 ml vode.

Promiješa se.

Nakon hlađenja, dolije se do jednog litra.

Promiješa se.

4.2. Razrijeđeni rastvor amonijaka (1:3)

Promiješa se jedna zapreminakoncentrovanog rastvora amonijaka (NH_4OH , $d_{20} = 0,9$ g/ml) sa tri zapremine vode.

4.3. Razrijeđeni rastvor sirćetne kiseline (1:3)

Promiješa se jedna zapremina koncentrovane sirćetne kiseline (99,7 % CH_3COOH , $d_{20} = 1,049$ g/ml) sa 3 zapremine vode.

4.4. Rastvor dinatrijum soli etilen diamin tetra sirćetne kiseline (EDTA)

Rastopi se 5 g Na_2EDTA u vodi u odmjernoj tikvici od 100 ml.

Dolije se do oznake i promiješa.

4.5. Pufer rastvor

U odmjernoj tikvici od 100 ml, rastopi se 15 ml koncentrovane sirćetne kiseline u 30 g amonijum acetata u vodi.

Dolije se do 100 ml.

4.6. Rastvor 7-hidroksikinolina (oksina)

U odmjernoj tikvici od 100 ml, rastopi se 3 g 8-hidroksikinolina u 5 ml koncentrovane sirćetne kiseline.

Doda se 80 ml vode.

Doda se rastvor amonijaka iz tačke 4.2. ove metode, kap po kap, dok se rastvor ne zamagli i doda sirćetna kiselina iz tačke 4.3. ove metode dok rastvor ponovo ne postane bistar.

Dopuni se vodom do 100 ml.

5. Oprema

5.1. Filter lončić P 16/ISO 4 793 , poroznost 4, kapacitet 30 ml

5.2. pH-metar sa staklenom elektrodom

5.3. Sušionik na 130 do 135 °C

6. Pripremanje rastvora za analizu

6.1. Pripremanje rastvora molibdena: prema metodi 10.1. i metodi 10.2. ovog priloga

7. Postupak

7.1. Pripremanje rastvora za ispitivanje

Stavi se alikvotni dio koji sadrži 25 do 100 mg Mo u čašu od 250 ml.

Poveća se zapremina vodom do 50 ml.

Podesi se rastvor na $pH = 5$ dodavajući rastvor sumporne kiseline iz tačke 4.1., kap po kap.

Doda se 15 ml rastvora EDTA iz tačke 4.4. ove metode, a zatim 5 ml pufer rastvora iz tačke 4.5. ove metode.

Poveća se zapremina vodom do otprilike 80 ml.

7.2. Dobijanje i pranje taloga

Rastvor se lagano zagrije.

Neprestano se miješa, doda se rastvor oksina iz tačke 4.6. ove metode.

Nastavlja se sa taloženjem sve dok se ostatak više ne bude primjećivao.

Dodaje se sljedeći reagens sve dok rastvor ne postane lagano žut.

Obično je dovoljna količina od 20 ml.

Nastavlja se sa laganim zagrijavanjem taloga, dvije do tri minute.

Filtrira se kroz filter lončić iz tačke 5.1. ove metode.

Ispira se nekoliko puta sa 20 ml vruće vode.

Voda za čišćenje treba postepeno postati bezbojna, što ukazuje da oksin više nije prisutan.

7.3. Vaganje taloga

Talog se suši na 130 do 135 °C do konstantne mase (najmanje jedan sat).

Ostavi se da se hladi u eksikatoru, a zatim se vaga.

8. Izražavanje rezultata

1 mg molibdenil oksinata, $MoO_2(C_9H_6ON)_2$ odgovara 0,2305 mg Mo.

Procenat molibdena u đubrivu:

$$Mo (\%) = X \times 0,02305 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

Gdje je:

X masa, u mg, taloga molibdenil oksinata;

V zapremina, u ml, ekstraktne rastvora dobijenog u skladu sa metodom 10.1. ili 10.2. ovog priloga;

a zapremina, u ml, alikvota uzetog iz posljednjeg razrjeđivanja;

D faktor razrjeđivanja alikvota;

M masa, u gramima, ispitnog uzorka.

Metoda 10.11. Određivanje cinka u ekstraktima đubriva pomoću atomske apsorpcijske spektrometrije

1. Obim

Metoda opisuje postupak određivanja cinka u ekstraktima đubriva.

2. Područje primjene

Postupak se primjenjuje na analizirane uzorke đubriva, ekstrahovanih metodama 10.1. i 10.2. ovog priloga, čiji deklarirani sadržaj cinka dat u Prilogu 1 tabela E ovog pravilnika.

3. Načelo

Nakon odgovarajućeg tretmana i razređivanja ekstrakata, sadržaj cinka određuje se pomoću atomske apsorpcijske spektrometrije.

4. Reagensi

4.1. Razrijeđena hlorovodonična kiselina, oko 6 mol/l prema:

tački 4.1. metode 10.4. ovog priloga.

4.2. Razrijeđeni rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l prema::

tački 4.2. metode 10.4. ovog priloga.

4.3. Rastvor lantanove soli (10 g La po litri) prema:

tački 4.3. metode 10.4. ovog priloga.

4.4. Kalibracijski rastvori cinka

4.4.1. Osnovni rastvor cinka (1 000 µg/ml)

U odmjernoj tikvici od 1 000 ml rastopiti 1 g cinkovog praha ili pahuljica do 0,1 mg u 25 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline iz tačke 4.1. ove metode.

Kad je potpuno rastopljeno, poveća se zapremina vodom i dobro promiješa.

4.4.2. Radni rastvor cinka (100 µg/ml)

Razrijedi se 20 ml osnovnog rastvora iz tačke 4.4.1. ove metode u 0,5 mol/l rastvora hlorovodonične kiseline iz tačke 4.2. ove metode, u odmjernoj tikvici od 200 ml. Dopuni do oznake sa 0,5 mol/l hlorovodonične kiseline iz tačke 4.2. ove metode i dobro promiješa.

5. Oprema

Atomski apsorpcijski spektrometar iz tačke 5. metode 10.4. ovog priloga.

Instrument je opremljen izvorom zračenja karakterističnog za cink (213,8 nm), a spektrometar treba da dozvoli da se uradi pozadinska korekcija.

6. Pripremanje rastvora za analizu

6.1. Rastvor ekstrakta cinka prema:

metodi 10.1. i/ili metodi 10.2. ovog priloga.

6.2. Pripremanje rastvora za ispitivanje prema:

tački 6.2. metode 10.4. ovog priloga.

Rastvor za ispitivanje sadrži 10 % (v/v) rastvora lantanove soli iz tačke 4.3. ove metode.

7. Postupak

7.1. Pripremanje rastvora slijepe probe prema:

tački 7.1. metode 10.4. ovog priloga.

Rastvor slijepe probe sadrži 10 % (v/v) rastvora lantanove soli korišćene u tački 6.2. ove metode

7.2. Pripremanje kalibracijskih rastvora prema:

tački 7.2. metode 10.4. ovog priloga.

Za optimalni raspon određivanja od 0 do 5 µg/ml cinka, stavi se 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 i 5 ml radnog rastvora iz tačke 4.4.2 ove metode u niz odmjernih tikvica od 100 ml.

Ako je potrebno, podesiti koncentraciju rastvora hlorovodonične kiseline što je moguće bliže koncentraciji rastvora za ispitivanje.

Doda se svakoj boci 10 ml rastvora lantanove soli korišćene u tački 6.2. ove metode.

Dopuni se zapremina na 100 ml s 0,5 mol/l rastvora hlorovodonične kiseline iz tačke 4.2. ove metode i dobro promiješa.

Rastvori sadrže 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 i 5 µg/ml cinka.

7.3. Određivanje prema:

tački 7.3. metode 10.4. ovog priloga.

Pripremi se spektrometar iz tačke 3 ove metode za mjerenje na talasnoj dužini od 213,8 nm.

8. Izražavanje rezultata prema:

tački 8. metode 10.4. ovog priloga

Procenat cinka u đubrivu:

$$\text{Zn (\%)} = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Ako se koristi metoda 10.3. ovog priloga:

$$\text{Zn (\%)} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Gdje je:

Zn količina cinka izražena kao procenat đubriva;

Xs koncentracija (µg/ml) u rastvoru za ispitivanje;

Xb koncentracija (µg/ml) u rastvoru slijepe probe;

V zapremina, u ml, rastvora ekstrakta dobijenog u skladu sa metodom 10.1. ili 10.2. ovog priloga;

D faktor koji odgovara razrjeđivanju provedenom u tački 6.2. ove metode;

M masa, u gramima, uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa metodom 10.1. ili 10.2. ovog priloga.

Izračunavanje faktora razrjeđivanja D:

ako su (a1), (a2), (a3),..., (ai) ili (a) alikvotni obroci, a (v1), (v2), (v3),..., (vi) i (100) zapremina u ml koji odgovaraju svom razrjeđivanju, faktor razrjeđivanja D biće jednak:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

METODE 11. HELIRAJUĆI I KOMPLEKSIRAJUĆI AGENSI

Metoda 11.1. Određivanje sadržaja helatnog mikro-hraniva i helirane frakcije mikro-hraniva:

Standard:

EN 13366: Đubriva - Obrada kationskom izmjenjujućom smolom za određivanje sadržaja helatnih mikro-hraniva i helirane frakcije mikro-hraniva (metoda ispitana ring testom).

Metoda 11.2. Određivanje EDTA, HEDTA i DTPA:

Standard:

EN 13368-1: Đubriva - Određivanje helatnih reagensa u đubrivima putem jonske hromatografije - 1. dio: EDTA, HEDTA i DTPA (metoda ispitana ring testom).

Metoda 11.3. Određivanje gvožđa heliranog sa o,o-EDDHA, o,o-EDDHMA i HBED:

Standard:

EN 13368-2: Đubriva - Određivanje helatnih agensa u đubrivima hromatografijom. Dio 2: Određivanje Fe heliranog sa o,o-EDDHA, o,o-EDDHMA i HBED jonskom hromatografijom (metoda ispitana ring testom).

Metoda 11.4. Određivanje gvožđa heliranog sa EDDHSA:

Standard:

EN 15451: Đubriva - Određivanje helatnih reagensa - Određivanje gvožđa heliranog sa EDDHSA putem jonske parne hromatografije (metoda ispitana ring testom).

Metoda 11.5. Određivanje gvožđa heliranog sa o,p EDDHSA:

Standard:

EN 15452: Đubriva - Određivanje helatnih reagensa - Određivanje gvožđa heliranog sa o,p EDDHA reverznom fazom HPLC (metoda ispitana ring testom).

Metoda 11.6. Određivanje IDHA:

Standard:

EN 15950: Đubriva - Određivanje N-(1,2-dikarboksietil)-D,L-asparaginske kisjeline (Iminodijantarna kiselina, IDHA) pomoću tečne hromatografije visokog efekta (HPLC) (metoda ispitana ring testom).

Metoda 11.7. Određivanje lignosulfonata:

Standard:

EN 16109: Đubriva - Određivanje jona mikro-hraniva kompleksiranih u đubrivima – Identifikacija lignosulfonata (metoda ispitana ring testom).

Metoda 11.8. Određivanje sadržaja kompleksiranih mikro-hraniva i kompleksiranih frakcija mikro-hraniva:

Standard:

EN 15962: Đubriva - Određivanje sadržaja kompleksiranih mikro-hraniva i kompleksiranih frakcija mikro-hraniva (metoda ispitana ring testom).

Metoda 11.9. Određivanje [S,S]-EDDS-a

Standard:

EN 13368-3 dio 3.: Đubriva – Određivanje khelirajućih agensa u đubrivima pomoću hromatografije: Određivanje [S,S]-EDDS-a hromatografijom sa ionskim parovima. Metoda ispitana ring testom.

Metoda 11.10.: Određivanje HGA-e

Standard:

EN 16847: Đubriva – Određivanje kompleksirajućih agensa u đubrivima – Identifikacija heptaglukonske kisjeline hromatografijom. Metoda ispitana ring testom.

METODE 12. INHIBITORI UREAZE I NITRIFIKACIJE:

Metoda 12.1. Određivanje dicijanamida:

Standard:

EN 15360: Đubriva - Određivanje dicijanamida - metoda korišćenjem tečne hromatografije visokog efekta (HPLC) (metoda ispitana ring testom).

Metoda 12.2. Određivanje NBPT:

Standard:

EN 15688: Đubriva - Određivanje inhibitora ureaze N-(n-butil)tiofosforni triamid (NBPT) korišćenjem tečne hromatografije visokog efekta (HPLC) (metoda ispitana ring testom).

Metoda 12.3. Određivanje 3-metilpirazola:

Standard:

EN 15905: Đubriva - Određivanje 3-metilpirazola (MP) pomoću tečne hromatografije visokog efekta (HPLC) (metoda ispitana ring testom).

Metoda 12.4. Određivanje TZ:

Standard:

EN 16024: Đubriva - Određivanje 1H,1,2,4-triazola u urei i u đubrivima koja sadrže ureu – Metoda pomoću tečne hromatografije visokog efekta (HPLC) (metoda ispitana ring testom).

Metoda 12.5. Određivanje 2-NPT:

Standard:

EN 16075: Đubriva - Određivanje N-(2-nitrofenil) triamida fosforne kiseline (2-NPT) u urei i u đubrivima koja sadrže ureu - Metoda pomoću tečne hromatografije visokog efekta (HPLC) (metoda ispitana ring testom).

Metoda 12.6. Određivanje DMPP-a:

Standard:

EN 16328: Đubriva - Određivanje 3,4-dimetil-1H-pirazol fosfata (DMPP) - Metoda sa tečnom hromatografijom visokog efekta (HPLC) (metoda ispitana ring testom).

Metoda 12.7. Određivanje NBPT/NPPT:

Standard:

EN 16651: Đubriva - Određivanje triamida N-(n-butil)tiofosforne kiseline (NBPT) i triamida N-(n-propil)tiofosforne kiseline (NPPT) - Metoda sa tečnom hromatografijom visokog efekta (HPLC) (metoda ispitana ring testom).

Metoda 12.8. Određivanje DMPSA-a

Standard:

EN 17090: Đubriva – Određivanje inhibitora nitrifikacije DMPSA-a u đubrivima – Metoda tečne hromatografije visoke efikasnosti (HPLC). Ova metoda je ispitana ring testom.

METODE 13. TEŠKI METALI:**Metoda 13.1. Određivanje sadržaja kadmijuma:**

Standard:

EN 14888: Đubriva i granični materijali - Određivanje sadržaja kadmijuma (metoda ispitana ring testom).

METODE 14. KREČNI MATERIJALI:**Metoda 14.1. Određivanje distribucije veličine krečnih materijala suvim i mokrim prosijavanjem:**

Standard:

EN 12948: Krečni materijali - Određivanje distribucije veličine suvim i mokrim prosijavanjem (metoda je ispitana ring testom).

Metoda 14.2. Određivanje reaktivnosti karbonata i silikata krečnih materijala hidrokloričnom kiselinom:

Standard:

EN 13971: Karbonat i silikat krečnih materijala - Određivanje reaktivnosti - Metoda potenciometrijskog titriranja sa hidrokloričnom kiselinom (metoda je ispitana ring testom).

Metoda 14.3. Određivanje reaktivnosti metodom automatskog titriranja sa limunskom kiselinom:

Standard:

EN 16357: Karbonat krečnih materijala - Određivanje reaktivnosti - Metoda automatskog titriranja sa limunskom kiselinom (metoda je ispitana ring testom).

Metoda 14.4. Određivanje vrijednosti neutralizacije krečnih materijala:

Standard:

EN 12945: Krečni materijali - Određivanje vrijednost neutralizacije - Titrimetrijska metoda (metoda je ispitana ring testom).

Metoda 14.5. Određivanje kalcijuma u krečnim materijalima metodom oksalata:

Standard:

EN 13475: Krečni materijali - Određivanje sadržaja kalcijuma - Metoda oksalata (metoda je ispitana ring testom).

Metoda 14.6. Određivanje kalcijuma i magnezijuma u krečnim materijalima kompleksometrijski:

Standard:

EN 12946: Krečni materijali - Određivanje sadržaja kalcijuma i magnezijuma - Kompleksometrijska metoda (metoda je ispitana ring testom).

Metoda 14.7. Određivanje magnezijuma u krečnim materijalima metodom atomske apsorpcijske spektrometrije:

Standard:

EN 12947: Krečni materijali - Određivanje sadržaja magnezijuma - Metoda atomske apsorpcijske spektrometrije (metoda je ispitana ring testom).

Metoda 14.8. Određivanje sadržaja vlage:

Standard:

EN 12048: Čvrsta đubriva i krečni materijali - Određivanje sadržaja vlage - Gravimetrijska metoda sušenjem na 105 °C +/- 2 °C (metoda je ispitana ring testom).

Metoda 14.9. Određivanje razbijanja granula:

Standard:

EN 15704: Krečni materijali - Određivanje razbijanja granuliranog kalcijuma i kalcijum/magnezijumovih karbonata pod uticajem vode (metoda je ispitana ring testom).

Metoda 14.10. Određivanje efekta proizvoda inkubacijom tla:

Standard:

EN 14984: Krečni materijali - Određivanje efekta proizvoda na pH tla - metoda inkubacije tla (metoda je ispitana ring testom)