

Budapest,
2003. május 9.,
péntek

49. szám

Ára: 3640,- Ft

TARTALOMJEGYZÉK

	Oldal
23/2003. (V. 9.) ESZCSM r.	Az anyatej-helyettesítő és az anyatej-kiegészítő tápszerekről ... 4323
24/2003. (V. 9.) ESZCSM r.	A speciális gyógyászati célra szánt tápszerekről 4333
49/2003. (V. 9.) FVM r.	Egyes tartósítóipari termékek művi közraktározásához felvett hitelek kamattámogatásáról 4338
50/2003. (V. 9.) FVM r.	A terméshővelő anyagok engedélyezéséről, tárolásáról, forgalmazásáról és felhasználásáról szóló 8/2001. (I. 26.) FVM rendelet módosításáról 4342
30/2003. (V. 9.) GKM r.	A földgáz díjának megállapításáról szóló 11/1999. (III. 19.) GM rendelet módosításáról 4525
11/2003. (V. 9.) OM r.	Az ipari és kereskedelmi szakképesítések szakmai és vizsgakövetelményeiről szóló 18/1995. (VI. 6.) IKM rendelet módosításáról 4526
10/2003. (V. 9.) PM r.	A Magyar Export-Import Bank Részvénytársaság és a Magyar Exporthitel Biztosító Részvénytársaság központi költségvetéssel történő elszámolásának részletes szabályairól szóló 16/1998. (V. 20.) PM rendelet módosításáról 4531
	Az Országos Választási Bizottság 108/2003. (V. 7.) OVB határozata 4534
	Közlemény a Kormányzati Ellenőrzési Hivatal szolgálati titokkörü jegyzékéről 4535

II. rész JOGSZABÁLYOK

A Kormány tagjainak rendeletei

Az egészségügyi, szociális és családügyi miniszter 23/2003. (V. 9.) ESZCSM rendelete

az anyatej-helyettesítő és az anyatej-kiegészítő
tápszerekről

Az élelmiszerekről szóló 1995. évi XC. törvény 27. §-a (13) bekezdésében kapott felhatalmazás alapján az alábbiakat rendelem el:

1. §

(1) Anyatej-helyettesítő és anyatej-kiegészítő (elválasztási) tápszert (a továbbiakban együtt: tápszer) előállítani, kiszerelni, jelölni, forgalomba hozni, forgalmazni és alkalmazni az e rendeletben meghatározott módon lehet.

(2) E rendelet alkalmazása szempontjából nem minősül tápszernek

a) a külön jogszabály alapján nyilvántartásba vett, gyógyszernek nem minősülő gyógyhatású anyag, illetve készítmény,

b) a gyógyszer, valamint

c) a speciális — gyógyászati célra szánt — diétás élelmiszer (speciális tápszer).

2. §

Jelen rendelet alkalmazásában

a) *csecsemő*: a 12 hónaposnál fiatalabb gyermek,

b) *kisgyermek*: az 1 és 3 év közötti gyermek,

c) *anyatej-helyettesítő tápszer*: olyan különleges táplálkozási igényt kielégítő élelmiszer, amely az egészséges csecsemő táplálására szolgál életének első 4–6 hónapjában és önmagában kielégíti az ilyen korú gyermek táplálására vonatkozó követelményeket,

d) *anyatej-kiegészítő (elválasztási) tápszer*: olyan különleges táplálkozási igényt kielégítő élelmiszer, amely 4 hónaposnál idősebb egészséges csecsemő táplálására szolgál, és az egyre változatosabb táplálékbevitelnek a fő folyadék-elemét alkotja,

e) *gyártási tétel*: az a tápszer mennyiség, amely ugyanazon előállítási, illetve kiszerelési folyamatban vagy egy gyártási sorozatban készült,

f) *címke*: a tápszer csomagolási egységén a termék legfontosabb adatait és az alkalmazás módját tartalmazó, a közvetlen felhasználónak szóló szöveges tájékoztatás.

3. §

(1) A tápszer csak addig hozható forgalomba, amíg a jelen rendelet előírásainak megfelel. A minőségmegőrzési idő lejártát követően a tápszer kisgyermek táplálására nem használható fel.

(2) Anyatej-helyettesítő tápszerként a 2. § c) pontja szerinti terméken kívül semmilyen más termék nem hozható forgalomba, illetve nem jeleníthető meg olyan termékként, amely önmagában (egyedül) kielégíti az élet első 4–6 hónapjában az egészséges csecsemők táplálékával szemben támasztott követelményeket.

4. §

(1) Az anyatej-helyettesítő tápszer az 1. számú mellékletben megadott összetételi követelmények figyelembevételével állítható elő. Az előállításához a mellékletek szerinti fehérjeforrások és olyan élelmiszer összetevők használhatók, amelyek a tudományos ismeretek szerint bizonyítottan alkalmasak csecsemő táplálására a születést követően.

(2) Az anyatej-kiegészítő tápszer a 2. számú mellékletben megadott összetételi követelmények figyelembevételével állítható elő. Az előállításához a mellékletek szerinti fehérjeforrások és olyan élelmiszer összetevők használhatók, amelyek a tudományos ismeretek alapján a 4 hónaposnál idősebb csecsemők táplálására megfelelőek.

(3) Az (1) és (2) bekezdés szerinti élelmiszer összetevők felhasználása esetén az 1. és 2. számú mellékletben foglalt tilalmakat és korlátozásokat figyelembe kell venni.

(4) A tápszer fogyasztásra alkalmas elkészítéséhez ivóvíz minőségű vízen kívül más anyag hozzáadására nem lehet szükség.

(5) A tápszerek gyártásához a 3. számú mellékletben felsorolt anyagok használhatók annak érdekében, hogy

a) az ásványi anyagokra,

b) a vitaminokra,

c) az aminosavakra és egyéb nitrogéntartalmú vegyületekre,

d) egyéb, speciális táplálkozási célokat szolgáló anyagokra

vonatkozó követelmények teljesüljenek.

(6) Tápszer nem tartalmazhat semmilyen anyagot olyan mennyiségben, ami a gyermek egészségét veszélyezteti. Az egyes peszticidek maradékának maximális mennyisége 0,01 mg/kg lehet a fogyasztásra kész tápszerben.

(7) A mikrobiológiai követelmények tekintetében a tápszernek az élelmiszerekben előforduló mikrobiológiai szennyeződések megengedhető mértékéről szóló 4/1998. (XI. 11.) EüM rendeletben írtaknak kell megfelelnie.

(8) Tápszer alapanyagául szolgáló mezőgazdasági termék előállításához a 6. számú mellékletben felsorolt peszticidek nem használhatók fel, amennyiben a maradék mennyisége meghaladja a 0,003 mg/kg értéket.

(9) A tápszerben megengedhető egyes peszticidek, illetve metabolitjuk maradékának megengedhető mértékét a 7. számú melléklet tartalmazza.

5. §

(1) Az anyatej-helyettesítő tápszer elnevezésének és címkéjének az „anyatej-helyettesítő tápszer”, az anyatej-kiegészítő tápszer elnevezésének és címkéjének az „anyatej-kiegészítő tápszer” megnevezést tartalmaznia kell.

(2) A kizárólag tehéntejfehérje felhasználásával előállított tápszer elnevezésének és címkéjének a „tejalapú anyatej-helyettesítő tápszer”, illetve „tejalapú anyatej-kiegészítő tápszer”, megnevezést tartalmaznia kell.

(3) A tápszer csomagolásán (címkéjén) az élelmiszerekre általánosan előírt adatok mellett a következőket kell magyar nyelven feltüntetni:

a) az anyatej-helyettesítő tápszernél általános utalást arra vonatkozóan, hogy a termék a nem szoptatott csecsemők születés utáni, meghatározott ideig történő táplálására alkalmas;

b) a vassal nem dúsított anyatej-helyettesítő tápszer esetében azt a figyelmeztetést, hogy ha a tápszert 4 hónaposnál idősebb csecsemő kapja, úgy a teljes vasszükségletet más kiegészítő forrásokból kell biztosítani;

c) az anyatej-kiegészítő tápszernél figyelmeztetést arra vonatkozóan, hogy a termék legalább 4 hónapos vagy annál idősebb csecsemő táplálására szolgál és csak részét képezheti a vegyes tápláléknak, továbbá hogy nem használható anyatejet helyettesítő szerként az élet első 4 hónapjában;

d) a kJ-ban és kcal-ban kifejezett energiatartalmat, a fehérje-, zsír- és szénhidrát-tartalmat számszerűen, 100 ml fogyasztásra kész termékekre vonatkoztatva;

e) az 1. és 2. számú mellékletben felsorolt ásványi anyagok és vitaminok átlagos mennyiségét, és amennyiben kolin, inozitolt vagy karnitint tartalmaz, úgy ezek mennyiségét 100 ml fogyasztásra kész termékekre vonatkoztatva;

f) a használati utasítást a termék helyes elkészítéséhez és figyelmeztetést, hogy milyen egészségkárosító veszéllyel jár a helytelen elkészítési mód alkalmazása, a nem ivóvíz minőségű víz használata vagy az előírástól eltérő hígítás.

(4) A tápszer megkülönböztetésére használható jelöléseket és alkalmazhatóságuk feltételét a 4. számú melléklet tartalmazza. A címkén csak a 4. számú mellékletben felsorolt esetekben és csak az ott megállapított feltételek mellett lehet a tápszer különleges összetételére vonatkozó egyéb megállapításokat feltüntetni.

(5) A tápszer címkéjének a termék helyes használatához szükséges információkat kell közvetítenie és nem szabad eltántorítania az anyát a szoptatástól. A „humanizált”, „maternalizált” vagy hasonló fogalmak használata tilos. Az „adaptált” kifejezés csak akkor használható, ha az összhangban van a 4. számú mellékletben foglaltakkal.

(6) A tápszer címkéjén „Fontos figyelmeztetés” cím alatt kell utalni a szoptatás előnyeire, illetve arra, hogy a terméket csak orvosi javallatra használhatják.

(7) A tápszer címkéjén nem lehet sem csecsemő ábrája, sem más olyan kép vagy szöveg, amely ideálisként tüntetné fel a terméket. A címke tartalmazhat grafikus megjelenítést a termék könnyebb azonosíthatósága céljából, és illusztrációt az elkészítésére vonatkozóan.

(8) A (2)–(5) bekezdésekben felsorolt követelmények, tilalmak és korlátozások vonatkoznak a termék külső megjelenésére, alakjára, az alkalmazott csomagolóanyagra, az elrendezés módjára és környezetére az árusító helyeken, valamint a reklámra (hirdetésre) is.

6. §

(1) Anyatej-helyettesítő tápszerre vonatkozó reklám vagy hirdetés csak csecsemőgondozással kapcsolatos, valamint tudományos kiadványban jelenhet meg. A reklám, illetve hirdetés csupán tudományos és ténymegállapító természetű lehet. Az információ nem sugallhatja, nem kelteti azt az érzést, hogy a tápszerrel történő táplálás az anyatejjel azonos értékű vagy annál előnyösebb.

(2) Az anyatej-helyettesítő tápszer árusító helyeken nem szabad népszerűsíteni a terméket sem minta adásával sem más módon, így például speciális közszemlére tétellel, árengedményes vásárral, ráadásként adott terméként, különleges ajánlatként, csalogató vagy kapcsolt áruként a tápszer eladás növelése céljából.

(3) Az anyatej-helyettesítő tápszer előállító és forgalmazó a nyilvánosságnak, várandós anyának, szoptató anyának vagy családtagjainak ingyenes vagy csökkentett árú készítményt, mintát vagy bármely más népszerűsítő ajánlékot egészségügyi szolgáltató vagy az egészségügyi szolgáltató alkalmazottja útján sem adhat.

7. §

(1) A graduális és posztgraduális képzés, valamint az egészségügyi ismeretterjesztés keretében gondoskodni kell arról, hogy a családok és a csecsemő- és kisgyermek étkeztetésében foglalkoztatottak széles körű tájékoztatást kapjanak a csecsemő és a kisgyermek táplálásáról, beleértve annak tervezését és a tápszer elkészítését.

(2) Az egészséges életmódra nevelés keretében gondoskodni kell arról, hogy az információs és képzési célokat szolgáló, a csecsemőtáplálással kapcsolatos, a várandós és kisgyermekes anyáknak szóló írott vagy audovizuális anyagok közérthető felvilágosítást adjanak:

a) a szoptatás szükségességéről és előnyeiről;

b) az anya táplálkozásáról és felkészüléséről a szoptatásra és a szoptatás folytatására;

c) a részleges tápszeres táplálás lehetséges negatív hatásairól a szoptatásra, a szoptatás megszakítása esetén felépő nehézségekről visszazoktatáskor;

d) szükség esetén az üzemi körülmények között előállított vagy otthon elkészített tápszer szakszerű felhasználásáról.

(3) A (2) bekezdés szerinti tájékoztatónak felvilágosítást kell adnia

a) ha információt tartalmaz a tápszer alkalmazásáról, akkor annak szociális és pénzügyi vonatkozásairól is,

b) a nem megfelelő tápszer vagy helytelen táplálási módszer alkalmazásából, illetve tápszer szakszerűtlen alkalmazásából adódó egészségkárosító veszélyekről.

Az ilyen anyag nem tartalmazhat olyan képet, amely tápszer alkalmazását idealizálna.

(4) A tájékoztatáshoz és képzéshez szükséges eszköznek és anyagnak az előállító és a forgalmazó általi térítésmentes adományozása csak a Fodor József Országos Közegészségügyi Központ Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézete (a továbbiakban: OKK-OÉTI) engedélyével vagy általa az ilyen esetekre megállapított és közölt elveknek megfelelően történhet. Az adományozást az OKK-OÉTI-nek be kell jelenteni. Ha az OKK-OÉTI a bejelentéstől számított 15 napon belül az adományozást határozattal nem tiltja meg, azt úgy kell tekinteni, hogy az adományozáshoz hozzájárul. Az anyag vagy az eszköz viselheti az adományozó cég nevét vagy cégjelét, azonban nem utalhat a tápszer kereskedelmi márkájára és csak az egészségügyi ellátó hálózaton belül alkalmazható.

(5) Valamely intézet vagy szervezet részére akár az intézményen belüli vagy azon kívüli felhasználásra ajándékozott vagy csökkentett áron adott tápszerrel csak az a csecsemő táplálható, akinek tápszeres táplálása szükséges és ez csak olyan hosszú ideig történhet, ameddig arra feltétlenül szükség van.

8. §

(1) A tápszer, illetve a tápszer gyártási tételére vonatkozó — feltételezett — minőségi hibát az azt észlelő, illetve a tápszer forgalmazó a tudomására jutást követően haladéktalanul köteles az OKK-OÉTI-nek bejelenteni.

(2) A feltételezett minőségi hiba bejelentője a reklamáció okának leírásával együtt a kifogásolt mintát, továbbá — ha rendelkezésre áll — egy darab, a kifogásolt tápszerrel azonos gyártási sorozatú, zárt csomagolású mintát köteles beküldeni. A bejelentőnek közölnie kell azt is, hogy milyen készlettel rendelkezik a kifogásolt sorozatból.

(3) A minőségi hiba bejelentéséről az OKK-OÉTI az Országos Tisztifőorvosi Hivatalt (a továbbiakban: OTH) értesíti. Az OTH a minőségi hiba gyanújának súlyát mérlegeli, és a kifogásolt tápszer gyártási tételének forgalmazását átmenetileg felfüggesztheti.

(4) Amennyiben az OKK-OÉTI megállapítja, hogy a tápszer, illetve a gyártási tétel nem felel meg az e rendeletben meghatározott követelményeknek, az OTH a tápszer, illetve a gyártási tételt a forgalomból kivonja, és erről a forgalmazásban részt vevőket közvetlenül és haladéktalanul értesíti.

(5) A tápszer forgalomból való kivonásának költségei — ideértve az (1)–(4) bekezdésekben foglalt eseteket is, amennyiben a minőségi kifogás beigazolódik — a forgalmazót terhelik.

(6) Az előállító vagy annak magyarországi megbízottja — a tápszer minőségi ellenőrzése céljából — köteles minden gyártási tételből legalább három csomagolási egység megőrzéséről gondoskodni legalább a minőségmegőrzési idő végéig, és azt kérésre az OKK-OÉTI rendelkezésére bocsátani.

9. §

(1) A forgalmazó, illetve a tápszer rendelő orvos köteles az alkalmazás során általa észlelt vagy tudomására jutott

a) a tápszer alkalmazása során fellépő súlyos, nem kívánatos, illetve,

b) a tápszer további alkalmazását befolyásoló mellékhatásokat az OKK-OÉTI-nek bejelenteni.

(2) Az OKK-OÉTI az (1) bekezdés szerinti bejelentést kivizsgálja, értékeli és a vizsgálat eredményéről az OTH-t értesíti.

(3) Az OTH a vizsgálat eredményének ismeretében intézkedik, intézkedéséről a forgalmazásban résztvevőket, illetve a bejelentőt közvetlenül értesíti.

10. §

(1) Tápszerekkel nagykereskedelmi tevékenységet csak olyan gazdálkodó szervezet folytathat, amely tápszer, gyógyszer vagy élelmiszer forgalomba hozatalára vagy forgalmazására jogosító engedéllyel rendelkezik.

(2) A tápszer forgalomba hozatalával és a forgalmazott tápszerekkel kapcsolatos hatósági intézkedésekre vonatkozó általános előírásokat a Magyar Élelmiszerkönyv MÉ 1-1-89/398 sz. előírása tartalmazza.

11. §

A kivitelre szánt tápszernek meg kell felelnie az e rendeletben foglalt követelményeknek azzal, hogy a címkeszöveget az importáló országban használt nyelv(ek)en kell megadni.

12. §

Az anyatej-helyettesítő és az anyatej-kiegészítő (elválasztási) tápszer társadalombiztosítási támogatással történő rendelkezésre és kiadására a gyógyszerekre vonatkozó jogszabályok az irányadók.

13. §

Az esszenciális és szemiesszenciális aminosavak mennyiségét az anyatejben, a kazein és az anyatej esszenciális aminosavainak mennyiségét, tehéntej ásványi anyagait és a csecsemők és kisgyermekek számára készített táplálékok jelöléséhez használható táplálkozási referencia értékeket az 5. számú melléklet tartalmazza.

14. §

(1) E rendelet a (2) bekezdésben foglaltak kivételével a kihirdetését követő 30. napon lép hatályba.

(2) A 4. § (8) és (9) bekezdése, valamint a 6. és 7. számú melléklet a Magyar Köztársaságnak az Európai Unióhoz történő csatlakozásáról szóló nemzetközi szerződést kihirdető törvény hatálybalépésének napján lép hatályba.

(3) Az e rendelet előírásainak nem megfelelő csomagolású tápszer legfeljebb Magyarországnak az Európai Unióhoz történő csatlakozásáról szóló nemzetközi szerződést kihirdető törvény hatálybalépésének napjáig hozható forgalomba.

(4) A 4. § (8) és (9) bekezdése előírásainak nem megfelelő tápszer 2005. március 6. napját követően nem hozható forgalomba.

(5) E rendelet hatálybalépésével egyidejűleg az emberi felhasználásra szolgáló tápszerekről szóló 17/2000. (VI. 20.) EüM rendelet, valamint az azt módosító 32/2001. (X. 3.) EüM rendelet hatályát veszti.

(6) Ez a rendelet a Magyar Köztársaság és az Európai Községek, valamint azok tagállamai közötti társulás létesítéséről szóló, Brüsszelben, 1991. december 16-án aláírt Európai Megállapodás tárgykörében, az azt kihirdető 1994. évi I. törvény 3. §-ával összhangban a Bizottság 96/4/EK, 1999/50/EK és 2003/14/EK irányelveivel módosított, az anyatej-helyettesítő és anyatej-kiegészítő tápszerekről szóló 91/321/EGK bizottsági irányelvvel, valamint a Tanács harmadik országba való kivitelre szánt anyatej-helyettesítő és anyatej-kiegészítő tápszerekről szóló 92/52/EGK irányelvvel összeegyeztethető szabályozást tartalmaz.

Dr. Csehák Judit s. k.,
egészségügyi, szociális és családügyi miniszter

1. számú melléklet
a 23/2003. (V. 9.) ESZCSM rendelethez

Az anyatejet helyettesítő tápszerek összetételével kapcsolatos követelmények

(Az adatok az előállító által megadott utasítás szerint elkészített, fogyasztásra kész tápszerre vonatkoznak.)

1. Energia

Minimum	Maximum
250 kJ/100 ml	315 kJ/100 ml
60 kcal/100 ml	75 kcal/100 ml

2. Fehérje

Fehérje = nitrogén $\times$ 6,38 tehéntej fehérje esetén.

Fehérje = nitrogén $\times$ 6,25 szója fehérje izolátumok és részlegesen hidrolizált fehérjék esetén.

A fehérje „kémiai index” kiszámításához minden egyes esszenciális aminosav esetében az aminosavnak a vizsgálandó fehérjében mért mennyiségi arányát kell osztani ugyanannak az aminosavnak a referencia fehérjében megadott arányával. A fehérje kémiai indexét a legkisebb hányados adja.

A fehérje kémiai indexe legalább 80%-a legyen az anyatejének (5. számú melléklet).

2.1. Tehéntej fehérjéből előállított készítmények

Minimum	Maximum
0,45 g/100 kJ	0,7 g/100 kJ
1,8 g/100 kcal	3 g/100 kcal

Azonos energia értékre számolva minden esszenciális és szemiesszenciális aminosavból a készítménynek legalább annyit kell tartalmaznia, mint a referencia fehérjének, az anyatejnek, amint azt a 5. számú melléklet mutatja. A számítás szempontjából a metionin és a cisztein mennyiségét együttesen lehet figyelembe venni.

2.2. Részlegesen hidrolizált fehérjéből készült tápszerek

Minimum	Maximum
0,56 g/100 kJ	0,7 g/100 kJ
2,25 g/100 kcal	3 g/100 kcal

Azonos energia értékre számolva minden esszenciális és szemiesszenciális aminosavból a készítménynek legalább annyit kell tartalmaznia, mint a referencia fehérjének, az anyatejnek, amint azt a 5. számú melléklet mutatja. A számítás szempontjából a metionin és a cisztein mennyiségét együttesen lehet figyelembe venni.

A felhasznált fehérjére jellemző fehérje hatékonysági aránynak (PER) és a nettó fehérje hasznosulásnak (NPU) legalább olyan értékűnek kell lenni, mint a kazeinre jellemző értékek.

A taurin mennyisége legalább 10 $\mu\text{mol}/100\text{ kJ}$ (42 $\mu\text{mol}/100\text{ kcal}$) és az L-karnitin mennyisége legalább 1,8 $\mu\text{mol}/100\text{ kJ}$ (7,5 $\mu\text{mol}/100\text{ kcal}$) legyen.

2.3. Szója fehérjeizolátumot, valamint szója fehérjeizolátumot és tehéntej fehérjét tartalmazó készítmények

Minimum	Maximum
0,56 g/100 kJ	0,7 g/100 kJ
2,25 g/100 kcal	3 g/100 kcal

Kizárólag csak szója fehérjeizolátumot szabad felhasználni. Energia értékre számolva a készítménynek a metionint legalább olyan mennyiségben kell tartalmaznia, mint a referencia fehérjének, az anyatejnek, amint azt az 5. számú melléklet mutatja, legalább 80%-át el kell érnie.

Az L-karnitin mennyisége nem lehet kevesebb, mint 1,8 $\mu\text{mol}/100\text{ kJ}$ (7,5 $\mu\text{mol}/100\text{ kcal}$).

2.4. Minden tápszer esetében a szabad L-aminosavak hozzáadása csak a táplálkozási érték növelése érdekében és csak a szükséges mértékben engedhető meg.

3. Lipidek

Minimum	Maximum
1,05 g/100 kJ	1,5 g/100 kJ
4,4 g/100 kcal	6,5 g/100 kcal

3.1. A tápszerek előállításához nem szabad felhasználni szezámmagolajat és gyapotmagolajat.

3.2. A tápszerekben a laurinsav mennyisége nem lehet több, mint az összes zsír 15%-a.

3.3. A tápszerekben a mirisztinsav mennyisége nem lehet több, mint az összes zsír 15%-a.

3.4. A trigliceridek formájában jelen levő linolsav mennyisége:

Minimum	Maximum
70 mg/100 kJ	285 mg/100 kJ
300 mg/100 kcal	1200 mg/100 kcal

3.5. Az α -linolénsav mennyisége nem lehet kevesebb, mint 12 mg/100 kJ (50 mg/100 kcal). A linolsav/ α -linolén-sav arány nem lehet kevesebb, mint 5, és nem lehet nagyobb, mint 15.

3.6. A transzzsírsavak mennyisége nem haladhatja meg az összes zsír 4%-át.

3.7. Az erukasav mennyisége nem haladhatja meg az összes zsír 1%-át.

3.8. Hosszú szénláncú (20—22 szénatom) többszörösen telítetlen (LCP) zsírsavak hozzáadása megengedett. Ebben az esetben:

- az n-3 LCP zsírsavak mennyisége nem lehet több, mint az összes zsír 1%-a,
- az n-6 LCP zsírsavak mennyisége nem lehet több, mint az összes zsír 2%-a. (Az arachidonsav mennyisége nem lehet több, mint az összes zsír 1%-a),
- az eikozapentaénsav (20:5, n-3, EPA) mennyisége nem haladhatja meg a dokozahexaénsavét (22:6, n-3, DHA).

4. Szénhidrátok

Minimum	Maximum
1,7 g/100 kJ	3,4 g/100 kJ
7,0 g/100 kcal	14 g/100 kcal

4.1. Csak a következő szénhidrátokat szabad felhasználni: laktóz, maltóz, szacharóz, maltodextrin, glükóz szirup és kristályos glükóz, valamint gluténmentes növényből előállított, előfőzött vagy gélesített keményítő.

4.2. A laktóz mennyisége minimum 0,85 g/100 kJ, illetve 3,5 g (100 kcal). Ez az előírás nem vonatkozik azokra a tápszerekre, amelyekben a szója fehérje izolátum mennyisége meghaladja az összes fehérje 50%-át.

4.3. A szacharóz mennyisége nem haladhatja meg az összes szénhidrát mennyiségének a 20%-át.

4.4. Az előfőzött keményítő, illetve a gélesített keményítő mennyisége nem haladhatja meg a 2 g/100 ml értéke és nem lehet több, mint az összes szénhidrát 30%-a.

5. Ásványi anyagok

5.1. Tehéntej fehérjét tartalmazó készítmények:

	100 kJ		100 kcal	
	Min.	Max.	Min.	Max.
Nátrium (mg)	5	14	20	60
Kálium (mg)	15	35	60	145
Klorid (mg)	12	29	50	125
Kalcium (mg)	12	—	50	—
Foszfor (mg)	6	22	25	90
Magnézium (mg)	1,2	3,6	5	15
Vas ¹	0,12	0,36	0,5	1,5
Cink (mg)	0,12	0,36	0,5	1,5
Réz (µg)	4,8	19	20	80
Jód (µg)	1,2	—	5	—
Szelén (µg) ²	—	0,7	—	3

A kalcium foszfor arány nem lehet kisebb, mint 1,2 és nem lehet nagyobb mint 2,0.

5.2. Szója fehérjeizolátumot, valamint szója fehérjeizolátumot és tehéntej fehérjét együttesen tartalmazó készítményeknek meg kell felelni az 5.1. pontban leírt követelményeknek, kivéve a vasra és cinkre vonatkozóknak, amelyek ebben az esetben a következők:

	100 kJ		100 kcal	
	Min.	Max.	Min.	Max.
Vas (mg)	0,25	0,51	1	2
Cink (mg)	0,18	0,6	0,75	2,4

A kalcium foszfor arány nem lehet kisebb, mint 1,2 és nem lehet nagyobb mint 2,0.

6. Vitaminok

	100 kJ		100 kcal	
	Min.	Max.	Min.	Max.
A-vitamin (µg)-RE ³	14	43	60	180
D-vitamin (µg) ⁴	0,25	0,65	1	2,5

¹ Vas hozzáadásával készült termékre vonatkozik.

² Szelén hozzáadásával készült termékre vonatkozik.

³ RE: végig transz retinol ekvivalens.

⁴ Kolekalciferol, 10 (µg) megfelel 400 nemzetközi egységnek.

Tiamin (µg)	10	—	40	—
Riboflavin (µg)	14	—	60	—
Niacin (µg NE) ⁵	0,2	—	0,8	—
Pantoténsav (µg)	70	—	300	—
B ₆ -vitamin (µg)	9	—	35	—
Biotin (µg)	0,4	—	1,5	—
Folsav (µg)	1	—	4	—
B ₁₂ -vitamin (µg)	0,025	—	0,1	—
C-vitamin (mg)	1,9	—	8	—
K-vitamin (µg)	1	—	4	—
E-vitamin (mgα-TE) ⁶	0,1	—	0,5	—

A kalcium: foszfor arány nem lehet kisebb, mint 1,2 és nem lehet nagyobb mint 2,0.

7. Nukleotidok megengedett maximális mennyisége

	Maximum mg/100 kJ	Maximum mg/100 kcal
citidin 5'-monofoszfát	0,60	2,50
uridin 5'-monofoszfát	0,42	1,75
adenozin 5'-monofoszfát	0,36	1,50
guanozin 5'-monofoszfát	0,12	0,50
inozin 5'-monofoszfát	0,24	1,00

A nukleotidok koncentrációja összességében nem haladhatja meg az 1,2 mg/100 kJ (5 mg/100 kcal) értéket.

2. számú melléklet

a 23/2003. (V. 9.) ESZCSM rendelethez

Az anyatejet kiegészítő tápszerek összetételére vonatkozó előírások

(Az adatok az előállító által megadott utasítás szerint elkészített, fogyasztásra kész tápszerre vonatkoznak.)

1. Energia

Minimum	Maximum
250 kJ/100 ml	335 kJ/100 ml
60 kcal/100 ml	80 kcal/100 ml

⁵ NE: niacin ekvivalens, mg niacin + mg triptofán/60.

⁶ α-TE: d-α-tokoferol ekvivalens, 0,5 mg/g linolsavban kifejezett többszörösen telítetlen zsírsav, de semmilyen esetben sem kevesebb, mint a táblázatban megadott érték.

2. Fehérje

Fehérje = nitrogén × 6,38 tehéntej fehérje esetén.

Fehérje = nitrogén × 6,25 szója fehérje izolátumok esetén.

Minimum	Maximum
0,5 g/100 kJ	1 g/100 kJ
2,25 g/100 kcal	4,5 g/100 kcal

A fehérje „kémiai index” kiszámításához minden egyes esszenciális aminosav esetében az aminosavnak a vizsgálandó fehérjében mért mennyiségi arányát kell osztani ugyanannak az aminosavnak a referencia fehérjében megadott arányával.

A fehérje kémiai indexét a legkisebb hányados adja.

A fehérje kémiai indexe legalább 80%-a legyen az anyatejének, illetve a kazeinének (5. számú melléklet).

Szója fehérje tartalmú tápszerek előállításához függetlenül attól, hogy a szója fehérjét önmagában vagy tejfehérjével együtt alkalmazzák, a szójából előállított készítmények közül csak fehérjeizolátumot szabad alkalmazni. Az anyatejet kiegészítő tápszerek előállításához aminosavakat csak a táplálkozási érték növelése érdekében és csak a szükséges mértékben szabad felhasználni.

Azonos energiaértékre számolva a készítményeknek legalább annyi metionint kell tartalmaznia, mint az anyatejnek, amint azt az 5. számú melléklet tartalmazza. A számítás szempontjából a metionin és a cisztein mennyiségét együttesen lehet figyelembe venni.

3. Lipidek

Minimum	Maximum
0,8 g/100 kJ	1,5 g/100 kJ
3,3 g/100 kcal	6,5 g/100 kcal

3.1. A tápszerek előállításához nem szabad felhasználni szezámmagolajat és gyapotmagolajat.

3.2. A tápszerekben a laurinsav mennyisége nem lehet több, mint az összes zsír 15%-a.

3.3. A tápszerekben a mirisztinsav mennyisége nem lehet több, mint az összes zsír 15%-a.

3.4. A gliceridek formájában jelen levő linolsav mennyisége minimum 70 mg/100 kJ, illetve 300 mg/100 kcal legyen a növényi olajokat is tartalmazó tápszerekben.

3.5. A transzzsírsavak mennyisége nem haladhatja meg az összes zsír 4%-át.

3.6. Az erukasav mennyisége nem haladhatja meg az összes zsír 1%-át.

4. Szénhidrátok

Minimum	Maximum
1,7 g/100 kJ	3,4 g/100 kJ
7,0 g/100 kcal	14 g/100 kcal

4.1. Gluten tartalmú alapanyagok felhasználása tilos!

4.2. Laktóz minimum 0,45 g/100 kJ, illetve 1,8 g/100 kcal. Ez az előírás nem vonatkozik a laktózmentes tápszerekre és azokra, amelyekben a szója fehérje izolátum mennyisége meghaladja az összes fehérje 50%-át.

4.3. Szacharóz, fruktóz mennyisége külön-külön, illetve együttes alkalmazás esetén a kettő együtt nem haladhatja meg az összes szénhidrát mennyiségének 20%-át.

5. Ásványi anyagok

5.1.

	100 kJ		100 kcal	
	Min.	Max.	Min.	Max.
Vas (mg)	0,25	0,5	1	2
Jód (µg)	1,2	—	5	—

5.2. Cink

5.2.1. Azokban a tápszerekben, amelyek kizárólag tehéntej fehérjét tartalmaznak:

Minimum	Maximum
0,12 mg/100 kJ	—
0,5 mg/100 kcal	—

5.2.2. Azokban a tápszerekben, amelyek szója fehérjét is tartalmaznak (akkor is, ha tehéntej fehérjével kevert).

Minimum	Maximum
0,18 mg/100 kJ	—
0,75 mg/100 kcal	—

5.3. Egyéb ásványi anyagokat a tápszerek legalább olyan mennyiségben tartalmazzanak, mint a tehéntej. Ezek az értékek csökkenthetők olyan arányban, amilyen arányban a tej fehérje mennyiségét csökkentették az anyatejet kiegészítő tápszer készítése során. A tej jellemző ásványi anyagainak koncentrációja az 5. számú mellékletben található.

5.4. A kalcium/foszfor aránya nem lehet 2-nél nagyobb.

6. Vitaminok

	100 kJ		100 kcal	
	Min.	Max.	Min.	Max.
A-vitamin (µg)-RE ¹	14	43	60	180
D-vitamin (µg) ²	0,25	0,75	1	3
C-vitamin (mg)	1,9	—	8	—
E-vitamin (mg-TE) ³	0,1	—	0,5	—

¹ RE: végig transz retinol ekvivalens.

² Kolecalciferol, 10 (µg) megfelel 400 nemzetközi egységnek.

³ mg-TE: d-α-tokoferol ekvivalens. A minimális igény 0,5 mg/g linolsavban kifejezett többszörösen telítetlen zsírsav. Nem lehet kevesebb, mint a táblázatban megadott érték.

7. Nukleotidok megengedett maximális mennyisége

	Maximum mg/100 kJ	Maximum mg/100 kcal
citidin 5'-monofoszfát	0,60	2,50
uridin 5'-monofoszfát	0,42	1,75
adenozin 5'-monofoszfát	0,36	1,50
guanozin 5'-monofoszfát	0,12	0,50
inozin 5'-monofoszfát	0,24	1,00

A nukleotidok koncentrációja összességében nem haladhatja meg az 1,2 mg/100 kJ (5 mg/100 kcal) értéket.

3. számú melléklet

a 23/2003. (V. 9.) ESZCSM rendelethez

A tápszerek készítéséhez felhasználható anyagok

1. Vitaminok

A-vitamin	Retinil acetát
	Retinil palmitát
	Retinol
A-provitamin	Beta karotin
D-vitamin	Ergocalciferol-D ₂
	Kolecalciferol-D ₃
B ₁ -vitamin	Tiamin-hidroklorid
	Tiamin mononitrát
B ₂ -vitamin	Riboflavin
	Riboflavin-5' foszfát nátrium só
Niacin	Nikotinsavamid
	Nikotinsav
B ₆ -vitamin	Piridoxin hidroklorid
	Piridoxin-5' -foszfát
Folsav	Folsav
Pantoténsav	D-pantoténsav kalciumsó
	D-pantoténsav nátriumsó
	Dexpantenol
	Cianokobalamin
B ₁₂ -vitamin	Hidroxiokobalamin
	D-biotin
Biotin	D-biotin
	L-aszkorbinsav
	Nátrium L-aszkorbát
	Kalcium L-aszkorbát
	Kálium L-aszkorbát
	Aszkorbil palmitát
E-vitamin	D-alfa-tokoferol
	DL-alfa-tokoferol
	D-alfa-tokoferol acetát
	DL-alfa-tokoferol acetát
K-vitamin	Fillokinon (Phytomenadion)

2. Ásványi anyagok

Cink (Zn)	Cink-acetát
	Cink-klorid
	Cink-laktát
	Cink-szulfát
	Cink-citrát
	Cink-glukonát
	Cink-oxid
Jód (I)	Kálium-jodid
	Kálium-jodát
	Nátrium-jodid
Kalcium (Ca)	Kalcium-karbonát
	Kalcium-klorid
	Kalcium-citrát
	Kalcium-glukonát
	Kalcium-glicerofoszfát
	Kalcium-laktát
	Kalcium-hidroxid
Kálium (K)	Ortofoszforsav kalcium sói
	Kálium-bikarbonát
	Kálium-karbonát
	Kálium-klorid
	Kálium-glukonát
	Kálium-laktát
	Kálium-hidroxid
Magnézium (Mg)	Citromsav kálium sói
	Ortofoszforsav kálium sói
	Magnézium-karbonát
	Magnézium-klorid
	Magnézium-oxid
	Ortofoszforsav magnéziumsói
	Magnézium-szulfát
Mangán (Mn)	Magnézium-glukonát
	Magnézium-hidroxid
	Citromsav magnéziumsói
	Mangán-karbonát
	Mangán-klorid
	Mangán-citrát
	Mangán-szulfát
Nátrium (Na)	Mangán-glukonát
	Nátrium-bikarbonát
	Nátrium-karbonát
	Nátrium-klorid
	Nátrium-citrát
	Nátrium-glukonát

Réz (Cu)	Nátrium-laktát
	Nátrium-hidroxid
	Ortofoszforsav-nátrium sói
	Réz-II-citrát
	Réz-II-glukonát
	Réz-II-szulfát
	Réz-II-lizin komplex
Szelén (Se)	Réz-II-karbonát
	Nátrium-szelenát
	Nátrium-szelenit
Vas (Fe)	Vas-II-citrát
	Vas-II-glukonát
	Vas-II-laktát
	Vas-II-szulfát
	Vas-III-ammónium citrát
	Vas-II-fumarát
	Vas-III-difoszfát (ferripirofoszfát)

3. Aminosavak és egyéb nitrogén tartalmú vegyületek

L-arginin és hidrokloridja
 L-cisztin és hidrokloridja
 L-hisztidin és hidrokloridja
 L-izoleucin és hidrokloridja
 L-leucin és hidrokloridja
 L-lizin és hidrokloridja
 L-cisztein és hidrokloridja
 L-metionin
 L-fenilalanin
 L-treonin
 L-triptofán
 L-tirozin
 L-valin
 L-karnitin és hidrokloridja
 Taurin
 Citidin 5'-monofoszfát és nátrium sója
 Uridin 5'-monofoszfát és nátrium sója
 Adenozin 5'-monofoszfát és nátrium sója
 Guanozin 5'-monofoszfát és nátrium sója
 Inozin 5'-monofoszfát és nátrium sója

4. Egyéb

Kolin
 Kolin kloridja
 Kolin citrát
 Kolin bitartarát
 Inozit

4. számú melléklet a 23/2003. (V. 9.) ESZCSM rendelethez

A tápszerek megkülönböztetésére használható jelölések és alkalmazhatóságuk feltétele

Elnevezés	Az elnevezés használhatóságának feltétele
1. Adaptált fehérje	A fehérje mennyisége kevesebb, mint 0,6 g/100 kJ (2,5 g/100 kcal) és a savófehérje/kazein arány nem kisebb, mint 1,0.
2. Alacsony nátriumtartalom	A nátrium mennyisége kevesebb mint 9 mg/100 kJ (39 mg/100 kcal).
3. Szacharózmentes	Nem tartalmaz szacharózt.
4. Csak laktózt tartalmaz	Laktóz (tejcukor) az egyetlen szénhidrát a tápszerben.
5. Laktózmentes	Nem tartalmaz laktózt (tejcukrot).
6. Vassal dúsított	Vas hozzáadásával készült.
7. Tehéntejjel szembeni csökkent allergia veszély. Ez a jelölés utalhat a csökkent antigén jelleg alapján várt csökkent allergén hatására.	a) A készítménynek ki kell elégítenie az 1. számú melléklet 2.2. pontjában leírtakat, és az általánosan elfogadott módszerrel mért immuno-reaktív fehérje mennyisége nem lehet több, mint a készítményben levő nitrogéntartalmú anyagok 1%-a. b) A címkén jelölni kell, hogy a terméket nem szabad fogyasztani azoknak a csecsemőknek, akik allergiásak arra az intakt fehérjére, amelyből a tápszer készült, kivéve, ha általánosan elfogadott klinikai módszerekkel igazolják, hogy az eredeti fehérjére túlérzékeny csecsemők 90%-a tolerálja a készítményt. c) A készítmény szájon át adagolva nem teheti érzékenny a felhasználót arra a fehérjére, amelyet az előállításához felhasználtak. d) Objektív és tudományosan igazolt adatokkal kell bizonyítani, hogy a feltüntetett állítások valóságok.

5. számú melléklet
a 23/2003. (V. 9.) ESZCSM rendelethez

I. Esszenciális és szemiesszenciális aminosavak az anyatejben

A táblázatban 100 kJ és 100 kcal energiát biztosító anyatejben levő esszenciális és szemiesszenciális aminosavak mennyiségét mg-ban adjuk meg.

	aminosav mg/100 kJ	aminosav mg/100 kcal
Arginin	16	69
Cisztin	6	24
Hisztidin	11	45
Izoleucin	17	72
Leucin	37	156
Lizin	29	122
Metionin	7	29
Fenilalanin	15	62
Treonin	19	80
Triptofán	7	30

Tirozin	14	59
Valin	19	80

II. A kazein és az anyatej esszenciális aminosavainak mennyisége (g/100 g fehérje)

	Kazein	Anyatej
Arginin	3,7	3,8
Cisztin	0,3	1,3
Hisztidin	2,9	2,5
Izoleucin	5,4	4,0
Leucin	9,5	8,5
Lizin	8,1	6,7
Metionin	2,8	1,6
Fenilalanin	5,2	3,4
Treonin	4,7	4,4
Triptofán	1,6	1,7
Tirozin	5,8	3,2
Valin	6,7	4,5

Forrás: Amino acid content of foods and biological data on protein. FAO Nutritional Studies. No 245 Rome 1970.

III. A tehéntej ásványi anyagai

	100 g zsír- mentes szá- razanyagban	1 g fehérjére számolva
Nátrium (mg)	550	15
Kálium (mg)	1680	43
Klorid (mg)	1050	28
Kalcium (mg)	1350	35
Foszfor (mg)	1070	28
Magnézium (mg)	135	3,5
Réz (µg)	225	6
Jód	Évszakonként és a tartási körülményektől függően változik	

**IV. Csecsemők és kisgyermek számára készített
táplálékok jelöléséhez használható táplálkozási
referencia értékek****Jelölési referencia érték**

A-vitamin	400 µg
D-vitamin	10 µg
C-vitamin	25 mg
Tiamin	0,5 mg
Riboflavin	0,8 mg
Niacin ekvivalens	9 mg
B6-vitamin	0,7 mg
Folsav	100 µg
B12-vitamin	0,7 µg
Kalcium	400 mg
Vas	6 mg
Cink	4 mg
Jód	70 µg
Szelén	10 µg
Réz	0,4 mg

*6. számú melléklet**a 23/2003. (V. 9.) ESZCSM rendelethez***Peszticidek, melyek nem használhatók tápszerek
alapanyagául szolgáló mezőgazdasági termékek
előállításakor során***I. Táblázat*

Diszulfoton (az összes diszulfoton, diszulfoton-szulfoxid és diszulfoton-szulfon diszulfotonban kifejezve)
Fenzulfoton (az összes fenzulfoton, ennek oxigén analógjai és szulfonjai fenzulfotonban kifejezve)
Fentin (trifeniltin kationban kifejezve)
Haloxifop (haloxifop, ennek sói, észterei és konjugátumai)

Heptaklór és transz-heptaklór-epoxid

Hexaklórbenzol

Nitrofen

Ometoát

Terbufosz (beleértve a szulfoxidot és szulfont is)

II. Táblázat

Aldrin és dieldrin

Endrin

*7. számú melléklet**a 23/2003. (V. 9.) ESZCSM rendelethez***Egyes speciális peszticidek és metabolitjaik
maradékának maximálisan megengedhető szintje
tápszerekben**

Peszticidek és metabolitjaik	Maximális maradék szint (mg/kg)
Cadusafos	0,006
Demeton-S-metil/demeton-S-metil-szulfon/oxydemeton-metil	0,006
Etoprofosz	0,008
Fipronil (beleértve a fipronil-deszulfinit is)	0,004
Propineb/propilénetiourea	0,006

**Az egészségügyi, szociális és családügyi
miniszter
24/2003. (V. 9.) ESZCSM
rendelete****a speciális gyógyászati célra szánt tápszerekről**

Az élelmiszerekről szóló 1995. évi XC. törvény 27. §-a (13) bekezdésében kapott felhatalmazás alapján az alábbiakat rendelem el:

1. §

(1) Speciális — gyógyászati célra szánt — tápszert, diétás élelmiszert (a továbbiakban: speciális tápszer) előállítani, kiszerezni, jelölni, forgalomba hozni, forgalmazni és alkalmasítani az e rendeletben meghatározottak szerint lehet.

(2) E rendelet alkalmazása szempontjából nem minősül speciális tápszernek

a) a külön jogszabály alapján nyilvántartásba vett, gyógyszernek nem minősülő gyógyhatású anyag, illetve készítmény,

b) a külön jogszabály szerinti gyógyszer, valamint

c) az anyatej-helyettesítő és az anyatej-kiegészítő (elválasztási) tápszer.

2. §

(1) E rendelet alkalmazásában:

a) *csecsemő*: a 12 hónapnál fiatalabb gyermek,

b) *speciális tápszer*: a különleges táplálkozási igényt kielégítő olyan élelmiszer, amely különleges eljárással, beteg emberek diétás ellátására készül és orvosi felügyelet mellett használandó. Olyan betegek kizárólagos vagy részleges táplálására szolgál, akiknél a természetes eredetű tápanyagok vagy azok metabolitjainak felvétele, emésztése, felszívódása, feldolgozása vagy kiválasztása korlátozott, csökkent vagy zavart, valamint más, orvosilag meghatározott tápanyag-szükséglet áll fenn és az nem biztosítható a hagyományos étrend megváltoztatásával, más különleges táplálkozási igényt kielégítő élelmiszerekkel vagy e kettő kombinációjával,

c) *gyártási tétel*: az a speciális tápszer mennyiség, amely ugyanazon előállítási, illetve kiszerelési folyamatban vagy egy gyártási sorozatban készült,

d) *címke*: a speciális tápszer csomagolási egységén a termék legfontosabb adatait és az alkalmazás módját tartalmazó, a közvetlen felhasználónak szóló szöveges tájékoztatás.

(2) A speciális tápszerek fajtái:

a) állandó tápanyagtartalmú, a tápanyagtartalom szempontjából teljes értékű élelmiszerek, amelyek a gyártó utasítása szerint használva azok számára, akiknek szánják, egyedüli tápanyagforrást is képezhetnek;

b) tápanyagtartalom szempontjából teljes értékű élelmiszerek, meghatározott betegséghez, rendellenességhez vagy egészségügyi állapothoz igazított tápanyag-összetétellel, amelyek a gyártó utasítása szerint használva a rászoruló személyek egyedüli tápanyagforrását képezhetik;

c) állandó tápanyagtartalmú, a betegséghez, rendellenességhez vagy egészségi állapothoz igazított tápanyag-összetételű, tápanyagtartalom szempontjából nem teljes értékű élelmiszerek, amelyek nem szolgálhatnak a táplálásra szoruló személy kizárólagos tápanyagforrásul.

(3) A (2) bekezdés b) és c) pont szerinti élelmiszerek részleges tápanyagforrásként vagy betegek étrendjéhez szükséges tápanyag-kiegészítőként is használhatók.

3. §

(1) A speciális tápszerek előállításakor az orvosi és táplálkozási alapelveket be kell tartani. A termék — gyártó

által meghatározott használati utasítás szerinti — használatának biztonságosnak és hatékonynak kell lennie, ki kell elégítenie azon személyek tápanyagigényét, akiknek szánják. Az alkalmasságot és hatékonyságot tudományos adatokkal kell alátámasztani.

(2) A speciális tápszernek meg kell felelnie a *melléklet* összetételre vonatkozó követelményeinek.

(3) A mikrobiológiai követelmények tekintetében a speciális tápszernek az élelmiszerekben előforduló mikrobiológiai szennyeződések megengedhető mértékéről szóló 4/1998. (XI. 11.) EüM rendeletben írtaknak kell megfelelnie.

4. §

(1) A speciális tápszer a következő megnevezéssel és feliratozással hozható forgalomba „speciális — gyógyászati célra szánt — tápszer”.

(2) A speciális tápszer jelölésén az élelmiszerek jelölésére vonatkozó általános szabályokon kívül a következőket is kötelezően fel kell tüntetni:

a) az energiatartalmat kJ-ban és kcal-ban, a számszerűleg kifejezett fehérje-, szénhidrát- és zsírtartalmat a forgalmazott, illetve a használati utasítás szerint elkészített termék 100 g-jára vagy 100 ml-ére vonatkoztatva. Ez megadható az egyes adagokra is, ha a címkén fel van tüntetve, hogy a csomagolás hány adagot tartalmaz;

b) a termékben található, a mellékletben felsorolt ásványi anyagok és vitaminok átlagos, számszerűleg kifejezett mennyiségét a forgalmazott, illetve a használati utasítás szerint elkészített termék 100 g-jára vagy 100 ml-ére vonatkoztatva. Ez megadható az egyes adagokra is, ha a címkén fel van tüntetve, hogy a csomagolás hány adagot tartalmaz;

c) külön-külön azokat a fehérje-, szénhidrát- és zsírszervezőket és más tápanyagokat, valamint azok összetevőit, amelyek közlése szükséges a termék megfelelő használatához. Az adatokat a forgalmazott, illetve a használati utasítás szerint elkészített termék 100 g-jára vagy 100 ml-ére vonatkoztatva kell megadni. Ez megadható az egyes adagokra is, ha a címkén fel van tüntetve, hogy a csomagolás hány adagot tartalmaz;

d) szükség esetén a termékre vonatkozó ozmolalitási és ozmolaritási adatokat;

e) tájékoztatást a termékben található fehérje-hidrolizátumok természetét és eredetét illetően.

(3) A termék címkéjén „Fontos figyelmeztetés” cím alatt magyar nyelven kell feltüntetni a következőket:

a) tájékoztatást arról, hogy a készítmény csak orvosi ellenőrzés mellett alkalmazható;

b) tájékoztatást arról, hogy a készítmény használható-e egyedüli tápanyagforrásként;

c) szükség esetén azt, hogy a készítmény csak meghatározott életkorú betegek táplálására alkalmas;

d) szükség esetén azt, hogy a készítmény fogyasztása veszélyeztetheti az olyan személy egészségét, aki nem szenved abban a betegségben, rendellenességben vagy nincs olyan egészségi állapotban, amelyre a terméket szánták.

(4) A termék címkéjén a (3) bekezdésben felsoroltakon kívül szerepeltetni kell:

a) a betegségnek, rendellenességnek, illetve egészségi problémának a nevét, amelyre a készítményt szánták;

b) szükség esetén a megfelelő figyelmeztetéseket és eljenjavallatokat;

c) azokat a jellemzőket és sajátosságokat, amelyek a készítményt különösen hasznossá teszik, a megnövelt, lecsökkentett, kivont vagy módosított tápanyaggal és a készítmény alapvető használatával kapcsolatos tudnivalókat;

d) szükség esetén figyelmeztetést, hogy a termék nem alkalmazható parenterálisan.

(5) A címkén — ha ez szükséges — fel kell tüntetni a megfelelő elkészítésre, használatra és a felnyitás utáni tárolásra vonatkozó utasításokat is.

5. §

(1) A speciális tápszer hatósági ellenőrzésének megkönnyítésére a gyártó vagy ha a terméket külföldön gyártják a Magyar Köztársaság területén forgalomba hozó, importőr legkésőbb a termék forgalomba hozatalának napján köteles értesíteni a Fodor József Országos Közegészségügyi Központ Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézetét (a továbbiakban: OKK-OÉTI) a termék jelölésének, grafikai tervének (egyéb szóróanyagainak) bemutatásával. Ha a terméket az Európai Közösség valamely tagállamában már forgalomba hozták, erről az első forgalombahozatalról értesített tagállami hatóság megjelölésével az OKK-OÉTI-t tájékoztatni kell.

(2) A gyártó, annak a Magyar Köztársaság területén letelepedett meghatalmazott képviselője, illetve az importőr — a speciális tápszer minőségi ellenőrzése céljából — köteles minden gyártási tételből legalább három csomagolási egység megőrzéséről gondoskodni legalább a minőségmegőrzési idő végéig, és azt kérésre az OKK-OÉTI rendelkezésére bocsátani.

6. §

(1) A speciális tápszer gyártási tételére vonatkozó — feltételezett — minőségi hibát a forgalmazó a tudomásra jutást követően haladéktalanul köteles az OKK-OÉTI-nek bejelenteni.

(2) A feltételezett minőségi hiba bejelentője a reklamáció okának leírásával együtt a kifogásolt mintát, továbbá — ha rendelkezésére áll — egy, a kifogásolt tétellel azonos gyártási sorozatú, zárt csomagolású mintát is köteles be-

küldeni. A bejelentőnek közölnie kell, hogy milyen készlettel rendelkezik a kifogásolt sorozatból.

(3) A minőségi hiba bejelentéséről az OKK-OÉTI az Országos Tisztifőorvosi Hivatal (a továbbiakban: OTH) értesíti. Az OTH a minőségi hiba gyanújának súlyát mérlegeli, és a kifogásolt speciális tápszer gyártási tételének forgalmazását átmenetileg felfüggesztheti.

(4) Amennyiben az OKK-OÉTI megállapítja, hogy a termék, illetve a gyártási tétel nem felel meg a követelményeknek, az OTH a speciális tápszert, illetve a gyártási tételt a forgalomból kivonja, és erről a forgalmazásban részt vevőket közvetlenül és haladéktalanul értesíti.

(5) A speciális tápszer forgalomból való kivonásának költségei — ideértve az (1)–(4) bekezdésekben foglalt eseteket is, amennyiben a minőségi kifogás beigazolódik — a forgalmazót terhelik.

7. §

(1) A forgalmazó, illetve a speciális tápszert rendelő orvos köteles az alkalmazás során általa észlelt vagy tudomására jutott

a) a termék alkalmazása során fellépő súlyos, nem kívánatos, illetve,

b) a termék további alkalmazását befolyásoló mellékhatásokat az OKK-OÉTI-nek bejelenteni.

(2) Az OKK-OÉTI a bejelentést — a 6. § (3)–(5) bekezdésének alkalmazásával — elbírálja, értékeli és az OTH-t közvetlenül értesíti.

(3) Az OTH a vizsgálat eredményének ismeretében intézkedik, és intézkedéséről a forgalmazásban részt vevőket, illetve a bejelentőt közvetlenül értesíti.

8. §

(1) Speciális tápszerrel nagy- és kiskereskedelmi tevékenységet csak olyan gazdálkodó szervezet folytathat, amely tápszer, illetve gyógyszer forgalomba hozatalára vagy forgalmazására jogosító engedéllyel rendelkezik.

(2) A speciális tápszer forgalomba hozatalával és a forgalmazott termékekkel kapcsolatos egyéb hatósági intézkedésekre vonatkozó általános előírásokat a Magyar Élelmiszerkönyv MÉ 1-1-89/398 sz. előírása tartalmazza.

9. §

A speciális tápszer társadalombiztosítási támogatással történő rendelésére és kiadására a gyógyszerekre vonatkozó jogszabályok az irányadók.

10. §

(1) E rendelet a kihirdetését követő 30. napon lép hatályba.

(2) Az e rendelet előírásainak nem megfelelő csomagolású speciális tápszer legfeljebb Magyarországnak az Európai Unióhoz történő csatlakozásáról szóló nemzetközi szerződést kihirdető törvény hatálybalépésének napjáig hozható forgalomba.

(3) Ez a rendelet a Magyar Köztársaság és az Európai Közösségek, valamint azok tagállamai közötti társulás létesítéséről szóló, Brüsszelben, 1991. december 16-án aláírt Európai Megállapodás tárgykörében, az azt kihirdető 1994. évi I. törvény 3. §-ával összhangban a Bizottság speciális gyógyászati célokra szánt diétás élelmiszerekről szóló 1999/21/EK irányelvvel összeegyeztethető szabályozást tartalmaz.

Dr. Csehák Judit s. k.,
egészségügyi, szociális és családügyi miniszter

Melléklet

a 24/2003. (V. 9.) ESZCSM rendelethez

A speciális gyógyászati célra szánt tápszerek (diétás élelmiszerek) vitamin és ásványi anyag tartalma

Az összetételi anyagok a használati utasítás szerint elkészített, fogyasztásra kész speciális tápszerekre vonatkoznak.

1. A 2. § (2) bekezdés a) pontjában meghatározott célnak megfelelő, kifejezetten csecsemők részére készített speciális tápszerben a vitaminok és ásványi anyagok mennyisége az I. számú táblázatban megadott értékek között kell legyen.

2. A 2. § (2) bekezdés b) pontjában meghatározott célnak megfelelő, kifejezetten csecsemők részére készített speciális tápszerben a vitaminok és ásványi anyagok mennyisége az I. számú táblázatban megadott értékek között kell legyen, de a táplálási cél elérése érdekében eltérések megengedhetők.

3. A 2. § (2) bekezdés c) pontjában meghatározott célnak megfelelő, kifejezetten csecsemők részére készített speciális tápszerben a vitaminok és ásványi anyagok mennyisége nem haladhatja meg az I. számú táblázatban megadott legmagasabb értékeket, kivéve, ha az elérendő táplálási cél ezt szükségessé teszi.

4. A csecsemők részére készített speciális tápszerek összetételének egyebekben ki kell elégítenie az anyatejet helyettesítő és az anyatejet kiegészítő (elválasztási) tápszerre meghatározott feltételeket, kivéve, ha az ellentétes az elérendő speciális táplálási céllal.

5. A 2. § (2) bekezdés a) pontjában meghatározott célnak megfelelő, nem csecsemők részére készített speciális tápszerben a vitaminok és ásványi anyagok mennyisége a II. számú táblázatban megadott értékek között kell legyen.

6. A 2. § (2) bekezdés b) pontjában meghatározott célnak megfelelő, nem csecsemők részére készített speciális tápszerben a vitaminok és ásványi anyagok mennyisége a II. számú táblázatban megadott értékek között kell legyen, kivéve, ha az elérendő táplálási cél ezt szükségessé teszi.

7. A 2. § (2) bekezdés c) pontjában meghatározott célnak megfelelő, nem csecsemők részére készített speciális tápszerben a vitaminok és ásványi anyagok mennyisége nem haladhatja meg a II. számú táblázatban megadott értékeket, kivéve, ha az elérendő táplálási cél ezt szükségessé teszi.

I. számú táblázat

A vitaminok, ásványi anyagok és nyomelemek mennyisége a csecsemőknek szánt, tápanyagérték szempontjából teljes értékű speciális tápszerekben

	Per 100 kJ		Per 100 kcal	
	legalább	legfeljebb	legalább	legfeljebb
<i>Vitaminok</i>				
A-vitamin (retinol-equivalens) (µg RE)	14	43	60	180
D-vitamin (cholecalciferol) (µg)	0,25	(0,75)	1	3
K-vitamin (µg)	1	5	4	20
C-vitamin (mg)	1,9	6	8	25
Tiamin, B ₁ -vitamin (mg)	0,01	0,075	0,04	0,3
Riboflavin, B ₂ -vitamin (mg)	0,014	0,1	0,06	0,45
B ₆ -vitamin (mg)	0,009	0,075	0,035	0,3
Niacin (mg NE)	0,2	0,75	0,8	3
Folsav (µg)	1	6	4	25

	Per 100 kJ		Per 100 kcal	
	legalább	legfeljebb	legalább	legfeljebb
B ₁₂ -vitamin (µg)	0,025	0,12	0,1	0,5
Pantoténsav (mg)	0,07	0,5	0,3	2
Biotin (µg)	0,4	5	1,5	20
E-vitamin (mg — TE)	0,5/g többszörösen telítetlen zsírsavak, klinolsavban kifejezve, de semmi esetre sem kevesebb, mint 0,1 mg/100 kJ	0,75	0,5/g többszörösen telítetlen zsírsavak, linolsavban kifejezve, de semmi esetre sem kevesebb, mint 0,5 mg/100 kcal	3
<i>Ásványi anyagok</i>				
Nátrium (mg)	5	14	20	60
Klorid (mg)	12	29	50	125
Kálium (mg)	15	35	60	145
Kalcium (mg)	12	60	50	250
Foszfor (mg)	6	22	25	90
Magnézium (mg)	1,2	3,6	5	15
Vas (mg)	0,12	0,5	0,5	2
Cink (mg)	0,12	0,6	0,5	2,4
Réz (µg)	4,8	29	20	120
Jód (µg)	1,2	8,4	5	35
Szelén (µg)	0,25	0,7	1	3
Mangán (mg)	0,012	0,05	0,05	0,2
Króm (µg)	—	2,5	—	10
Molibdén (µg)	—	2,5	—	10
Fluorid (mg)	—	0,05	—	0,2

II. számú táblázat

A vitaminok, ásványi anyagok és nyomelemek mennyisége a nem kifejezetten csecsemőknek szánt, tápanyagérték szempontjából teljes értékű speciális tápszerekben

	Per 100 kJ		Per 100 kcal	
	legalább	legfeljebb	legalább	legfeljebb
<i>Vitaminok</i>				
A-vitamin (retinol-equivalens) (µg RE)	8,4	43	35	180
D-vitamin (cholecalciferol) (µg)	0,12	0,65/0,75 ¹	0,5	2,5/3 ¹
K-vitamin (µg)	0,85	5	3,5	20
C-vitamin (mg)	0,54	5,25	2,25	22
Tiamin, B ₁ -vitamin (mg)	0,015	0,12	0,06	0,5
Riboflavin, B ₂ -vitamin (mg)	0,02	0,12	0,08	0,5
B ₆ -vitamin (mg)	0,02	0,12	0,08	0,5
Niacin (mg NE)	0,22	0,75	0,9	3
Folsav (µg)	2,5	12,5	10	50
B ₁₂ -vitamin (µg)	0,017	0,17	0,07	0,7
Pantoténsav (mg)	0,035	0,35	0,15	1,5
Biotin (µg)	0,18	1,8	0,75	7,5

	Per 100 kJ		Per 100 kcal	
	legalább	legfeljebb	legalább	legfeljebb
E-vitamin (mg — TE)	0,5/g többszörösen telítetlen zsírsavak, linolsavban kifejezve, de semmi esetre sem kevesebb, mint 0,1 mg/100 KJ	0,75	0,5/g többszörösen telítetlen zsírsavak, linolsavban kifejezve, de semmi esetre sem kevesebb, mint 0,5 mg/100 Kcal	3
<i>Ásványi anyagok</i>				
Nátrium (mg)	7,2	42	30	175
Klorid (mg)	7,2	42	30	175
Kálium (mg)	19	70	80	295
Kalcium (mg)	8,4/12 ¹	42/60 ¹	35/50 ¹	175/250 ¹
Foszfor (mg)	7,2	19	30	80
Magnézium (mg)	1,8	6	7,5	25
Vas (mg)	0,12	0,5	0,5	2,0
Cink (mg)	0,12	0,36	0,5	1,5
Réz (µg)	15	125	60	500
Jód (µg)	1,55	8,4	6,5	35
Szelén (µg)	0,6	2,5	2,5	10
Mangán (mg)	0,012	0,12	0,05	0,5
Króm (µg)	0,3	3,6	1,25	15
Molibdén (µg)	0,72	4,3	3,5	18
Fluorid (mg)	—	0,05	—	0,2

¹ 1—10 év közötti gyermekek számára készült termékek esetében.

A földművelésügyi és vidékfejlesztési miniszter 49/2003. (V. 9.) FVM rendelete

egyes tartósítóiipari termékek művi közraktározásához felvett hitelek kamattámogatásáról

Az agrárpiacon rendtartásról szóló 2003. évi XVI. törvény 32. §-a (1) bekezdésének *a*) pontjában kapott felhatalmazás alapján — figyelemmel a közraktározásról szóló 1996. évi XLVIII. törvényre és az agrár- és vidékfejlesztési támogatások igénybevételének általános feltételeiről szóló 290/2002. (XII. 27.) Korm. rendeletre — a következőket rendelem el:

1. §

E rendelet 2. §-ában felsorolt egyes tartósítóiipari termékek művi közraktározásához felvett hitelek kamattámogatására az az érvényes működési engedéllyel rendelkező feldolgozó üzem (csőd-, felszámolási vagy végelszámolási eljárás alatt nem álló jogi személy, vagy jogi személyiséggel

nem rendelkező gazdasági társaság, vagy végrehajtás alatt nem álló természetes személy, aki/amely lejárt adó-, vám-, egészség-, nyugdíj- és társadalombiztosítási járulék tartozással nem rendelkezik) pályázhat, aki/amely hazai előállítási termékéből 2002. évben készáru (fűszerpaprikánál félterméket) állított elő, és/vagy 2003. évi hazai termést dolgozott fel 2003. év július 31-ig, e termékekből árukészlettel rendelkezik, és a készleteket a saját vagy bérelt tárolóban tárolja, amelyre közraktárral művi közraktározásra szerződést köt.

2. §

(1) A 2002. évi hazai termesztésből feldolgozott termékek közül művi közraktárba elhelyezhető termékek:

a) konzervek: konzervuborka, pritaminpaprika savanyúság, paradicsom saját levében, paradicsom ecetes lében, lecsó, meggybefőtt, cseresznyebefőtt, csemegekukorica-konzerv, zöldborsókonzerv, paradicsomsűrítmény, fűszerpaprika féltermék,

b) gyorsfagyasztott termékek: fagyasztott zöldborsó, fagyasztott csemegekukorica, fagyasztott gurulós málna, fagyasztott zöldbab, fagyasztott paradicsom, fagyasztott hagyma, fagyasztott sárgarépa.

(2) A 2003. évi hazai termesztésből feldolgozott tartósítói-pari termékek közül művi közraktárba elhelyezhető termékek:

a) *konzervek*: cseresznyebefőtt, meggybefőtt, zöldborsókonzerv,

b) *gyorsfagyasztott termékek*: fagyasztott zöldborsó, fagyasztott meggy, fagyasztott gurulós málna.

3. §

A pályázó (a továbbiakban: letevő) köteles a raktárában a letenni kívánt árut a saját áruitól elkülönítve kialakított művi közraktárban gyártási évenként, árucsoportonként és kiszerezési típusonként, zárható helyen raktározni. A zárható helyen a közraktározás tényét táblával kell jelölni.

4. §

(1) A közraktár, a művi közraktárba letett árura, a letevővel megkötött közraktári szerződés alapján közraktári jegyet állít ki.

(2) A közraktári jegy fedezete alapján a pénzintézettől vagy a közraktártól felvett hitel után kamattámogatás vehető igénybe az e rendeletben meghatározott feltételek szerint. A kamattámogatás olyan hitel után vehető fel, amelynek összege a letett árúnak a közraktári jegyen feltüntetett összeg legfeljebb 50 százaléka, és amelynek lejáratára a 2002. évi gyártású termékekre legfeljebb 6 hónap, a 2003. évi termésből gyártott újtermékekre pedig 4 hónap, de legfeljebb 2003. november 30.

5. §

(1) A 2. §-ban felsorolt termékek művi közraktározásához nyújtott kamattámogatás mértéke a hitelszerződés megkötésének időpontjában érvényes jegybanki alapkamat 70 százaléka. A kamatszámítás az 1. számú melléklet szerint történik.

(2) Kamattámogatás csak forinthitel és csak olyan hitelszerződés után vehető igénybe, amelyben a teljes hiteldíj legfeljebb 3 százalékponttal haladja meg a hitelszerződés időpontjában érvényes jegybanki alapkamatot.

6. §

A művi közraktárba elhelyezett áru(k) értékének el kell érni az 50 millió forintot [amely a letett áru(k) közraktári jegyen feltüntetett ára].

7. §

(1) A letevő a kamattámogatás igényléséhez a 2. § (1) bekezdésében meghatározott termékek vonatkozásá-

ban a rendelet hatálybalépését követő 30 napon belül, a 2. § (2) bekezdésében meghatározott termékekre vonatkozóan július 31-ig nyújthatja be e rendelet 2. számú melléklete szerinti „Kérelmet” az Agrárintervenciók Központjához (a továbbiakban: AIK). A „Kérelemhez” csatolni kell a közraktári szerződés és annak alapján megkötött hitelszerződés eredeti példányát, a közraktári jegy letéti tőpéldány másolati példányát, valamint az 1. számú mellékletet. A közraktári jegyeket áruféleségenként kell kiállítani.

(2) Az AIK a benyújtott kérelmeket a benyújtás sorrendjében 15 napon belül bírálja el. Amennyiben a letevő a kérelmet hibásan vagy hiányosan nyújtotta be, az AIK 15 napos határidő tűzésével — egyszeri alkalommal — hiánypótlásra szólítja fel a letevőt. A határidőn túl benyújtott kérelmeket az AIK elutasítja.

(3) Az AIK a letevő által benyújtott és elfogadott kérelemre igazolást állít ki a kamattámogatás igényléséhez.

(4) A letevő a kamattámogatást, a kamatfizetés gyakoriságának megfelelően igényelheti az illetékes adóhatóságtól a 10032000-01905630 számú APEH Piacrajutást elősegítő támogatások folyósítási számláról.

(5) A kamattámogatás az adóhatóság által rendszeresített — bevallás az államháztartással szemben egyes juttatások igényléséhez — nyomtatvány felhasználásával igényelhető. A nyomtatványhoz mellékelni kell a hitelintézet igazolását a kamat megfizetéséről, valamint első igényléskor az AIK által kiállított igazolást, a közraktári szerződést és a hitelszerződés másolatát.

8. §

(1) A letevő által művi közraktárba helyezett árukat, a nyilvántartási árakat a helyszínen, illetve a könyvelési nyilvántartást az AIK a Tartósítói-pari Szövetség, a Hűtőipari Szövetség, a közraktár képviselőinek, valamint a raktártlajdonos együttes bevonásával ellenőrizheti.

(2) Amennyiben a letevő az ellenőrzést akadályozza, vagy az ellenőrzés súlyos szabálytalanságot (különösen: igazolatlan készlethiányt, lejárt terméket talál) állapít meg, úgy a további kamattámogatás megvonására kerül sor, és a letevő egyben köteles a már igényelt és kifizetett kamattámogatás összegét a mindenkorijegybanki alapkamat kétszeresének megfelelő kamattal növelten visszafizetni. Erről az AIK határozatot ad ki, valamint kezdeményezi a támogatás visszavonását és a jogosulatlanul felvett támogatás visszafizetésének elrendelését és behajtását az illetékes adóhatóságtól.

9. §

Ez a rendelet a kihirdetését követő 5. napon lép hatályba, és 2004. március 31-én hatályát veszti.

Dr. Németh Imre s. k.,

földművelésügyi és vidékfejlesztési miniszter

1. számú melléklet a 49/2003. (V. 9.) FVM rendelethez**A kamattámogatás mértékének meghatározása***Alapadatok:*

1. A hitel összege: Ft, azaz forint.
 2. A hitel futamideje: nap.
 3. A hitelszerződés megkötésének időpontja:
 4. A támogatás szempontjából figyelembe vehető, azaz a hitelszerződés megkötésekor érvényes jegybanki alapkamat (a továbbiakban: jegybanki alapkamat):

A számítás menete:

1. A kamattámogatás szempontjából figyelembe vehető éves kamatteher:

$$\frac{\text{hitel összege} \times \text{jegybanki alapkamat} \%}{100}$$

2. A kamattámogatás szempontjából figyelembe vehető, a futamidőre jutó kamatteher:

$$\frac{\text{éves kamatteher}}{365} \times \text{futamidő napokban}$$

3. A futamidőre jutó kamattámogatás:

$$\frac{\text{futamidőre jutó kamatteher}}{100} \times 70\%$$

4. A kamatterhelés időszakára jutó kamattámogatás:

$$\frac{\text{futamidőre jutó kamattámogatás}}{\text{futamidő napokban}} \times \text{a hónap/negyedév tényleges napjainak száma}$$

5. A számítás eredményeként kapott kamattámogatást száz forintra kerekítve kell igényelni.

2. számú melléklet a 49/2003. (V. 9.) FVM rendelethez

N08—03

K É R E L E M**az egyes tartósítóipari termékek művi közraktározásához felvett hitelek kamattámogatásához**

Benyújtás határideje: a 7. § (1) bekezdés szerint.

Benyújtás helye: Agrárintervenciók Központ, H-1385 Budapest 62., Pf. 867 (postai úton).

Agrárintervenciók Központ, 1054 Budapest Alkotmány u. 29.) (személyesen).

(A kérelmet géppel vagy nyomtatott nagybetűvel kell kitölteni!)

1. A pályázó adatai:

Adószáma:

Adóazonosító jel:

Pályázó neve: Tel.:

**A földművelésügyi és vidékfejlesztési
miniszter
50/2003. (V. 9.) FVM
rendelete**

**a termésnövelő anyagok engedélyezéséről,
tárolásáról, forgalmazásáról és felhasználásáról szóló
8/2001. (I. 26.) FVM rendelet módosításáról**

A növényvédelemről szóló 2000. évi XXXV. törvény (a továbbiakban: Tv.) 65. §-a (3) bekezdésének *b*) pontjában kapott felhatalmazás alapján — az egészségügyi, szociális és családügyi miniszterrel, valamint a környezetvédelmi és vízügyi miniszterrel egyetértésben — a következőket rendelem el:

1. §

(1) A termésnövelő anyagok engedélyezéséről, tárolásáról, forgalmazásáról és felhasználásáról szóló 8/2001. (I. 26.) FVM rendelet (a továbbiakban: R.) 1. §-ának 2. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„2. *Engedélykötelesszervestrágya*: a növények tápanyagellátását, illetve a talaj szerkezetének javítását szolgáló, növényi vagy állati eredetű szerves anyagból iparilag feldolgozott, meghatározott beltartalmú termésnövelő anyag.”

(2) Az R. 1. §-ának 8. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„8. *Mikrobiológiai készítmény*: a talaj termékenységét javító mikroszervezeteket (baktériumokat, gombákat, algákat) tartalmazó termésnövelő anyag, amely mentes az emberre fertőzőképes és a talaj természetes mikroflóráját kedvezőtlenül befolyásoló szervezetektől.”

(3) Az R. 1. §-a a következő 11. ponttal egészül ki:

„11. *EC jelölésű műtrágya*: az Európai Unió tagállamai között, külön engedélyezési eljárás nélkül, szabadon forgalmazható műtrágya.”

2. §

Az R. 3. §-ának (3)—(6) bekezdése helyébe a következő rendelkezések lépnek, egyidejűleg a R. a következő (7)—(10) bekezdéssel egészül ki:

„(3) A 2. számú mellékletben előírt vizsgálatokat az ezen vizsgálatokra akkreditált magyarországi laboratórium végezhet. A mikroelemek és toxikus elemek vizsgálatában alkalmazott módszer adott elemre vonatkozó kimutatási határa legfeljebb a bejelentett érték vagy a határérték 10%-a lehet.

(4) A 3. számú melléklet 1. számú függeléke szerinti műtrágyák vizsgálatait a 7. számú melléklet szerinti módszerekkel, erre akkreditált magyarországi laboratóriumnak kell végeznie.

(5) A magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát műtrágyának a 8. számú mellékletben meghatározott vizsgálati módszerek szerinti vizsgálatát az erre akkreditált laboratórium végezheti.

(6) A külön jogszabály szerint veszélyes hulladéknak minősülő összetevőt tartalmazó termésnövelő anyagnál az engedély iránti kérelemmel együtt be kell nyújtani a veszélytelenség megállapításáról szóló határozatot is.

(7) Termékcsalád engedélyezése esetén a 2. számú mellékletben előírt fizikai, kémiai és mikrobiológiai minősítő vizsgálatokat, valamint a toxikus elemek és a csírázásgátló hatás vizsgálatát valamennyi termék esetében el kell végezteni. A 2. számú mellékletben felsorolt további vizsgálatokat a termékek típusától függően, a közegészségügyi és környezeti kockázatot jelentő összetevőket a legnagyobb arányban tartalmazó termék(ek)nél kell elvégezteni.

(8) Azokból a változó összetételű műtrágya termékcsaládokból, amelyek csak makro- vagy mezoelemeket tartalmaznak, legalább három, amelyek mikroelemeket is tartalmaznak, legalább öt, a minisztérium által kijelölt jellemző összetételű termék — 2. számú melléklet szerinti — fizikai, kémiai és toxikus elem vizsgálatát kell elvégezteni.

(9) A minisztérium által már engedélyezett termésnövelő anyagokból keveréssel előállított természetközégek és műtrágyák esetében, elegendő egy termék — 2. számú melléklet szerinti — vizsgálata.

(10) Az engedélyezési eljárás során az engedélyező hatóság kiegészítő adatszolgáltatást és további vizsgálatok elvégzését rendelheti el.”

3. §

(1) Az R. 4. §-ának (1) bekezdése helyébe a következő rendelkezés lép:

„(1) A minisztérium az engedélyezési eljárás során beszerzi a Környezetvédelmi és Vízügyi Minisztérium (a továbbiakban: KvVM) és a Fodor József Országos Közegészségügyi Központ (a továbbiakban: OKK) szakhatósági állásfoglalását.”

(2) Az R. 4. §-a (2) bekezdésének *a*) pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

[*(2) A szakhatósági állásfoglalást 3 hónapon belül kell elkészíteni a következők szerint:*]

„*a*) a KvVM szakhatósági állásfoglalása kiterjed a termésnövelő anyag felhasználásának, tárolásának, csomagolásának környezet- és természetvédelmi (a továbbiakban együtt: környezetvédelem) szempontból biztonságos megvalósítására, továbbá a hulladékká vált, illetve lejárt szavatosságú készítmény, a maradékanyag, valamint a termésnö-

velő anyaggal szennyezett csomagolóeszköz kezelésére vonatkozó környezetvédelmi feltételekre, termékcsaládok esetében a legnagyobb környezeti kockázatot jelentő összetevő megnevezésére,’’

4. §

(1) Az R. 5. §-ának (4) bekezdése helyébe a következő rendelkezés lép:

„(4) Az engedélyokirat

a) eredeti példányát az engedélyesnek,

b) egy-egy másolati példányt az engedélyezésben részt vevő szakhatóságoknak, a Központi Szolgálatnak, a megyei (fővárosi) növény- és talajvédelmi szolgálatoknak (a továbbiakban: Szolgálat), továbbá

c) az engedélyezett import műtrágyák adatait informatikai úton a Vám- és Pénzügyőrség Országos Parancsnokságának kell megküldeni.’’

(2) Az R. 5. §-a (5) bekezdésének *m*) pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

[(5) Az engedélynek a következő adatokat kell tartalmaznia:]

„*m*) a termésmnövelő anyag — kérelmező által megadott — vámtarifaszámát hat számjegyig.’’

5. §

Az R. 7. §-a (4) bekezdésének *b*) pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

[(4) Az engedélyt az engedélyes kérelmére vagy hivatalból lehet szüneteltetni. A minisztérium hivatalból rendeli el az engedélyszüneteltetését]

„*b*) a termékállandóság vizsgálatakor és a forgalmazás ellenőrzésekor megállapított hiányosságok, minőségi kifogások esetén azok megszüntetéséig.’’

6. §

Az R. 9. §-ának (4) és (5) bekezdése helyébe a következő rendelkezések lépnek:

„(4) Különböző hatóanyag tartalmú ömlesztett műtrágyákat egy tároló térben elkülönítetten kell elhelyezni, beazonosítható módon, jelzőtáblán, nem vízzoldható feliraton feltüntetve az adott helyen tárolt ömlesztett műtrágya nevét, az engedélyokiratban szereplő hatóanyag megnevezését és tartalmát, gyártóját és az elhelyezés dátumát.

(5) Folyékony műtrágya kizárólag olyan csurgás- és csepegésmentes zárt tartályban tárolható, amelyben a tartály anyaga és a műtrágya között nincs kémiai kölcsönhatás. A tartálynak a túltöltés megakadályozását biztosító műszaki

felszereltséggel kell rendelkeznie. Hőtágulás lehetősége miatt a tartályok teletöltése tilos. A tartályon nem vízzoldható feliraton fel kell tüntetni a tartályban tárolt folyékony műtrágya nevét, engedélyokiratban szereplő hatóanyag megnevezését, tartalmát, összetételét, gyártóját és a betöltés dátumát.’’

7. §

Az R. 10. §-ának (3) és (4) bekezdése helyébe a következő rendelkezések lépnek:

„(3) A csomagolóeszköz megsérülése miatti átcsomagolás során az eredeti csomagolásra vonatkozó előírásokat kell alkalmazni. Az átcsomagolt, valamint a kis egységbe kiszerelt termésmnövelő anyag felhasználhatósági ideje az átcsomagolás, illetve a kiszerelés következtében nem térhet el a termék eredeti felhasználhatósági idejétől.

(4) Az engedélyezett termésmnövelő anyag csomagolóeszközén, valamint a 100 kg nettó tömeget meghaladó áru és az ömlesztett áru kísérőokmányán a 4. számú mellékletben felsorolt adatokat magyar nyelven is fel kell tüntetni. A kötelezően feltüntetendő valamennyi adatot egyértelműen el kell különíteni a csomagolóeszközön, címkén és a kísérő okmányon feltüntetett minden egyéb információtól.’’

8. §

(1) Az R. 12. §-ához tartozó alcím helyébe a következő alcím lép, egyidejűleg a R. 12. §-a (1) bekezdésének bevezető szövegrésze helyébe a következő rendelkezés lép:

„A termésmnövelő anyaggal folytatott tevékenység ellenőrzése

12. § (1) A termésmnövelő anyaggal folytatott bármely tevékenységet az illetékes Szolgálat ellenőrzi, ennek során vizsgálja, különösen’’

(2) Az R. 12. §-a (2) bekezdésének bevezető szövegrésze helyébe a következő rendelkezés lép:

„(2) Az ellenőrzés során a növényvédelmi felügyelő, illetve a talajvédelmi felügyelő a készítmény adott tételére forgalomba hozatali, felhasználási korlátozást, illetve tilalmat rendelhet el, ha a termésmnövelő anyag’’

(3) Az R. 12. §-ának (5) bekezdése helyébe a következő rendelkezés lép:

„(5) A Szolgálat igazgatója a vizsgált tételt zárolja, ha a toxikus elem és a szerves szennyezőanyag-tartalom akár egy paraméter vonatkozásában is meghaladja a 3. számú mellékletben meghatározott határértéket. A zárolt tétel tulajdonosa, illetve forgalmazója — a zárlati határozatban előírt határidőre — köteles visszaszállítani a tételt a forgal-

mazói láncban előtte álló forgalmazóhoz, illetve a gyártóhoz, aki köteles azt átvenni.”

9. §

Az R. 17. §-a a következő (2)—(4) bekezdéssel egészül ki, egyidejűleg az eredeti bekezdés számozása (1) bekezdésre változik:

„(2) A 2003. május 15. előtt kiadott forgalomba hozatali és felhasználási engedéllyel rendelkező terménynövelő anyagokat 2003. július 1-jétől a forgalomba hozatali és felhasználási engedélyokirat (3) bekezdés szerinti felülvizsgálatáig e rendeletben meghatározott toxikus elem határértékeknek és hatóanyag tolerancia értékeknek megfelelően kell gyártani. A 2003. június 30-ig az engedélyokirat szerinti toxikus elem határértékeknek és hatóanyag tolerancia értékeknek megfelelően legyártott termékek 2004. június 30-ig hozhatók forgalomba.

(3) A 2003. május 15. előtt kiadott forgalomba hozatali és felhasználási engedélyokiratokat a toxikus elem határértékek és hatóanyag tolerancia értékek vonatkozásában 2004. június 30-ig az engedélyező hatóságnak felül kell vizsgálnia.

(4) Az EC jelölésű műtrágyák esetében a 2. számú melléklet 1.2. pontját és a 3. számú melléklet 1.2. pontját a Magyar Köztársaságnak az Európai Unióhoz történő csatlakozásáról szóló nemzetközi szerződést kihirdető törvény hatálybalépésétől nem kell alkalmazni.”

10. §

Az R. 18. §-a helyébe a következő rendelkezés lép:

„18. § Ez a rendelet a Magyar Köztársaság és az Európai Közösségek és azok tagállamai között társulás létesítéséről szóló, Brüsszelben, 1991. december 16-án aláírt Európai Megállapodás tárgykörében, a Megállapodást kihirdető 1994. évi I. törvény 3. §-ával összhangban összeegyeztethető szabályozást tartalmaz a következő közösségi jogszabályokkal:

a) a Tanács 76/116/EGK irányelve a műtrágyákra vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről,

b) a Bizottság 79/138/EGK, 87/566/EGK, 89/519/EGK, 93/1/EGK és 95/8/EK irányelvvel módosított 77/535/EGK irányelve a műtrágyák mintavételi és vizsgálati módszereire vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről,

c) a Tanács 80/876/EGK irányelve a magas nitrogéntartalmú, tiszta ammónium-nitrát műtrágyákra vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről,

d) a Tanács 87/94/EGK irányelve a magas nitrogéntartalmú, tiszta ammónium-nitrát műtrágyák jellemzőinek, határértékeinek és robbanás ellenálló képességének ellen-

őrzésére irányuló eljárásokra vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről.”

11. §

(1) Az R. 1—4. számú melléklete e rendelet 1. számú melléklete szerint módosul.

(2) Az R. az e rendelet 2. és 3. számú melléklete szerinti 7. és 8. számú melléklettel egészül ki.

12. §

Ez a rendelet 2003. május 15-én lép hatályba.

Szanyi Tibor s. k.,
földművelésügyi és vidékfejlesztési minisztériumi
politikai államtitkár

1. számú melléklet
az 50/2003. (V. 9.) FVM rendelethez

I.

1. Az R. 1. számú melléklete függelékének 1. MŰTRÁGYÁK fejezete B. ÖSSZETETT MŰTRÁGYÁK alfejezetének 5—7. francia bekezdésében az „isobutilidén-dikarbamid” szövegrész helyébe a „izobutilidén-dikarbamid” szövegrész lép.

2. Az R. 1. számú melléklete függelékének 6. TALAJJAVÍTÓ ANYAGOK fejezete 6.3. pontjának bevezető szövegrésze helyébe a következő rendelkezés lép:
„6.3. Szerves talajjavító anyagok”

3. Az R. 1. számú melléklete függelékének 12. EGYÉB KÉSZÍTMÉNYEK fejezetének első francia bekezdése helyébe a következő rendelkezés lép:

[Az egyes terméktípusok egymással kombinálhatók, jelölésük ebben az esetben a következő:]

„— előre kerül a készítmény megnevezésében a legnagyobb arányban szereplő alkotórész (alaptípus),”

II.

1. Az R. 2. számú melléklete 1. MŰTRÁGYÁK fejezetének 1.3. pontja a következő francia bekezdéssel egészül ki:

„— robbanóképesség vizsgálata.”

2. Az R. 2. számú melléklete 1. MŰTRÁGYÁK fejezetének 1.5.1. és 1.5.2. pontja helyébe a következő rendelkezések lépnek:

„1.5.1. Adott célra még nem engedélyezett termékek-nél 2 szántóföldi, illetve 2 kertészeti tesztnövény-nel, növényenként legalább egy szabadföldi és egy tenyészede-nyes vizsgálat végzése.

1.5.2. Táprudak esetében külön jogszabályban meghatározott kultúracsoportonként legalább 2 eltérő növényben fitotoxikus hatás vizsgálata.”

3. Az R. 2. számú melléklete 1. MŰTRÁGYÁK fejezetének utolsó bekezdése 1.7. számozással egészül ki.

4. Az R. 2. számú melléklete 2. SZERVES TRÁGYÁK fejezetének 2.2. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„2.2. Toxikus elemek vizsgálata 3× 1 kg mintából:

— As, Cd, Cr, Co, Cu, Hg, Ni, Pb, Se*

* Hulladékot is tartalmazó készítmények esetében.”

5. Az R. 2. számú melléklete 2. SZERVES TRÁGYÁK fejezetének 2.5.1. és 2.5.2. pontja helyébe a következő rendelkezések lépnek:

„2.5.1. Adott célra még nem engedélyezett termékek-nél 2 szántóföldi, illetve 2 kertészeti tesztnövény-nel, növényenként legalább egy szabadföldi és egy tenyészede-nyes vizsgálat végzése.

2.5.2. A csírázástgátló vizsgálatban nem megfelelőnek bizonyult termékek külön jogszabályban meghatározott kultúracsoportonként, legalább 2 eltérő agroökológiai térségben (szabadföldön vagy zárt termesztő berendezésben) végzett biológiai vizsgálata.”

6. Az R. 2. számú melléklete 2. SZERVES TRÁGYÁK fejezetének utolsó bekezdése 2.7. számozással egészül ki.

7. Az R. 2. számú melléklete 3. ÁSVÁNYI TRÁGYÁK fejezetének 3.3. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„3.3. Biológiai hatás vizsgálata: 2 szántóföldi, illetve 2 kertészeti tesztnövény-nel, növényenként legalább egy szabadföldi és egy tenyészede-nyes vizsgálat végzése.”

8. Az R. 2. számú melléklete 4. KOMPOSZTOK fejezetének 4.2. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„4.2. Toxikus elemek vizsgálata 3× 1 kg mintából:

— As, Cd, Cr, Co, Cu, Hg, Ni, Pb, Se.”

9. Az R. 2. számú melléklete 4. KOMPOSZTOK fejezetének 4.5.1. és 4.5.2. pontja helyébe a következő rendelkezések lépnek:

„4.5.1. Adott célra még nem engedélyezett termékek-nél külön jogszabályban meghatározott kultúra-

csoportonként, legalább 2 eltérő agroökológiai térségben (szabadföldön vagy zárt termesztő berendezésben) végzett vizsgálat.

4.5.2. A csírázástgátló vizsgálatban nem megfelelőnek bizonyult termékek külön jogszabályban meghatározott kultúracsoportonként, legalább 2 eltérő agroökológiai térségben (szabadföldön vagy zárt termesztő berendezésben) végzett biológiai vizsgálata.”

10. Az R. 2. számú melléklete 4. KOMPOSZTOK fejezetének 4.6.2. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„4.6.2. Sugárbiológiai vizsgálat 3× 0,5 kg mintából. (Csak az importból származó tőzeg esetében.)”

11. Az R. 2. számú melléklete 4. KOMPOSZTOK fejezetének utolsó bekezdése 4.7. számozással egészül ki.

12. Az R. 2. számú melléklete 5. GILISZTAHUMUSZOK fejezetének 5.2. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„5.2. Toxikus elemek vizsgálata 3× 1 kg mintából:

— As, Cd, Cr, Co, Cu, Hg, Ni, Pb, Se*

* Hulladékot is tartalmazó készítmények esetében.”

13. Az R. 2. számú melléklete 5. GILISZTAHUMUSZOK fejezetének 5.5.1. és 5.5.2. pontja helyébe a következő rendelkezések lépnek:

„5.5.1. Adott célra még nem engedélyezett termékek-nél külön jogszabályban meghatározott kultúracsoportonként, legalább 2 eltérő agroökológiai térségben (szabadföldön vagy zárt termesztő berendezésben) végzett vizsgálat.

5.5.2. A csírázástgátló vizsgálatban nem megfelelőnek bizonyult termékek külön jogszabályban meghatározott kultúracsoportonként, legalább 2 eltérő agroökológiai térségben (szabadföldön vagy zárt termesztő berendezésben) végzett biológiai vizsgálata.”

14. Az R. 2. számú melléklete 5. GILISZTAHUMUSZOK fejezetének utolsó bekezdése 5.7. számozással egészül ki.

15. Az R. 2. számú melléklete 6. TALAJJAVÍTÓ ANYAGOK fejezetének 6.1.3. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„6.1.3. Szerves talajjavító anyagok”

16. Az R. 2. számú melléklete 6. TALAJJAVÍTÓ ANYAGOK fejezete 6.2. pontjának második francia-bekezdése helyébe a következő rendelkezés lép:

[6.2. Toxikus elemek vizsgálata 3× 1 kg mintából:]

„— vulkanikus kőzet eredetű talajjavító anyagok (például bazalt, riolit) szervesanyag-tartalmú talajjavító anya-

gok (tőzeg, lápföld, lignit, lápi mész, meszes lápföld, algin): As, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se.”

17. Az R. 2. számú melléklete 6. TALAJJAVÍTÓ ANYAGOK fejezete 6.4. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„6.4. Csírázásgátló és gyomosító hatás, valamint növény-patogén kórokozóktól és kártevőktől való mentesség vizsgálata 4×3 kg mintából: szervesanyag-tartalmú talajjavító anyagoknál.”

18. Az R. 2. számú melléklete 6. TALAJJAVÍTÓ ANYAGOK fejezete 6.6.2. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„6.6.2. Sugár-biológiai vizsgálat: 3×0,5 kg mintából. (Csak az importból származó tőzeg esetében.)”

19. Az R. 2. számú melléklete 6. TALAJJAVÍTÓ ANYAGOK fejezetének utolsó bekezdése 6.7. számozással egészül ki.

20. Az R. 2. számú melléklete 7. TALAJKONDITIONÁLÓ KÉSZÍTMÉNYEK fejezetének utolsó bekezdése 7.6. számozással egészül ki.

21. Az R. 2. számú melléklete 8. MIKROBIOLÓGIAI KÉSZÍTMÉNYEK fejezete 8.2. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„8.2. Toxikus elemek vizsgálata 3×1 kg vagy liter mintából:

— As, Cd, Cr, Co, Cu, Hg, Ni, Pb, Se*

* Hulladékot is tartalmazó készítmények esetében.”

22. Az R. 2. számú melléklete 8. MIKROBIOLÓGIAI KÉSZÍTMÉNYEK fejezetének 8.5. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„8.5. Biológiai hatás vizsgálata

8.5.1. Szimbionta mikroorganizmusok: magcsávázásos felhordás esetén 1 üvegházi vizsgálat (Roux-csöves vizsgálat).

8.5.2. Cellulóz-bontó mikroorganizmusok.

8.5.2.1. komposztálási célra: 1 üvegházi vizsgálat kétféle talajon (cellulóz-bontási teszt).

8.5.2.2. tarlókezelési célra: 2 szabadföldi vizsgálat eltérő fizikai féleségű talajokon, növény nélkül (laboratóriumi respiráció mérés).

8.5.3. Elsődlegesen talajon keresztül ható, termésnövelő hatású mikroorganizmusok: 1 tenyészedényes bioteszt 2 eltérő fizikai féleségű talajon, valamint 2 eltérő fizikai féleségű talajon végzett 2-2 szabadföldi vagy üvegházi vizsgálat.

8.5.4. Növényre ható mikroorganizmusok: kultúránként (szakmailag indokolt esetben külön jogszabályban meghatározott kultúracsoportonként) 2, eltérő agroöko-

lógiai körülmények között beállított szabadföldi vagy üvegházi vizsgálat.”

23. Az R. 2. számú melléklete 9. TERMESZTŐKÖZEGEK fejezete 9.2. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„9.2. Toxikus elemek vizsgálata 3×1 kg mintából:

— As, Cd, Cr, Co, Cu, Hg, Ni, Pb, Se*

* Hulladékot is tartalmazó készítmények esetében.”

24. Az R. 2. számú melléklete 9. TERMESZTŐKÖZEGEK fejezete 9.6.2. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„9.6.2. Sugár-biológiai vizsgálat: 3×0,5 kg mintából. (Csak az import tőzeget tartalmazó termesztőközegek esetében.)”

25. Az R. 2. számú melléklete 9. TERMESZTŐKÖZEGEK fejezetének utolsó bekezdése 9.7. számozással egészül ki.

26. Az R. 2. számú melléklete 10. NÖVÉNYKONDITIONÁLÓ KÉSZÍTMÉNYEK fejezete 10.4. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„10.4. Biológiai hatékonyságot igazoló vizsgálatok: külön jogszabályban meghatározott kultúracsoportonként legalább 2 eltérő agroökológiai térségben (szabadföldi vagy zárt termesztő berendezésben) végzett vizsgálat szükséges.”

27. Az R. 2. számú melléklete 10. NÖVÉNYKONDITIONÁLÓ KÉSZÍTMÉNYEK fejezetének utolsó bekezdése 10.6. számozással egészül ki.

28. Az R. 2. számú melléklete 11. NÖVÉNYVÉDŐ SZERNEK NEM MINŐSÜLŐ NÖVÉNYI NÖVEKEDÉSSZABÁLYOZÓ KÉSZÍTMÉNYEK fejezetének 11.2.4. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„11.2.4. Hazánkban az adott kultúrában már engedélyezett hatóanyagú, de új készítményeknél a vizsgálati idő legalább 1 év, 2 eltérő agroökológiai térségben, külön jogszabályban meghatározott kultúracsoportonként.”

29. Az R. 2. számú melléklete 11. NÖVÉNYVÉDŐ SZERNEK NEM MINŐSÜLŐ NÖVÉNYI NÖVEKEDÉSSZABÁLYOZÓ KÉSZÍTMÉNYEK fejezetének 11.2.6. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„11.2.6. Formuláció változtatás már engedélyezett készítményeknél a vizsgálati idő legalább 1 év, 1 agroökológiai térségben, külön jogszabályban meghatározott kultúracsoportonként.”

III.

1. Az R. 3. számú melléklete 1. MŰTRÁGYÁK fejezetének 1.2. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„1.2. A toxikus elemekre vonatkozó előírások

	As	Cd	Co	Cr	Hg	Ni	Pb	Se
	tartalom legfeljebb mg/kg szárazanyag							
Foszfor műtrágyák	10	*	—	100	1	50	100	—
Kálium műtrágyák	10	2	—	100	1	50	100	—
NPK műtrágyák	10	*	—	100	1	50	100	—
Mikroelem műtrágyák	10	2	50	100	1	50	100	5
NPK + mikroelem műtrágyák	10	*	50	100	1	50	100	5
Hulladékot is tartalmazó műtrágyák	10	2	50	100	1	50	100	5

* A Cd tartalom legfeljebb 20 mg/P₂O₅ kg lehet (azaz 0,2 mg Cd /1% P₂O₅ hatóanyag)”

2. Az R. 3. számú melléklete 1. MŰTRÁGYÁK fejezetének 1.3. pontja a következő francia bekezdéssel egészül ki:

„— robbanóképesség: minden egyes robbantás esetén valamennyi ólomhenger összenyomódása meghaladja az 5%-os értéket.”

3. Az R. 3. számú melléklete 2. SZERVES TRÁGYÁK fejezetének 2.2. pontjában a táblázat második sorában a „Hulladékot tartalmazó szerves trágyák” szövegrész helyébe a „Hulladékot is tartalmazó szerves trágyák” szövegrész lép.

4. Az R. 3. számú melléklete 3. ÁSVÁNYI TRÁGYÁK fejezetének 3.2. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„3.2. A toxikus elemekre vonatkozó előírások

	As	Cd	Co	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Se
	tartalom legfeljebb mg/kg szárazanyag								
Ásványi trágyák	10	2	50	100	100	1	50	100	—
Hulladékot is tartalmazó ásványi trágyák	10	2	50	100	100	1	50	100	5”

5. Az R. 3. számú melléklete 4. KOMPOSZTOK fejezetének 4.2. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„4.2. A toxikus elemekre vonatkozó előírások

	As	Cd	Co	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Se
	tartalom legfeljebb mg/kg szárazanyag								
Komposztok	10	2	50	100	100	1	50	100	5”

6. Az R. 3. számú melléklete 5. GILISZTAHUMUSZOK fejezetének 5.2. pontjában a táblázat második sorában a „Hulladékot tartalmazó gilisztahumuszok” szövegrész helyébe a „Hulladékot is tartalmazó gilisztahumuszok” szövegrész lép.

7. Az R. 3. számú melléklete 7. TALAJKONDITIONÁLÓ KÉSZÍTMÉNYEK fejezetének 7.2. pontjában a táblázat második sorában a „Hulladékot tartalmazó talajkondicionáló készítmények” szövegrész helyébe a „Hulladékot is tartalmazó talajkondicionáló készítmények” szövegrész lép.

8. Az R. 3. számú melléklete 8. MIKROBIOLÓGIAI KÉSZÍTMÉNYEK fejezetének 8.2. pontjában a táblázat második sorában a „Hulladékot tartalmazó mikrobiológiai készítmények” szövegrész helyébe a „Hulladékot is tartalmazó mikrobiológiai készítmények” szövegrész lép.

9. Az R. 3. számú melléklete 10. NÖVÉNYKONDITIONÁLÓ KÉSZÍTMÉNYEK fejezetének 10.2. pontjában a táblázat második sorában a „Hulladékot tartalmazó növénykondicionáló készítmények” szövegrész helyébe a „Hulladékot is tartalmazó növénykondicionáló készítmények” szövegrész lép.

10. Az R. 3. számú mellékletének 1. számú függeléke helyébe a következő rendelkezés lép:

Műtrágyák besorolása és minőségi követelményei

A. EGYSZERŰ MŰTRÁGYÁK

A/1. NITROGÉN MŰTRÁGYÁK

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
1. a)	Kalcium-nitrát	Kémiai úton nyert termék, alapvető hatóanyaga kalcium-nitrát és esetleg ammónium-nitrátot tartalmazhat.	15% N Összes nitrogén vagy nitrát és ammónia nitrogén formában kifejezve Ammónia nitrogén tartalom: legfeljebb 1,5%.	—	Összes nitrogén További megadható adatok: Nitrát nitrogén Ammónia nitrogén
1. b)	Kalcium-magnézium-nitrát	Kémiai úton nyert termék, alapvető hatóanyaga kalcium-nitrát és magnézium-nitrát.	13% N Nitrát nitrogén formában kifejezve 5% MgO Vízben oldódó magnéziumsók, magnézium-oxidban kifejezve.		Nitrát nitrogén Vízben oldódó magnézium-oxid
1. c)	Magnézium-nitrát	Kémiai úton nyert termék, alapvető hatóanyaga magnézium-nitrát-hexahidrát.	10% N Nitrát nitrogén formában kifejezve 14% MgO Vízben oldódó magnéziumsók, magnézium-oxidban kifejezve.	Amennyiben kristályos formában forgalmazzák, a „kristályos formában” megjelölést fel lehet tüntetni	Nitrát nitrogén Vízben oldódó magnézium-oxid
2. a)	Nátrium-nitrát	Kémiai úton nyert termék, alapvető hatóanyaga nátrium-nitrát.	15% N Nitrát nitrogén formában kifejezve.		Nitrát nitrogén
2. b)	Chilei salétrom	Chilei salétromból készített termék, alapvető hatóanyaga nátrium-nitrát.	15% N Nitrát nitrogén formában kifejezve.		Nitrát nitrogén
3. a)	Kalcium-ciánamid	Kémiai úton nyert termék, alapvető hatóanyaga kalcium-ciánamid, kalcium-oxidot és esetleg kis mennyiségben ammónium sókat és karbamidot tartalmaz	18% N Összes nitrogénben kifejezve A deklarált nitrogénnek legalább 75%-a ciánamid formában kötött.		Összes nitrogén
3. b)	Nitrát tartalmú kalcium-ciánamid	Kémiai úton nyert termék, alapvető hatóanyaga kalcium-ciánamid, kalcium-oxidot és esetleg kis mennyiségben ammónium sókat és karbamidot, valamint hozzáadott nitrátot tartalmaz	18% N Összes nitrogénben kifejezve A deklarált nem nitrát nitrogénnek legalább 75%-a ciánamid formában kötött A nitrát nitrogén tartalom — legalább 1% N, — legfeljebb 3% N.		Összes nitrogén Nitrát nitrogén
4.	Ammónium-szulfát	Kémiai úton nyert termék, alapvető hatóanyaga ammónium-szulfát.	20% N Ammónia nitrogén formában kifejezve.		Ammónia nitrogén

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
5.	Ammónium-nitrát vagy kalcium-ammónium-nitrát	Kémiai úton nyert termék, alapvető hatóanyaga ammónium-nitrát, mely olyan adalékanyagokat tartalmaz, mint az őrölt mészkő, kalcium-szulfát, őrölt dolomit, magnézium-szulfát, kieserit.	20% N Ammónia és nitrát nitrogén formában kifejezve A két nitrogénforma az összes nitrogén tartalomnak körülbelül a fele-felét teszi ki.	A „kalcium- ammónium-nitrát” elnevezés kizárólag olyan műtrágyák számára van fenntartva, melyek az ammónium-nitráton kívül csak kalcium-karbonátot (mészkő) és/vagy magnézium-karbonátot és kalcium-karbonátot (dolomit) tartalmaznak. Ezen karbonátok mennyisége legalább 20%, tisztasági fokuk pedig legalább 90%.	Összes nitrogén Nitrát nitrogén Ammónia nitrogén
6.	Ammónium-szulfát-nitrát	Kémiai úton nyert termék, alapvető hatóanyaga ammónium-nitrát és ammónium-szulfát.	25% N Ammónia és nitrát nitrogén formában kifejezve A nitrát nitrogén tartalom: legalább 5%		Összes nitrogén Nitrát nitrogén Ammónia nitrogén
7.	Magnézium-szulfo-nitrát	Kémiai úton nyert termék, alapvető hatóanyaga ammónium-nitrát, ammónium-szulfát és magnézium-szulfát.	19% N Ammónia és nitrát nitrogén formában kifejezve A nitrát nitrogén tartalom: legalább 6% 5% MgO Vízben oldódó magnéziumsók, magnézium-oxidban kifejezve.		Összes nitrogén Nitrát nitrogén Ammónia nitrogén Vízben oldódó magnézium-oxid
8.	Magnézium-ammónium-nitrát	Kémiai úton nyert termék, alapvető hatóanyaga ammónium-nitrát, és magnézium sók (dolomit, magnézium karbonát és/vagy magnéziumszulfát).	19% N Ammónia és nitrát nitrogén formában kifejezve A nitrát nitrogén tartalom: legalább 6% 5% MgO Az összes magnézium magnézium-oxidban kifejezve.		Összes nitrogén Nitrát nitrogén Ammónia nitrogén Összes magnézium-oxid és lehetőleg a vízben oldódó magnézium-oxid
9.	Karbamid	Kémiai úton nyert termék, alapvető hatóanyaga karbonildiamid (karbamid).	44% N Összes karbamid nitrogén (biuretet is beleértve) formában kifejezve Biuret tartalom: legfeljebb 1-2%		Összes nitrogén karbamid nitrogénként kifejezve

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
10.	Krotonilidén-dikarbamid	Karbamid és krotonaldehid kémiai reakciójával nyert termék Monomer vegyület	28% N Összes nitrogénben kifejezve Legalább 25% nitrogén krotonilidén-dikarbamidban kötött Karbamid nitrogén tartalom: legfeljebb 3%.		Összes nitrogén Karbamid nitrogén, ahol legalább 1 tömeg% Krotonilidén-dikarbamidban kötött nitrogén
11.	Izobutilidén-dikarbamid	Karbamid és izobutilaldehid kémiai reakciójával nyert termék Monomer vegyület	28% N Összes nitrogénben kifejezve Legalább 25% nitrogén izobutilidén-dikarbamidban kötött Karbamid nitrogén tartalom: legfeljebb 3%.		Összes nitrogén Karbamid nitrogén, ahol legalább 1 tömeg% Izobutilidén-dikarbamidban kötött nitrogén.
12.	Karbamid-formaldehid	Karbamid és formaldehid kémiai reakciójával nyert termék Polimer vegyület	36% N Összes nitrogénben kifejezve A deklarált érték legalább 60%-a oldódjon forró vízben Legalább 31% nitrogén karbamid-formaldehidben kötött Karbamid nitrogén tartalom: legfeljebb 5%.		Összes nitrogén Karbamid nitrogén, ahol legalább 1 tömeg% Hideg vízben oldódó karbamid formaldehid nitrogén Csak forró vízben oldódó karbamid formaldehid nitrogén
13.	Krotonilidén-dikarbamid tartalmú nitrogén műtrágya	Kémiai úton nyert termék, amely krotonilidén-dikarbamidot és egy egyszerű nitrogén műtrágyát tartalmaz, az A/1. táblázat a 3. a), 3. b) és 5. termékek kivételével.	18% N Összes nitrogénben kifejezve Legalább 3% nitrogén ammónia és/vagy nitrát és/vagy karbamid nitrogén formában A deklarált összes nitrogén tartalom legalább 1/3-a krotonilidén-dikarbamid formában. Biuret tartalom legfeljebb: (karbamid nitrogén + krotonilidén-dikarbamid N) $\times 0,026$		Összes nitrogén Az a N forma, amelyik legalább 1 tömeg%: Nitrát nitrogén Ammónia nitrogén Karbamid nitrogén A krotonilidén-dikarbamidban kötött nitrogén.
14.	Izobutilidén-dikarbamid tartalmú nitrogén műtrágya	Kémiai úton nyert termék, amely izobutilidén-dikarbamidot és egy egyszerű nitrogén műtrágyát tartalmaz, az A/1. táblázat a 3. a), 3. b) és 5. termékek kivételével.	18% N Összes nitrogénben kifejezve Legalább 3% nitrogén ammónia és/vagy nitrát és/vagy karbamid nitrogén formában A deklarált összes nitrogén tartalom legalább 1/3-a izobutilidén-dikarbamid formában Biuret tartalom legfeljebb: (karbamid nitrogén + izobutilidén-dikarbamid nitrogén) $\times 0,026$		Összes nitrogén Az a N forma, amelyik legalább 1 tömeg%: Nitrát nitrogén Ammónia nitrogén Karbamid nitrogén Az izobutilidén-dikarbamidban kötött nitrogén

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
15.	Karbamid-formaldehid tartalmú nitrogén műtrágya	Kémiai úton nyert termék, amely karbamid-formaldehidet és egy egyszerű nitrogén műtrágyát tartalmaz, az A/1. táblázat a 3. a), 3. b) és 5. termékek kivételével.	18% N Összes nitrogénben kifejezve Legalább 3% nitrogén ammónia és/vagy nitrát és/vagy karbamid nitrogén formában A deklarált összes nitrogén tartalom legalább 1/3-a karbamid-formaldehid formában A deklarált érték legalább 60%-a oldódjon forró vízben Biuret tartalom legfeljebb: (karbamid nitrogén + karbamid-formaldehid nitrogén) $\times 0,026$		Összes nitrogén Az a N forma, amelyik legalább 1 tömeg%: Nitrát nitrogén Ammónia nitrogén Karbamid nitrogén A karbamid-formaldehidben kötött nitrogén A hideg vízben oldódó karbamid-formaldehidben kötött nitrogén A forró vízben oldódó karbamid-formaldehidben kötött nitrogén
16.	Ammónium-szulfát nitrifikáció gátlóval (diciándiamid)	Kémiai úton nyert termék, amely ammónium-szulfátot és diciándiamidot tartalmaz.	20% N Összes nitrogénben kifejezve Ammónium nitrogén tartalom legalább 18% Diciándiamid nitrogén tartalom legalább 1,5%		Összes nitrogén Ammónia nitrogén Diciándiamid nitrogén Használati utasítás*
17.	Ammónium-szulfo-nitrát nitrifikáció gátlóval (diciándiamid)	Kémiai úton nyert termék, amely ammónium-szulfo-nitrátot és diciándiamidot tartalmaz.	24% N Összes nitrogénben kifejezve Nitrát nitrogén tartalom legalább 3% Diciándiamid nitrogén tartalom legalább 1,5%		Összes nitrogén Ammónia nitrogén Nitrát nitrogén Diciándiamid nitrogén Használati utasítás*
18.	Karbamid-ammónium-szulfát	Kémiai úton, karbamidból és ammónium-szulfátból nyert termék.	30% N Ammónia és karbamid nitrogén formában kifejezve Ammónia nitrogén: legalább 4% Kén tartalom kén-trioxidban kifejezve: legalább 12% Biuret tartalom legfeljebb 0,9%		Összes nitrogén Ammónia nitrogén Karbamid nitrogén Vízben oldódó kén-trioxid
* A lehető legteljesebb használati utasítást kell adni minden egyes csomagolási egységhez vagy ömlesztett szállítmányhoz, amelyért a forgalmazó felel. A használati utasításnak olyannak kell lennie, hogy a felhasználó képes legyen meghatározni a kijuttatási dózist, az alkalmazás idejét a termesztett növénytől függően.					

A/2. FOSZFOR MŰTRÁGYÁK

Amennyiben a szemcseméret követelmény előírt a granulátum formájában forgalmazott műtrágyák esetében (1., 3., 4., 5., 6., és 7. műtrágyák), azt megfelelő analitikai módszerrel meg kell határozni

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
1.	Bázikus salak — Thomas foszfátok — Thomas salak	A vasolvasztásnál a foszfor tartalmú olvadékok kezelésével nyert termék, amely alapvető hatóanyagként kalcium-sziliko-foszfátokat tartalmaz.	12% P ₂ O ₅ Ásványi savakban oldódó, foszfor-pentoxidban kifejezett foszfor 10% P ₂ O ₅ 2%-os citromsavban oldódó foszfor-pentoxidban kifejezett foszfor Szemcseméret: — legalább 75%-a átesik egy 0,160 mm-es szitán, — legalább 96%-a átesik egy 0,630 mm-es szitán		Összes (ásványi savakban oldódó) foszfor-pentoxid 2%-os citromsavban oldódó foszfor-pentoxid
2. a)	Szuperfoszfát	Őrölt ásványi foszfát kénsavval való reagáltatással nyert termék, amely alapvető hatóanyagként monokalcium-foszfátot, valamint kalcium-szulfátot tartalmaz.	16% P ₂ O ₅ Semleges ammónium-citrátban oldódó, foszfor-pentoxidban kifejezett foszfor A megadott foszfor-pentoxid tartalom legalább 93%-a oldódik vízben (vizsgálati minta: 1 g)		Semleges ammónium-citrátban oldódó foszfor-pentoxid Vízben oldódó foszfor-pentoxid
2. b)	Koncentrált szuperfoszfát	Őrölt ásványi foszfát kénsavval és foszforsavval való reagáltatással nyert termék, amely alapvető hatóanyagként monokalcium-foszfátot, valamint kalcium-szulfátot tartalmaz.	25% P ₂ O ₅ Semleges ammónium-citrátban oldódó, foszfor-pentoxidban kifejezett foszfor A megadott foszfor-pentoxid tartalom legalább 93%-a oldódik vízben (vizsgálati minta: 1 g)		Semleges ammónium-citrátban oldódó foszfor-pentoxid Vízben oldódó foszfor-pentoxid
2. c)	Tripleszuperfoszfát	Őrölt ásványi foszfát foszforsavval való reagáltatással nyert termék, amely alapvető hatóanyagként monokalcium-foszfátot tartalmaz.	38% P ₂ O ₅ Semleges ammónium-citrátban oldódó, foszfor-pentoxidban kifejezett foszfor A megadott foszfor-pentoxid tartalom legalább 93%-a oldódik vízben (vizsgálati minta: 3 g)		Semleges ammónium-citrátban oldódó foszfor-pentoxid Vízben oldódó foszfor-pentoxid
3.	Részlegesen feltárt foszfátérc	Őrölt foszfátércnek kénsavval vagy foszforsavval történő részleges feltárásával nyert termék, amely alapvető hatóanyagként monokalcium-foszfátot, trikalcium-foszfátot és kalcium-szulfátot tartalmaz.	20% P ₂ O ₅ Ásványi savakban oldódó, foszfor-pentoxidban kifejezett foszfor A megadott foszfor-pentoxid tartalom legalább 40%-a oldódik vízben Szemcseméret: — legalább 90%-a átesik egy 0,160 mm-es szitán, — legalább 98%-a átesik egy 0,630 mm-es szitán		Összes (ásványi savakban oldódó) foszfor-pentoxid Vízben oldódó foszfor-pentoxid

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
4.	Dikalcium-foszfát	Ásványi foszfátokból vagy csontból oldott foszforsavval történő kicsapással nyert termék, amely alapvető hatóanyagként dikalcium-foszfát- dihidrátot tartalmaz.	38% P ₂ O ₅ Lúgos ammónium-citrátban oldódó, foszfor-pentoxidban kifejezett foszfor (Petermann) Szemcseméret: — legalább 90%-a átesik egy 0,160 mm-es szitán, — legalább 98%-a átesik egy 0,630 mm-es szitán		Lúgos ammónium-citrátban oldódó foszfor-pentoxid
5.	Kalcinált foszfát	Őrölt foszfátércnek lúgos vegyületekkel és szilíciumsavval történő hőkezelése útján nyert termék, amely alapvető hatóanyagként lúgos kalcium-foszfátot és kalcium-szilikátot tartalmaz.	25% P ₂ O ₅ Lúgos ammónium-citrátban oldódó, foszfor-pentoxidban kifejezett foszfor (Petermann) Szemcseméret: — legalább 75%-a átesik egy 0,160 mm-es szitán, — legalább 96%-a átesik egy 0,630 mm-es szitán		Lúgos ammónium-citrátban oldódó foszfor-pentoxid
6.	Alumínium-kalcium-foszfát	Amorf alakú, hőkezeléssel és őrléssel nyert termék, amely alapvető hatóanyagként alumínium- és kalcium-foszfátot tartalmaz.	30% P ₂ O ₅ Ásványi savakban oldódó, foszfor-pentoxidban kifejezett foszfor A megadott foszfor-pentoxid tartalom legalább 75%-a oldódik lúgos ammónium-citrátban (Joulie) Szemcseméret: — legalább 90%-a átesik egy 0,160 mm-es szitán — legalább 98%-a átesik egy 0,630 mm-es szitán		Összes (ásványi savakban oldódó) foszfor-pentoxid Lúgos ammónium-citrátban oldódó foszfor-pentoxid
7.	Őrölt lágy foszfátérc	Lágy ásványi foszfátok őrlésével nyert termék, amely alapvető hatóanyagként trikalcium-foszfátot és kalcium-karbonátot tartalmaz.	25% P ₂ O ₅ Ásványi savakban oldódó, foszfor-pentoxidban kifejezett foszfor A megadott foszfor-pentoxid tartalom legalább 55%-a oldódik 2%-os hangyasavban Szemcseméret: — legalább 90%-a átesik egy 0,063 mm-es szitán, — legalább 98%-a átesik egy 0,125 mm-es szitán		Összes (ásványi savakban oldódó) foszfor-pentoxid 2%-os hangyasavban oldódó foszfor-pentoxid Az anyag tömegszázalékban megadott hányada, amely átesik egy 0,063 mm-es szitán

A/3. KÁLIUM MŰTRÁGYÁK

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
1.	Kainit	Nyers kálisókból nyert termék	10% K ₂ O Vízben oldódó kálium-oxidban kifejezve 5% MgO Vízben oldódó magnéziumsók, magnézium-oxidban kifejezve	A szokásos kereskedelmi nevekkkel ki-egészíthető	Vízben oldódó kálium-oxid Vízben oldódó magnézium-oxid
2.	Dúsított kainit só	Kálium-kloriddal való keverés útján dúsított nyers káliumsókból nyert termék	18% K ₂ O Vízben oldódó kálium-oxidban kifejezve	A szokásos kereskedelmi nevekkkel ki-egészíthető	Vízben oldódó kálium-oxid Megadható a vízben oldódó magnézium oxid tartalom, ahol a MgO több mint 5%
3.	Kálium-klorid	Nyers kálisóból nyert termék, amely alapvető hatóanyagként kálium-kloridot tartalmaz.	37% K ₂ O Vízben oldódó kálium-oxidban kifejezve	A szokásos kereskedelmi nevekkkel ki-egészíthető	Vízben oldódó kálium-oxid
4.	Magnéziumsó tartalmú kálium-klorid	Nyers kálisóból magnézium sók hozzáadásával nyert termék, amely alapvető hatóanyagként kálium-kloridot és magnézium sókat tartalmaz.	37% K ₂ O Vízben oldódó kálium-oxidban kifejezve 5% MgO Vízben oldódó magnézium sók, magnézium-oxidban kifejezve		Vízben oldódó kálium-oxid Vízben oldódó magnézium-oxid
5.	Kálium-szulfát	Kálisókból kémiai úton nyert termék, amely alapvető hatóanyagként kálium-szulfátot tartalmaz.	47% K ₂ O Vízben oldódó kálium-oxidban kifejezve Klór tartalom: legfeljebb 3% Cl		Vízben oldódó kálium-oxid Megadható a klór tartalom, ahol kisebb, mint 3% Cl
6.	Magnéziumsó tartalmú kálium-szulfát	Kálisókból kémiai úton, esetleg magnézium sók hozzáadásával nyert termék, amely alapvető hatóanyagként kálium-szulfátot és magnézium sókat tartalmaz.	22% K ₂ O Vízben oldódó kálium-oxidban kifejezve 8% MgO Vízben oldódó magnézium sók, magnézium-oxidban kifejezve Klór tartalom: legfeljebb 3% Cl	A szokásos kereskedelmi nevekkkel ki-egészíthető	Vízben oldódó kálium-oxid Vízben oldódó magnézium-oxid Megadható a klór tartalom, ahol kisebb, mint 3% Cl
7.	Kieserit kálium-szulfáttal	Kálium-szulfáttal dúsított kieserit	8% MgO Vízben oldódó magnézium-oxidban kifejezve 6% K ₂ O Vízben oldódó kálium-oxidban kifejezve Az összes MgO + K ₂ O: 20% Klór tartalom: legfeljebb 3%.	A szokásos kereskedelmi nevekkkel ki-egészíthető	Vízben oldódó magnézium-oxid Vízben oldódó kálium-oxid Megadható a klór tartalom, ahol kisebb mint 3% Cl

B. ÖSSZETETT MŰTRÁGYÁK

B/1. NPK MŰTRÁGYÁK

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

NPK műtrágyák	Kémiai úton vagy keveréssel előállított termék, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül	20% (N + P ₂ O ₅ + K ₂ O)	3% N 5% P ₂ O ₅ 5% K ₂ O	1. Összes nitrogén	1. Vízben oldódó P ₂ O ₅	Vízben oldódó K ₂ O	1. Összes nitrogén	1. Az olyan NPK műtrágyánál, amely nem tartalmaz Thomas salakot, kalcinált foszfátércet, alumínium-kalcium-foszfátot, részben feltárt foszfátércet és őrölt lágy foszfátércet, a foszfortartalmat az 1-es, 2-es és 3-as típusú oldhatóság szerint kell feltüntetni: — ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ nem éri el a 2%-ot, csak a 2-es típusú oldhatóságot kell feltüntetni, — ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ meghaladja a 2%-ot, a 3-as típusú oldhatóságot kell feltüntetni és a vízben oldódó P ₂ O ₅ tartalmat jelölni kell (1-es típusú oldhatóság) A kizárólag ásványi savakban oldódó P ₂ O ₅ tartalom nem lehet több mint 2% (Ezen 1-es típus 2-es és 3-as típusú oldhatóságának meghatározására 1 g mintát kell bemeérni.)	1. Vízben oldódó K ₂ O
				2. Nitrát nitrogén	2. Semleges ammónium-citrátban oldódó P ₂ O ₅		2. Ha bármelyik nitrogén forma (2—5) mennyisége legalább 1 tömeg%, fel kell tüntetni		2. Az „alacsony klór tartalmú” megjelölés legfeljebb 2% klórtartalomra vonatkozhat
				3. Ammónia nitrogén	3. Semleges ammónium-citrátban és vízben oldódó P ₂ O ₅				
				4. Karbamid nitrogén	4. Kizárólag ásványi savakban oldódó P ₂ O ₅				3. A klórtartalom feltüntethető
				5. Ciánamid nitrogén	5. Lúgos ammónium-citrátban oldódó P ₂ O ₅ (Petermann)				
					6. a) Ásványi savakban oldódó P ₂ O ₅ , melynek legalább 75%-a oldódó 2%-os citromsavban				
					6. b) 2%-os citromsavban oldódó P ₂ O ₅				
					7. Ásványi savakban oldódó P ₂ O ₅ , melynek legalább 75%-a oldódó lúgos ammónium-citrátban (Joulie)				

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

8. Ásványi savakban oldódó P₂O₅, melynek legalább 55%-a oldódó 2%-os hangyasavban

2. a) Az őrölt lágy foszfátércet vagy részben feltárt foszfátércet tartalmazó NPK műtrágyánál, amely nem tartalmazhat Thomas salakot, kalcinált foszfátércet és alumínium-kalcium-foszfátot, a foszfortartalmat az 1-es, 3-as és 4-es típusú oldhatóság szerint kell feltüntetni. Ezen műtrágya típusnak tartalmaznia kell:

- legalább 2% csak ásványi savakban oldódó P₂O₅-t (4-es típusú oldhatóság),
- legalább 5% semleges ammónium-citrátban és vízben oldódó P₂O₅-t (3-as típusú oldhatóság),
- legalább 2,5% vízben oldódó P₂O₅-t (1-es típusú oldhatóság)

Ezt a típusú műtrágyát a következő megjelöléssel kell forgalomba hozni: „NPK műtrágya, őrölt lágy foszfátérc tartalmú” vagy „NPK műtrágya, részben feltárt foszfátérc tartalmú”

[Ezen 2. a) típus 3-as típusú oldhatóságának meghatározására 3 g mintát kell bemérni.]

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

2. *b)* Az alumínium-kalcium-foszfátot tartalmazó NPK műtrágyánál, amely nem tartalmazhat Thomas salakot, kalcinált foszfátércet, örlött lágy foszfátércet és részben feltárt foszfátércet, a foszfortartalmat az 1-es és 7-es típusú oldhatóság szerint kell feltüntetni, az utóbbit a vízben oldhatóság levonásával alkalmazzuk. Ezen műtrágya típusnak tartalmaznia kell:

- legalább 2% vízben oldódó P₂O₅-t (1-es típusú oldhatóság),
- legalább 5%, 7-es típusú oldhatóság szerinti P₂O₅-t

Ezt a típusú műtrágyát a következő megjelöléssel kell forgalomba hozni: „NPK műtrágya, alumínium-kalcium-foszfát tartalmú”

3. Azon NPK műtrágyák esetében, melyek kizárólag egyet tartalmaznak az alábbi foszfor műtrágya típusok közül: Thomas salak, kalcinált foszfátérc, alumínium-kalcium-foszfát, örlött lágy foszfátérc, a típus megjelölése után kell megadni a foszfát hatóanyag tartalmat.

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

Az oldódó P₂O₅ tartalmat a következő oldhatósági vizsgálatok szerint kell megadni:

- Thomas salak alapú műtrágyák [6. b) típusú oldhatóság szerint],
- kalcinált foszfát alapú műtrágyák (5-ös típusú oldhatóság szerint),
- alumínium-kalcium-foszfát alapú műtrágyák (7-es típusú oldhatóság szerint),
- lágy őrölt foszfátérc alapú műtrágyák (8-as típusú oldhatóság szerint).

Bázikus foszfát hatóanyagok szemcsemérete:

Thomas salak:	legalább 75%-a átesik a 0,160 mm-es szitán;
Alumínium-kalcium-foszfát:	legalább 90%-a átesik a 0,160 mm-es szitán;
Kalcinált foszfát:	legalább 75%-a átesik a 0,160 mm-es szitán;
Lágy őrölt foszfátérc:	legalább 90%-a átesik a 0,063 mm-es szitán;
Részben feltárt foszfátérc:	legalább 90%-a átesik a 0,160 mm-es szitán.

B/2. NP MŰTRÁGYÁK

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szecseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

NP műtrágyák	Kémiai úton vagy keveréssel előállított termék, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül	18% (N + P ₂ O ₅)	3% N 5% P ₂ O ₅	1. Összes nitrogén	1. Vízben oldódó P ₂ O ₅	1. Összes nitrogén	1. Az olyan NP műtrágyánál, amely nem tartalmaz Thomas salakot, kalcinált foszfátércet, alumínium-kalcium-foszfátot, részben feltárt foszfátércet és őrlött lágy foszfátércet, a foszfortartalmat az 1-es, 2-es és 3-as típusú oldhatóság szerint kell feltüntetni:
				2. Nitrát nitrogén	2. Semleges ammónium-citrátban oldódó P ₂ O ₅	2. Ha bármelyik nitrogén forma (2—5) mennyisége legalább 1 tömeg%, fel kell tüntetni	— ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ nem éri el a 2%-ot, csak a 2-es típusú oldhatóságot kell feltüntetni,
				3. Ammónia nitrogén	3. Semleges ammónium-citrátban és vízben oldódó P ₂ O ₅		— ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ meghaladja a 2%-ot, a 3-as típusú oldhatóságot kell feltüntetni és a vízben oldódó P ₂ O ₅ tartalmat jelölni kell (1-es típusú oldhatóság)
				4. Karbamid nitrogén	4. Kizárólag ásványi savakban oldódó P ₂ O ₅		A kizárólag ásványi savakban oldódó P ₂ O ₅ tartalom nem lehet több mint 2%
				5. Ciánamid nitrogén	5. Lúgos ammónium-citrátban oldódó P ₂ O ₅ (Petermann)		(Ezen 1-es típus 2-es és 3-as típusú oldhatóságának meghatározására 1 g mintát kell bemezíni.)
					6. a) Ásványi savakban oldódó P ₂ O ₅ , melynek legalább 75%-a oldódó 2%-os citromsavban		
					6. b) 2%-os citromsavban oldódó P ₂ O ₅		
					7. Ásványi savakban oldódó P ₂ O ₅ , melynek legalább 75%-a oldódó lúgos ammónium-citrátban (Joulie)		

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

8. Ásványi savakban oldódó P₂O₅, melynek legalább 55%-a oldódó 2%-os hangyasavban

2. a) Az őrölt lágy foszfátércet vagy részben feltárt foszfátércet tartalmazó NP műtrágyánál, amely nem tartalmazhat Thomas salakot, kalcinált foszfátércet és alumínium-kalcium-foszfátot, a foszfortartalmat az 1-es, 3-as és 4-es típusú oldhatóság szerint kell feltüntetni. Ezen műtrágya típusnak tartalmaznia kell:

- legalább 2% csak ásványi savakban oldódó P₂O₅-t (4-es típusú oldhatóság),
- legalább 5% semleges ammónium-citrátban és vízben oldódó P₂O₅-t (3-as típusú oldhatóság),
- legalább 2,5% vízben oldódó P₂O₅-t (1-es típusú oldhatóság)

Ezt a típusú műtrágyát a következő megjelöléssel kell forgalomba hozni: „NP műtrágya, őrölt lágy foszfátérc tartalmú” vagy „NP műtrágya, részben feltárt foszfátérc tartalmú”

[Ezen 2. a) típus 3-as típusú oldhatóságának meghatározására 3 g mintát kell bemérni.]

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

2. *b)* Az alumínium-kalcium-foszfátot tartalmazó NP műtrágyánál, amely nem tartalmazhat Thomas salakot, kalcinált foszfátércet, őrölt lágy foszfátércet és részben feltárt foszfátércet, a foszfortartalmat az 1-es és 7-es típusú oldhatóság szerint kell feltüntetni, az utóbbit a vízben oldhatóság levonásával alkalmazzuk

Ezen műtrágya típusnak tartalmaznia kell:

— legalább 2% vízben oldódó P₂O₅-t (1-es típusú oldhatóság),
 — legalább 5%, 7-es típusú oldhatóság szerinti P₂O₅-t

Ezt a típusú műtrágyát a következő megjelöléssel kell forgalomba hozni: „NP műtrágya, alumínium-kalcium-foszfát tartalmú”

3. Azon NP műtrágyák esetében, amelyek kizárólag egyet tartalmaznak az alábbi foszfor műtrágya típusok közül: Thomas salak, kalcinált foszfátérc, alumínium-kalcium-foszfát, őrölt lágy foszfátérc, a típus megjelölése után kell megadni a foszfát hatóanyag tartalmat

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

Az oldódó P₂O₅ tartalmat a következő oldhatósági vizsgálatok szerint kell megadni:

- Thomas salak alapú műtrágyák [6. b) típusú oldhatóság szerint],
- kalcinált foszfát alapú műtrágyák (5-ös típusú oldhatóság szerint),
- alumínium-kalcium-foszfát alapú műtrágyák (7-es típusú oldhatóság szerint),
- lágy őrölt foszfátérc alapú műtrágyák (8-as típusú oldhatóság szerint).

Bázikus foszfát hatóanyagok szemcsemérete:

Thomas salak:	legalább 75%-a átesik a 0,160 mm-es szitán;
Alumínium-kalcium-foszfát:	legalább 90%-a átesik a 0,160 mm-es szitán;
Kalcinált foszfát:	legalább 75%-a átesik a 0,160 mm-es szitán;
Lágy őrölt foszfátérc:	legalább 90%-a átesik a 0,063 mm-es szitán;
Részben feltárt foszfátérc:	legalább 90%-a átesik a 0,160 mm-es szitán.

B/3. NK MŰTRÁGYÁK

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.
NK műtrágyák	Kémiai úton vagy keveréssel előállított termék, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül	18% (N + K ₂ O)	3% N 5% K ₂ O	1. Összes nitrogén 2. Nitrát nitrogén 3. Ammónia nitrogén 4. Karbamid nitrogén 5. Ciánamid nitrogén		Vízben oldódó K ₂ O	1. Összes nitrogén 2. Ha bármelyik nitrogén forma (2—5) mennyisége legalább 1 tömeg%, fel kell tüntetni		1. Vízen oldódó K ₂ O 2. Az „alacsony klór tartalmú” megjelölés legfeljebb 2% klórtartalomra vonatkozhat 3. A klórtartalom feltüntethető

B/4. PK MŰTRÁGYÁK

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

PK Kémiai úton 18% 5% P₂O₅
műtrágyák vagy keveréssel előállított termék, állati vagy növényi eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül

1. Vízen oldódó P₂O₅ Vízen oldódó
2. Semleges ammónium-citrátban oldódó P₂O₅ K₂O
3. Semleges ammónium-citrátban és vízben oldódó P₂O₅
4. Kizárólag ásványi savakban oldódó P₂O₅
5. Lúgos ammónium-citrátban oldódó P₂O₅ (Petermann)
6. a) Ásványi savakban oldódó P₂O₅, melynek legalább 75%-a oldódó 2%-os citromsavban
6. b) 2%-os citromsavban oldódó P₂O₅
7. Ásványi savakban oldódó P₂O₅, melynek legalább 75%-a oldódó lúgos ammónium-citrátban (Joulie)

1. Az olyan PK műtrágyánál, amely nem tartalmaz Thomas salakot, kalcinált foszfátércet, alumínium-kalcium-foszfátot, részben feltárt foszfátércet és őrlött lágy foszfátércet, a foszfortartalmat az 1-es, 2-es és 3-as típusú oldhatóság szerint kell feltüntetni:
— ha a vízben oldódó P₂O₅ nem éri el a 2%-ot, csak a 2-es típusú oldhatóságot kell feltüntetni,
— ha a vízben oldódó P₂O₅ meghaladja a 2%-ot, a 3-as típusú oldhatóságot kell feltüntetni és a vízben oldódó P₂O₅ tartalmat jelölni kell (1-es típusú oldhatóság)
A kizárólag ásványi savakban oldódó P₂O₅ tartalom nem lehet több mint 2%
(Ezen 1-es típus 2-es és 3-as típusú oldhatóságának meghatározására 1 g mintát kell bemérni.)

1. Vízen oldódó K₂O
2. Az „alacsony klór tartalmú” megjelölés legfeljebb 2% klórtartalomra vonatkozhat
3. A klórtartalom feltüntethető

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

8. Ásványi savakban oldódó P₂O₅, melynek legalább 55%-a oldódó 2%-os hangyasavban

2. a) Az őrölt lágy foszfátércet vagy részben feltárt foszfátércet tartalmazó PK műtrágyánál, amely nem tartalmazhat Thomas salakot, kalcinált foszfátércet és alumínium-kalcium-foszfátot, a foszfortartalmat az 1-es, 3-as és 4-es típusú oldhatóság szerint kell feltüntetni. Ezen műtrágya típusnak tartalmaznia kell:

- legalább 2% csak ásványi savakban oldódó P₂O₅-t (4-es típusú oldhatóság),
- legalább 5% semleges ammónium-citrátban és vízben oldódó P₂O₅-t (3-as típusú oldhatóság),
- legalább 2,5% vízben oldódó P₂O₅-t (1-es típusú oldhatóság)

Ezt a típusú műtrágyát a következő megjelöléssel kell forgalomba hozni: „PK műtrágya, őrölt lágy foszfátérc tartalmú” vagy „PK műtrágya, részben feltárt foszfátérc tartalmú”

[Ezen 2. a) típus 3-as típusú oldhatóságának meghatározására 3 g mintát kell bemérni.],

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

2. b) Az alumínium-kalcium-foszfátot tartalmazó PK műtrágyánál, amely nem tartalmazhat Thomas salakot, kalcinált foszfátércet, őrlött lágy foszfátércet és részben feltárt foszfátércet, a foszfortartalmat az 1-es és 7-es típusú oldhatóság szerint kell feltüntetni, az utóbbit a vízben oldhatóság levonásával alkalmazzuk

Ezen műtrágya típusnak tartalmaznia kell:

- legalább 2% vízben oldódó P₂O₅-t (1-es típusú oldhatóság),
 - legalább 5%, 7-es típusú oldhatóság szerinti P₂O₅-t
- Ezt a típusú műtrágyát a következő megjelöléssel kell forgalomba hozni: „PK műtrágya, alumínium-kalcium-foszfát tartalmú”

3. Azon PK műtrágyák esetében, amelyek kizárólag egyet tartalmaznak az alábbi foszfor műtrágya típusok közül: Thomas salak, kalcinált foszfátérc, alumínium-kalcium-foszfát, őrlött lágy foszfátérc, a típus megjelölése után kell megadni a foszfát hatóanyag tartalmat

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

Az oldódó P₂O₅ tartalmat a következő oldhatósági vizsgálatok szerint kell megadni:

- Thomas salak alapú műtrágyák [6. b) típusú oldhatóság szerint],
- kalcinált foszfát alapú műtrágyák (5-ös típusú oldhatóság szerint),
- alumínium-kalcium-foszfát alapú műtrágyák (7-es típusú oldhatóság szerint),
- lágy őrlött foszfátérc alapú műtrágyák (8-as típusú oldhatóság) szerint

Bázikus foszfát hatóanyagok szemcsemérete:

Thomas salak:	legalább 75%-a átesik a 0,160 mm-es szitán;
Alumínium-kalcium-foszfát:	legalább 90%-a átesik a 0,160 mm-es szitán;
Kalcinált foszfát:	legalább 75%-a átesik a 0,160 mm-es szitán;
Lágy őrlött foszfátérc:	legalább 90%-a átesik a 0,063 mm-es szitán;
Részben feltárt foszfátérc:	legalább 90%-a átesik a 0,160 mm-es szitán.

**B/5. NPK MŰTRÁGYÁK KROTONILIDÉN-DIKARBAMID
IZOBUTILIDÉN-DIKARBAMID VAGY KARBAMID-FORMALDEHID TARTALOMMAL**

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

NPK műtrágyák krotonilidén-dikarbamid, izobutilidén-dikarbamid vagy karbamid — formaldehid tartalommal	Kémiai úton vagy keveréssel előállított termék, állati eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül, krotonilidén-dikarbamid, izobutilidén-dikarbamid vagy karbamid — formaldehid tartalommal	20%(N + P ₂ O ₅ + K ₂ O)	5% N A megadott összes nitrogén tartalom legalább 25%-a az 5., 6. vagy 7. típusú nitrogén forma legyen A megadott 7. típusú nitrogén tartalom legalább 60%-a oldódjon forró vízben 5% P ₂ O ₅ 5% K ₂ O	1. Összes nitrogén 2. Nitrát nitrogén 3. Ammónia nitrogén 4. Karbamid nitrogén 5. Krotonilidén-dikarbamid nitrogén 6. Izobutilidén-dikarbamid nitrogén 7. Karbamid formaldehid nitrogén 8. Karbamid formaldehid nitrogén csak forró vízben oldódó 9. Karbamid formaldehid nitrogén hideg vízben oldódó	1. Vízben oldódó P ₂ O ₅ 2. Semleges ammónium-citrátban oldódó P ₂ O ₅ 3. Semleges ammónium-citrátban és vízben oldódó P ₂ O ₅	Vízben oldódó K ₂ O	1. Összes nitrogén 2. Ha bármelyik nitrogén forma (2—4) mennyisége legalább 1 tömeg%, fel kell tüntetni 3. Az 5., 6. és 7. típusú nitrogén formák egyike A 7. típusú nitrogén forma mennyiségét a 8. és 9. típusú nitrogén formában is ki kell fejezni	1. Az olyan NPK műtrágyánál, amely nem tartalmaz Thomas salakot, kalcinált foszfátércet, alumíniumkalcium-foszfátot, részben feltárt foszfátércet és őrölt lágy foszfátércet, a foszfor tartalmat az 1-es, 2-es és 3-as típusú oldhatóság szerint kell feltüntetni: — ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ nem éri el a 2%-ot csak a 2-es típusú oldhatóságot kell feltüntetni, — ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ meghaladja a 2%-ot, a 3-as típusú oldhatóságot kell feltüntetni és a vízben oldódó P ₂ O ₅ tartalmat jelölni kell (1-es típusú oldhatóság) A kizárólag ásványi savakban oldódó P ₂ O ₅ tartalom nem lehet több mint 2% (Ezen 1-es típus 2-es és 3-as típusú oldhatóságának meghatározására 1 g mintát kell bemejni.)	1. Vízben oldódó K ₂ O 2. Az „alacsony klór tartalmú” megjelölés legfeljebb 2% klór tartalomra vonatkozhat 3. A klór tartalom feltüntethető
--	---	---	---	--	--	--------------------------------	---	---	--

B/6. NP MŰTRÁGYÁK KROTONILIDÉN-DIKARBAMID,IZOBUTILIDÉN-DIKARBAMID
VAGY KARBAMID — FORMALDEHID TARTALOMMAL

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

NP műtrágyák krotonilidén-dikarbamid, izobutilidén-dikarbamid — formaldehid tartalommal	Kémiai úton vagy keveréssel előállított termék, állati eredetű szerves tápanyagok hozzáadása nélkül, krotonilidén-dikarbamid, izobutilidén-dikarbamid vagy karbamid-formaldehid tartalommal	18% (N + P ₂ O ₅)	5% N A megadott összes nitrogén tartalom leg- alább 25%-a az 5., 6. vagy 7. típusú nitrogén forma le- gyen A megadott 7. típusú nitrogén tartalom leg- alább 60%-a oldódjon forró vízben 5% P ₂ O ₅	1. Összes nitrogén	1. Vízben oldódó P ₂ O ₅	1. Összes nitrogén	1. Az olyan NP műtrágyánál, amely nem tartalmaz Thomas salakot, kalcinált foszfátércet, alumíniumkalcium-foszfátot, részben feltárt foszfátércet és őrlött lágy foszfátércet, a foszfor tartalmat az 1-es, 2-es és 3-as típusú oldhatóság szerint kell feltüntetni: — ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ nem éri el a 2%-ot, csak a 2-es típusú oldhatóságot kell feltüntetni, — ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ meghaladja a 2%-ot, a 3-as típusú oldhatóságot kell feltüntetni és a vízben oldódó P ₂ O ₅ tartalmat jelölni kell (1-es típusú oldhatóság) A kizárólag ásványi savakban oldódó P ₂ O ₅ tartalom nem lehet több mint 2% (Ezen 1-es típus 2-es és 3-as típusú oldhatóságának meghatározására 1 g mintát kell beme- rni.)
				2. Nitrát nitrogén	2. Semleges ammónium-citrátban oldódó P ₂ O ₅	2. Ha bármelyik nitrogén forma (2—4) mennyisége leg- alább 1 tömeg%, fel kell tüntetni	
				3. Ammónia nitrogén	3. Semleges ammónium-citrátban és vízben oldódó P ₂ O ₅	3. Az 5., 6. és 7. típusú nitrogén formák egyike A 7. típusú nitrogén forma mennyiségét a 8. és 9. típusú nitrogén formában is ki kell fejezni	
				4. Karbamid nitrogén			
				5. Krotonilidén-dikarbamid nitrogén			
				6. Izobutilidén-dikarbamid nitrogén			
				7. Karbamid formaldehid nitrogén			
				8. Karbamid formaldehid nitrogén csak forró vízben oldódó			
				9. Karbamid formaldehid nitrogén hideg vízben oldódó			

**B/7. NK MŰTRÁGYÁK KROTONILIDÉN-DIKARBAMID IZOBUTILIDÉN-DIKARBAMID
VAGY KARBAMID-FORMALDEHID TARTALOMMAL**

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

NK műtrágyák krotonilidén-dikarbamid, izobutilidén-dikarbamid — formaldehid tartalommal	Kémiai úton vagy keveréssel előállított termék, állati vagy növényi eredetű szerzős hozzáadása nélkül, krotonilidén-dikarbamid, izobutilidén-dikarbamid vagy karbamid-formaldehid tartalommal	18% (N + K ₂ O)	5% N A megadott összes nitrogén tartalom legalább 25%-a az 5., 6. vagy 7. típusú nitrogén forma legyen A megadott 7. típusú nitrogén tartalom legalább 60%-a oldódjon forró vízben 5% K ₂ O	1. Összes nitrogén	Vízben oldódó K ₂ O	1. Összes nitrogén	1. Vízben oldódó K ₂ O
				2. Nitrát nitrogén		2. Ha bármelyik nitrogén forma (2—4) mennyisége legalább 1 tömeg%, fel kell tüntetni	
				3. Ammónia nitrogén		3. Az 5., 6. és 7. típusú nitrogén formák egyike A 7. típusú nitrogén forma mennyiségét a 8. és 9. típusú nitrogén formában is ki kell fejezni	2. Az „alacsony klór tartalmú” megjelölés legfeljebb 2% klór tartalomra vonatkozhat
				4. Karbamid nitrogén			3. A klór tartalom feltűnethető
				5. Krotonilidén-dikarbamid nitrogén			
				6. Izobutilidén-dikarbamid nitrogén			
				7. Karbamid formaldehid nitrogén			
				8. Karbamid formaldehid nitrogén csak forró vízben oldódó			
				9. Karbamid formaldehid nitrogén hideg vízben oldódó			

C. FOLYÉKONY MŰTRÁGYÁK

C/1. EGYSZERŰ FOLYÉKONY MŰTRÁGYÁK

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
1.	Nitrogén műtrágya oldat	Kémiai úton és vízben való oldással nyert termék, atmoszférikus nyomáson állandó formában, növényi vagy állati eredetű szerves tápanyag hozzáadása nélkül.	15% N Összes nitrogénben kifejezve vagy, ha csak egyféle formában van, akkor nitrát, ammónia vagy karbamid nitrogén formában kifejezve Biuret tartalom: legfeljebb a karbamid-nitrogén $\times 0,026$		Összes nitrogén, és ha bármelyik nitrogén forma mennyisége legalább tömeg 1%: — nitrát nitrogén — ammónia nitrogén — karbamid nitrogén Ha a biuret tartalom kisebb mint 0,2% az „alacsony biuret-tartalmú” jelölést fel lehet tüntetni
2.	Ammónium-nitrát-karbamid műtrágya oldat	Kémiai úton és vízben való oldással nyert termék, amely ammónium-nitrátot és karbamidot tartalmaz.	26% N Összes nitrogénben kifejezve, ahol a karbamid nitrogén mennyisége az összes nitrogénnek körülbelül a fele Biuret tartalom: legfeljebb 0,5%		Összes nitrogén Nitrát nitrogén Ammónia nitrogén Karbamid nitrogén Ha a biuret tartalom kisebb mint 0,2% az „alacsony biuret-tartalmú” jelölést fel lehet tüntetni
3.	Kalcium-nitrát oldat	A terméket kalcium-nitrát vízben való oldásával nyerik.	8% N Nitrát nitrogénben kifejezve, az ammónia nitrogén tartalom legfeljebb 1%	A típus megjelölés a következő megjegyzésekkel kiegészíthető: — levéltrágyázás céljára — tápoldatos öntözés céljára	Összes nitrogén Megadható: — nitrát nitrogén — ammónia nitrogén — vízben oldódó kalcium oxid az 5. oszlopban felsorolt felhasználás esetén
4.	Magnézium-nitrát oldat	Kémiai úton és magnézium-nitrát vízben való oldásával nyert termék.	6% N Nitrát nitrogénben kifejezve 9% MgO Vízben oldódó magnézium-oxidban kifejezve A pH: legalább 4.		Nitrát nitrogén Vízben oldódó magnézium-oxid

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
5.	Kalcium-nitrát szuszpenzió	A terméket kalcium-nitrát vízben való szuszpendálásával nyerik.	8% N Összes vagy nitrát és ammónia nitrogénben kifejezve. Az ammónia nitrogén tartalom legfeljebb 1% 14% CaO Vízben oldódó kalcium-oxidban kifejezve	A típus megjelölés a következő megjegyzésekkel kiegészíthető: — levéltrágyázás céljára — oldat és szuszpenzió készítés céljára — tápoldatos öntözés céljára	Összes nitrogén Nitrát nitrogén Vízben oldódó kalcium-oxid
6.	Karbamid-formaldehid tartalmú nitrogén műtrágya oldat	Kémiai úton vagy karbamid-formaldehid és nitrogén műtrágya (A/1. táblázat a 3. a), 3. b) és 5. termékek kivételével) vízben való oldásával keletkezik.	18% N Összes nitrogénben kifejezve A deklarált összes nitrogén tartalom legalább 1/3-a karbamid-formaldehid formában van Biuret tartalom: legfeljebb (karbamid nitrogén + karbamid-formaldehid nitrogén) $\times$ 0,026		Összes nitrogén Az a nitrogén forma, amelyik legalább 1 tömeg%: Nitrát nitrogén Ammónia nitrogén Karbamid nitrogén Karbamid-formaldehidben kötött nitrogén
7.	Karbamid-formaldehid tartalmú nitrogén műtrágya szuszpenzió	Kémiai úton vagy karbamid-formaldehid és nitrogén műtrágya (A/1. táblázat a 3. a), 3. b) és 5. termékek kivételével) vízben való szuszpendálásával keletkezik.	18% N Összes nitrogénben kifejezve A deklarált összes nitrogén tartalom legalább 1/3-a karbamid-formaldehid formában van A deklarált érték legalább 60%-a oldódjon forró vízben Biuret tartalom: legfeljebb (karbamid nitrogén + karbamid-formaldehid nitrogén) $\times$ 0,026		Összes nitrogén Az a nitrogén forma, amelyik legalább 1 tömeg%: Nitrát nitrogén Ammónia nitrogén Karbamid nitrogén Karbamid-formaldehidben kötött nitrogén Hideg vízben oldódó karbamid-formaldehidben kötött nitrogén Csak forró vízben oldódó karbamid-formaldehidben kötött nitrogén

C/2. ÖSSZETETT FOLYÉKONY MŰTRÁGYÁK

C/2.1. NPK MŰTRÁGYA OLDAT

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

NPK műtrágya oldat	Kémiai úton és vízben való oldással nyert termék, atmoszférikus nyomáson állandó formában, növényi vagy állati eredetű szerves tápanyag hozzáadása nélkül	15% (N + P ₂ O ₅ + K ₂ O) Biuret tartalom: legfeljebb karbamid nitrogén × 0,026	2% N 3% P ₂ O ₅ 3% K ₂ O Biuret tartalom: legfeljebb karbamid nitrogén × 0,026	1. Összes nitrogén 2. Nitrát nitrogén 3. Ammónia nitrogén 4. Karbamid nitrogén	Vízben oldódó P ₂ O ₅	Vízben oldódó K ₂ O	1. Összes nitrogén 2. Ha bármelyik nitrogénforma (2—4) mennyisége legalább 1 tömeg%, fel kell tüntetni Ha a biuret tartalom kisebb, mint 0,2%, az „alacsony biuret-tartalmú” jelölést fel lehet tüntetni	Vízben oldódó P ₂ O ₅	1. Vízben oldódó K ₂ O 2. Az „alacsony klór tartalmú” megjelölés legfeljebb 2% klór tartalomra vonatkozhat 3. A klór tartalom feltüntethető
--------------------	---	--	---	---	---	--------------------------------	--	---	--

C/2.2. NPK MŰTRÁGYA SZUSZPENZIÓ

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

NPK műtrágya szuszpenzió	Folyékony termék, melyben a tápanyagok vízben szuszpendált és oldott formában vannak, növényi vagy állati eredetű szerves tápanyag hozzáadása nélkül	20% (N + P ₂ O ₅ + K ₂ O) Biuret tartalom: legfeljebb a karbamid nitrogén × 0,026	3% N 4% P ₂ O ₅ 4% K ₂ O Biuret tartalom: legfeljebb karbamid nitrogén × 0,026	1. Összes nitrogén 2. Nitrát nitrogén 3. Ammónia nitrogén 4. Karbamid nitrogén	1. Vízben oldódó P ₂ O ₅ 2. Semleges ammónium-citrátban oldódó P ₂ O ₅ 3. Vízben és semleges ammónium-citrátban oldódó P ₂ O ₅	Vízben oldódó K ₂ O	1. Összes nitrogén 2. Ha bármelyik nitrogénforma (2—4) mennyisége legalább 1 tömeg%, fel kell tüntetni Ha a biuret tartalom kisebb, mint 0,2%, az „alacsony biuret-tartalmú” jelölést fel lehet tüntetni	A műtrágya nem tartalmazhat Thomas salakot, alumínium-kalciumfoszfátot, kalcinált foszfátot, részben oldott foszfátot vagy természetes foszfátokat 1. Ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ tartalom kisebb, mint 2%, csak a 2-es oldhatóságot kell megadni 2. Ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ tartalom legalább 2%, a 3-as típusú oldhatóságot és a vízben oldódó P ₂ O ₅ tartalmat kell megadni	1. Vízben oldódó K ₂ O 2. Az „alacsony klór tartalmú” megjelölés legfeljebb 2% klór tartalomra vonatkozhat 3. A klór tartalom feltüntethető
--------------------------	--	--	---	---	--	--------------------------------	--	---	--

C/2.3. NP MŰTRÁGYA OLDAT

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

NP műtrágya oldat	Kémiai úton és vízben való oldással nyert termék, atmoszférikus nyomáson állandó formában, növényi vagy állati eredetű szerves tápanyag hozzáadása nélkül	18% (N + P ₂ O ₅)	3% N 5% P ₂ O ₅	1. Összes nitrogén	Vízben oldódó		1. Összes nitrogén	Vízben oldódó P ₂ O ₅	
		Biuret tartalom: legfeljebb	Biuret tartalom: legfeljebb	2. Nitrát nitrogén	P ₂ O ₅		2. Ha bármelyik nitrogén forma (2—4) mennyisége legalább 1 tömeg%, fel kell tüntetni		
		karbamid nitrogén × 0,026	karbamid nitrogén × 0,026	3. Ammónia nitrogén			Ha a biuret tartalom kisebb mint 0,2%, az „alacsony biuret-tartalmú” jelölést fel lehet tüntetni		
				4. Karbamid nitrogén					

C/2.4. NP MŰTRÁGYA SZUSZPENZIÓ

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

NP műtrágya szuszpenzió	Folyékony termék, melyben a tápanyagok vízben szuszpendált és oldott formában vannak, növényi vagy állati eredetű szerves tápanyag hozzáadása nélkül	18% (N + P ₂ O ₅)	3% N 5% P ₂ O ₅	1. Összes nitrogén	1. Vízben oldódó P ₂ O ₅		1. Összes nitrogén	1. Ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ tartalom kisebb, mint 2%, csak a 2-es oldhatóságot kell megadni	
		Biuret tartalom: legfeljebb	Biuret tartalom: legfeljebb	2. Nitrát nitrogén	2. Semleges ammónium-citrátban oldódó P ₂ O ₅		2. Ha bármelyik nitrogén forma (2—4) mennyisége legalább 1 tömeg%, fel kell tüntetni	2. Ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ tartalom legalább 2%, a 3-as típusú oldhatóságot és a vízben oldódó P ₂ O ₅ tartalmat kell megadni	
		karbamid nitrogén × 0,026	karbamid nitrogén × 0,026	3. Ammónia nitrogén	3. Vízben és semleges ammónium-citrátban oldódó P ₂ O ₅		Ha a biuret tartalom kisebb mint 0,2%, az „alacsony biuret-tartalmú” jelölést fel lehet tüntetni	A műtrágya nem tartalmazhat Thomas salakot, alumínium-kalcium-foszfátot, kalcinált foszfátot, részben oldott foszfátot vagy természetes foszfátokat	
				4. Karbamid nitrogén					

C/2.5. NK MŰTRÁGYA OLDAT

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

NK műtrágya oldat	Kémiai úton és vízben való oldással nyert termék, atmoszférikus nyomáson állandó formában, növényi vagy állati eredetű szerves tápanyag hozzáadása nélkül	15% (N + K ₂ O)	3% N 5% K ₂ O	1. Összes nitrogén		Vízben oldódó K ₂ O	1. Összes nitrogén		1. Vízben oldódó K ₂ O
		Biuret tartalom: legfeljebb a karbamid nitrogén × 0,026	Biuret tartalom: legfeljebb karbamid nitrogén × 0,026	2. Nitrát nitrogén			2. Ha bármelyik nitrogén forma (2—4) mennyisége legalább 1 tömeg%, fel kell tüntetni		2. Az „alacsony klór tartalmú” megjelölés legfeljebb 2% klór tartalomra vonatkozhat
				3. Ammónia nitrogén			Ha a biuret tartalom kisebb mint 0,2%, az „alacsony biuret-tartalmú” jelölést fel lehet tüntetni		3. A klór tartalom feltüntethető
				4. Karbamid nitrogén					

C/2.6. NK MŰTRÁGYA SZUSZPENZIÓ

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

NK műtrágya szuszpenzió	Folyékony termék, melyben a tápanyagok vízben szuszpendált és oldott formában vannak, növényi vagy állati eredetű szerves tápanyag hozzáadása nélkül	18% (N + K ₂ O)	3% N 5% K ₂ O	1. Összes nitrogén		Vízben oldódó K ₂ O	1. Összes nitrogén		1. Vízben oldódó K ₂ O
		Biuret tartalom: legfeljebb a karbamid nitrogén × 0,026	Biuret tartalom: legfeljebb karbamid nitrogén × 0,026	2. Nitrát nitrogén			2. Ha bármelyik nitrogén forma (2—4) mennyisége legalább 1 tömeg%, fel kell tüntetni		2. Az „alacsony klór tartalmú” megjelölés legfeljebb 2% klór tartalomra vonatkozhat
				3. Ammónia nitrogén			Ha a biuret tartalom kisebb mint 0,2%, az „alacsony biuret-tartalmú” jelölést fel lehet tüntetni		3. A klór tartalom feltüntethető
				4. Karbamid nitrogén					

C/2.7. PK MŰTRÁGYA OLDAT

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

PK műtrágya oldat	Kémiai úton és vízben való oldással nyert termék, növényi vagy állati eredetű szerves tápanyag hozzáadása nélkül	18% (P ₂ O ₅ + K ₂ O)	5% P ₂ O ₅ 5% K ₂ O	Vízben oldódó P ₂ O ₅	Vízben oldódó K ₂ O	Vízben oldódó P ₂ O ₅	1. Vízben oldódó K ₂ O 2. Az „alacsony klór tartalmú” megjelölés legfeljebb 2% klór tartalomra vonatkozhat 3. A klór tartalom feltűnethető
-------------------	--	--	---	---	--------------------------------	---	---

C/2.8. PK MŰTRÁGYA SZUSZPENZIÓ

Típus	Az előállításra vonatkozó adatok	Minimális tápanyag tartalom (tömegszázalékban)		A műtrágyák 8., 9. és 10. oszlopban meghatározott formái, oldhatósága és a megadott tápanyag tartalom; szemcseméret eloszlás			A műtrágyák azonosítási adatai; egyéb követelmények		
		Összes	Az egyes tápanyagok	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.

PK műtrágya szuszpenzió	Folyékony termék, melyben a tápanyagok vízben szuszpendált és oldott formában vannak, növényi vagy állati eredetű szerves tápanyag hozzáadása nélkül	18% (P ₂ O ₅ + K ₂ O)	5% P ₂ O ₅ 5% K ₂ O	1. Vízben oldódó P ₂ O ₅ 2. Semleges ammónium-citrátban oldódó P ₂ O ₅ 3. Vízben és semleges ammónium-citrátban oldódó P ₂ O ₅	Vízben oldódó K ₂ O	1. Ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ tartalom kisebb, mint 2% csak a 2-es oldhatóságot kell megadni 2. Ha a vízben oldódó P ₂ O ₅ tartalom legalább 2%, a 3-as típusú oldhatóságot és a vízben oldódó P ₂ O ₅ tartalmat kell megadni A műtrágya nem tartalmazhat Thomas salakot, alumínium-kalciumfoszfátot, kalcinált foszfátot, részben oldott foszfátot vagy természetes foszfátokat.	1. Vízben oldódó K ₂ O 2. Az „alacsony klór tartalmú” megjelölés legfeljebb 2% klór tartalomra vonatkozhat 3. A klór tartalom feltűnethető
-------------------------	--	--	---	--	--------------------------------	---	---

D. MEZOELEM TARTALMÚ MŰTRÁGYÁK

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
1.	Kalcium-szulfát	Természetes vagy ipari eredetű termék, mely különböző kristályvíz tartalmú kalcium-szulfátot tartalmaz	25% CaO 35% SO ₃ A kalcium és kén tartalom összes CaO -ban és SO ₃ -ban van kifejezve Szemcseméret: — legalább 80% átesik a 2 mm-es szitán — legalább 99% átesik a 10 mm-es szitán	A használatos kereskedelmi nevek megadhatók	Összes kén-trioxid Az összes kalcium-oxid tartalom is megadható
2.	Kalcium-klorid oldat	Ipari eredetű kalcium-klorid oldat	12% CaO A kalcium vízben oldódó CaO-ban van kifejezve.		Kalcium-oxid Feltüntethető: kijuttatás levéltrágyaként
3.	Elemi kén	Többé-kevésbé tisztított, természetes vagy ipari eredetű termék.	98% S (245% SO ₃) A kén tartalom összes SO ₃ -ban van kifejezve.		Összes kén-trioxid
4.	Kieserit	Ásványi eredetű termék, mely fő alkotóként magnézium-szulfát-monohidrátot tartalmaz.	24% MgO 45% SO ₃ A magnézium és kén tartalom vízben oldódó MgO-ban és SO ₃ -ban van kifejezve.	A használatos kereskedelmi nevek megadhatók	Vízben oldódó magnézium-oxid A vízben oldódó kén-trioxid tartalom is megadható
5.	Magnézium-szulfát	A termék fő alkotóként magnézium-szulfát-heptahidrátot tartalmaz.	15% MgO 28% SO ₃ A magnézium és kén tartalom vízben oldódó MgO-ban és SO ₃ -ban van kifejezve.	A használatos kereskedelmi nevek megadhatók	Vízben oldódó magnézium-oxid A vízben oldódó kén-trioxid tartalom is megadható
5.1.	Magnézium-szulfát oldat	A terméket ipari eredetű magnézium-szulfát vízben való oldásával nyerik.	5% MgO 10% SO ₃ A magnézium és kén tartalom vízben oldódó MgO-ban és SO ₃ -ban van kifejezve.	A használatos kereskedelmi nevek megadhatók	Vízben oldódó magnézium-oxid A vízben oldódó kén-trioxid tartalom is megadható
5.2.	Magnézium-hidroxid	Kémiai úton nyert termék, amely magnézium-hidroxidot tartalmaz alapvető összetevőként.	60% MgO Szemcseméret: legalább 99% átesik a 0,063 mm-es szitán		Összes magnézium-oxid
5.3.	Magnézium-hidroxid szuszpenzió	A terméket az 5.2.-es típus szuszpendálásával nyerik	24% MgO		Összes magnézium-oxid
6.	Magnézium-klorid oldat	A terméket ipari eredetű magnézium-klorid oldásával nyerik.	13% MgO A magnéziumot magnézium-oxidban fejezik ki Kalcium tartalom: legfeljebb 3% CaO		Magnézium-oxid

A mezoelemek tartalma abban az esetben tüntethető fel, ha a tápelem tartalom eléri legalább az alábbi értékeket:

Tápelem	Minimális érték tömegszázalékban (m/m%)
Kalcium — Kalcium-oxid	1,4 Ca 2,0 CaO
Magnézium — Magnézium-oxid	1,2 Mg 2,0 MgO
Nátrium — Nátrium-oxid	2,2 Na 3,0 Na ₂ O
Kén — Kén-trioxid	2,0 S 5,0 SO ₃

A kalcium tartalom a folyékony műtrágyáknál akkor tüntethető fel, ha eléri legalább az alábbi értéket:

Kalcium — Kalcium-oxid	5,7 Ca 8,0 CaO
---------------------------	-------------------

E. MIKROELEM TARTALMÚ MŰTRÁGYÁK

E/1. EGYETLEN MIKROELEMET TARTALMAZÓ MŰTRÁGYÁK

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
BÓR					
1. a)	Bórsav	A terméket borát savval történő reakciójával nyerik.	14% vízben oldódó B	A használatos kereskedelmi nevek megadhatók.	Vízben oldódó bór (B)
1. b)	Nátrium-borát	Kémiai úton nyert termék, amely nátrium-borátot tartalmaz alapvető összetevőként.	10% vízben oldódó B	A használatos kereskedelmi nevek megadhatók.	Vízben oldódó bór (B)
1. c)	Kalcium-borát	A terméket colemanitból vagy pandermitből nyerik, melyek kalcium-borátot tartalmaznak alapvető összetevőként.	7% összes B Szemcseméret: legalább 98% átesik a 0,063 mm-es szitán	A használatos kereskedelmi nevek megadhatók.	Összes bór (B)
1. d)	Bór-etanol-amin	A terméket bórsav és etanol-amin reakciójával nyerik.	8% vízben oldódó B		Vízben oldódó bór (B)
1. e)	Bór alapú műtrágya oldat	A terméket az 1. a) és/vagy 1. b) és/vagy 1. d) oldásával nyerik.	2% vízben oldódó B	A jelölésnek tartalmaznia kell az alkotórészek nevét.	Vízben oldódó bór (B)
1. f)	Bór alapú műtrágya szuszpenzió	A terméket az 1. a) és/vagy 1. b) és/vagy 1. d) vízben való szuszpendálásával nyerik.	2% vízben oldódó B	A jelölésnek tartalmaznia kell az alkotórészek nevét.	Vízben oldódó bór (B)
KOBALT					
2. a)	Kobalt só	Kémiai úton nyert termék, amely a kobalt ásványi sóját tartalmazza alapvető összetevőként.	19% vízben oldódó Co	A címkén fel kell tüntetni az ásványi anion nevét.	Vízben oldódó kobalt (Co)
2. b)	Kobalt kelát	Vízben oldódó termék, melyet kobalt és egy kelátképző kémiai reakciójával nyernek.	2% vízben oldódó Co, a deklarált érték legalább 80%-a kelát kötésben	A kelátképző reagens neve.	Vízben oldódó kobalt (Co) Kelát kötésben levő kobalt (Co)
2. c)	Kobalt műtrágya oldat	A terméket a 2. a) és/vagy a 2. b) típusú műtrágyák vízben való oldásával nyerik.	2% vízben oldódó kobalt (Co)	A címkének tartalmaznia kell: a) az ásványi anion(ok) nevét; b) a kelátképző reagens(ek) nevét.	Vízben oldódó kobalt (Co) Kelát kötésben levő kobalt (Co), ha van benne.

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
RÉZ					
3. a)	Réz só	Kémiai úton nyert termék, amely a réz ásványi sóját tartalmazza alapvető összetevőként	20% vízben oldódó Cu	A címkén fel kell tüntetni az ásványi anion nevét.	Vízben oldódó réz (Cu)
3. b)	Réz-oxid	Kémiai úton nyert termék, amely réz-oxidot tartalmaz alapvető összetevőként	70% összes Cu Szemcseméret: legalább 98% átesik a 0,063 mm-es szitán		Összes réz (Cu)
3. c)	Réz-hidroxid	Kémiai úton nyert termék, amely a réz-hidroxidot tartalmaz alapvető összetevőként	45% összes Cu Szemcseméret: legalább 98%-a átesik a 0,063 mm-es szitán		Összes réz (Cu)
3. d)	Réz-kelát	Vízben oldódó termék, melyet réz és egy kelátképző kémiai reakciójával nyernek	9% vízben oldódó Cu, a deklarált érték legalább 80%-a kelát kötésben	A kelátképző reagens neve.	Vízben oldódó réz (Cu) Kelát kötésben levő réz (Cu)
3. e)	Réz alapú műtrágya	A terméket a 3. a) és/vagy a 3. b) és/vagy a 3. c) és/vagy egy egyedüli 3. d) típus, és ha szükséges egy sem tápanyagot sem toxikus anyagot nem tartalmazó adalékanyagból, keveréssel nyerik	5% összes Cu	A címkének tartalmaznia kell: a) az ásványi anion(ok) nevét; b) a kelátképző reagens(ek) nevét, ha van benne.	Összes réz (Cu) Vízben oldódó réz (Cu), ha ennek mennyisége legalább az összes réz L'-e Kelát kötésben levő réz (Cu), ha van benne
3. f)	Réz oldat műtrágya	A terméket a 3. a) és/vagy a 3. d) típus vízben való oldásával nyerik	3% vízben oldódó Cu	A címkének tartalmaznia kell: a) az ásványi anion(ok) nevét; b) a kelátképző reagens(ek) nevét, ha van benne.	Víz-oldódó réz (Cu) Kelát kötésben levő réz (Cu), ha van benne
3. g)	Réz-oxiklorid	Kémiai úton nyert termék, amely réz-oxikloridot tartalmaz alapvető összetevőként	50% összes Cu Szemcseméret: legalább 98%-a átesik a 0,063 mm-es szitán		Összes réz (Cu)
3. h)	Réz-oxiklorid szuszpenzió	A terméket a 3. g) típus vízben való szuszpendálásával nyerik	17% összes Cu		Összes réz (Cu)
VAS					
4. a)	Vas só	Kémiai úton nyert termék, amely a vas ásványi sóját tartalmazza alapvető összetevőként.	12% vízben oldódó Fe	A címkén fel kell tüntetni az ásványi anion nevét.	Vízben oldódó vas (Fe)

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
4. b)	Vas kelát	Vízben oldódó termék, melyet vas és egy kelátképző kémiai reakciójával nyernek.	5% vízben oldódó Fe, a deklarált érték legalább 80%-a kelát kötésben.	A kelátképző reagens neve.	Vízben oldódó vas (Fe) Kelát kötésben levő vas (Fe)
4. c)	Vas műtrágya oldat	A terméket a 4. a) és/vagy a 4. b) típus vízben való oldásával nyerik.	2% vízben oldódó Fe	A címkének tartalmaznia kell: a) az ásványi anion(ok) nevét; b) a kelátképző reagens(ek) nevét, ha van benne.	Vízben oldódó vas (Fe) Kelát kötésben levő vas (Fe), ha van benne.
MANGÁN					
5. a)	Mangán só	Kémiai úton nyert termék, amely a mangán (Mn^{II}) ásványi sóját tartalmazza alapvető összetevőként.	17% vízben oldódó Mn	A címkén fel kell tüntetni az ásványi anion nevét.	Víz-oldódó mangán (Mn)
5. b)	Mangán kelát	Vízben oldódó termék, melyet mangán és egy kelátképző kémiai reakciójával nyernek.	5% vízben oldódó Mn, a deklarált érték legalább 8/10-e kelát kötésben.	A kelátképző reagens neve.	Víz-oldódó mangán (Mn) Kelát kötésben levő mangán (Mn)
5. c)	Mangán-oxid	Kémiai úton nyert termék, amely a mangán-oxidokat tartalmazza alapvető összetevőként.	40% összes Mn Szemcseméret: legalább 80%-a átesik a 0,063 mm-es szitán.		Összes mangán (Mn)
5. d)	Mangán alapú műtrágya	A terméket az 5. a) és az 5. c) típusból keveréssel nyerik.	17% összes Mn	A címkének tartalmaznia kell a mangán komponensek nevét.	Összes mangán (Mn) Víz-oldódó mangán (Mn), ha ennek mennyisége legalább az összes mangán 1/4-e
5. e)	Mangán alapú műtrágya oldat	A terméket az 5. a) és/vagy az 5. b) típus vízben való oldásával nyerik.	3% vízben oldódó Mn	A címkének tartalmaznia kell: a) az ásványi anion(ok) nevét; b) a kelátképző reagens(ek) nevét, ha van benne.	Vízben oldódó mangán (Mn) Kelát kötésben levő mangán (Mn) ha van benne.
MOLIBDÉN					
6. a)	Nátrium-molibdenát	Kémiai úton nyert termék, amely nátrium-molibdenátot tartalmaz alapvető összetevőként.	35% vízben oldódó Mo		Vízben oldódó molibdén (Mo)

Szám	Típus	Az előállításra és az alapvető összetevőkre vonatkozó adatok	Előírt minimális tápanyag tartalom (tömegszázalék); a tápanyagok kifejezésére vonatkozó adatok; egyéb követelmények	A típus megjelölésére vonatkozó egyéb adatok	A deklarált tápanyag tartalom; a tápanyagok formái és oldhatósága; egyéb követelmények
1.	2.	3.	4.	5.	6.
6. b)	Ammónium-molibdenát	Kémiai úton nyert termék, amely ammónium-molibdenátot tartalmaz alapvető összetevőként.	50% vízben oldódó Mo		Vízben oldódó molibdén (Mo)
6. c)	Molibdén alapú műtrágya	A terméket a 6. a) és a 6. b) típusból keveréssel nyerik	35% vízben oldódó Mo	A címkének tartalmaznia kell a molibdén komponens(ek) nevét.	Vízben oldódó molibdén (Mo)
6. d)	Molibdén alapú műtrágya oldat	A terméket a 6. a) és/vagy a 6. b) típus vízben való oldásával nyerik	3% vízben oldódó Mo	A címkének tartalmaznia kell a molibdén komponens(ek) nevét.	Vízben oldódó molibdén (Mo)
CINK					
7. a)	Cink só	Kémiai úton nyert termék, amely a cink ásványi sóját tartalmazza alapvető összetevőként	15% vízben oldódó Zn	A címkén fel kell tüntetni az ásványi anion nevét.	Vízben oldódó cink (Zn)
7. b)	Cink kelát	Vízben oldódó termék, melyet cink és egy kelátképző kémiai reakciójával nyernek.	5% vízben oldódó Zn, a deklarált érték legalább 8/10-e kelát kötésben van	A kelátképző reagens neve.	Vízben oldódó cink (Zn) Kelát kötésben levő cink (Zn)
7. c)	Cink-oxid	Vegyí úton nyert termék, amely cink-oxidot tartalmaz alapvető összetevőként	70% összes Zn Szemcseméret: legalább 80%-a átesik a 0,063 mm-es szitán		Összes cink (Zn)
7. d)	Cink alapú műtrágya	A terméket a 7. a) és a 7. c) típusból keveréssel nyerik	30% összes Zn	A címkének tartalmaznia kell a cink komponens(ek) nevét.	Összes Cink (Zn) Vízben oldódó cink (Zn), ha ennek mennyisége legalább az összes cink 1/4-e
7.e)	Cink alapú műtrágya oldat	A terméket a 7. a) és/vagy a 7. b) típus vízben való oldásával nyerik	3% vízben oldódó Zn	A címkének tartalmaznia kell: a) az ásványi anion(ok) nevét; b) a kelátképző reagens(ek) nevét, ha van benne.	Vízben oldódó cink (Zn) Kelát kötésben levő cink (Zn), ha van jelen

E/2. ÖSSZETETT MIKROELEM TARTALMÚ MŰTRÁGYÁK HATÓANYAGTARTALMÁNAK ELŐÍRÁSAI

E/2.1. SZILÁRD ÉS FOLYÉKONY MIKROELEM MŰTRÁGYÁK KEVERÉKEINEK LEGKISEBB MIKROELEM TARTALMA

Mikroelemek	Kizárólag szervesetlen formában levő mikroelem (tömegszázalék)	Kelát vagy komplex formában levő mikroelem (tömegszázalék)
Bór (B)	0,2	0,2
Kobalt (Co)	0,02	0,02
Réz (Cu)	0,5	0,1
Vas (Fe)	2,0	0,3
Mangán (Mn)	0,5	0,1
Molibdén (Mo)	0,02	—
Cink (Zn)	0,5	0,1

A szilárd műtrágya keverék mikroelem tápanyag tartalma: legalább 5 tömeg%.

A folyékony műtrágya keverék mikroelem tartalma: legalább 2 tömeg%.

E/2.2. TALAJTRÁGYÁZÁSRA SZOLGÁLÓ MAKRO- ÉS/VAGY MEZOELEMEKET IS TARTALMAZÓ ÖSSZETETT MIKROELEM TARTALMÚ MŰTRÁGYÁK LEGKISEBB MIKROELEM TARTALMA

Mikroelemek	Szántó és rét-legelő (tömegszázalék)	Kertészeti kultúrák (tömegszázalék)
Bór (B)	0,01	0,01
Kobalt (Co)	0,002	—
Réz (Cu)	0,01	0,002
Vas (Fe)	0,5	0,02
Mangán (Mn)	0,1	0,01
Molibdén (Mo)	0,001	0,001
Cink (Zn)	0,01	0,002

*E/2.3. LEVÉLTRÁGYÁZÁSRA SZOLGÁLÓ MAKRO- ÉS/VAGY MEZELEMEKET IS TARTALMAZÓ
ÖSSZETETT MIKROELEM TARTALMÚ MŰTRÁGYÁK LEGKISEBB MIKROELEM TARTALMA*

Mikroelemek	Tömegszázalék
Bór (B)	0,01
Kobalt (Co)	0,002
Réz (Cu)	0,002
Vas (Fe)	0,02
Mangán (Mn)	0,01
Molibdén (Mo)	0,001
Cink (Zn)	0,002

E/3. MAGYARORSZÁGON FELHASZNÁLHATÓ KELÁTKÉPZŐK

A következő savak, illetve azok nátrium, kálium vagy ammónium sói:

Etiléndiamin-tetraecetsav	EDTA	$C_{10}H_{16}O_8N_2$
Dietiléntriamin-pentaecetsav	DPTA	$C_{14}H_{23}O_{10}N_3$
Etiléndiamin-di(o-hiroxifenil)ecetsav	EDDHA	$C_{18}H_{26}O_6N_2$
Hidroxi-2-etiléndiamin-tetraecetsav	HEEDTA	$C_{10}H_{18}O_7N_2$
Etiléndiamin-di (o-hidroxi-p-metil-fenil)ecetsav	EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$
Etiléndiamin-di (5-karboxi-2-hidroxi-fenil)ecetsav	EDDCHA	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$
Parafenol-szulfonsav K- vagy Mg sója	KPSHA''	

11. Az R. 3. számú melléklete 2. számú függelékének negyedik francia bekezdése helyébe a következő rendelkezés lép:

„— Ha maximális érték nincs megadva, a tápanyagokat tekintve a feltüntetett érték túllépése — a mikroelemeket tartalmazó műtrágyák kivételével — nem korlátozott.”

12. Az R. 3. számú melléklete 2. számú függeléke E. MIKROELEM TARTALMÚ MŰTRÁGYÁK fejezete helyébe a következő rendelkezés lép:

„E. MIKROELEM TARTALMÚ MŰTRÁGYÁK

Mikroelem tartalom (m/m%)	Tolerancia (m/m%)
2 tömegszázalék felett	+/- 0,4
2 tömegszázalék alatt	+/- a feltüntetett tartalom 20%-a''

13. Az R. 3. számú melléklete 2. számú függeléke a következő fejezettel egészül ki:

„F. EGYÉB MŰTRÁGYÁK

Hatóanyag tartalom (m/m%)	Tolerancia (m/m%)
2 tömegszázalék alatt	+/- a feltüntetett tartalom 20%-a
2—10 tömegszázalék között	+/- 0,4
10 tömegszázalék felett	+/- 1,1''

IV.

Az R. 4. számú mellékletének 13. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:

„13. A termésnövelő anyag — kérelmező által megadott — vámtarifaszáma hat számjegyig.”

2. számú melléklet az 50/2003. (V. 9.) FVM rendelethez

[7. számú melléklet a 8/2001. (I. 26.) FVM rendelethez]

MINTAVÉTELI ÉS ELEMZÉSI MÓDSZEREK

I. MINTAVÉTELI ELJÁRÁS MŰTRÁGYÁK ELLENŐRZÉSÉHEZ

1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

A műtrágyák minőségének és összetételének hatósági ellenőrzése céljára szánt mintákat az alábbi módszerek szerint kell venni. Az így nyert mintákat a megmintázott tételekre nézve reprezentatívnak kell tekinteni.

2. HATÓSÁGI MINTAVEVŐK

A mintákat a tagállamok által e célra felhatalmazott szakképzett hatósági mintavevőknek kell vennie.

3. FOGALOMMEGHATÁROZÁSOK

Megmintázott tétel: a termék egy egységet képező, feltételezeten egységes tulajdonságokat mutató mennyisége.

Elemi minta: a megmintázott tétel egy pontjából vett mennyiség.

Átlagminta: azonos tételből vett elemi minták egyesítéséből származó minta.

Redukált minta: az átlagminta reprezentatív része, amelyet az átlagmintából csökkentési eljárással nyertek.

Végső (laboratóriumi) minta: a redukált minta reprezentatív része.

4. FELSZERELÉS

4.1. A mintavételi felszerelésnek olyan anyagból kell készülnie, amely a mintázandó termék tulajdonságait nem változtatja meg. E felszerelés kizárólag a tagállamok által hivatalosan jóváhagyott lehet.

4.2. Szilárd műtrágyák mintavételére javasolt eszközök

4.2.1. Kézi mintavétel

4.2.1.1. Lapos fenekű kézi lapát függőleges oldalfalakkal.

4.2.1.2. Mintavevő szonda hosszú nyílással vagy kamrákkal. A mintavevő szonda mérete alkalmazkodjon a mintázandó tétel jellemzőihez (tartály mélysége, zsákméret stb.) és a műtrágya szemcsenagyságához.

4.2.2. Automata mintavétel

Jóváhagyott automata mintavevő készüléket lehet használni a mozgásban lévő műtrágya mintázásakor (a tétel átrakásakor vagy ki- és betárolása esetén).

4.2.3. Mintaosztó

Olyan berendezés, amelyet a minta egyenlő méretű részekre való osztására készítettek, alkalmazható elemi minták vételezésére és csökkentett, illetve végső minták készítésére.

4.3. Folyékony műtrágyák mintavételezésére javasolt készülékek

4.3.1. Kézi mintavételezés

Nyitott cső, szonda, üveg vagy más megfelelő eszköz, amely alkalmas a mintavételezésre kiválasztott részből véletlenszerűen mintát venni.

4.3.2. Mechanikus mintavételezés

Mozgó folyékony műtrágyák mintavételezésére jóváhagyott mechanikus készülékeket kell alkalmazni.

5. MENNYISÉGI KÖVETELMÉNYEK

5.1. Megmintázott tétel

A megmintázott tétel mérete olyan legyen, hogy minden alkotórészt lehessen mintázni.

5.2. Elemi minták

5.2.1. Ömlesztett szilárd műtrágyák vagy folyékony műtrágyák 100 kg-ot meghaladó méretű tartályokban

Elemi minták száma minimum

5.2.1.1. 2,5 tonnát meg nem haladó tételnél

hét

5.2.1.2. 2,5 tonnát meghaladó tételnél 80 tonnáig

$\sqrt{20 \times \text{a tétel tonnáinak száma}}^1$

5.2.1.3. 80 tonnát meghaladó tételnél

negyven

5.2.2. Csomagolt szilárd műtrágyák vagy folyékony műtrágyák olyan tartályokban (= csomagok), amelyek egyike sem haladja meg a 100 kg-ot

Megmintázandó csomagok száma, minimum²

5.2.2.1. 1 kg fölötti csomagok

5.2.2.1.1. 5 csomagnál kevesebb csomagból álló tételek²

minden csomag

5.2.2.1.2. 5—16 csomagból álló tételek.

négy

5.2.2.1.3. 17—400 csomagból álló tételek

$\sqrt{\text{tételben levő csomagok száma}}$

5.2.2.1.4. 400 csomagot meghaladó méretű tételek

húsz

5.2.2.2. 1 kg-ot meg nem haladó csomagok

négy

5.3. Átlagminta

Minden megmintázott tételből egy átlagmintát kell képezni. Az elemi minták teljes mennyisége alkotja az átlagmintát, ennek összes súlya nem lehet kevesebb, mint az alábbi értékek:

5.3.1. Ömlesztett szilárd műtrágyák vagy folyékony műtrágyák 100 kg-ot meghaladó méretű tartályokban:

4 kg

5.3.2. Csomagolt szilárd műtrágyák vagy folyékony műtrágyák olyan tartályokban (= csomagok), amelyek egyike sem haladja meg a 100 kg-ot:

5.3.2.1. 1 kg-nál nagyobb csomagok

4 kg

5.3.2.2. 1 kg-nál nem nagyobb

négy eredeti csomag tartalmának súlya

5.3.3. Ammónium-nitrát műtrágya minta vizsgálat céljára,

a III. FÜGGELÉK 2. pontjában meghatározott vizsgálatokhoz:

75 kg

5.4. Végső laboratóriumi minták

A végső mintát az átlagminta csökkentésével nyerjük, ha szükséges. Legalább egy végső minta vizsgálatát el kell végezni. A vizsgálatra küldött minta súlya 500 g-nál nem lehet kevesebb.

5.4.1. Szilárd és folyékony műtrágyák

5.4.2. Ammónium-nitrát műtrágya minták vizsgálat céljára

Az egyesített minta adja a végső mintákat, szükség esetén csökkentéssel.

5.4.2.1. A III. FÜGGELÉK 1. pontja szerinti vizsgálatokhoz szükséges legkisebb mintatömeg

1 kg

5.4.2.2. A III. FÜGGELÉK 2. pontja szerinti vizsgálatokhoz szükséges legkisebb mintatömeg

25 kg

6. A MINTÁK VÉTELÉRE, ELKÉSZÍTÉSÉRE ÉS CSOMAGOLÁSÁRA VONATKOZÓ UTASÍTÁSOK

6.1. Általános rész

A mintákat a lehető leggyorsabban kell venni és elkészíteni, figyelembe véve azokat az óvórendszabályokat, amelyek biztosítják, hogy a minta reprezentatív maradjon a megmintázott műtrágyára nézve. A minta vételére szolgáló eszközök éppúgy, mint a felületek és a mintatároló edények és zacskók tiszták és szárazak legyenek.

Folyékony műtrágya esetén a mintavételezésre kiválasztott részt a mintavétel előtt lehetőség szerint meg kell keverni.

¹ Ha a kapott szám törtszám, a következő egész számra kerekítsük.

² 1 kg-ot meg nem haladó méretű csomagoknál egy csomagot tekintünk elemi mintának.

6.2. Elemi minták

Az elemi mintákat a mintázandó tétel egészéből véletlenszerűen kell venni. Méretük megközelítőleg egyforma legyen.

6.2.1. Ömlesztett szilárd műtrágyák vagy folyékony műtrágyák 100 kg-ot meghaladó méretű tartályokban

A megmintázandó tételt képzeletben több egyenlő részre kell felosztani. Az 5.2. pont szerinti elemi minták számával megegyező számú részt véletlenszerűen ki kell választani és minden ilyen részből legalább egy mintát kell venni.

Ha nincs lehetőség az 5.1. szerinti követelményeknek való megfelelésre ömlesztett műtrágya vagy 100 kg-ot meghaladó méretű tartályokban tárolt folyékony műtrágya mintavételezésének esetében, akkor a mintavételt a mintavételezésre kiválasztott rész mozgatása (betöltése vagy kitöltése) közben kell végezni. Ilyen esetben a mintákat a fenti véletlenszerűen kiválasztott képzeletbeli részekből akkor kell venni, amikor azok mozgásban vannak.

6.2.2. Csomagolt szilárd vagy folyékony műtrágyák olyan tartályokban (= csomagok), amelyek egyike sem haladja meg a 100 kg-ot

Az 5.2. pont szerint megkívánt számú minta kiválasztását követően minden egyes ilyen csomag tartalmának egy részét ki kell venni. Ha szükséges, a mintát úgy kell venni, hogy a csomagokat egyenként kiürítik.

6.3. Átlagminta készítése

Az elemi mintákat össze kell keverni, hogy egyetlen átlagmintát képezzenek.

6.4. A végső (laboratóriumi) minták elkészítése

Az átlagminta anyagát alaposan össze kell keverni.³

Ha szükséges, az átlagmintát először legalább 2 kg-ra kell csökkenteni (redukált minta) mintaosztóval vagy negyedelési módszerrel.

Ezután legalább három, körülbelül egyforma, az 5.4. pont követelményeit kielégítő mennyiségű végső mintát kell képezni. Minden mintát megfelelő légzáró tárolóedénybe vagy zacskóba kell helyezni. Minden szükséges óvintézkedést meg kell tenni, hogy a minta tulajdonságaiban beálló bármilyen változást elkerüljük.

A III. FÜGGELÉK 1. és 2. pontja szerinti vizsgálatokhoz a végső mintákat 0 és 25 °C között kell tárolni.

7. A VÉGSŐ (LABORATÓRIUMI) MINTÁK CSOMAGOLÁSA

A tárolóedényeket vagy zacskókat le kell pecsételni és címkével ellátni olyan módon, hogy a zárás megsértése nélkül ne lehessen kinyitni (a teljes címkét be kell fogni a lezárásba).

8. MINTAVÉTELI JEGYZŐKÖNYV

Minden mintavételről jegyzőkönyvet kell felvenni, hogy minden egyes mintát kétséget kizáróan azonosítani lehessen.

9. A MINTÁK RENDELTELETÉSI HELYE

Minden tételből legalább egy végső mintát a lehető leggyorsabban el kell juttatni a megbízott analitikai laboratóriumba, a vizsgáló személyzet számára szükséges információkkal együtt.

II. MŰTRÁGYÁK VIZSGÁLATI MÓDSZEREI

A) A MŰTRÁGYÁK ELEMZÉSI MÓDSZEREIRE VONATKOZÓ ÁLTALÁNOS RENDELKEZÉSEK

1. REAGENSEK

Amennyiben az elemző módszerben más rendelkezés nincsen, minden reagens analitikailag tiszta (a. t.) minőségű legyen. Mikroelemek vizsgálatakor a reagensek tisztaságát vakpróbával kell ellenőrizni. A kapott eredménytől függően további tisztítás elvégzése válhat szükségessé.

³ Minden csomót szét kell osztani (szükség szerint úgy, hogy kivesszük, majd szétnyomva visszatesszük ezeket).

2. VÍZ

Az elemző módszerekben említett oldási, hígítási, öblítési és mosási műveletek esetében, ha nincs pontos meghatározás az oldószer vagy a hígítószer természetére vonatkozóan, víz alkalmazását kell feltételezni. Általános esetben a vizet ioncserélőn kell átvezetni vagy desztillálni kell. Ezt a vizet meghatározott esetekben — amikor azt az elemző módszerek előírják — különleges tisztítási eljárásoknak kell alávetni.

3. LABORATÓRIUMI FELSZERELÉS

A módszerek leírásai az általános laboratóriumi felszerelések pontos felsorolását — a lombikok és pipetták mérete kivételével — nem tartalmazzák. Figyelembe véve az ellenőrző laboratóriumokban általánosan használt felszerelést, az elemző módszerekben a felszerelések leírása a különleges eszközök és berendezések részletes megadására korlátozódik vagy azokéra, amelyeket valamilyen különleges elvárás követel meg. Valamennyi módszernél a laboratóriumi felszerelést előzetesen gondosan meg kell tisztítani, különösen azokban az esetekben, ahol kis mennyiségű elemeket kell meghatározni. A laboratóriumnak biztosítani kell minden osztással ellátott üvegedény pontosságát a szabványok figyelembevételével.

4. KONTROLL VIZSGÁLATOK

A vizsgálat előtt, ahol szükséges, ismert összetételű vegyületek (ammónium-szulfát, káliumdihidrogén-foszfát) segítségével meg kell győződni arról, hogy valamennyi berendezés jól működik, és az analitikai eljárást pontosan hajtják végre. Mindazonáltal a megvizsgált műtrágyákra kapott adatok a kémiai összetétel tekintetében félrevezetőek lehetnek, ha az analitikai eljárást nem követik pontosan. Másrészt a meghatározások egy része empirikus és komplex kémiai összetételű termékekre vonatkozik. Ajánlatos, hogy amennyiben ilyenek rendelkezésre állnak, a laboratóriumnak használjanak jól definiált összetételű standard referencia műtrágyákat.

B) A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE VIZSGÁLATHOZ

1. TÁRGYKÖR

A jelen fejezet a végső (laboratóriumi) mintából vett minta vizsgálathoz való előkészítését írja le.

2. A MÓDSZER ELVE

A laboratórium által átvett, végső (laboratóriumi) minta előkészítése műveletek sorozatából, rendszerint szitálásból, darálásból és keverésből áll, melyeket oly módon visznek véghez, hogy

- egyrészt az egyes módszerek által előírt legkisebb bemért mintamennyiség is reprezentálja a laboratóriumi mintát,
- másrészt a műtrágya szemcseméretét (finomságát) az előkészítéssel nem szabad olyan mértékben megváltoztatni, hogy annak a különböző kivonószerekben való oldhatósága észrevehetően megváltozzon.

3. FELSZERELÉS

Mintamegosztó (nem kötelező).

Sziták 0,2 és 0,5 mm lyukbősséggel.

250 ml-es lombikok dugóval.

Porcelán mozsár és törő vagy daráló.

4. VÁLASZTHATÓ ELJÁRÁSOK

Bevezető megjegyzés

Ha a termék megfelelő, a végső (laboratóriumi) mintának csak egy reprezentatív részét kell megőrizni.

4.1. Olyan végső (laboratóriumi) minták, amelyeket nem szabad darálni.

Kalcium-nitrát, kalcium magnézium-nitrát, nátrium-nitrát, chilei salétrom, kalcium-ciánamid, nitráttartalmú kalcium-ciánamid, ammónium-szulfát, ammónium-nitrát 30% feletti N-tartalommal, karbamid, bázikus salak, részlegesen oldhatóvá feltárt természetes foszfátok, kicsapott dikalcium-foszfát dihidrát, kalcinált foszfát, alumíniumkalcium-foszfát, lágy őrlött ásványi foszfát.

4.2. Olyan végső (laboratóriumi) minták, amelyeket darálni kell.

Ezek olyan termékek, amelyek esetében a vizsgálatok egy részét előzetes darálás nélkül kell elvégezni (pl. őrlési finomság meghatározását), a vizsgálatok másik részét pedig őrlés után. Valamennyi olyan összetett műtrágya ebbe a csoportba tartozik, amelyek a következő foszfát összetevőket tartalmazzák: bázikus salak, alumíniumkalcium-foszfát, kalcinált-foszfát, lágy őrlött ásványi foszfát és részlegesen oldhatóvá feltárt természetes foszfátok. Ezért a végső (laboratóriumi) mintát két, lehetőség szerint azonos részre kell osztani, minta-osztóval vagy negyedeléssel.

4.3. Olyan végső (laboratóriumi) minták, amelyek esetében valamennyi vizsgálatot az őrlött termékből kell elvégezni.

A mintának csak egy reprezentatív részét kell megdarálni. Ide tartozik valamennyi, a listán felsorolt műtrágya, amely a 4.1. vagy 4.2. szakaszban nincs megemlítve.

5. MÓDSZER

A végső (laboratóriumi) minta 4.2., ill. 4.3. pont szerinti részét 0,5 mm-es szitán gyorsan átszitáljuk. A szitamaradékot durván megdaráljuk úgy, hogy a finomszemcsés részecskék aránya minimális legyen és újra átszitáljuk. A darálást olyan feltételek mellett kell elvégezni, hogy az anyag észlelhetően ne melegedjék fel. Ezt a műveletet addig ismételjük, amíg a szitán már nem marad fenn semmi. A kivitelezés olyan gyors legyen, hogy anyagok felvételét vagy leadását (víz, ammónia) megelőzzük. A megdarált és átszitált minta teljes mennyiségét dugóval lezárható tiszta üvegbe visszük át.

Vizsgálatra történő bemérés előtt az üveg tartalmát alaposan össze kell keverni.

6. SPECIÁLIS ESETEK

a) Különböző kristály kategóriák keverékét tartalmazó műtrágyák.

Ilyen esetben gyakran előfordul fajtázódás. Ezért elengedhetetlen a mintát megőrölni és 0,2 mm-es szitán átszitálni. Például: a foszfát és kálium-nitrát keveréke. Ezeknél a termékeknél a végső (laboratóriumi) minta teljes mennyiségét le kell darálni.

b) Olyan szitamaradványok, amelyeket nehéz megdarálni és nem tartalmaznak műtrágya anyagokat.

Mérjük le a szitamaradékot és vegyük korrekcióba a tömegét a végeredmény kiszámításánál.

c) Hőre bomló termékek.

A darálást a felmelegedés elkerülésével kell elvégezni. Ilyen esetben előnyös dörzsmozsarat használni aprításra.

Például: kalciumot és ciánamidot tartalmazó keverék műtrágyák.

d) Olyan termékek, amelyek a szokásosnál nedvesebbek és daráláskor kenődnek.

A homogenitás biztosítására olyan szitát kell választani, amelyen a csomókat a porcelánmozsár dörzsölőjével át tudjuk nyomni. Ilyen eset akkor állhat elő, ha a keverék bizonyos összetevői kristályvizet tartalmaznak.

C) NITROGÉN

C/1. AMMÓNIA NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY

A jelen fejezet az ammónia-kötésben lévő nitrogén meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer alkalmazható minden nitrogéntartalmú műtrágyára, beleértve a keverék műtrágyákat is, amelyben a nitrogén kizárólag ammónium sók formájában vagy ammónium sók és nitrátok formájában együttesen fordul elő.

Nem alkalmazható karbamidot, ciánamidot és más szerves nitrogén vegyületet tartalmazó műtrágyákra.

3. A MÓDSZER ELVE

Az ammóniát fölös nátrium hidroxiddal felszabadítjuk; desztilláljuk, a fejlődött ammóniát meghatározott koncentrációjú kénsavban nyeletjük el, és a savfelesleget meghatározott koncentrációjú nátrium- vagy kálium-hidroxiddal titráljuk.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt víz, amely széndioxidtól és nitrogénvegyületektől mentes.

4.1. Higított sósav: egy térfogategység HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml), plusz egy térfogategység víz.

4.2. Kénsav: 0,1 mol/l.

4.3. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,1 mol/l.

4.4. Kénsav: 0,2 mol/l.

4.5. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,2 mol/l.

4.6. Kénsav: 0,5 mol/l.

4.7. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,5 mol/l.

4.8. Nátrium-hidroxid oldat, kb. 30% NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml), ammóniamentes.

4.9. Indikátor oldatok.

4.9.1. Keverék indikátor

A oldat: oldjunk fel 1 g metilvörös indikátort 37 ml 0,1 mol/l nátrium-hidroxid oldatban és töltsük fel 1 literre vízzel.

B oldat: oldjunk fel 1 g metilénkék indikátort vízben, és egészítsük ki egy 1 literre.

Egy térfogatrész A oldatot keverjünk össze két térfogatrész B oldattal. Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semleges oldatban szürke és lúgos oldatban zöld színű. Használjunk 0,5 ml-t (10 cseppet) ebből az indikátor oldatból.

4.9.2. Metilvörös indikátor oldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvörös indikátort 5 ml 95%-os etanolban. Egészítsük ki 100 ml-re vízzel, és ha szükséges, szűrjük meg. Ezt az indikátor oldatot (négy-öt cseppjét) az előző indikátor helyett használhatjuk.

4.10. Horzsakő forráskönnyítő granulátum, sósavval mosva és kiizzítva.

4.11. Ammónium-szulfát analitikai célra.

az a) változathoz

a b) változathoz, lásd a 2. megjegyzést

a c) változathoz, lásd a 2. megjegyzést

5. FELSZERELÉS

5.1. Megfelelő térfogatú gömblombikból és desztilláló feltéten át hozzákapcsolt hűtőből álló desztilláló berendezés.

Megjegyzés

Az ehhez a meghatározáshoz jóváhagyott és ajánlott készülékek típusait valamennyi konstrukciós paraméter feltüntetésével az 1., 2., 3. és 4. számú ábrák mutatják.

5.2. Pipetták, 10, 20, 25, 50, 100 és 200 ml-es.

5.3. 500 ml-es mérőlombik, 1 db.

5.4. Körkörös rázógépj (35—40 fordulat percenként).

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd az A) fejezetet.

7. VIZSGÁLATI MÓDSZER

7.1. Az oldat elkészítése

Végezzük el a minta oldhatósági próbáját vízben, szobahőmérsékleten, 2 (m/v)%-os koncentrációban. Mérjük le az előkészített mintából 5 vagy 7 vagy 10 g-ot, az 1. táblázat szerint, 0,001 g pontossággal és vigyük 500 ml-es mérőlombikba.

Az oldhatósági próba eredményétől függően a következőképpen járunk el:

a) Vízben teljesen oldódó termékek

Adjunk a lombikban lévő mintához annyi vizet, amennyi a teljes oldódásához szükséges. Rázogassuk, majd a teljes oldódás után töltsük jelig, és gondosan keverjük össze.

b) Vízben nem teljesen oldódó termékek

Adjunk a lombikba 50 ml vizet, majd 20 ml sósavat (4.1.). Rázzuk össze. Hagyjuk állni, amíg a széndioxid fejlődés befejeződik. Adjunk hozzá 400 ml vizet, rázzuk fél óra hosszat a rázógépen (5.4). Töltsük jelig vízzel, keverjük össze, és szűrjük át száraz szűrőn tiszta edénybe.

7.2. Az oldat elemzése

A választott változattól függően vigyünk a szedőlombikba az ismert koncentrációjú kénsav mért mennyiségét az 1. táblázat szerint. Adjuk hozzá a választott indikátor (4.9.1. vagy 4.9.2.) megfelelő mennyiségét, és ha szükséges, annyi vizet, hogy a térfogata legalább 50 ml legyen. A hűtő kivezető csövének az oldat felszíne alá be kell nyúlnia.

A táblázatban megadottak szerint a tiszta oldat egy alikvot részét ← vigyünk hitelesített pipettával a berendezés desztilláló lombikjába. Adjunk hozzá annyi vizet, hogy az összes térfogat kb. 350 ml legyen, és néhány szem horzsakövet az egyenletes forrás biztosítására.

Állítsuk össze a desztilláló készüléket, ügyelve arra, hogy ne legyen ammóniavesztés, adjunk a desztilláló lombikba 10 ml koncentrált nátrium-hidroxid oldatot (4.8.) vagy pedig 20 ml-t azokban az esetekben, ha 20 ml sósavat (4.1.) használtunk a vizsgálati minta feloldásához. Melegítsük a lombikot óvatosan, a heves forrást elkerülve. Amikor a forrás megindul, 10–15 perc alatt kb. 100 ml-t desztilláljunk át; a desztillátum teljes térfogata 250 ml körül legyen ↑. Ha úgy látjuk, hogy már nem fejlődik ammónia, engedjük lejjebb a szedőlombikot úgy, hogy a hűtő kifolyócsöve a folyadék felszíne fölé kerüljön.

← Az 1. táblázat szerint vett alikvot részben az ammóniakötésben lévő nitrogén mennyisége kb.:

- 0,05 g az a) változat szerint,
- 0,10 g a b) változat szerint,
- 0,20 g a c) változat szerint,

↑ A hűtést úgy állítsuk be, hogy a kondenzátum a hűtőben folyamatosan keletkezzék. A desztillációnak 30-40 percen belül be kell fejeződnie.

Alkalmas reagenssel vizsgáljuk meg az ezt követően kondenzálódó desztillátumot és így bizonyosodjunk meg arról, hogy az ammónia desztillációja már befejeződött. Mossuk le a hűtő kifolyócsövének végét egy kis vízzel a szedőlombikba, majd titráljuk meg a sav felesleget ismert koncentrációjú nátrium vagy kálium mérőoldattal a kiválasztott változatnak megfelelően (lásd a 2. megjegyzést).

Megjegyzés:

Különféle erősségű, ismert koncentrációjú mérőoldatok használhatók a visszatitrálásra, azzal a feltétellel, hogy a fogyás lehetőleg ne haladja meg a 40-45 ml-t.

7.3. Vakpróba

Végezzünk vakpróba meghatározást a fentiekkel megegyező körülmények között és vegyük azt figyelembe a végeredmény kiszámításakor.

7.4. Ellenőrző vizsgálat

Mielőtt a vizsgálatot megkezdénénk, ellenőrizni kell, hogy a berendezés helyesen működik-e, illetve, hogy a módszereket korrekt módon alkalmazzuk-e. Erre a célra ammónium-szulfát (4.11.) frissen készített oldatát kell használni, amely a választott változat által előírt maximális nitrogén mennyiséget tartalmazza.

8. AZ EREDMÉNY KIFEJEZÉSE

A vizsgálat eredményét az ammónia-kötésben lévő nitrogén százalékos arányában fejezzük ki a beérkezett állapotú műtrágyára vonatkoztatva.

9. MELLÉKLETEK

Az 5.1 „Felszerelések” pont 1. megjegyzésében leírtak szerint az 1., 2., 3. és 4. ábra a jelen fejezetben leírt készülék három különféle típusának konstrukciós paramétereit adja meg.

1. táblázat

Ammónia nitrogén és nitrát nitrogén meghatározása műtrágyában

A módszer *a)*, *b)* és *c)* változata végrehajtásakor a bemérés,
a hígítás és a számítás elvégzéséhez szükséges táblázatok

a) változat

Átdesztillálendő maximális nitrogén mennyiség kb. 50 mg.

A szedőlombikba bemért 0,1 mol/l kénsav térfogata: 50 ml.

Visszatitrálás: 0,1 mol/l nátrium-hidroxiddal vagy kálium-hidroxiddal.

Deklarált tartalom (N%)	Minta bemérés (g)	Hígítás (ml)	Alikvot minta térfogata (ml)	Eredmény kiszámítása [N% = (50—A) F]*
0—5	10	500	50	$(50-A) \times 0,14$
5—10	10	500	25	$(50-A) \times 0,28$
10—15	7	500	25	$(50-A) \times 0,40$
15—20	5	500	25	$(50-A) \times 0,56$
20—40	7	500	10	$(50-A) \times 1,00$

b) változat

Átdesztillálendő maximális nitrogén mennyiség kb. 100 mg.

A szedőlombikba bemért 0,1 mol/l kénsav térfogata: 50 ml.

Visszatitrálás: 0,2 mol/l nátrium-hidroxiddal vagy kálium-hidroxiddal.

Deklarált tartalom (N%)	Minta bemérés (g)	Hígítás (ml)	Alikvot minta térfogata (ml)	Eredmény kiszámítása [N% = (50—A) F]*
0—5	10	500	100	$(50-A) \times 0,14$
5—10	10	500	50	$(50-A) \times 0,28$
10—15	7	500	50	$(50-A) \times 0,40$
15—20	5	500	50	$(50-A) \times 0,56$
20—40	7	500	20	$(50-A) \times 1,00$

c) változat

Átdesztillálendő maximális nitrogén mennyiség kb. 200 mg.

A szedőlombikba bemért 0,1 mol/l kénsav térfogata: 35 ml.

Visszatitrálás: 0,5 mol/l nátrium-hidroxiddal vagy kálium-hidroxiddal.

Deklarált tartalom (N%)	Minta bemérés (g)	Hígítás (ml)	Alikvot minta térfogata (ml)	Eredmény kiszámítása [N% = (50—A) F]*
0—5	10	500	200	$(35-A) \times 0,175$
5—10	10	500	100	$(35-A) \times 0,350$
10—15	7	500	100	$(35-A) \times 0,500$
15—20	5	500	100	$(35-A) \times 0,700$
20—40	5	500	50	$(35-A) \times 1,400$

← Az eredmények kiszámítására megadott képletben:

50 vagy 35

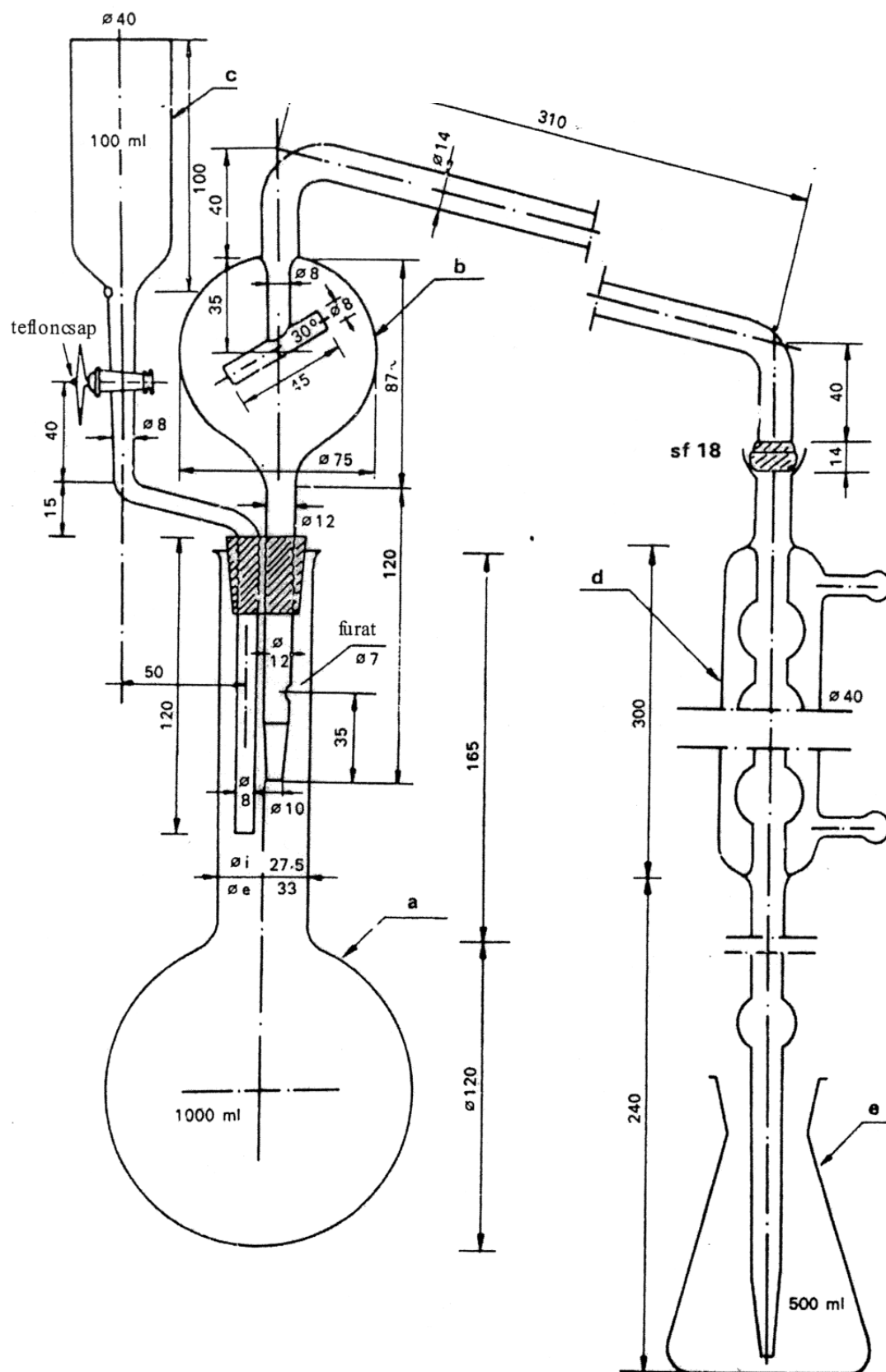
— a szedőlombikba bemért ismert koncentrációjú kénsav oldat térfogata (ml).

A =

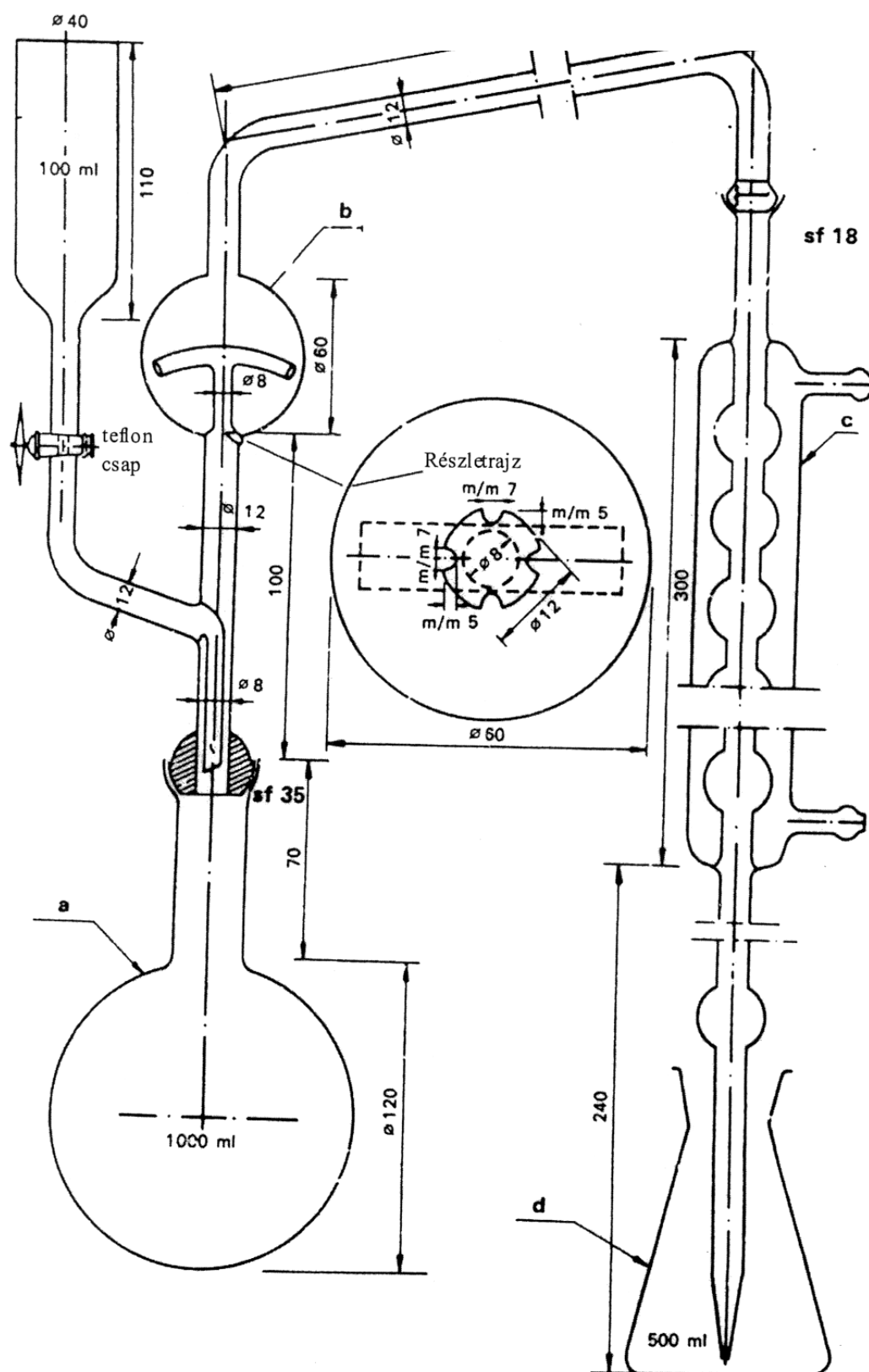
— a visszatitrálásra fogyott nátrium-hidroxid vagy kálium-hidroxid mérőoldat térfogata (ml),

F =

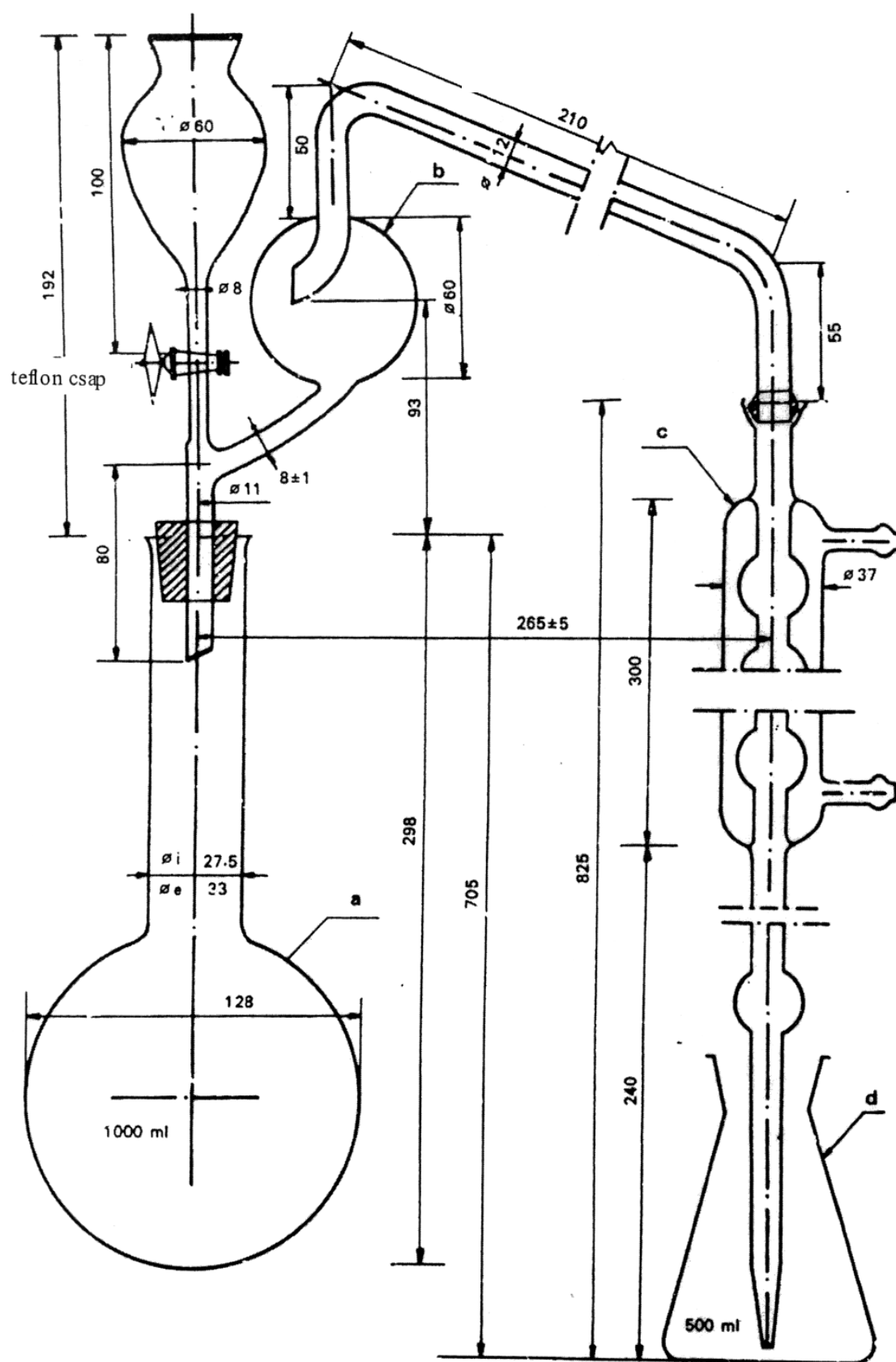
— szorzószám, amely figyelembe veszi a bemérést, a hígítást, a kivett alikvot részt és a mérőoldat faktorát.



1. ábra



2. ábra



4. ábra

Az 1., 2., 3. és 4. ábra magyarázata

1. ábra

- a) Hosszúnyakú, 1000 ml-es gömbloblik.
- b) Cseppfogóval ellátott desztillálófeltét, amely gömbcsiszolattal (18-as) csatlakozik a hűtőhöz. (A gömbcsiszolatot megfelelő gumicsatlakozással is lehet helyettesíteni.)
- c) Teflon csappal ellátott tölcser a nátrium-hidroxid adagolásához (a csapot szorítóval ellátott gumicsatlakozással is lehet helyettesíteni).
- d) Hat golyóból álló golyós hűtő gömbcsiszolata csatlakozással (18-as) a bevezetésnél és a kivezetésnél egy kis gumicsatlakozóval rögzített üvegcső toldással. (Ha a desztillálófeltétbe a csatlakozást gumicsővel oldjuk meg, akkor a gömbcsiszolatot megfelelő gumi dugóval helyettesíthetjük.)
- e) 500 ml-es szedőloblik.

A készülék boroszilikát üvegből készül.

2. ábra

- a) Rövid nyakú 1000 ml-es gömbloblik, 35-ös gömbcsiszolattal.
- b) Desztillálófeltét cseppfogóval, 35-ös gömbcsiszolattal a bemenetnél és 18-as gömbcsiszolattal a kimenetnél. Oldalról egy tölcser csatlakozik be a Nátrium-hidroxid oldat hozzáadására.
- c) Hat golyóból álló golyós hűtő, bevezetésénél 18-as gömbcsiszolattal, a kivezetésnél kis gumicsatlakozóval rögzített üvegcső toldással.
- d) 500 ml-es lombik, amelybe a desztillátumot gyűjtik.

A készülék boroszilikát üvegből készül.

3. ábra

- a) Hosszúnyakú gömbloblik, 750 vagy 1000 ml-es, kúpos csatlakozással.
- b) Desztillálófeltét cseppfogóval ellátva a kimenetnél 18-as csiszolattal.
- c) Könyökcső a bemenetnél 18-as csiszolattal és kónikus kivezetéssel (a desztillálófeltétbe való csatlakozást a gömbcsiszolat helyett gumicsővel is meg lehet oldani).
- d) Hat golyóból álló golyós hűtő, kivezetésénél kis gumi csatlakozóval rögzített üvegcső toldással.
- e) 500 ml-es lombik, amelybe a desztillátumot gyűjtik.

A készülék boroszilikát üvegből készül.

4. ábra

- a) Hosszúnyakú gömbloblik, 1000 ml-es, kúpos bevezetőnyílással.
- b) Desztillálófeltét cseppfogóval, a kivezetésnél 18-as gömbcsiszolattal ellátva. Oldalról tefloncsappal ellátott tölcser csatlakozik be a nátrium-hidroxid bevezetésére (a gömbcsiszolatot gumicsöves csatlakozással, a tefloncsapot szorítóval ellátott gumicsővel helyettesíthetjük).
- c) Hat golyóból álló golyós hűtő, a bemenetnél 18-as gömbcsiszolattal, kivezetésénél kis gumicsatlakozással rögzített üvegcső toldással (ha a desztillálófeltétbe a csatlakozást gumicsővel oldjuk meg, a gömbcsiszolatot megfelelő gumidugóval helyettesíthetjük).
- d) 500 ml-es lombik, amelybe a desztillátumot gyűjtik.

A készülék boroszilikát üvegből készül.

C/2. NITRÁT ÉS AMMÓNIA NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA

C/2.1. NITRÁT ÉS AMMÓNIA NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA ULSCH SZERINT

1. TÁRGYA

A jelen fejezet eljárást ír le a nitrát és ammónium kötésben lévő nitrogén redukció útján, Ulsch módszer szerint történő meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer alkalmazható valamennyi nitrogéntartalmú műtrágyára, beleértve a keverék műtrágyákat, amelyekben a nitrogén csak nitrát kötésben vagy pedig ammónium és nitrát kötésben található.

3. A MÓDSZER ELVE

A nitrátokat és nitriteket fémvassal savas közegben ammóniává redukáljuk, az így képződött ammóniát fölös nátrium-hidroxiddal felszabadítjuk, az ammóniát kidesztilláljuk és meghatározott koncentrációjú kénsav ismert térfogatában nyeletjük el. A fölös kénsavat meghatározott koncentrációjú nátrium- vagy kálium-hidroxiddal titráljuk.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt, széndioxid és nitrogéntartalmú vegyületektől mentes víz.

4.1. Hígított sósav: egy térfogat koncentrált sósav ($d_{20} = 1,18$ g/ml) plusz egy térfogat víz.

4.2. Kénsav: 0,1 mol/l.

4.3. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,1 mol/l.

4.4. Kénsav oldat, kb. 30%-os H_2SO_4 (m/v), ammóniamentes.

4.5. Hidrogénben redukált vaspor (az előírt vas mennyiségnek legalább 0,05 g nitrát-kötésű nitrogén redukciójára legyen képes).

4.6. Nátrium-hidroxid, kb. 30% NaOH tartalmú ($d_{20} = 1,33$ g/ml) ammóniamentes.

4.7. Indikátor oldat.

4.7.1. Keverék indikátor

A oldat: Oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l nátrium-hidroxid oldatban és vízzel töltsük fel 1 literre.

B oldat: Oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben egészítsük ki az oldat térfogatát 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogategység A oldatot két térfogategység B oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semleges oldatban szürke és lúgos oldatban zöld. Használjuk 0,5 ml-t (10 csepp).

4.7.2. Metilvörös indikátor oldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95%-os etanolban. Egészítsük ki vízzel 100 ml-re, és ha szükséges, szűrjük meg.

Ezt az indikátort (4—5 cseppjét) az előző indikátor helyett használhatjuk.

4.8. Horzsakő sósavban mosott és izzított.

4.9. Nátrium-nitrát analitikai célra.

5. FELSZERELÉS

Lásd a C/1. „Ammónia nitrogén meghatározása” című fejezetet.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) „A minta előkészítése vizsgálathoz” című fejezetet.

7. VIZSGÁLATI MÓDSZER

7.1. Az oldat elkészítése

Lásd a C/1. „Ammónia nitrogén meghatározása” című fejezetet.

7.2. Eljárás

Öntsük a szedő lombikba meghatározott koncentrációjú kénsav oldat pontos mennyiségét, a 2.1 módszer 1. táblázata [a) változat] szerint. Adjuk hozzá a 4.7.1. vagy 4.7.2. pont szerinti indikátor mennyiségét. A hűtő kivezetéséhez toldott cső vége a szedőben a meghatározott koncentrációjú sav felszíne alá érjen.

Hiteles pipettát használva vigyük a tiszta oldat 2.1. módszer 1. táblázata [a) változat] szerint megválasztott alikvot mennyiségét a berendezés desztilláló lombikjába. Adjunk hozzá 350 ml vizet, 20 ml 30%-os kénsav oldatot (4.4.) keverjük össze, majd adjunk hozzá 5 g redukált vasat (4.5.). Mossuk a lombik nyakát néhány ml vízzel és helyezzünk a lombik nyakába egy kisméretű, hosszú szárú tölcsért. Egy óráig melegítsük forró vízfürdőben, majd mossuk be a tölcsér végét néhány ml vízzel.

Vigyázva, hogy ne legyen ammóniaveszteség, adjunk a desztilláló lombik tartalmához 50 ml koncentrált nátrium-hidroxid oldatot (4.6.) vagy ha 20 ml 1 + 1 arányú sósav-víz elegyet használtunk a feltáráskor, akkor 60 ml koncentrált nátrium-hidroxid oldatot (4.6.). Állítsuk össze a desztilláló készüléket. Desztilláljuk ki az ammóniát 2.1 módszer szerint.

7.3. Vakpróba

Végezzünk vakpróbát (minta nélkül) a vizsgálattal azonos körülmények között, és vegyük figyelembe az eredmény kiszámításánál.

7.4. Kontroll vizsgálat

Vizsgálat előtt nátrium-nitrát (4.9.) frissen készített oldatának 0,045—0,050 g nitrogént tartalmazó alikvot részével ellenőrizzük, hogy a berendezés jól működik, és a módszert helyesen alkalmazzuk.

8. AZ EREDMÉNY KIFEJEZÉSE

Az eredményt a nitrát-kötésű nitrogén vagy a kombinált ammónia- és nitrát-kötésű nitrogén százalékában fejezzük ki a vizsgálatra beérkezett állapotú műtrágyára vonatkoztatva.

C/2.2. A NITRÁT- ÉS AMMÓNIA-KÖTÉSBEN LÉVŐ NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA ARND SZERINT

1. TÁRGY

A jelen fejezet eljárást ír le a nitrát- és ammónia-kötésben lévő nitrogén meghatározására redukció útján, Arnd módszere szerint [az a), b) és c) változatokra egyenként módosítva].

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Lásd a C/2.1. fejezetet.

3. A MÓDSZER ELVE

A nitrátokat és nitrteket semleges vizes oldatban 60% Cu és 40% Mg tartalmú fémötvözzel (Arnd-féle ötvözet), magnézium klorid jelenlétében ammóniává redukáljuk.

Az ammóniát kidesztilláljuk, és meghatározott koncentrációjú kénsav ismert térfogatú oldatában nyeletjük el. A fölös savat nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldatával titráljuk vissza.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt, széndioxid és nitrogéntartalmú vegyületektől mentes víz.

4.1. Hígított sósav: egy térfogat HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) plusz egy térfogat víz

4.2. Kénsav: 0,1 mol/l.

4.3. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,1 mol/l.

4.4. Kénsav: 0,2 mol/l.

4.5. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,2 mol/l.

4.6. Kénsav: 0,5 mol/l.

4.7. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,5 mol/l.

4.8. Nátrium-hidroxid oldat: kb. 2 mol/l.

4.9. Arnd-féle ötvözet vizsgálati célra: az 1 mm-nél kisebb lyukbőségű szitán áteső, poralakú készítmény.

4.10. 20%-os magnézium-klorid oldat.

Oldjunk fel 200 g magnézium-kloridot ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) kb. 600—700 ml vízben egy literes álló lombikban. A habzás megelőzésére adjunk hozzá 15 g magnézium-szulfátot ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$).

Oldódás után adjunk hozzá 2 g magnézium-oxidot és néhány szem horzsakövet. Forralással pároljuk be az oldatot 200 ml-re, így elűzve a reagensből az esetleges ammónia nyomokat. Hűtsük le, egészítsük ki a térfogatát 1 l-re és szűrjük le.

4.11. Indikátor oldatok

4.11.1. Keverék indikátor

A oldat: Oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l nátrium-hidroxid oldatban és vízzel töltsük fel egy literre.

B oldat: Oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben és egészítsük ki az oldat térfogatát 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogategység A oldatot két térfogategység B oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semlegesben szürke és lúgos oldatban zöld. Használjunk 0,5 ml-t (10 csepp).

4.11.2. Metilvörös indikátor oldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95%-os etanolban. Egészítsük ki vízzel 100 ml-re, és ha szükséges, szűrjük meg. Ezt az indikátort (4—5 cseppjét) az előző indikátor helyett használhatjuk.

4.11.3. Kongó vörös indikátor oldat

Oldjunk fel 3 g Kongó vörös indikátort egy liter meleg vízben. Lehűlés után szűrjük meg, ha szükséges. Ezt az indikátort a fent leírt két indikátor helyett használhatjuk, az extraktum desztilláció előtti semlegesítése során 100 ml semlegesítendő oldatra 0,5 ml indikátort számítva.

4.12. Horzsakő sósavban mosott és izzított.

4.13. Nátrium-nitrát analitikai célra.

5. KÉSZÜLÉKEK

Lásd a C/1. „Ammónia nitrogén meghatározása” című fejezetet.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) „A minta előkészítése vizsgálathoz” című fejezetet.

az a) változathoz

a b) változathoz, lásd a C/1. módszer
2. megjegyzését

a c) változathoz, lásd a C/1. módszer
2. megjegyzését

7. VIZSGÁLATI MÓDSZER

7.1. Az oldat elkészítése

Lásd a C/1. „Ammónia nitrogén meghatározása” című fejezetet.

7.2. Az oldat vizsgálata

A kiválasztott változatnak megfelelően, pipetázzuk a szedőlombikba a meghatározott koncentrációjú kénsav pontos mennyiségét a C/1. módszer 1. táblázata szerint. Adjuk hozzá a kiválasztott indikátor oldat (4.11.1. vagy 4.11.2.) megfelelő mennyiségét, és végül annyi vizet, hogy a térfogat legalább 50 ml legyen. A hűtő kivezetéséhez toldott cső végének a folyadékfelszín alá kell érnie.

Hiteles pipettával vegyünk ki az oldatból az 1. táblázat szerinti alikvot mennyiséget, és tegyük a desztilláló lombikba.

Adjunk hozzá annyi vizet, hogy az összes térfogat kb. 350 ml legyen (lásd az 1. megjegyzést), 10 g Arnd-féle ötvözetet (4.9.), 50 ml magnézium-klorid oldatot (4.10.) és néhány szem horzsakő granulátumot (4.12.). Gyorsan csatlakoztassuk a lombikot a desztilláló készülékhez. Óvatosan melegítsük kb. 30 percig. Azután emeljük a hőfokot, hogy az ammóniát kidesztillálhassuk. Kb. egy óra hosszat folytassuk a desztillációt. Ezt követően a desztilláló lombikban maradt folyadéknak szirupszerűnek kell lennie. Amikor a desztilláció befejeződött, titráljuk meg a szedőben lévő fölös sav mennyiségét a C/1. módszerben leírt eljárás szerint:

Megjegyzés:

Ha a minta oldata savas [feloldáskor 20 ml hígított sósavat (4.1.) adtunk hozzá], akkor a vizsgálatra kivett alikvot részt a következőképpen kell semlegesíteni: a desztilláló lombikba vitt alikvot részhez adjunk kb. 250 ml vizet, valamelyik indikátor (4.11.1., 4.11.2., 4.11.3.) szükséges mennyiségét, és gondosan rázzuk össze.

Semlegesítsük 2N nátrium-hidroxiddal (4.8.), és egy csepp (1 + 1) arányú sósavval (4.1.) savanyítsuk ismét vissza. Utána a 7.2. pont második sora szerint járjunk el.

7.3. Vakpróba

Végezzünk vakpróbát a vizsgálattal azonos körülmények között, és azt vegyük figyelembe az eredmény kiszámításánál.

7.4. Kontroll vizsgálat

Vizsgálat előtt nátrium-nitrát frissen készült, a kiválasztott változattól függően 0,050—0,150 g nitrát-kötésű nitrogént tartalmazó oldatával ellenőrizzük, hogy a berendezés jól működik-e, és a módszert helyesen alkalmazzuk.

8. AZ EREDMÉNY KIFEJEZÉSE

Lásd a C/1. fejezetet.

C/2.3. A NITRÁT- ÉS AMMÓNIA-KÖTÉSBEN LÉVŐ NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA DEVARDA SZERINT

1. TÁRGY

A jelen fejezet eljárást ír le a nitrát- és ammónia-kötésben lévő nitrogén meghatározására redukció útján, Devarda módszere szerint [az *a*), *b*) és *c*) változatokra egyenként módosítva].

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Lásd a C/2.1. fejezetet.

3. A MÓDSZER ELVE

A nitrátokat és nitriteket ammóniává redukáljuk erősen lúgos közegben Devarda ötvözzel (45% Al, 5% Zn és 50% Cu). Az ammóniát kidesztilláljuk, és meghatározott koncentrációjú kénsav ismert térfogatú oldatában nyeletjük el. A fölös savat nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldatával titráljuk vissza.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt, széndioxid és nitrogéntartalmú vegyületektől mentes víz.

4.1. Hígított sósav: egy térfogat HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) plusz egy térfogat víz.

4.2. Kénsav: 0,1 mol/l.

4.3. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,1 mol/l.

4.4. Kénsav: 0,2 mol/l.

4.5. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,2 mol/l.

4.6. Kénsav: 0,5 mol/l.

4.7. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,5 mol/l.

az a) változathoz

a b) változathoz, lásd a C/1. módszer
2. megjegyzését

a c) változathoz, lásd a C/1. módszer
2. megjegyzését

4.8. Devarda ötvözet analitikai célra.

Poralakú; 90—100%-a át essen a 0,25 mm-nél kisebb lyukbőségű szitán, 50—75%-a át essen a 0,075 mm-nél kisebb lyukbőségű szitán.

Legfeljebb 100 g-os előrecsomagolt üvegek használata javasolt.

4.9. Nátrium-hidroxid oldat, kb. 30% NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml), ammóniamentes.

4.10. Indikátor oldatok

4.10.1. Keverék indikátor

A oldat: Oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l nátrium-hidroxid oldatban és vízzel töltsük fel egy literre.

B oldat: Oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, egészítsük ki az oldat térfogatát 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogategység A oldatot két térfogategység B oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semleges oldatban szürke és lúgos oldatban zöld. Használjunk 0,5 ml-t (10 csepp).

4.10.2. Metilvörös indikátor oldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95%-os etanolban. Egészítsük ki vízzel 100 ml-re, és ha szükséges, szűrjük meg. Ezt az indikátort (4—5 cseppjét) az előző indikátor helyett használhatjuk.

4.11. Etanol, 95—96%-os.

4.12. Nátrium-nitrát analitikai célra.

5. KÉSZÜLÉKEK

Lásd a C/1. fejezetet.

5.1. Desztilláló berendezés megfelelő térfogatú gömblombikkal, cseppfogóval ellátott desztillálófeltéten keresztül csatlakozik a hűtőhöz. A szedőlombik buborécsapdával van felszerelve az ammóniavesztesség elkerülésére.

A meghatározáshoz jóváhagyott készülék rajzát, az összes szerkezeti jellemző feltüntetésével az 5. ábra tartalmazza.

5.2. Pipetták, 10, 20, 25, 50, 100 és 200 ml-es.

5.3. 500 ml-es mérőlombik.

5.4. Körkörös rázó gép (percenként 35—40 fordulattal).

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) „A minta előkészítése vizsgálathoz” című fejezetet.

7. VIZSGÁLATI MÓDSZER

7.1. Az oldat elkészítése

Lásd a C/1. „Ammónia nitrogén meghatározása” című fejezetet.

7.2. Az oldat vizsgálata

Az oldat alikvot részében lévő nitrát-kötésben lévő nitrogén mennyisége nem haladhatja meg az 1. táblázatban megadott maximális értéket.

A kiválasztott változatnak megfelelően vigyük a lombikba a meghatározott koncentrációjú kénsav 1. táblázat szerinti, pontosan kimért mennyiségét. Adjuk hozzá a kiválasztott indikátor (4.10.1., 4.10.2.) megfelelő mennyiségét, végül annyi vizet, hogy térfogat 50 ml legyen. A hűtő végéhez toldott üvegcsőnek a folyadékfelszín alá kell érnie. A buborékcspadát töltjük fel desztillált vízzel.

Hiteles pipettával vegyünk ki egy alikvot részt a módszer 1. táblázata szerint. Vigyük át a desztilláló lombikba.

Adjunk hozzá annyi vizet, hogy a térfogat 250—300 ml között legyen, 5 ml etanolt (4.11.) és 4 g Devarda ötvözetet (4.8.).

Megtéve minden szükséges óvintézkedést, hogy az ammóniaveszteséget elkerüljük, adjunk a lombikba 30 ml a 30%-os nátrium-hidroxid oldatot (4.9.) és végül, a savban oldható minták esetében még annyi lúgot, amennyi vizsgálatra kivett alikvot mennyiségben jelenlévő sósav semlegesítéséhez szükséges. Csatlakoztassuk a desztilláló lombikot a készülékhez, ügyelve a csatlakozások tömítettségére. Óvatosan rázzuk meg a lombikot, hogy a tartalmát összekeverjük.

Óvatosan melegítsük, hogy a hidrogénfejlődés kb. fél óra alatt észrevehetően csökkenjen, és a folyadék forrásba jöjjön. Folytassuk a desztillációt, növelve a fűtést úgy, hogy kb. 30 perc alatt legalább 200 ml desztilláljon át (ne növeljük a desztillációs időt 45 percen túl).

Amikor a desztilláció befejeződött, vegyük le a szedőlombikot, óvatosan öblítsük le az üvegcső toldást. A szedő tartalmát öntsük át titráló lombikba, és titráljuk meg a savfelesleget a C/1. módszerben leírt eljárás szerint.

Megjegyzés:

Kalcium sók, mint kalcium-nitrát és kalciumammónium-nitrát jelenlétében a desztilláció előtt az alikvot részben levő minta minden grammjára, 0,700 g dinátriumhidrogén-foszfátot ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) kell adni a $\text{Ca}(\text{OH})_2$ képződés megakadályozására.

7.3. Vakpróba

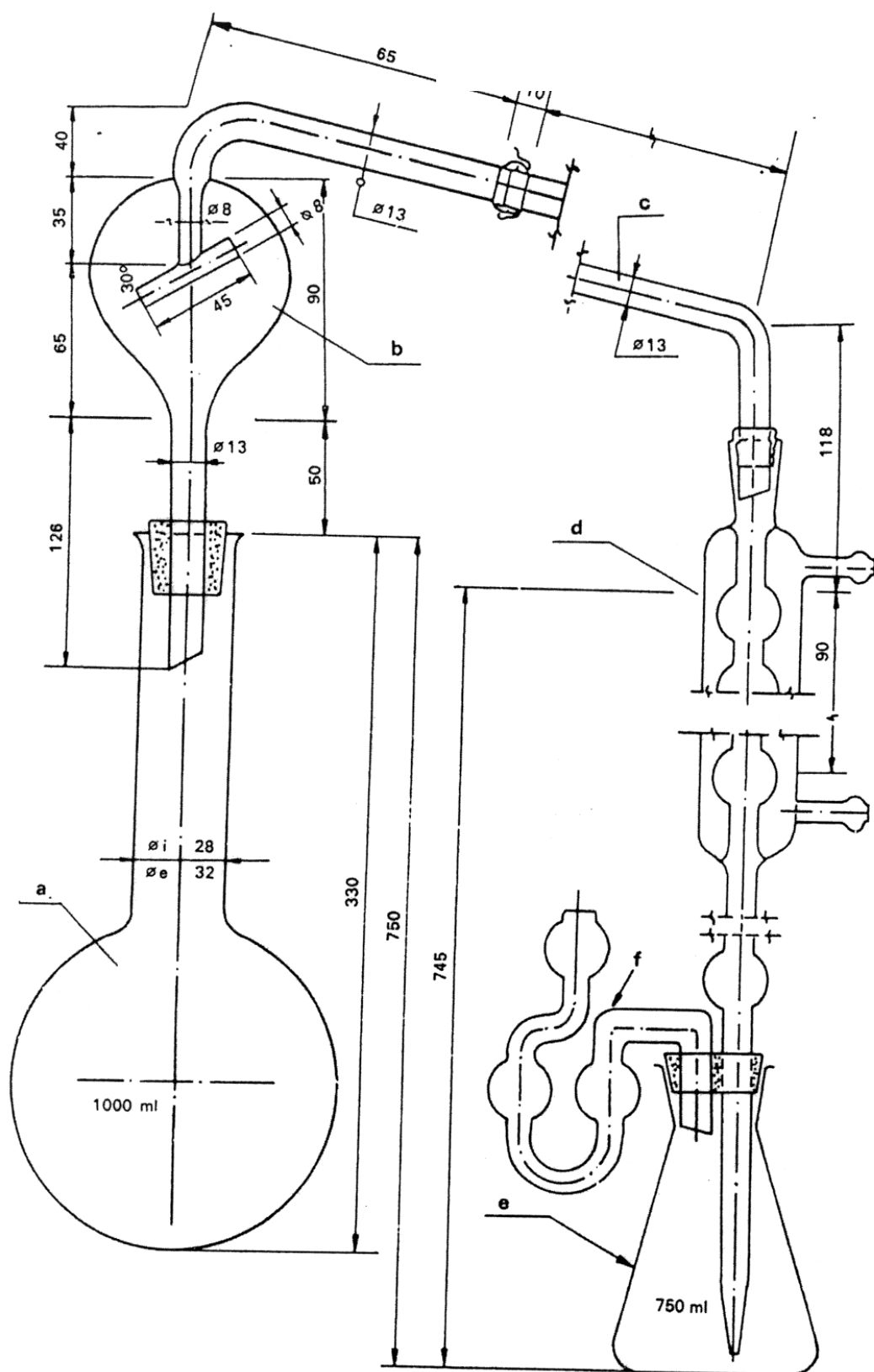
Végezzünk vakpróbát a vizsgálattal azonos körülmények között, és azt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

7.4. Kontroll vizsgálat

Vizsgálat előtt nátrium-nitrát frissen készült, a kiválasztott változattól függően 0,050—0,150 g nitrát-kötésű nitrogént tartalmazó oldatával ellenőrizzük, hogy a berendezés jól működik-e, és a módszert helyesen alkalmazzuk.

8. AZ EREDMÉNY KIFEJEZÉSE

Lásd a C/2.1. fejezetet.



5. ábra

Az 5. ábra magyarázata

- a) 750 ml-s (1000 ml-s) hosszúnyakú gömblombik, kónikus nyakkal.
- b) Desztillációs feltét cseppfogóval, és kivezetésénél 18-as gömbcsiszolattal.
- c) Könyökcső a bevezetésnél 18-as gömbcsiszolattal, kónikus csepegtető véggel.
- d) Hatgolyós golyóshűtő, üvegcső toldással, amely átvezet egy gőzcsapdával felszerelt gumidugón.
- e) 750 ml-es szedő lombik.
- f) Gőzcsapda az ammóniaveszteség megelőzésére.

A berendezés boroszilikát üvegből készült.

C/3. ÖSSZES NITROGÉNTARTALOM MEGHATÁROZÁSA

C/3.1. NITRÁTMENTES KALCIUM CIÁNAMID ÖSSZES NITROGÉNTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGYKÖR

A jelen fejezet eljárást ír le a nitrát mentes kalcium ciánamid összes nitrogéntartalmának meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Kizárólag kalcium ciánamid (nitrát mentes) műtrágya.

3. A MÓDSZER ELVE

Kjeldahl roncsolást követően az ammónia-kötésben levő nitrogént nátrium-hidroxiddal felszabadítjuk, és ismert térfogatú, meghatározott koncentrációjú kénsav oldatban nyeletjük el, és a kénsav felesleget visszatitrálva határozzuk meg.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt víz, széndioxidtól és nitrogén vegyületektől mentes.

4.1. Hígított kénsav ($d_{20} = 1,54$ g/ml): egy térfogatrész kénsav ($d_{20} = 1,84$ g/ml) + egy térfogatrész víz.

4.2. Kálium szulfát analitikai célra.

4.3. Rézoxid (CuO) 0,3—0,4 g minden meghatározáshoz vagy rézszulfát pentahidrát (CuSO₄·5H₂O) egyenértékű mennyisége, 0,95—1,25 g minden meghatározáshoz.

4.4. Nátrium-hidroxid oldat, kb. 30% NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml), ammóniamentes.

4.5. Kénsav: 0,1 mol/l.

4.6. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,1 mol/l.

4.7. Kénsav: 0,2 mol/l.

4.8. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,2 mol/l.

4.9. Kénsav: 0,5 mol/l.

4.10. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,5 mol/l.

4.11. Indikátor oldatok

az a) változathoz

a b) változathoz, lásd a C/1. módszer
2. megjegyzését

a c) változathoz, lásd a C/1. módszer
2. megjegyzését

4.11.1. Keverék indikátor

A oldat: Oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l nátrium-hidroxid oldatban, és vízzel töltsük fel egy literre.

B oldat: Oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és egészítsük ki az oldat térfogatát 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A oldatot két térfogatrész B oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semlegesben szürke és lúgos oldatban zöld színű. Használjunk 0,5 ml-t (10 csepp).

4.11.2. Metilvörös indikátor oldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95%-os etanolban. Egészítsük ki vízzel 100 ml-re és ha szükséges, szűrjük meg.

Ezt az indikátort (4—5 cseppjét) az előző indikátor helyett használhatjuk.

4.12. Horzsakő forráskönnyítő granulátum, sósavban mosott, izzított.

4.13. Kálium-rodanid, analitikai célra

5. FELSZERELÉS

5.1. Desztilláló berendezés, lásd C/1. módszer „Ammónia nitrogén meghatározása.”

5.2. Hosszúnyakú Kjeldahl lombik, megfelelő térfogatú.

5.3. Pipetták, 50, 100 és 200 ml-es.

5.4. 250 ml-es mérőlombik.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Az oldat elkészítése

Mérjünk be 0,001 g pontossággal 1 g mintát Kjeldahl lombikba. Adjunk hozzá 50 ml hígított kénsavat (4.1.), 10 és 15 g közötti mennyiségű kálium-szulfátot (4.2.) és az előírt katalizátort (4.3.). Melegítsük lassan a víz elpárolgatására, majd 2 óra hosszat forraljuk óvatosan. Hagyjuk lehűlni, és hígítsuk 100—150 ml vízzel. Hűtsük le újra. Vigyük a szuszpenziót veszteség nélkül 250 ml-es lombikba, töltsük jelig vízzel, rázzuk össze, és száraz szűrőn szűrjük száraz lombikba.

7.2. Az oldat vizsgálata

A fentiek szerint kapott oldatból a kiválasztott változatnak megfelelően (lásd C/1. módszer) 50, 100 vagy 200 ml-t veszünk ki, kidesztilláljuk az ammóniát a C/1. módszernél leírtak szerint, és elegendő NaOH oldat (4.4.) hozzáadásával biztosítjuk, hogy a lúg jelentős feleslegben legyen.

7.3. Vakpróba

Végezzünk vakpróbát (minta hozzáadása nélkül) a vizsgálattal azonos körülmények között, és vegyük figyelembe az eredmények kiszámításánál.

7.4. Kontroll vizsgálat

Vizsgálat előtt kálium-rodanid (4.13.) meghatározott koncentrációjú oldatából kivett, a minta nitrogéntartalmával közelítőleg azonos nitrogéntartalmú alikvot részével ellenőrizzük, hogy a berendezés jól működik-e, és a módszert helyesen alkalmazzuk.

8. AZ EREDMÉNY SZÁMÍTÁSA

Az eredményt a nitrogéntartalom (N) százalékában fejezzük ki, a beérkezési állapotú műtrágyára vonatkoztatva.

a) változat: $N\% = (50 - A) \times 0,7$

b) változat: $N\% = (50 - A) \times 0,7$

c) változat: $N\% = (35 - A) \times 0,875$

C/3.2. NITRÁTTARTALMÚ KALCIUM CIÁNAMID ÖSSZES NITROGÉN TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY

A jelen fejezet eljárást ír le a kalcium-ciánamid összes nitrogéntartalom meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer alkalmazható nitráttartalmú kalcium-ciánamid vizsgálatára.

3. A MÓDSZER ELVE

A Kjeldahl módszert közvetlenül nem lehet alkalmazni a nitráttartalmú kalcium-ciánamid vizsgálatára. Ezért a nitrát-kötésben lévő nitrogént ammóniává kell redukálni fém vassal és/vagy ón-kloriddal a Kjeldahl roncsolást megelőzően.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt víz, széndioxidtól és nitrogénvegyületektől mentes.

4.1. Kénsav ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

4.2. Vaspor, hidrogénben redukált.

4.3. Kálium-szulfát, finoman porított, analitikai célra.

4.4. Kénsav: 0,1 mol/l.

4.5. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,1 mol/l.

4.6. Kénsav: 0,2 mol/l.

4.7. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,2 mol/l.

4.8. Kénsav: 0,5 mol/l.

4.9. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,5 mol/l.

4.10. Indikátor oldatok

4.10.1. Keverék indikátor

A oldat: Oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l nátrium-hidroxid oldatban és vízzel töltsük fel egy literre.

B oldat: Oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és egészítsük ki az oldat térfogatát 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A oldatot két térfogatrész B oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semlegesben szürke, és lúgos oldatban zöld színű. Használjuk 0,5 ml-t (10 csepp).

4.10.2. Metilvörös indikátor oldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95%-os etanolban. Egészítsük ki vízzel 100 ml-re, és ha szükséges, szűrjük meg.

Ezt az indikátort (4—5 cseppjét) az előző indikátor helyett használhatjuk.

4.11. Ón-klorid oldat

Oldjunk fel 120 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -t 400 ml tömény sósavban ($d_{20} = 1,18$ g/ml), és töltsük fel vízzel egy literre. Az oldatnak teljesen tisztának kell lennie. Közvetlenül felhasználni előtt kell készíteni. Elengedhetetlen, hogy az ón-klorid redukáló tulajdonságát ellenőrizzük.

Megjegyzés:

Oldjunk fel 0,5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -t 2 ml tömény sósavban ($d_{20} = 1,18$ g/ml) és egészítsük ki vízzel 50 ml-re. Adjunk hozzá 5 g Rochelle sót (káliumnátrium-tartarátot) és annyi analitikai tisztaságú nátrium bikarbonátból készült oldatot, hogy az oldat lakmusz papírral lúgos kémhatást mutasson.

az a) változathoz

a b) változathoz, lásd a C/1. módszer
2. megjegyzését

a c) változathoz, lásd a C/1 módszer
2. megjegyzését

Titráljuk meg 0,1 mol/l jódoldattal keményítő indikátor mellett.

1 ml 0,1 mol/l jódoldat 0,01128 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -nak felel meg.

Az így készített oldatban jelenlévő összes ón minimum 80%-a kétértékű formában legyen. A titrálásnál legalább 35 ml 0,1 mol/l jódoldatnak kell fogynia.

4.12. Nátrium-hidroxid oldat, 30%-os NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml), ammóniamentes.

4.13. Nitrát-ammónia standard oldat

Mérjük le 2,5 g analitikai tisztaságú kálium-nitrátot és 10,16 g analitikai tisztaságú ammónium-szulfátot egy 250 ml-es mérőlombikba. Oldjuk fel vízzel, töltsük fel 250 ml-re. Ennek az oldatnak 1 ml-e 0,01 g nitrogénnek felel meg.

4.14. Horzsakő forráskönnyítő granulátum, sósavban mosott, izzított.

5. FELSZERELÉS

Lásd C/3.1. fejezetet.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Az oldat elkészítése

Mérjük le 1 g mintát 0,001 g pontossággal és vigyük a Kjeldahl lombikba. Adjunk hozzá 0,5 g vasport (4.2.) és 50 ml ón-klorid oldatot (4.11.), keverjük össze, és hagyjuk állni fél óráig. Ezalatt a 10. és a 20. percben újra keverjük össze. Ezután adjunk hozzá 10 g kálium-szulfátot (4.3.) és 30 ml kénsavat (4.1.). Forraljuk fel, és folytassuk a forralást a fehér gőzök megjelenésétől számított egy óra hosszat. Hagyjuk hűlni, és hígítsuk 100 és 150 ml közötti térfogatú vízzel. Vigyük át a szuszpenziót veszteség nélkül egy 250 ml-es mérőlombikba, hűtsük le, töltsük jelig, és szűrjük le száraz szűrőn át egy száraz lombikba. Ahelyett, hogy szuszpenziót leszivornyáznánk a C/1. módszer *a)*, *b)* vagy *c)* változata szerinti meghatározáshoz, ebből az oldatból az ammónia kötésben lévő nitrogént is meghatározhatjuk, azután, hogy elegendő nátrium-hidroxidot adtunk a lúgfelesleg biztosításához (4.12.).

7.2. Az oldat vizsgálata

A fentiek szerint nyert oldatból a 2.1. módszer kiválasztott *a)*, *b)* vagy *c)* változatának megfelelően 50, 100 vagy 200 ml-t veszünk ki. A C/1. módszer szerint kidesztilláljuk az ammóniát, vigyázva arra, hogy desztilláló lombikba elegendő Nátrium-hidroxid oldatot (4.12.) adjunk a nagy lúgfelesleg biztosítására.

7.3. Vakpróba

Végezzünk vakpróbát (minta hozzáadása nélkül) a vizsgálattal azonos körülmények között, és vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

7.4. Kontroll vizsgálat

A vizsgálat elvégzése előtt ellenőrizzük a berendezés működésének helyességét és a módszer megfelelő alkalmazását olyan oldattal, amely az ammónia-kötésű és a nitrát-kötésű nitrogént meghatározott, a nitráttartalmú kalcium-ciánamid műtrágya nitrát-nitrogén és ciánamid-nitrogén tartalmával összemérhető mennyiségben tartalmazza.

Erre a célra mérjük a standard oldat (4.13.) 20 ml-ét a Kjeldahl lombikba.

Végezzük el a vizsgálatot a 7.1. és 7.2. pontban leírtak szerint.

8. AZ EREDMÉNY SZÁMÍTÁSA

Az eredményt a nitrogéntartalom (N) százalékában fejezzük ki, a beérkezési állapotú műtrágyára vonatkoztatva.

a) változat: $N\% = (50 - A) \times 0,7$

b) változat: $N\% = (50 - A) \times 0,7$

c) változat: $N\% = (35 - A) \times 0,875$

C/3.3. ÖSSZES NITROGÉNTARTALOM MEGHATÁROZÁSA KARBAMIDBAN

1. TÁRGY

A jelen fejezet eljárást ír le a karbamid összes nitrogéntartalmának meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszert kizárólag nitrátmentes karbamid műtrágyákra lehet alkalmazni.

3. A MÓDSZER ELVE

A karbamidot kénsav jelenlétében történő forralással ammóniává alakítjuk. Az így kapott ammóniát a meglúgosított oldatból kidesztilláljuk, a desztillátumot meghatározott koncentrációjú, ismert mennyiségű kénsavban fogjuk fel. A sav felesleget meghatározott koncentrációjú lúggoldattal visszatitráljuk.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt, széndioxid és nitrogén vegyületektől mentes víz.

4.1. Koncentrált kénsav ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

4.2. Nátrium-hidroxid oldat, kb. 30% NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml), mentes.

4.3. Kénsav: 0,1 mol/l.

4.4. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,1 mol/l.

4.5. Kénsav: 0,2 mol/l.

4.6. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,2 mol/l.

4.7. Kénsav: 0,5 mol/l.

4.8. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,5 mol/l.

az a) változathoz

a b) változathoz, lásd a C/1. módszer
2. megjegyzését

a c) változathoz, lásd a C/1. módszer
2. megjegyzését

4.9. Indikátor oldatok

4.9.1. Keverék indikátor

A oldat: Oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l nátrium-hidroxid oldatban, és vízzel töltjük fel egy literre.

B oldat: Oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és egészítsük ki az oldat térfogatát 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A oldatot két térfogatrész B oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semlegesben szürke, és lúgos oldatban zöld színű. Használjunk 0,5 ml-t (10 csepp).

4.9.2. Metilvörös indikátor oldat

Oldjunk fel 0,1 g metil vöröst 50 ml 95%-os etanolban. Egészítsük ki vízzel 100 ml-re, és ha szükséges, szűrjük meg.

Ezt az indikátort (4—5 cseppjét) az előző indikátor helyett használhatjuk.

4.10. Horzsakő forráskönnnyítő granulátum, sósavban mosott, izzított.

4.11. Karbamid, analitikai célra.

5. FELSZERELÉS

5.1. Desztilláló berendezés, lásd C/1. módszert, „Ammónia nitrogén meghatározása”.

5.2. 500 ml-es mérőlombik.

5.3. Pipetták, 25, 50 és 100 ml.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Az oldat elkészítése

Mérjük az előkészített minta 2,5 g-ját 0,001 pontossággal egy 300 ml-es Kjeldahl lombikba, és nedvesítsük meg 20 ml vízzel. Adjunk hozzá 20 ml tömény kénsavat (4.1.) és néhány szem üveggyöngyöt az egyenletes forrás biztosítására. A kifröcsögés megakadályozására tegyünk lombik nyakába hosszúszerű üvegtölcsért. Melegítsük kezdetben lassan, majd növelve a hőt mindaddig, amíg fehér füst keletkezése válik megfigyelhetővé (30—40 perc).

Hűtsük le, és hígítsuk 100—150 ml vízzel. Veszteség nélkül vigyük át 500 ml-es mérőlombikba, az üledékeket is átöntve. Hagyjuk szobahőmérsékletre hűlni, töltsük jelig vízzel, keverjük össze, és ha szükséges, szűrjük át száraz szűrőn száraz lombikba.

7.2. Az oldat vizsgálata

A fentiek szerint nyert oldatból hiteles pipettával vigyünk a C/1. módszer kiválasztott változatának megfelelően 25, 50 vagy 100 ml-t a desztilláló lombikba. Desztilláljuk ki az ammóniát a C/1. módszerben leírtak szerint, elegendő NaOH-t ($d_{20} = 1,33$ g/ml) (4.2.) adva a desztilláló lombikba jelentős lúgfölösleg biztosításához.

7.3. Vakpróba

Végezzünk vakpróbát (minta hozzáadása nélkül) a vizsgálattal azonos körülmények között, és ezt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

7.4. Kontroll vizsgálat

A vizsgálat előtt frissen készített karbamid oldat (4.11.) alikvot részével ellenőrizzük, hogy a berendezés jól működik-e, és a módszert helyesen alkalmazzuk.

8. AZ EREDMÉNY KISZÁMÍTÁSA

Az eredményt a beérkezési állapotú műtrágya százalékos nitrogén (N) tartalmában adjuk meg:

a) változat: $N\% = (50 - A) \times 1,12$

b) változat: $N\% = (50 - A) \times 1,12$

c) változat: $N\% = (35 - A) \times 1,40$.

C/4. A CIÁNAMID KÖTÉSBEN LÉVŐ NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY

A jelen fejezet eljárást ír le a ciánamid kötésben lévő nitrogén meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Kalcium-ciánamid és kalcium-ciánamid /nitrát keveréke.

3. A MÓDSZER ELVE

A ciánamidot lecsapjuk ezüst komplex formájában, és csapadékból határozzuk meg Kjeldahl módszerrel.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt, széndioxid és nitrogén vegyületektől mentes víz.

4.1. Jégecet.

4.2. Ammóniaoldat, 10 súly% ammónia gáz tartalommal ($d_{20}=0,96$ g/ml).

4.3. Tollens reagens (ezüst-ammónia oldat).

Elegyítsünk 10%-os vizes ezüst-nitrát (AgNO_3) oldatot 500 ml 10%-os ammónia oldattal (4.2.).

Óvjuk fénytől, hőtől és levegőtől. Az oldatot rendes körülmények között évekig el lehet tartani. A reagens jó minőségűnek minősül mindaddig, amíg az oldat tiszta.

4.4. Tömény kénsav ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

4.5. Kálium-szulfát analitikai célra.

4.6. Rézoxid (CuO), 0,3—0,4 g minden meghatározáshoz vagy pedig rézszulfát-pentahidrát ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ekvivalens mennyisége, 0,95—1,25 g minden meghatározáshoz.

4.7. Nátrium-hidroxid oldat, ammóniamentes kb. 30% NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml).

4.8. Kénsav: 0,1 mol/l.

4.9. Nátrium vagy kálium hidroxid: 0,1 mol/l.

4.10. Indikátor oldatok

4.10.1. Keverék indikátor

A oldat: Oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l nátrium-hidroxid oldatban és vízzel töltsük fel egy literre.

B oldat: Oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és egészítsük ki az oldat térfogatát 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A oldatot két térfogatrész B oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semlegesben szürke és lúgos oldatban zöld színű. Használjunk 0,5 ml-t (10 csepp).

4.10.2. Metilvörös indikátor oldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95%-os etanolban. Egészítsük ki vízzel 100 ml-re és ha szükséges, szűrjük meg.

Ezt az indikátort (4—5 cseppjét) az előző indikátor helyett használhatjuk.

4.11. Horzsakő forráskönnnyítő granulátum, sósavban mosott, izzított.

4.12. Kálium-tiocianát analitikai célra.

5. FELSZERELÉS

5.1. Desztillációs berendezés, lásd C/1. módszer „ammónia kötésben lévő nitrogén meghatározása”.

5.2. 500 ml-es kalibrált lombik (pl. Stohman lombik).

5.3. Hosszúnyakú Kjeldahl lombik megfelelő térfogattal (300—500 ml).

5.4. Pipetta, 50 ml-es.

5.5. Körkörös rázó gép (35—40 fordulat/perc).

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Biztonsági intézkedések

Ezüst-ammónia tartalmú oldatokkal való munka közben védőszemüveget kell viselni. Ha a folyadék felszínén vékony hártya képződik, rázkódás hatására robbanás következhet be, a legnagyobb óvatosság indokolt.

7.2. A vizsgálati oldat elkészítése

Mérjünk le 2,5 g mintát 0,001 g pontossággal, és vigyük kis porcelán mozsárba. Dörzsöljük el a mintát háromszor vízzel, a vizet minden dörzsölés után az 500 ml-re kalibrált Stohman lombikba (5.2.) töltve. Végül vigyük át a mintát veszteség nélkül a Stohman lombikba, belemosva a dörzsmozsarat, a dörzsölőt és a tölcserít is. Adjunk hozzá annyi vizet, hogy kb. 400 ml legyen. Adjunk hozzá 15 ml ecetsavat (4.1.). Rázassuk a rázógépen (5.5.) 2 óra hosszat.

Töltsük fel a lombikot 500 ml vízzel, keverjük össze, és szűrjük meg.

A vizsgálatot a lehető leggyorsabban kell elvégezni.

7.3. Az oldat vizsgálata

A szűrlet 50 ml-ét vigyük 250 ml-es főzőpohárba.

Adjunk hozzá ammónia oldatot (4.2.), amíg enyhén lúgos lesz, majd adjunk hozzá 30 ml meleg ammóniás ezüst-nitrát oldatot (4.3.) a ciánamid sárga színű ezüst-komplexének leválasztása céljából.

Hagyjuk egy éjszakán át állni, szűrjük le a csapadékot, és mossuk hideg vízzel, amíg teljesen ammóniamentes lesz.

A szűrőt és a csapadékot még nedvesen helyezzük Kjeldahl lombikba, adjunk hozzá 10—16 g kálium-szulfátot (4.5.), az előírt mennyiségű katalizátort (4.6.), majd 50 ml vizet és 25 ml tömény kénsavat (4.4.).

Melegítsük lassan a lombikot óvatos rázogatós mellett, amíg az elegy forni kezd. Fokozzuk a melegítést, forraljuk az oldatot, amíg átlátszó színtelen vagy világoszöld lesz. Ezután még egy óra hosszat forraljuk, majd hagyjuk lehűlni.

Vigyük át az oldatot veszteség nélkül a desztilláló lombikba, adjunk hozzá néhány forráskönnnyítő horzsakő granulátumot (4.11.) és töltsük fel vízzel kb. 350 ml-re Keverjük össze és hűtsük le.

Desztilláljuk ki az ammóniát a C/1. módszer a) változata szerint, elegendő mennyiségű NaOH oldatot (4.7.) adagolva ahhoz, hogy jelentős lúgfölösleg legyen.

7.4. Vakpróba

Végezzünk vakpróbát (minta hozzáadása nélkül) a vizsgálattal azonos körülmények között, és vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

7.5. Kontroll vizsgálat

Vizsgálat előtt kálium-rodanid (4.12.) standard oldatának kb. 0,05 g nitrogénnek megfelelő alikvot részével ellenőrizzük, hogy a berendezés jól működik-e és a módszert helyesen alkalmazzák-e.

8. AZ EREDMÉNYEK KISZÁMÍTÁSA

Az eredményt a ciánamid kötésben lévő nitrogén tömegszázalékában adjuk meg, a beérkezési állapotú műtrágyára vonatkoztatva.

$$N\% = (50 - A) \times 0,56$$

C/5. KARBAMID BIURET TARTALMÁNAK SPEKTROFOTOMETRIÁS MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY

A jelen fejezet eljárást ír le karbamid biuret tartalmának meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszert kizárólag karbamidra lehet alkalmazni.

3. A MÓDSZER ELVE

Lúgos közegben, kálium nátrium tartarát jelenlétében a biuret és a kétértékű réz ion ibolyaszínű rézvegyületet képeznek. Az oldat optikai sűrűségét kb. 546 nm (nanométer) hullámhosszon kell meghatározni.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt víz, széndioxidtól és nitrogén vegyületektől mentes. A víz minősége ennél a vizsgálatnál különösen fontos.

4.1. Metanol.

4.2. Kénsav oldat, kb. 0,1 mol/l.

4.3. Nátrium-hidroxid oldat, kb. 0,1 mol/l.

4.4. Káliumnátrium-tartarát lúgos oldata

Egy literes mérőlombikban oldjunk fel 40 g nátrium-hidroxidot 500 ml vízben, és hagyjuk lehűlni. Adjunk hozzá 50 g káliumnátrium-tartarátot ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$). Töltsük fel jelig. Hagyjuk 24 órát állni használat előtt.

4.5. Rézszulfát oldat

Egy literes mérőlombikban oldjunk fel 15 g rézszulfátot ($\text{CuSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 500 ml vízben. Töltsük fel jelig.

4.6. Frissen készített biuret oldat

250 ml-es mérőlombikban oldjunk fel vízben 0,25 g tiszta biuretet¹. Töltsük fel 250 ml-re. Ennek az oldatnak 1 ml-e 0,001 g biuretet tartalmaz.

4.7. Indikátor oldat

100 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 0,1 g metilvörös indikátort 50 ml 95%-os etanolban. Töltsük fel vízzel 100 ml-re. Ha oldhatatlan részek vannak benne, szűrjük le.

5. KÉSZÜLÉK

5.1. Spektrofotométer vagy fotométer szűrővel, amelynek érzékenysége és pontossága lehetővé teszi a 0,5% T alatti méréseket²

5.2. Mérőlombik, 100, 250 és 1000 ml-es.

5.3. Osztott pipetták, 2, 5, 10, 20, 25 és 50 ml-es vagy 25 ml-es 0,05 ml beosztású buretta.

5.4. Főzőpohár, 250 ml-es.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. A standard görbe elkészítése

Vigyük a biuret standard (4.6.) oldat 0, 2, 5, 10, 20, 25 és 50 ml-es részleteit egy 7 db 100 ml mérőlombikból álló mérőlombik-sorozatba. A térfogatot egészítsük ki vízzel kb. 50 ml-re, semlegesítsük 0,1 mol/l kénsavval (4.2.). Adjunk hozzá 20 ml-t a lúgos tartarát oldatból (4.4.), majd 20 ml-t a réz-szulfát oldatból (4.5.).

Megjegyzés:

Ezeket az oldatokat két pontos burettával kell bemérni vagy még jobb pipettával.

Töltsük fel a mérőlombikokban lévő oldatokat vízzel 100 ml-re, keverjük össze, és hagyjuk állni 15 percig 30 ± 2 °C-on. A „0” biuret tartalmú oldattal szemben mérjük a többi oldat abszorbanciáját kb. 546 nm hullámhosszon megfelelő hosszúságú küvetában.

Rajzoljuk fel a kalibrációs görbét, az abszorbanciát az ordinátán, a biuret mg-ban megadott megfelelő mennyiségeit pedig az abszcisszán.

7.2. A vizsgálandó oldat elkészítése

Mérjük be az előkészített minta 10 g-ját 0,001 pontossággal; oldjuk fel kb. 150 ml vízben egy 250 ml mérőlombikban, majd töltsük jelig. Szűrjük le, ha szükséges.

¹ A biuretet előzetesen 10%-os ammónia oldattal, majd acetonnal történő mosással és vákuumszártással tisztíthatjuk.

² Lásd 9. függelék.

1. észrevétel

Ha a vizsgálandó minta több, mint 0,015 g ammónia-kötésben lévő nitrogént tartalmaz, akkor 250 ml főzőpohárban, 50 ml metanolban (4.1.) oldjuk fel. Pároljuk be a metanolt, míg a térfogat kb. 25 ml-re csökken. Ezt vigyük veszteség nélkül 250 ml-es mérőlombikba, töltsük fel jelleg vízzel. Ha szükséges, száraz redős szűrőpapíron száraz edénybe szűrjük le.

2. észrevétel

Az opaleszcencia kiküszöbölése: ha kolloid részecskék vannak jelen, szűrőskor nehézségek támadhatnak. Ilyen esetben az oldatot a következőképpen kell elkészíteni: oldjuk fel a mintát 150 ml vízben, adjunk hozzá 2 ml 1 mol/l sósavat, és szűrjük át az oldatot sima, dupla, nagyon finom szűrőpapíron 250 ml-es mérőlombikba. Mossuk a szűrőket vízzel, majd töltsük fel a lombikot. Folytassuk az eljárást a 7.3. „Meghatározás” pontban előírt eljárás szerint.

7.3. Meghatározás

A feltételezett biuret koncentrációnak megfelelően pipetázzunk ki a 7.2. szerinti oldatból 25 vagy 50 ml-t és vigyük ezt a mennyiséget 100 ml-es mérőlombikba, és ha szükséges, semlegesítsük 0,1 mol/l kénsav vagy nátronlúg reagenssel (4.2. vagy 4.3.), metilvörös indikátor mellett, és ugyanolyan pontossággal, mint ahogy a standard görbe felvételénél eljártunk, adjuk hozzá a káliumnátrium-tartarát (4.4.) lúgos oldatának 20 ml-ét, és a réz oldatnak (4.5.) ugyancsak 20 ml-ét. Töltsük fel jelleg, alaposan keverjük össze, és hagyjuk állni 15 percig 30 ± 2 °C-n.

Ezután végezzük el a fotometriás méréseket, és számítsuk ki a karbamid biuret tartalmát.

8. AZ EREDMÉNY KISZÁMITÁSA

Ha a „C” a biuret tömege milligrammban a kalibrációs görbéről leolvasva, „V” pedig az alikvot rész térfogata, akkor:

$$\text{Biuret}\% = \frac{C \times 2,5}{V}$$

9. FÜGGELÉK

Ha „J_o” a monokromatikus fénysugarak intenzitása (a mérési hullámhosszon) a fényáteresztő közegbe belépéskor, „J” pedig a kilépéskor, akkor:

— a transzmisszió faktora: $T = \frac{J}{J_o}$

— abszorbancia: $O = \frac{J_o}{J}$

— optikai sűrűség: $E = \log O$

— optikai sűrűség az optikai úthosszra vonatkoztatva: $k = \frac{E}{s}$

— a specifikus optikai sűrűségi koefficiens: $K = \frac{E}{(c \times s)}$

ahol:

- | | |
|---|---|
| s | = a rétegvastagság cm-ben, |
| c | = a koncentráció mg/l-ben, |
| k | = az anyagra jellemző tényező a Lambert-Beer törvény szerint. |

C/6. KÜLÖNFÉLE FORMÁBAN KÖTÖTT NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA
UGYANABBAN A MINTÁBAN

*C/6.1. KÜLÖNFÉLE FORMÁBAN KÖTÖTT NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA NITRÁT, AMMÓNIA,
KARBAMID ÉS CIÁNAMID NITROGÉNT TARTALMAZÓ MŰTRÁGYA MINTÁBAN*

1. TÁRGY

A jelen fejezet eljárást ír le a valamely formában kötött nitrogén meghatározására bármely fenti formában kötött nitrogén jelenlétében.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer alkalmazható valamennyi olyan, a rendelet hatálya alá tartozó műtrágyára, amely különféle formában kötött nitrogént tartalmaz.

3. A MÓDSZER ELVE

3.1. Az összes oldható és nem oldható nitrogén

A standard műtrágyáknak a 3. számú melléklet 1. függeléke szerinti listája alapján a jelen meghatározás kalcium ciánamidot tartalmazó termékekre alkalmazható.

3.1.1. Nitrát vegyületek távollétében a vizsgálati mintát közvetlen Kjeldahl módszerrel kell elroncsolni.

3.1.2. Nitrát vegyületek jelenlétében a vizsgálati mintát vassal és ón-kloriddal végzett redukciót követően Kjeldahl módszerrel leronszolni.

Mindkét esetben a C/1. módszerrel kell meghatározni az ammóniát.

Megjegyzés:

Ha a vizsgálat 0,5-nél magasabb oldhatatlan nitrogén jelenlétére utal, akkor arra a következtetésre lehet jutni, hogy a műtrágya olyan oldhatatlan nitrogén vegyületeket tartalmaz, amelyek nem tartoznak a 8/2001. (I. 26.) FVM rendelet hatálya alá.

3.2. Oldható nitrogén formák

A következőket ugyanabból a mintaoldatból vett, különböző alikvot részekből határozzuk meg.

3.2.1. Összes oldható nitrogén

3.2.1.1. — nitrátok távollétében közvetlen Kjeldahl roncsolással.

3.2.1.2. — nitrátok jelenlétében az oldat Ulsch szerinti redukcióját követően kivett alikvot részének Kjeldahl szerinti roncsolásával.

Az ammóniát mindkét esetben a C/1. fejezet szerint határozzuk meg.

3.2.2. Összes oldható nitrogén a nitrát-kötésű nitrogén kivételével Kjeldahl roncsolással, a nitrát-kötésű nitrogén vassulfáttal történt előzetes eltávolítása után.

Az ammóniát a C/1. fejezet szerint határozzuk meg.

3.2.3. nitrát-kötésű nitrogén különbség alapján:

3.2.3.1. — kalcium-ciánamid távollétében a 3.2.1.2. és 3.2.2. közötti különbség, vagy az összes oldható nitrogén (3.2.1.2.) és az ammóniakötésű és karbamid-kötésű szerves nitrogén (3.2.4 + 3.2.5.) közötti különbség alapján.

3.2.3.2. — kalcium ciánamid jelenlétében a 3.2.1.2. és a 3.2.2. közötti különbség, vagy a 3.2.1.2. és a 3.2.4. + 3.2.5. + 3.2.6. összege közötti különbség alapján.

3.2.4. ammóniakötésű nitrogén:

3.2.4.1. ha csak ammónia vagy ammónia + nitrát-kötésű nitrogén van jelen, az 1. módszer alkalmazásával.

3.2.4.2. karbamid-kötésű nitrogén és/vagy ciánamid nitrogén jelenlétében enyhe lúgosítást követő hideg desztillációval, az ammóniát ismert koncentrációjú kénsavban elnyelve, és a C/1. módszer szerint meghatározva.

3.2.5. karbamid kötésű nitrogén:

3.2.5.1. ureáz segítségével ammóniává alakítva, amelyet ismert koncentrációjú sósavval titrálunk meg,
vagy

3.2.5.2. gravimetriás módszerrel xanthidrollal: az együtt leváló biuretet nagyobb hiba nélkül karbamidként számolhatjuk, mivel a biuret koncentrációja ezekben az összetett műtrágyákban abszolút értékben alacsony,
vagy

3.2.5.3. különbség alapján számítással az alábbi táblázat szerint:

Eset	Nitrát nitrogén	Ammónia nitrogén	Ciánamid nitrogén	Különbség számítása
1.	nincs	van	van	(3.2.1.1.)—[(3.2.4.2.) + (3.2.6.)]
2.	van	van	van	(3.2.2.)—[(3.2.4.2.) + (3.2.6.)]
3.	nincs	van	nincs	(3.2.1.1.)—(3.2.4.2.)
4.	van	van	nincs	(3.2.2.)—(3.2.4.2.)

3.2.6. ciánamid nitrogén ezüstvegyületként történő lecsapását követően a csapadékból Kjeldahl módszerrel.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt víz, széndioxidtól és nitrogén vegyületektől mentes.

4.1. Kálium-szulfát, analitikai célra.

4.2. Vapour, redukált.

(Az előírt vapour mennyisége legalább 50 mg nitrát nitrogén redukálására legyen alkalmas.)

4.3. Kálium-rodanid analitikai célra.

4.4. Kálium-nitrát analitikai célra.

4.5. Ammónium-szulfát analitikai célra.

4.6. Karbamid analitikai célra.

4.7. Hígított kénsav, 1:1 térfogatarányú egy rész kénsav ($d_{20} = 1,84$ g/ml) egy rész víz.

4.8. Meghatározott koncentrációjú kénsav oldat: 0,2 mol/l.

4.9. Tömény nátrium-hidroxid oldat. Kb. 30 vegyes%-os NaOH oldat, ammóniamentes.

4.10. Meghatározott koncentrációjú nátrium- vagy kálium-hidroxid: 0,2 mol/l, karbonát mentes.

4.11. Ón-klorid oldat.

Oldjunk fel 120 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -t 400 ml tömény sósavban ($d_{20} = 1,18$ g/ml), és töltsük fel vízzel egy literre. Az oldatnak teljesen tisztának kell lennie. Közvetlenül felhasználás előtt kell készíteni. Elengedhetetlen, hogy az ón-klorid redukáló tulajdonságát ellenőrizzük.

Megjegyzés:

Oldjunk fel 0,5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -t + 2 ml tömény sósavban ($d_{20} = 1,18$ g/ml) és egészítsük ki vízzel 50 ml-re. Adjunk hozzá 5 g Rochelle sót (káliumnátrium-tartarátot) és annyi analitikai tisztaságú nátriumhidrogén-karbonátból készült oldatot, hogy az oldat lakmusz papírral lúgos kémhatást mutasson.

Titráljuk meg 0,1 mol/l jódooldattal keményítő indikátor mellett. 1 ml 0,1 mól/l mérőoldat megfelel 0,001128 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -nak. Az így készített oldatban jelenlévő összes ón minimum 80%-a kétértékű formában legyen. A titrálásra legalább 35 ml 0,1 mol/l jódooldat fogyjon.

4.12. Kénsav ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

4.13. Hígított sósav: 1:1 térfogatarányú, egy rész sósav ($d_{20} = 1,18$ g/ml) egy rész víz.

4.14. Ecetsav: 96—100%-os.

4.15. Kénsavoldat kb. 30% (m/v) kénsavtartalommal.

4.16. Vasszulfát, kristályos: $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

4.17. Meghatározott koncentrációjú kénsav oldat: 0,1 mol/l.

4.18. Oktilalkohol.

4.19. Kálium-karbonát telített oldata.

4.20. Nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata: 0,1 mol/l (karbonátmentes).

4.21. Bárium-hidroxid telített oldata.

4.22. Nátrium-karbonát oldat: 10% (m/v).

4.23. Sósav: 2 mol/l.

4.24. Meghatározott koncentrációjú sósav oldat: 0,1 mol/l.

4.25. Ureáz oldat

Szuszpendáljunk 0,5 g aktív ureázt 100 ml desztillál vízben. 0,1 mol/l sósavat (4.24.) használva, pH-mérő segítségével állítsuk a pH-t 5,4-re.

4.26. Xanthidrol

5%-os etanolos vagy metanolos (4.31.) oldat. (Ne használjunk olyan terméket, amelyben sok az oldhatatlan rész.) Az oldatot jól zárható edényben fénytől védve 3 hónapig el lehet tartani.

4.27. Rézoxid CuO : 0,3—0,4 g vizsgálatonként, vagy rézszulfát pentahidrát ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ekvivalens mennyisége: 0,95—1,25 g vizsgálatonként.

4.28. Horzsakő forráskönnnyítő granulátum, sósavban mosott, izzított.

4.29. Indikátor oldatok

4.29.1. Keverék indikátor

A oldat: Oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 mol/l nátrium-hidroxid oldatban és vízzel töltsük fel egy literre.

B oldat: Oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és egészítsük ki az oldat térfogatát 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A oldatot két térfogatrész B oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolya-, semlegesben szürke és lúgos oldatban zöld színű. Használjuk 0,5 ml-t (10 csepp).

4.29.2. Metilvörös indikátor oldat

Oldjunk fel 0,1 g metil vöröst 50 ml 95%-os etanolban. Egészítsük ki vízzel 100 ml-re és ha szükséges, szűrjük meg.

Ezt az indikátort (4—5 cseppjét) az előző indikátor helyett használhatjuk.

4.30. Indikátor papírok

Lakmusz, brómtimolkék (vagy más, pH 6 és 8 között i változásra érzékeny papírok).

4.31. Etanol vagy metanol: 95%-os oldat

5. FELSZERELÉS

5.1. Desztillációs berendezés: lásd a C/1. módszert.

5.2. Az ammóniakötésű nitrogén meghatározására szolgáló készülék a 7.2.5.3. módszernek megfelelően (lásd a C/6.1. fejezetet és a 6. ábrát).

A berendezés speciálisan kiképzett, gömbölyű üveg fejrésszel ellátott szedőből áll, amelynek egy oldal kivezető nyaka is van. A fejen keresztül egy cseppfogóval ellátott cső nyúlik ki, valamint egy merőlegesen hajlított cső a levegő bevezetésére. A csöveket egyszerű gumi csatlakozással lehet a szedőhöz kapcsolni. Fontos, hogy a levegőt bevezető cső végének kiképzése megfelelő formájú legyen, mivel gázbuborékoknak tökéletesen kell eloszolniuk a szedőben és az gázmosóban lévő oldatokban. A legjobb erre a kis, gombaformájú gázbevezető fej, amelynek átmérője 20 mm, és közben a kerületén 6 db 1 mm-es nyílása van.

5.3. A karbamid-kötésű nitrogén ureáz technikával történő meghatározására szolgáló készülék (7.2.6.1.). Egy 300 ml-es Erlenmeyer lombikból, egy csepegtetőtölcsérből és egy kis gázmosóból áll (lásd a 7. ábra).

5.4. Körkörös rázógép (35—40 fordulat/perc).

5.5. pH-méter.

5.6. Állítható hőfokú szárítószekrény.

5.7. Üvegáru

- pipetták, 2, 5, 10, 20, 25, 50 és 100 ml-es,
- hosszúnyakú Kjeldahl lombikok, 300 és 500 ml-es,
- mérőlombikok 100, 250, 500 és 1000 ml-es,
- zsugorított üvegszűrő téglék, 5—15 µm pórusátmérőjű,
- mozsarak.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ANALITIKAI TECHNIKÁK

7.1. Összes oldható és oldhatatlan nitrogén.

7.1.1. Nitrátok távollétében

7.1.1.1. Roncsolás

Mérjük be 0,001 g pontossággal olyan mennyiségű mintát, amely maximum 100 mg nitrogént tartalmaz. Vigyük a desztilláló berendezés lombikjába (5.1.). Adjunk hozzá 10 és 15 g közötti mennyiségű kálium-szulfátot (4.1.), a katalizátort (4.27.) és pár szem forráskönnyítő granulátumot (4.28.). Ezután adjunk hozzá 50 ml hígított kénsavat (4.7.), és keverjük gondosan össze. Először óvatosan melegítsük, időnként rázogatva, amíg a habzás megszűnik, azután úgy állítsuk be a melegítést, hogy az oldat egyenletesen forrjon. Az oldat kitisztulása után még egy órát forraljuk, ügyelve arra, hogy a lombik nyakára vagy falára ne tapadjon fel szerves anyag. Hagyjuk lehűlni. Óvatosan hígítsuk meg 350 ml vízzel rázogatas közben. Biztosítsuk, hogy az oldódás a lehető legteljesebb legyen. Hagyjuk lehűlni, és csatlakoztassuk a lombikot a desztilláló készülékhez (5.1.).

7.1.1.2. Az ammónia desztillációja

Vigyük a berendezés szedőjébe hiteles pipettával 50 ml meghatározott koncentrációjú 0,2 mol/l kénsav oldatot (4.8.). Adjuk hozzá az indikátort (4.29.1. vagy 4.29.2.). Ügyeljünk rá, hogy a hűtő vége legalább 1 cm-rel az oldat felszíne alá nyúljon.

Ügyelve, hogy ammóniavesztés ne léphessen fel, óvatosan adjunk annyi tömény nátrium-hidroxid oldatot (4.9.) a desztilláló lombikba, hogy a folyadékelegy erősen lúgos legyen, 120 ml általában elegendő; győződjünk meg erről néhány csepp fenoltalein oldat adagolásával. A lombik tartalmának a desztilláció befejezésekor is határozottan lúgosnak kell lennie. Állítsuk be a lombik melegítését úgy, hogy 150 ml kb. fél óra alatt desztilláljon le. Vizsgáljuk meg indikátor papírral (4.30.), hogy a desztilláció végbement-e. Ha ez lenne a helyzet, desztilláljunk át további 50 ml-t, és ismételjük meg az indikátorpapíros ellenőrzést, amíg a desztillátum újabb részlete már semleges kémhatást mutat az indikátor papírral (4.30.). Engedjük le a szedőt, desztilláljunk még pár ml-t, és öblítsük le a hűtő végét. A savfelesleget kálium- vagy nátrium-hidroxid meghatározott koncentrációjú 0,2 mol/l oldatával (4.10.) titráljuk az indikátor színének megváltozásáig.

7.1.1.3. Vakpróba

Végezzünk vakpróbát a vizsgálattal azonos körülmények között, és azt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

7.1.1.4. Az eredmény kiszámítása

$$N\% = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

ahol:

a = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (5.1.) szedőjébe 50 ml meghatározott koncentrációjú 0,2 mol/l kénsavat (4.8.) adtunk,

- A = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml, amely a minta vizsgálatára fogyott,
M = a bemérés tömege, g.

7.1.2. Nitrát jelenlétében

7.1.2.1. Vizsgálati minta

Mérjünk be 0,001 g pontossággal annyi mintát, amely 40 mg nitrát nitrogénnél nem tartalmaz többet.

7.1.2.2. A nitrát redukciója

Elegyítsük a bemért mintát 50 ml vízzel egy kis mozsárban. Minimális vízmennyiséggel mossuk át egy 500 ml-es Kjeldahl lombikba. Adjunk hozzá 5 g redukált vasat (4.2.) és 50 ml ón-klorid oldatot (4.11.). Rázzuk össze, és hagyjuk állni fél óra hosszat. Állás közben 10, illetve 20 perc elteltével újra keverjük össze.

7.1.2.3. Kjeldahl roncsolás

Adjunk 30 ml kénsavat (4.12.), 5 g kálium szulfátot (4.1.), a katalizátor előírt mennyiségét (4.27.), néhány horzsakövet (4.28.) a Kjeldahl lombikba. Az enyhén ferdén befogott lombikot kíméletesen melegítsük. Lassan növeljük a hőt, és időnként rázzuk meg a lombikot az elegy szuszpenzióban tartása végett. A folyadék megsötétedik, majd kivilágosodik sárgászöld vízmentes vasszulfát szuszpenzió keletkezése közben. Folytassuk egy óra hosszat a melegítést, az oldatot éppen a forráspontján tartva. Hagyjuk lehűlni. Óvatosan vegyük fel a lombik tartalmát kevés vízben, majd folyamatosan adjunk hozzá 100 ml vizet, és a lombik tartalmát mossuk át egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük jelig vízzel. Elegyítsük. Szűrjük száraz edénybe száraz szűrőn keresztül.

7.1.2.4. Az oldat vizsgálata

Pipettával vigyük a desztilláló berendezés (5.1.) szedőjébe az oldat alikvot részét, amely legfeljebb 100 mg nitrogént tartalmaz. Hígítsuk 350 ml-re desztillált vízzel, adjunk hozzá pár horzsakövet (4.28.), csatlakoztassuk a lombikot a desztilláló berendezéshez és folytassuk a meghatározást a 7.1.1.2. leírás szerint.

7.1.2.5. Vakpróba

Lásd a 7.1.1.3. fejezetet.

7.1.2.6. Az eredmény kiszámítása

$$N\% = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

ahol:

- a = 0,2 mol/l Nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (5.1.) szedőjébe 50 ml meghatározott koncentrációjú 0,2 mol/l kénsavat (4.8.) adtunk,
A = 0,2 mol/l Nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml, amely a minta vizsgálatára fogyott,
M = a 7.1.2.4. pont szerint vett alikvot oldatrészben jelenlévő minta mennyisége, g.

7.2. Oldható nitrogénvegyületek

7.2.1. A vizsgálandó oldat készítése

Mérjünk 10 g mintát 1 mg pontossággal 500 ml-es mérőlombikba.

7.2.1.1. Ciánamidot nem tartalmazó műtrágyák esetében

Adjunk a lombikba 50 ml vizet, majd 20 ml hígított sósavat (4.13.). Rázzuk össze, és hagyjuk állni, amíg széndioxid fejlődése befejeződik. Azután adjunk hozzá 400 ml vizet, és fél óra hosszat rázassuk körkörös rázógépen (5.4.). Töltsük jelig vízzel, keverjük össze, és szűrjük száraz szűrőn át száraz edénybe.

7.2.1.2. Ciánamidot tartalmazó műtrágyák esetében

Adjunk a lombikba 400 ml vizet és pár csepp metilvörös indikátort (4.29.2.). Ha szükséges, savanyítsuk az oldatot ecetsavval (4.14.). Adjunk hozzá 15 ml ecetsavat (4.14.). Rázzuk a körkörös rázógépen 2 óra hosszat (5.4.). Ha szükséges, ecetsavval újra (4.14.) savanyítsuk meg az oldatot. Töltsük jelig vízzel, keverjük össze, és szűrjük haladéktalanul száraz szűrőn át száraz lombikba. Azonnal végezzük el a ciánamid nitrogén meghatározását.

Mindkét esetben ugyanaznap végezzük el az oldható nitrogénvegyületek meghatározását, mint amikor az oldatot készítettük, kezdve a ciánamid-kötésű és karbamid-kötésű nitrogénnel, ha ilyen jelen van.

7.2.2. Összes oldható nitrogén

7.2.2.1. Nitrátok távollétében

Pipetázzuk 300 ml-es Kjeldahl lombikba a szűrlet (7.2.1.1. vagy 7.2.1.2.) legfeljebb 100 mg nitrogént tartalmazó alikvot részét. Adjunk hozzá 15 ml koncentrált kénsavat (4.12.), 0,4 g rézoxidot vagy 1,25 g rézsulfátot (4.27.) és néhány szem horzsakövet (4.28.). Először gyengén melegítsük a roncsolás megkezdésére, majd vigyük magasabb hőmérsékletre, és tartsuk ott, amíg az oldat színtelen vagy enyhén zöldes lesz és a fehér füstképződés jól láthatóvá válik. Lehűlés után veszteség nélkül vigyük az oldatot a desztilláló lombikba, hígítsuk kb. 500 ml-re vízzel, és adjunk hozzá néhány szem horzsakövet (4.28.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztilláló készülékhez (5.1.), és folytassuk a meghatározást a 7.1.1.2. pont leírása szerint.

7.2.2.2. Nitrát jelenlétében

Hiteles pipettával vigyük 500 ml-es Erlemeyer lombikba a 7.2.1.1. vagy 7.2.1.2. pont szerinti szűrlet legfeljebb 40 mg nitrát-kötésű nitrogént tartalmazó alikvot mennyiségét. A vizsgálatnak ezen a fokán az összes nitrogén mennyisége nem lényeges. Adjunk hozzá 10 ml 30%-os kénsavat (4.15.), 5 g redukált vasport (4.2.), és azonnal takarjuk le az Erlemeyer lombikot óraüveggel. Melegítsük kíméletesen, amíg a reakció állandóvá, de nem túl hevessé válik. Ekkor állítsuk le a melegítést, és hagyjuk a lombikot legalább három óra hosszat szobahőmérsékleten állni. Veszteség nélkül mossuk át vízzel a lombik tartalmát egy 250 ml-es mérőlombikba, dekantálva (az oldhatatlan vasat visszahagyva a reakciólombikban). Töltsük fel vízzel a mérőlombikot. Gondosan keverjük össze a mérőlombik tartalmát, majd hiteles pipettával vigyük egy 300 ml-es Kjeldahl lombikba az oldat legfeljebb 100 mg nitrogént tartalmazó alikvot részét. Adjunk hozzá 15 ml koncentrált kénsavat (4.12.), 0,4 g rézoxidot vagy 1,25 g rézsulfátot (4.27.) és néhány horzsakövet (4.28.). Először óvatosan melegítsük a forrás megindítására, majd emeljük a hőmérsékletet magasabbra, amíg az oldat színtelenné vagy zöldessé, és a fehér füstképződés jól láthatóvá válik. Lehűlés után kvantitatív vigyük át az oldatot a desztilláló lombikba, hígítsuk kb. 500 ml-re vízzel, és adjunk hozzá néhány szem horzsakövet (4.28.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztilláló berendezéshez (5.1.), és folytassuk a meghatározást a 7.1.1.2. szakasz szerint.

7.2.2.3. Vakpróba

Lásd 7.1.1.3.

7.2.2.4. Az eredmény kiszámítása

$$N\% = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

ahol:

- a = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (5.1.) szedőjébe 50 ml meghatározott koncentrációjú 0,2 mol/l kénsavat (4.8.) adtunk,
- A = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml, amely a minta vizsgálatára fogyott,
- M = a 7.2.2.1. vagy a 7.2.2.2. szakasz szerint vett alikvotban jelenlévő minta mennyisége, g.

7.2.3. Összes oldható nitrogén, a nitrát nitrogén kivételével.

Hiteles pipettával vigyük a 7.2.1.1. vagy 7.2.1.2. pont szerinti szűrlet legfeljebb 50 mg meghatározandó nitrogént tartalmazó alikvot részét egy 300 ml-es Kjeldahl lombikba. Hígítsuk 100 ml-re vízzel, adjunk hozzá 5 g vassulfátot (4.16.), 20 ml tömény kénsavat (4.1.) és néhány horzsakövet (4.28.) Először enyhén melegítsük, majd fokozzuk a hőt a fehér gőzök megjelenéséig. 15 percig folytassuk a roncsolást. Állítsuk le a melegítést, adjunk hozzá rézoxid (4.27.) katalizátort és tartsuk további 10–15 percen át azon a hőmérsékleten, ahol a fehér gőzök fejlődése megkezdődött. Lehűlés után a Kjeldahl lombik teljes tartalmát öntsük át a desztilláló berendezés (5.1.) lombikjába. Hígítsuk vízzel kb. 500 ml-re, és adjunk hozzá néhány szem horzsakövet. Csatlakoztassuk a lombikot a desztilláló berendezéshez, és folytassuk le a meghatározást a 7.1.1.2. szakasz szerint.

7.2.3.1. Vakpróba

Lásd 7.1.1.3.

7.2.3.2. Az eredmény kiszámítása

$$N\% = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

ahol:

- a = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (5.1.) szedőjébe 50 ml meghatározott koncentrációjú 0,2 mol/l kénsavat (4.8.) adtunk,
 A = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml, amely a minta vizsgálatára fogyott,
 M = a vizsgálatra kivett alikvot részben jelenlévő minta mennyisége g-ban.

7.2.4. Nitrát nitrogén

7.2.4.1. Kalcium ciánamid távollétében

A nitrát-kötésű nitrogént a 7.2.2.4. és 7.2.3.2. pont szerinti meghatározások különbségéből, illetve a 7.2.2.4. pont szerinti eredmény és a (7.2.5.2. vagy 7.2.5.5.) és/vagy a (7.2.6.3. vagy 7.2.6.5. vagy 7.2.6.6.) összegzett eredmény különbségéből számítjuk.

7.2.4.2. Kalcium ciánamid jelenlétében

A nitrát-kötésű nitrogént a 7.2.2.4. és 7.2.3.2. pontok szerinti meghatározások különbségéből, illetve 7.2.2.4. pont szerinti eredmény és a (7.2.5.5.), (7.2.6.3. vagy 7.2.6.5. vagy 7.2.6.6.) és (7.2.7.) pont szerinti eredmények összegének különbségéből számítjuk.

7.2.5. Ammónia kötésű nitrogén

7.2.5.1. Ha csak ammónia nitrogén vagy ammónia és nitrát nitrogén van jelen

Vigyük a desztilláló készülék (5.1.) lombikjába a 7.2.1.1. szakasz szerinti szűrlet legfeljebb 100 mg ammónia nitrogént tartalmazó alikvot részletét. Adjunk hozzá annyi vizet, hogy térfogata kb. 350 ml legyen, és néhány szem horzsakövet (4.28.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztilláló berendezéshez, adjunk hozzá 20 ml Nátrium-hidroxid oldatot (4.9.) és desztilláljuk le a 7.1.1.2. szakasz szerint.

7.2.5.2. Az eredmények kiszámítása:

$$\text{ammónia- } N\% = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

ahol:

- a = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (5.1.) szedőjébe 50 ml meghatározott koncentrációjú 0,2 mol/l kénsavat (4.8.) adtunk,
 A = 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml, amely a minta vizsgálatára fogyott,
 M = a vizsgálatra kivett alikvot részben jelenlévő minta mennyisége g-ban.

7.2.5.3. Karbamid és/vagy ciánamid nitrogén jelenlétében

Hiteles pipettával vigyük a berendezés (5.2.) száraz lombikjába a 7.2.1.1. vagy 7.2.1.2. szakasz szerinti szűrlet legfeljebb 20 mg ammóniakötésű nitrogént tartalmazó alikvot részét. Állítsuk össze a készüléket. Pipetázzuk a 0,1 mol/l meghatározott koncentrációjú kénsavoldat (4.17.) 50 ml-ét egy 300 ml-es Erlenmeyer lombikba, és adjunk hozzá annyi vizet, hogy a folyadékszint kb. 5 cm-rel a bevezető cső nyílása fölött legyen. A reakcióedény oldalsó nyakán keresztül adjunk annyi desztillált vizet, hogy a térfogat 50 ml körül legyen. Keverjük össze. A levegőztetés alatti habzást elkerülendő, adjunk hozzá pár csepp oktil-alkoholt (4.18.). Lúgosítsuk meg az oldatot 50 ml telített kálium-karbonát oldattal (4.19.), és azonnal kezdjük meg a felszabadított ammónia kiűzését a hideg szuszpenzióból. Az ehhez szükséges erős levegőáramot (kb. 3 l/perc), előzetesen híg kénsavval, illetve híg nátrium-hidroxiddal töltött gázmosó palackokon vezetjük át. Sűrített levegő alkalmazása helyett vákuumban (vízsugár szivattyúval) is dolgozhatunk, feltéve, hogy a bevezető cső kielégítően légzáró módon kapcsolódik

az ammóniát felfogó gyűjtőedényhez. Az ammónia kiűzése általában három óra alatt fejeződik be. Azonban erről célszerű meggyőződni a gyűjtőedény kicserélésével. Amikor a műveletnek vége, válasszuk le a gyűjtőedényt, öblítsük le a cső végét és a lombik oldalát kevés desztillált vízzel. Titráljuk a savfelesleget 0,1 mol/l nátrium-hidroxid ismert koncentrációjú oldatával, amíg az indikátor (4.29.1.) színe szürkére változik.

7.2.4.3. Vakpróba

Lásd 7.1.1.3.

7.2.5.5. Az eredmény kiszámítása

$$\text{ammónia- N\%} = \frac{(a - A) \times 0,14}{M}$$

ahol:

- a = 0,1 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml, amely a vakpróbánál fogyott, amikor a készülék (5.2.) szedőjébe 50 ml meghatározott koncentrációjú 0,1 mol/l kénsavat (4.17.) adtunk,
- A = 0,1 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid meghatározott koncentrációjú oldata, ml, amely a minta vizsgálatára fogyott,
- M = a vizsgálatra kivett alikvot részben jelenlévő minta mennyisége g-ban.

7.2.6. Karbamid nitrogén

7.2.6.1. Ureáz módszer

Hiteles pipettával vigyük egy 500 ml-es mérőlombikba a 7.2.1.1. vagy 7.2.1.2. szakasz szerinti szűrlet legfeljebb 250 mg karbamid-nitrogént tartalmazó alikvot részét. A foszfátok lecsapására adjunk az oldathoz telített bárium-hidroxid oldatot (4.21.), amíg már nem figyelhető meg csapadékleválás. Ezután távolítsuk el a bárium ionokat (és az esetleg feloldódott kalcium ionokat) 10%-os nátrium-karbonát oldat (4.22.) segítségével. Hagyjuk a lombikban lévő oldatot ülepedni, ellenőrizzük, hogy a csapadékleválás teljesen végbement-e.

Ezután töltjük jelig, elegyítsük és szűrjük meg redős szűrőpapíron. A szűrlet 50 ml-ét pipetázzuk a készülék (5.3.) 300 ml-es Erlenmeyer lombikjába. Savanyítsuk meg a szűrletet 2N sósavval (4.23.), amíg a pH mérő 3-as pH-t mutat. Azután lúgosítsuk vissza az oldatot 5,4-re 0,1 mol/l nátrium-hidroxiddal.

Hogy az ureáz reakció alatti ammóniavesztiséget elkerüljük, zárjuk le az Erlenmeyer lombikot dugóval, amelybe egy csepegtető tölcser, és egy 2 ml meghatározott koncentrációjú 0,1 mol/l sósavat tartalmazó buborékcspda csatlakozik. A választótölcseren adjunk hozzá 20 ml ureáz oldatot (4.25.), és hagyjuk állni 20—25 °C-on egy óra hosszat. Ezután pipetázzuk a 0,1 mol/l sósav mérőoldat (4.2.4.) 25 ml-ét az adagoló-tölcserbe, engedjük, hogy átfusson rajta oldatba, majd öblítsük át egy kis vízzel. Hasonlóan mossuk át a védő gázmosók tartalmát is az Erlenmeyer lombikban lévő oldathoz. Titráljuk meg a savfölösleget 0,1 mol/l Nátrium-hidroxid mérőoldattal (4.20.) amíg a pH mérőn mérve 5,4 pH értéket kapunk.

7.2.6.2. Vakpróba

Lásd 7.1.1.3.

7.2.6.3. Az eredmény kiszámítása

$$\text{karbamid- N\%} = \frac{(a - A) \times 0,14}{M}$$

ahol:

- a = 0,1 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldata, ml, amely a vizsgálattal pontosan azonos körülmények között elvégzett vakpróba során fogyott,
- A = 0,1 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldata, ml, amely a minta vizsgálatára fogyott,
- M = a vizsgálatra kivett alikvot részben jelenlévő minta mennyisége g-ban.

Megjegyzések:

1. A báriumhidroxiddal és nátrium karbonáttal végzett kicsapás után a lehető leggyorsabban végezzük a lombik jelig töltését, szűrését és semlegesítést.
2. A titrlást indikátorral (4.29.2.) is el lehet végezni, de akkor nehezebb a végpont észlelése.

7.2.6.4. Xanthidrollos gravimetriás módszer

Hiteles pipettával vigyük a 7.2.1.1. vagy 7.2.1.2. szakasz szerinti szűrlet legfeljebb 20 mg karbamidot tartalmazó alikvot részét egy 250 ml-es főzőpohárba. Adjunk hozzá 40 ml ecetsavat (4.14.). Egy percig keverjük üvegbottal, a kivált csapadékot hagyjuk 5 percig ülepedni. Szűrjük egy 100 ml-es főzőpohárba, és mossuk át néhány ml ecetsavval (4.14.), majd cseppenként adjunk a szűrlethez 10 ml xanthidrolt (4.26.), közben üvegbottal folyamatosan kevergetve. A csapadék megjelenéséig hagyjuk állni. Amikor a csapadék kiválás megkezdődik, 1—2 percig újra kevergessük. Másfél óra hosszat hagyjuk ismét állni. Előzetesen kiszárított és lemért üvegszűrő tégelyen szűrjük meg, enyhén tömörítve. Háromszor mossuk át 5 ml etanollal (4.31.) anélkül, hogy az összes ecetsav kimosására törekednénk. Tegyük szárítószekrénybe, és szárítsuk 130 °C-on egy óra hosszat (a hőmérséklet ne emelkedjék 145 °C fölé). Exsikkátorban hagyjuk lehűlni és mérjük.

7.2.6.5. Az eredmény kiszámítása

$$\text{karbamid (+ biuret)} - N\% = \frac{6,67 \times m_1}{M_2}$$

ahol:

m_1 = a kapott csapadék tömege, g,

M_2 = a vizsgálatra kivett alikvot részben lévő minta tömege, g.

Az eredményt korrigáljuk a vakértékkel. Általában a biuretet nagyobb hiba elkövetése nélkül belemérhetjük a karbamid értékbe, mivel az összetett műtrágyákban a biuret tartalom abszolút értékben jelentéktelen.

7.2.6.6. Különbségen alapuló módszer

A karbamid nitrogént az alábbi táblázat szerint is kiszámíthatjuk:

Eset	Nitrát nitrogén	Ammónia nitrogén	Ciánamid nitrogén	Különbség számítása
1.	nincs	van	van	(7.2.2.4.)—[(7.2.5.5.) + (7.2.7.)]
2.	van	van	van	(7.2.3.2.)—((7.2.5.5.) + (7.2.7.))
3.	nincs	van	nincs	(7.2.2.4.)—(7.2.5.5.)
4.	van	van	nincs	(7.2.3.2.)—(7.2.5.5.)

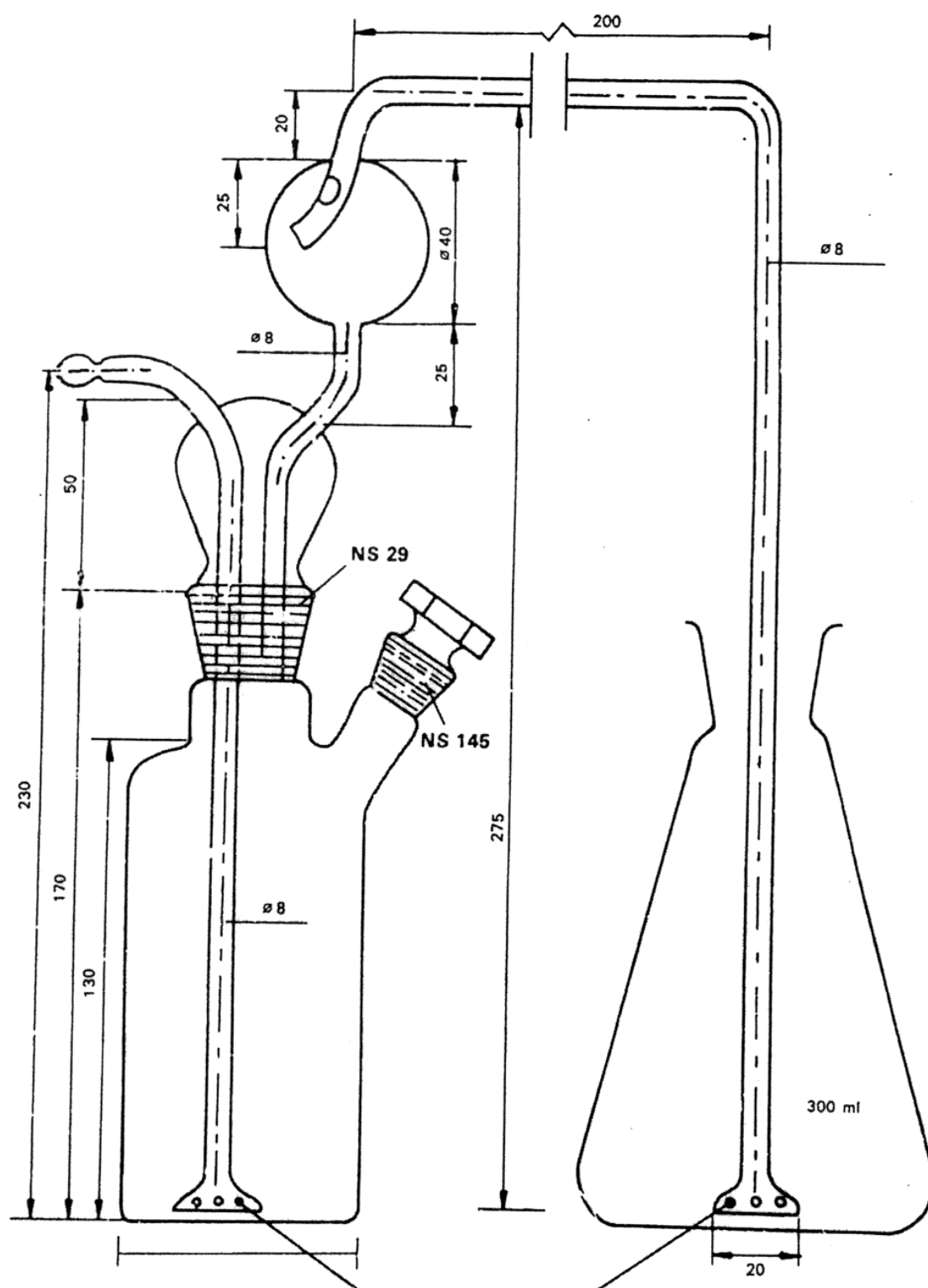
7.2.7. Ciánamid nitrogén

Vegyünk a 7.2.1.2. szakasz szerinti szűrletből 10—30 mg ciánamid tartalmú alikvot részt, vigyük át egy 250 ml-es főzőpohárba. Folytassuk le a vizsgálatot a 2.4. szakasz szerint.

8. AZ EREDMÉNYEK HITELESSÉGÉNEK ELLENŐRZÉSE

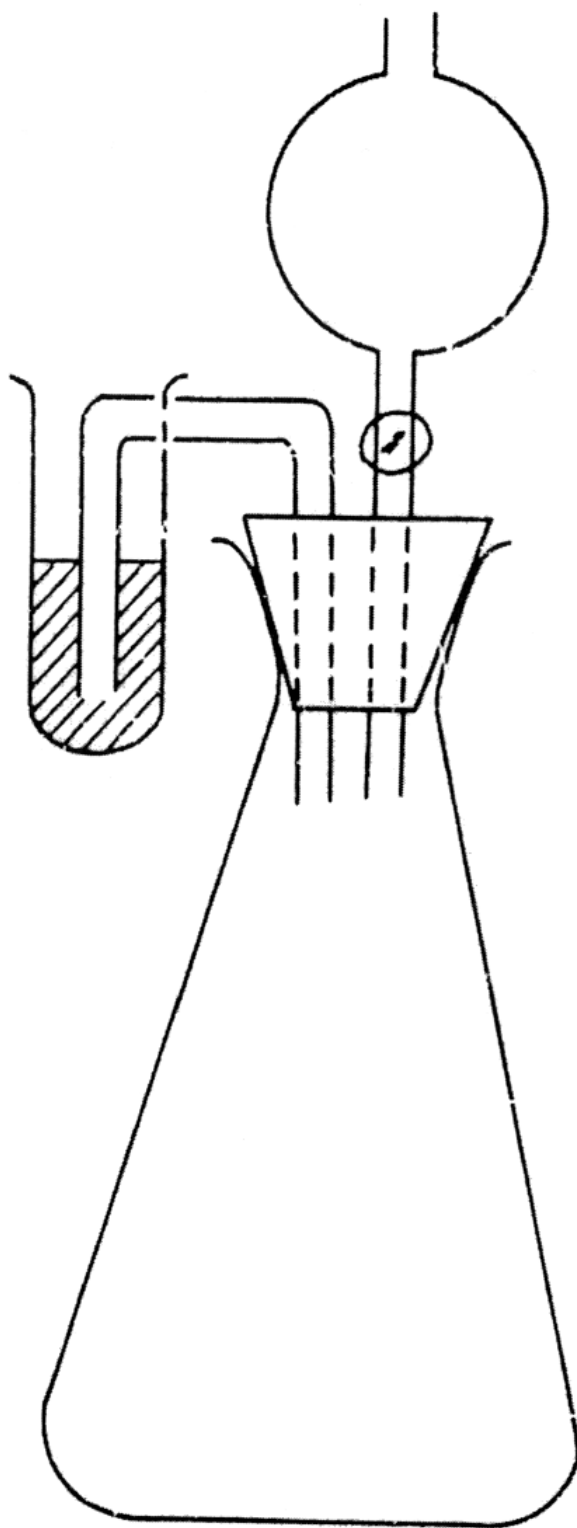
8.1. Bizonyos esetekben a bemért mintából közvetlenül meghatározott összes nitrogén tartalom (7.1.) és az összes oldható nitrogén tartalom (7.2.2.) különbözhet egymástól, de a különbség 0,5%-nál nem lehet nagyobb. Ha a különbség ennél nagyobb, akkor a műtrágya tartalmazhat olyan oldhatatlan nitrogén-tartalmú formákat, amelyek nem szerepelnek a 3. számú melléklet 1. függelékében közölt listában.

Minden vizsgálat előtt olyan standard oldattal ellenőrizzük a berendezések szabályos működését és a módszer helyes alkalmazását, amely oldat a különböző kötésben lévő nitrogént olyan vagy hasonló arányban tartalmazza, mint az a vizsgálandó mintából készült oldatban előfordul. Ezt a standard oldatot a következő vegyületek pontosan ismert koncentrációjú standard oldatainak felhasználásával készítjük: kálium-rodanid (4.3.), kálium-nitrát (4.4.), ammónium-szulfát (4.5.) és karbamid (4.6.).



Hat 1 mm át mérőjű nyílás

6. ábra

*7. ábra*

*C/6.2. A NITROGÉN KÜLÖNBÖZŐ FORMÁINAK MEGHATÁROZÁSA OLYAN MŰTRÁGYÁKBAN,
AMELYEK CSAK NITRÁT-, AMMÓNIA ÉS KARBAMID NITROGÉNT TARTALMAZNAK*

1. TÁRGY

A jelen fejezet célja, hogy egyszerűsített módszert írjon le a nitrogén különféle formáinak meghatározására olyan műtrágyákban, amelyek a nitrogént csak nitrát-, ammónia- és karbamid-kötésben tartalmazzák.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A jelen módszer alkalmazható a 3. számú melléklet 1. függelékében említett minden olyan műtrágyára, amely kizárólag nitrát, ammónia vagy karbamid nitrogént tartalmaz.

3. A MÓDSZER ELVE

Ugyanazon mintaoldat különféle részleteiből az alábbi meghatározásokat végezzük el.

3.1. Összes oldható nitrogén

3.1.1. — nitrátok távollétében, az oldat Kjeldahl roncsolásával;

3.1.2. — nitrátok jelenlétében, az oldat egy részének Ulsch módszerrel történő redukcióját követő Kjeldahl roncsolással; az ammóniát mindkét esetben (3.1.1. és 3.1.2.) a C/1. módszer szerint határozzuk meg;

3.2. — nitrát kötésben levő nitrogén kivételével az összes oldható nitrogén meghatározása Kjeldahl roncsolással, miután a nitrát kötésű nitrogént savas közegben vasszulfáttal kicsaptuk, az ammóniát a C/1. módszer szerint meghatározzuk;

3.3. — nitrát nitrogén tartalom, a 3.1.2. és a 3.2. módszerek eredményei közötti eltérésből, vagy az összes oldható nitrogén (3.1.2.) és az ammónia vagy a karbamid kötésű nitrogén (3.4. + 3.5.) különbségéből;

3.4. — ammónia-kötésű nitrogén tartalom, enyhe lúgosítást követő hideg desztillációval, az ammóniát kénsavban elnyelve a C/1. módszer szerint határozzuk meg;

3.5. — karbamid kötésű nitrogén;

3.5.1. — vagy ureáz segítségével ammóniává alakítva, és azt ismert koncentrációjú sósavval megtitrálva;

3.5.2. — vagy gravimetriás módszerrel xanthatidrollal; — a biuretet a karbamiddal együtt mérjük, azonban ez csak elhanyagolható hibát okoz, mivel a biuret rendszerint igen kis mennyiségben fordul elő az összetett műtrágyákban;

3.5.3. — vagy különbség alapján az alábbi táblázat szerint:

Eset	Nitrát kötésű nitrogén	Ammónia kötésű nitrogén	Karbamid nitrogén
1.	nincs	van	(3.1.1.)—(3.4.)
2.	van	van	(3.2.)—(3.4.)

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt víz.

4.1. Kálium-szulfát analitikai célra.

4.2. Vas, hidrogénnel redukálva, analitikai célra.

(A vas megadott mennyisége legalább 50 mg nitrát kötésű nitrogén redukciójára legyen képes.)

4.3. Kálium-nitrát analitikai célra.

4.4. Ammónium-szulfát analitikai célra.

4.5. Karbamid analitikai célra.

- 4.6. Kénsav oldat: 0,2 mol/l.
- 4.7. Tömény Nátrium-hidroxid oldat: közelítőleg 30% (m/v)-os vizes NaOH oldat, ammónia mentes.
- 4.8. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, 0,2 mol/l, ammónia mentes.
- 4.9. Kénsav, ($d_{20} = 1,84$ g/ml).
- 4.10. Higított sósav, 1:1 térfogatarány, egy térfogat sósav ($d_{20} = 1,18$ g/ml) egy térfogat víz.
- 4.11. Ecetsav, 96%—100%
- 4.12. Kénsav oldat, kb. 30% (m/v) H_2SO_4 tartalmú, ammóniamentes.
- 4.13. Vasszulfát; kristályos $FeSO_4 \cdot 7H_2O$.
- 4.14. Faktorozott kénsavas oldat, 0,1 mol/l.
- 4.15. Oktil alkohol.
- 4.16. Telített kálium-karbonát oldat.
- 4.17. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat: 0,1 mol/l.
- 4.18. Telített bárium-hidroxid oldat.
- 4.19. Nátrium-karbonát oldat: 10% (m/v).
- 4.20. Sósav oldat 2 mol/l.
- 4.21. Sósav oldat 0,1 mol/l.
- 4.22. Ureáz oldat

Készítsünk szuszpenziót 0,5 g aktív ureázból 100 ml vízben; 0,1 mol/l sósavval, pH-mérő segítségével állítsuk be a pH-ját 5,4-re.

- 4.23. Xanthidrol

5%-os etanolos vagy metanolos oldat (4.28.). (Ne használjunk olyan anyagot, amelyben magas az oldhatatlan részek aránya.) Gondosan lezárva, sötétben tárolva 3 hónapig eltartható.

- 4.24. Katalizátor

Rézoxid (CuO): 0,3—0,4 g meghatározásonként, vagy rézsulfát $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, 0,95—1,25 g meghatározásonként.

- 4.25. Horzsakő forráskönnyítő granulátum, sósavval mosott, izzított.

- 4.26. Indikátor oldatok

A oldat: Oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 nátrium-hidroxid oldatban, és vízzel töltsük fel egy literre.

B oldat: Oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és egészítsük ki az oldat térfogatát 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogategység A oldatot két térfogategység B oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyaszínű, semlegesben szürke, és lúgos oldatban zöld. Használjunk 0,5 ml-t (10 csepp).

- 4.26.2. Metilvörös indikátor oldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95%-os etanolban. Egészítsük ki vízzel 100 ml-re és ha szükséges, szűrjük meg.

Ezt az indikátort (4—5 cseppjét) az előző indikátor helyett használhatjuk.

- 4.27. Indikátorpapírok

Lakmusz, brómtimol kék (vagy más, pH 6—8 között érzékeny indikátorpapír).

- 4.28. Etanol vagy metanol: 95%-os (m/v).

5. FELSZERELÉS

5.1. Desztillációs berendezés: lásd a C/1. fejezetet.

5.2. Az ammóniakötésű nitrogén meghatározására szolgáló készülék a 7.5.1. fejezetnek megfelelően (lásd a C/6.1. fejezetet és a 6. ábrát).

A berendezés speciálisan kiképzett, gömbölyű üveg fejrésszel ellátott szedőből áll, amelynek egy oldal kivezető nyaka is van. A fejen keresztül egy cseppfogóval ellátott cső nyúlik ki, valamint egy merőlegesen hajlított cső a levegő bevezetésére. A csöveket egyszerű gumi csatlakozással lehet a szedőhöz kapcsolni. Fontos, hogy a levegőt bevezető cső végének kiképzése megfelelő formájú legyen, mivel gázbuborékoknak tökéletesen kell eloszolniuk a szedőben és az elnyeletőben lévő oldatokban. A legjobb erre a kis, gombaformájú gázbevezető fej, amelynek átmérője 20 mm, és közben a kerületén 6 db 1 mm-es nyílása van.

5.3. A karbamid-kötésű nitrogén ureáz módszerrel történő meghatározására szolgáló készülék (7.6.1.).

Egy 300 ml-es Erlenmeyer lombikból, egy csepegtetőtölcsérből és egy kis gázmosóból áll (lásd a 7. ábra).

5.4. Körkörös rázógép (35—40 fordulat/perc).

5.5. pH-méter.

5.6. Üvegáru

- pipetták, 2, 5, 10, 20, 25, 50 és 100 ml-es,
- hosszúnyakú Kjeldahl lombikok, 300 és 500 ml-es,
- mérőlombikok 100, 250, 500 és 1000 ml-es,
- zsugorított üvegszűrő téglék, 5—15 µm pórusátmérőjű,
- mozsarak.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ANALITIKAI MÓDSZEREK

7.1. Az oldatok elkészítése az analízishez

Mérjünk be 10 g mintát 1 mg pontossággal egy 500 ml-es Stohmann lombikba. Adjunk hozzá 50 ml vizet, azután 20 ml hígított sósavat (4.10.). Rázzuk össze. Hagyjuk állni amíg a széndioxid felszabadulás befejeződik. Adjunk hozzá 400 ml vizet; és rázassuk fél órán keresztül; töltsük fel jelig vízzel, homogenizáljuk, és szűrjük le egy száraz szűrőpapíron keresztül egy száraz üvegedénybe.

7.2. Összes nitrogén

7.2.1. Nitrátok jelenléte nélkül

Pipetázzuk a szűrlet (7.1.) legfeljebb 100 mg nitrogént tartalmazó részletét egy 300 ml-es Kjeldahl lombikba. Adjunk hozzá 15 ml koncentrált kénsavat (4.9.), 0,4 g rézoxidot vagy 1,25 g rézsulfátot (4.24.) és néhány szem üveggyöngyöt forráskönyítőnek. Először óvatosan kezdjük hevíteni, hogy a reakció beinduljon, azután erősebben, amíg a folyadék színtelenné, vagy enyhén zöldessé válik, és a kéntrioxid fehér füstje félreismerhetetlenül megjelenik. Lehűlés után vigyük át az oldatot egy desztilláló lombikba, hígítsuk kb. 500 ml-re vízzel, és adjunk hozzá néhány szem horzsakövet (4.25.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztilláló készülékhez (5.1.) és végezzük el a meghatározást a C/6.1. módszer 7.1.1.2. pontjában leírtak szerint.

7.2.2. Nitrátok jelenlétében

A 7.1. pont szerinti szűrlet legfeljebb 40 mg nitrát-kötésben lévő nitrogént tartalmazó részletét pipetázzuk egy 500 ml-es Erlenmeyer lombikba. A vizsgálatnak ezen a fókán az összes N mennyisége nem fontos. Adjunk hozzá 10 ml 30%-os kénsavat (4.12.), 5 g redukált vasat (4.2.) és azonnal fedjük le az Erlenmeyer lombik száját óraüveggel. Óvatosan melegítsük, amíg a reakció erőteljesen megindul, de nem válik túl hevéssé. Állítsuk le a fűtést, és hagyjuk állni legalább 3 órát szobahőmérsékleten. A folyadékot veszteség nélkül öntsük át egy 250 ml-es mérőlombikba, a fel nem oldott vasat az eredeti lombikban visszahagyva. Töltsük a lombikot jelig vízzel. Óvatosan elegyítsük. Pipetázzuk egy legfeljebb 100 mg N-t tartalmazó részletét 300 ml-es Kjeldahl lombikba. Adjunk hozzá 15 ml tömény kénsavat (4.9.) meg 0,4 rézoxidot vagy 1,25 g rézsulfátot (4.24.) és pár üveggyöngyöt a forrás szabályozására. Először óvatosan melegítsük a reakció megindítására, azután erősebben, amíg a folyadék színtelenné vagy halvány zöldessé válik, és fehér gőzök megjelenése egyértelműen észlelhető. Ha lehűlt, vigyük az

oldatot veszteség nélkül a desztilláló lombikba, hígítsuk kb. 500 ml-re vízzel, adjunk hozzá néhány szem horzsakövet (4.25.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztilláló készülékhez (5.1.) és folytassuk a meghatározást a C/6.1. módszer 7.1.1.2. pontja szerint.

7.2.3. Vakpróba

Végezzünk vakpróbát a vizsgálattal megegyező körülmények között, és eredményét vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

7.2.4. Az eredmény kiszámítása

$$N\% \text{ összes} = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

ahol:

- a = faktorozott 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid (4.8.) fogyása a vakpróba során, amikor a szedőbe 50 ml faktorozott 0,2 mol/l kénsavoldatot (4.6.) mértünk, ml,
- A = faktorozott 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid (4.8.) fogyása a minta vizsgálatakor, ml,
- M = az oldat alikvot részében (7.2.1. vagy 7.2.2.) jelenlévő minta mennyisége, g.

7.3. Összes nitrogén, a nitrát-kötésű nitrogén kivételével

7.3.1. Vizsgálat

A 7.1. szakasz szerinti szűrlet legfeljebb 50 mg meghatározandó nitrogént tartalmazó alikvot részletét 300 ml-es Erlenmeyer lombikba pipetázzuk. 100 ml vízzel hígítjuk. 5 g vasszulfátot (4.13.), 20 ml tömény kénsavat (4.9.) és néhány forráskönnnyítő üveggyöngyöt adunk hozzá. Először óvatosan, majd erősebben melegítjük, a kéntrioxid fehér füstjének megjelenéséig. Folytassuk a melegítést 15 percig, majd állítsuk le a fűtést, tegyük a lombikba 0,4 g rézoxidot vagy 1,25 g rézszulfátot (4.24.) a folyamat katalizálására. Ismét kezdjük meg a melegítést, és 10—15 percig fehér füstképződés közben forraljuk az oldatot. Lehűlés után vigyük át a Kjeldahl lombik tartalmát veszteség nélkül a desztilláló lombikba (5.1.). Hígítsuk kb. 500 ml vízzel, adjunk hozzá néhány szem horzsakő granulátumot (4.25.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztilláló készülékhez, és folytassuk a meghatározást a 2.6. módszer 7.1.1.2. pontjában leírtak szerint.

7.3.2. Vakpróba

Lásd 7.2.3.

7.3.3. Az eredmény kiszámítása

$$\text{összes } N\% = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

ahol:

- a = faktorozott 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid (4.8.) fogyása a vakpróba során, amikor a szedőbe 50 ml faktorozott 0,2 mol/l kénsavoldatot (4.6.) mértünk, ml,
- A = faktorozott 0,2 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid (4.8.) fogyása a minta vizsgálatakor, ml,
- M = az oldatok vizsgálatához felhasznált alikvot részében jelenlévő minta mennyisége, g.

7.4. Nitrát nitrogén

A következő különbségek alapján:

$$7.2.4. - (7.5.3. + 7.6.3.)$$

vagy

$$7.2.4. - (7.5.3. + 7.6.5.)$$

vagy

$$7.2.4. - (7.5.3. + 7.6.6.).$$

7.5. Ammónia kötésben lévő nitrogén

7.5.1. Vizsgálat

A berendezés (5.2.) száraz lombikjába vigyük a szűrlet (7.1.) legfeljebb 20 mg ammónia kötésben lévő nitrogént tartalmazó mennyiségét. Csatlakoztassuk a lombikot a készülékhez. Pipetázzunk a 300 ml-es Erlenmeyer lombikba pontosan 50 ml faktorozott 0,1 mol/l kénsavat (4.14.), és adjunk hozzá annyi desztillált vizet, hogy a folyadékszint kb. 5 cm-rel a bemeneti cső nyílása felett legyen. A reakció lombik oldalcsövéen keresztül vigyünk be annyi desztillált vizet, hogy a térfogat kb. 50 ml legyen. Rázzuk össze. Adjunk hozzá néhány csepp oktil-alkoholt (4.15.), hogy megelőzzük a gázáram megindításakor fellépő habzást. Adjunk hozzá 50 ml telített kálium-karbonát oldatot (4.16.), és azonnal indítsuk meg az így felszabadított ammónia kiűzését a hideg szuszpenzióból. Az ehhez szükséges intenzív levegőáramot (áramlási sebesség kb. 3 liter/perc) előzetesen híg kénsavat és híg nátrium-hidroxidot tartalmazó gázmosó palackokon való átvezetetéssel tisztítjuk. Nyomás alatti levegő használata helyett vákuumot (vízsugárszivattyú) használhatunk, ha a készülék tömítettsége megfelelő.

Az ammónia kinyerése általában 3 óra alatt teljessé válik. Azonban erről kívánatos megbizonyosodni úgy, hogy az Erlenmeyer lombikot kicseréljük. Amikor a folyamat befejeződött, vegyük le az Erlenmeyer lombikot a készülékről, öblítsük bele a bevezető cső végét és az Erlenmeyer lombik belső falát egy kis desztillált vízzel, és titráljuk meg a savfelesleget az ismert faktorú 0,1 mol/l nátrium-hidroxid oldattal (4.17.).

7.5.2. Vakpróba

Lásd 7.2.3.

7.5.3. Az eredmény kiszámítása

$$\text{ammónia — } N\% = \frac{(a - A) \times 0,14}{M}$$

ahol:

- a = faktorozott 0,1 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat (4.17.) fogyása a vakpróba során, amikor a berendezés (5.2.) 300 ml-es Erlenmeyer lombikjába 50 ml faktorozott 0,1 mol/l kénsav oldatot (4.14.) mértünk, ml,
- A = faktorozott 0,1 mol/l nátrium- vagy kálium-hidroxid (4.17.) fogyása a minta vizsgálatakor, ml,
- M = az oldatok vizsgálatához felhasznált alikvot részében jelenlévő minta mennyisége, g.

7.6. Karbamid-kötésű nitrogén

7.6.1. Ureázos módszer

A szűrlet (7.1.) legfeljebb 250 mg karbamidot tartalmazó mennyiségét vigyük 500 ml-es mérőlombikba. Adjunk hozzá megfelelő mennyiségű telített bárium-hidroxid oldatot (4.18.) addig, amíg az oldat további adagolására több csapadék már nem válik le. A fölös bárium ionokat (és az esetlegesen feloldódott kalcium ionokat) 10%-os nátrium karbonát oldattal (4.19.) távolítsuk el. Hagyjuk állni, majd ellenőrizzük, hogy a kicsapás teljes-e. Töltsük jelig a mérőlombikot, homogenizáljuk, majd redős szűrőpapíron szűrjük le a tartalmát. A szűrlet 50 ml-ét pipetázzuk a készülék (5.3.) 300 ml-es Erlenmeyer lombikjába. Savanyítsuk meg 2N sósavval (4.20.) pH 3 értékig, amelyet pH-méteren állítunk be. Emeljük a pH-t 5,4-re 0,1 mol/l nátrium hidroxiddal (4.17.). Hogy elkerüljük az ammónia veszteséget az ureáz által megindított hidrolízis során, az Erlenmeyer lombikot olyan dugóval zárjuk le, amelybe egy csepegtető tölcser és egy pontosan 2 ml 0,1 mol/l sósavat (4.21.) tartalmazó gázcsapda tartály csatlakozik. A csepegtető tölcseren keresztül adjunk a lombikba 20 ml ureáz oldatot (4.22.). Hagyjuk a lombikot egy órán át 20—25 °C-on állni. Pipetázzunk 25 ml meghatározott koncentrációjú 0,1 mol/l sósav oldatot (4.21.) a csepegtető tölcserbe, engedjük bele a lombikba, majd öblítsük be egy kis vízzel. A gázcsapda tartályban lévő folyadékot szintén vigyük veszteség nélkül az Erlenmeyer lombikba. Titráljuk meg a savfelesleget meghatározott koncentrációjú 0,1 mol/l nátrium-hidroxid oldattal (4.17.), amíg a pH méteren mért pH érték eléri az 5,4-et.

Megjegyzések:

1. A bárium-hidroxid és a nátrium-karbonát oldatok hozzáadása után a jelig töltést, szűrést és semlegesítést a lehető leggyorsabban végezzük el.
2. A titrást indikátor (4.26.) mellett is el lehet végezni, de a színátcsapás nehezebben észlelhető.

7.6.2. Vakpróba

Lásd 7.2.3.

7.6.3. Az eredmény kiszámítása

$$\text{karbamid} - N\% = \frac{(a - A) \times 0,14}{M}$$

ahol:

- a = faktorozott 0,1 mol/l nátrium- vagy káliumhidroxid oldat (4.17.) fogyása a vakpróba során, amelyet pontosan a vizsgálattal megegyező körülmények között végeztük el, ml,
 A = faktorozott 0,1 mol/l nátrium- vagy káliumhidroxid (4.17.) fogyása a minta vizsgálatkor, ml,
 M = az oldat vizsgálathoz felhasznált alikvot részében jelenlévő minta mennyisége, g.

7.6.4. Xanthidrollal végzett gravimetriás meghatározás.

Pipettázzuk a szűrlet (7.1.) legfeljebb 20 mg karbamidot tartalmazó mennyiségét 100 ml-es főzőpohárba. Adjunk hozzá 40 ml ecetsavat (4.11.). Keverjük üvegbottal 1 percig. A kiváló csapadékot hagyjuk 5 percig ülepedni. Szűrjük, mossuk pár ml ecetsavval (4.11.). Cseppenként adjunk az oldathoz 10 ml xanthidrollt (4.23.), az oldatot közben állandóan kevergetve üvegbottal. Hagyjuk állni, amíg csapadékleválást észlelünk, majd egy-két percig keverjük újra az üvegbottal. Hagyjuk állni másfél óra hosszat. Enyhe vákuum mellett szűrjük előre kiszáritott és lemért üvegszűrő tégelyen, mossuk át háromszor 5 ml etanollal (4.28.), anélkül, hogy az ecetsav teljes eltávolítására törekednénk. Helyezzük a szűrőt szárítószekrénybe és szárítsuk 1 óra hosszat 130 °C-on (a 145 °C hőmérsékletet nem szabad elérni.). Hagyjuk lehűlni exsikkátorban és mérjük le.

7.6.5. Az eredmény kiszámítása

$$\text{karbamid} - N\% = \frac{6,67 \times m_1}{M_2}$$

ahol:

- m = a csapadék tömege, g,
 M = az oldat vizsgálathoz felhasznált alikvot részében jelenlévő minta mennyisége, g.

Az eredményt korrigáljuk a vakértékkel. Általában a biuretet nagyobb hiba elkövetése nélkül belemérhetjük a karbamid értékbe, mivel az összetett műtrágyákban a biuret tartalom abszolút értékben jelentéktelen.

7.6.6. Különbségen alapuló módszer

A karbamid nitrogént az alábbi táblázat szerint is kiszámíthatjuk:

Eset	Nitrát kötésű nitrogén	Ammónia kötésű nitrogén	Karbamid nitrogén
1.	nincs	van	(7.2.4.)—(7.5.3.)
2.	van	van	(7.3.3.)—(7.5.3.)

8. AZ EREDMÉNYEK HITELESSÉGÉNEK ELLENŐRZÉSE

Minden vizsgálat előtt olyan standard oldattal ellenőrizzük a berendezések szabályos működését és a módszer helyes alkalmazását, amely oldat a különböző kötésben lévő nitrogént olyan vagy hasonló arányban tartalmazza, mint a vizsgálandó mintából készült oldatban előfordul. Ezt a standard oldatot a következő vegyületek pontosan ismert koncentrációjú standard oldatainak felhasználásával készítjük: kálium-nitrát (4.3.), ammónium-szulfát (4.4.) és karbamid (4.5.).

D) FOSZFOR**D/1. EXTRAKCIÓS MÓDSZEREK****D/1.1. ÁSVÁNYI SAVAKBAN OLDHATÓ FOSZFOR KIVONÁSA****1. TÁRGY**

A jelen fejezet eljárást ír le az ásványi savakban oldható foszfor meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer kizárólag a 3. számú melléklet 1. függelékében felsorolt foszfát műtrágyákra alkalmazható.

3. A MÓDSZER ELVE

A foszfort salétromsav és kénsav elegyével vonjuk ki a műtrágyából.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt víz.

4.1. Kénsav ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

4.2. Salétromsav ($d_{20} = 1,40$ g/ml).

5. FELSZERELÉS

Szokásos laboratóriumi felszerelés.

5.1. Kjeldahl lombik, legalább 500 ml-es, vagy 250 ml-es gömbölyű fenekű, visszafolyó hűtőként működő üvegcsővel.

5.2. 500 ml-es mérőlombik.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS**7.1. Minta**

Mérjünk be 2,5 g mintát 0,001 g pontossággal száraz Kjeldahl lombikba.

7.2. Extrakció

Adjunk hozzá 15 ml vizet, és összekeveréssel szuszpendáljuk az anyagot. Adjunk hozzá 20 ml salétromsavat (4.2.), majd óvatosan 30 ml kénsavat (4.1.).

Mikor a kezdetben heves reakció csillapodik, óvatosan hozzuk forrásba az oldatot, és forraljuk 30 percig. Hagyjuk lehűlni, és óvatos keverés közben adjunk hozzá 150 ml vizet. Folytassuk a forralást még 15 percig.

Hűtsük le teljesen, és vigyük 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük jelig, homogenizáljuk, és száraz, foszfátmentes redős szűrőpapíron szűrjük, a szűrlet első részletét (kb. 20 ml) öntsük el.

7.3. Meghatározás

A foszfor meghatározását az így nyert oldat alikvot részéből a D/2. módszer szerint végezzük el.

*D/1.2. 2%-os (20 g/liter) HANGYASAVBAN OLDHATÓ FOSZFOR KIVONÁSA***1. TÁRGYKÖR**

A jelen fejezet eljárást ír le a 2%-os (20 g/liter) hangyasavban oldható foszfor meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer kizárólag lágy természetes foszfátok kivonására alkalmazható.

3. A MÓDSZER ELVE

A kemény és lágy természetes foszfátok megkülönböztetése céljából a hangyasavban oldható foszfort meghatározott körülmények között vonjuk ki.

4. VEGYSZEREK**4.1. Hangyasav, 2%-os (20 g/liter).**

Megjegyzés

82 ml hangyasavat (koncentráció: 98—100%; $d_{20} = 1,22$ g/ml) oldjunk 5 literre desztillált vízzel.

5. FELSZERELÉS

Szokásos laboratóriumi felszerelés.

5.1. 500 ml-es kalibrált lombik (pl. Stohmann lombik).**5.2. Körkörös rázógép (35—40 fordulat/perc).****6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE**

Lásd a B) módszert.

7. ELJÁRÁS**7.1. Minta**

Mérjük az előkészített minta 5 g-ját 0,001 g pontossággal egy bő nyakú, száraz, 500 ml-re kalibrált Stohmann lombikba (5.1.).

7.2. Extrakció

Miközben a lombikot kézzel rázogatjuk, adjuk hozzá a 2%-os $20 \pm 1^\circ\text{C}$ -os hangyasavat (4.1.), amíg a kalibrációs jelnél kb. 1 cm-rel alacsonyabb folyadékszintet nem érünk el. Töltsük jelig a lombikot. Zárjuk le gumidugóval, és $20 \pm 2^\circ\text{C}$ -on rázassuk 30 percig a rázógépen (5.2.)

Az oldatot száraz, redős, foszfátmentes szűrőpapíron át száraz edénybe szűrjük. A szűrlet első (kb. 20 ml-es) részletét öntsük el.

7.3. Meghatározás

A foszfort a teljesen tiszta szűrlet alikvot részéből a D/2. módszer szerint határozzuk meg.

*D/1.3. 2%-os (20 g/liter) CITROMSAVBAN OLDHATÓ FOSZFOR KIVONÁSA***1. TÁRGY**

A jelen fejezet eljárást ír le a 2%-os (20 g/liter) citromsavban oldható foszfor meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer kizárólag bázikus salak típusokra (lásd a 3. számú melléklet 1. függeléke) alkalmazható.

3. A MÓDSZER ELVE

A foszfort 2%-os (20 g/liter) citromsav oldattal, meghatározott körülmények között vonjuk ki a műtrágyából.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt víz.

4.1. 2%-os (20 g/liter) citromsav oldat, kristályos citromsavból ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) készítve.

Megjegyzés:

A citromsav oldat koncentrációját ellenőrizzük úgy, hogy 10 ml-ét ismert faktorú 0,1 mol/l nátrium-hidroxid oldattal megtitráljuk, fenolftalein indikátor mellett. Ha a citromsav oldat megfelelő, a nátrium-hidroxid oldat fogyása 28,55 ml lesz.

5. FELSZERELÉS

5.1. Körkörös rázó gép (35—40 fordulat/perc).

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

A vizsgálatot a beérkezési állapotú mintán végezzük el. A mintát gondosan össze kell keverni, hogy homogenitását biztosítsuk. Lásd az 1. módszert.

7. ELJÁRÁS

7.1. Minta

Mérjük az előkészített minta 5 g-ját 0,001 pontossággal, és vigyük olyan 600 ml térfogatú megfelelően széles nyakú száraz lombikba, amelyben a minta alapos rázatására lehetőség van.

7.2. Extrakció

Adjunk a mintához 500 ± 1 ml, 20 ± 1 °C hőmérsékletű citromsav oldatot (4.1.). Amikor az első millilitereket adagoljuk, erősen rázzuk a lombikot, így megelőzve, hogy csomók képződjenek, vagy az anyag a lombik falára tapadjon. Gumidugóval zárjuk le a lombikot, és pontosan 30 percig, 20 ± 2 °C-on rázassuk körforgó rázógépen (5.1.).

Szűrjük késelem nélkül száraz, foszfátmentes redős szűrőpapíron száraz üvegedénybe. Öntsük el a szűrlet első kb. 20 ml-ét. Folytassuk a szűrést, amíg a foszfor meghatározáshoz elegendő mennyiségű szűrletet nem nyerünk.

7.3. Meghatározás

A foszfát meghatározást a D/2. módszerrel végezzük az így nyert oldat alikvot részéből.

D/1.4. SEMLEGES AMMÓNIUMCITRÁTBAN OLDHATÓ FOSZFOR KIVONÁSA

1. TÁRGY

A jelen fejezet módszert ír le semleges ammónium-citrátban oldható foszfor meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer minden olyan műtrágyára alkalmazható, amelynek semleges ammónium-citrát oldatban való oldhatóságát megállapították (lásd a 3. számú melléklet 1. függelékét).

3. A MÓDSZER ELVE

A foszfort 65 °C-on, semleges ammónium-citrát oldatta (pH 7.0) meghatározott körülmények között extraháljuk.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ioncserélt víz.

4.1. Semleges ammónium citrát oldat (pH 7.0).

Az oldatnak 185 g kristályos citromsavat kell tartalmaznia literenként. pH 7-nél, 20 °C-on sűrűségének 1,09 g/ml-nek kell lennie.

A reagenst a következőképpen készítjük:

Oldjunk fel 370 g kristályos citromsavat ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) kb. 1,5 l vízben, és állítsuk megközelítően semleges kémhatására 345 ml ammónium hidroxid oldat (28—29% közötti ammóniatartalommal) hozzáadásával. Ha az ammónia koncentráció alacsonyabb, mint 28%, akkor adagoljunk megfelelően több ammónium hidroxidot, és a citromsavat ennek megfelelően kevesebb víz hozzáadásával higítsuk.

Hűtsük le az oldatot, és pH méter elektródjainak az oldatba való merítésével állítsuk a pH-t pontosan semlegesre úgy, hogy mechanikus keverővel való folyamatos kevertetés közben cseppenként adagoljuk a 28 és 29% közé eső ammóniatartalmú oldatot mindaddig, amíg 20 °C hőmérsékleten pontosan 7,0 pH értéket kapunk. Ekkor egészítsük ki a térfogatot 2 l-re, és újra ellenőrizzük a pH-t. Tartsuk a reagenst zárt edényben, és pH-ját rendszeresen ellenőrizzük.

5. FELSZERELÉS

5.1. Főzőpohár, 2 l-es.

5.2. pH mérő.

5.3. Erlenmeyer lombik, 200 vagy 250 ml-es 5.4. Mérőlombikok, 500 ml-es és 200 ml-es.

5.4. 500 ml-es és 2000 ml-es mérőlombik.

5.5. Vízfürdő, termosztálható 65 °C-ra, megfelelő keverővel ellátva (lásd a 8. ábrát).

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Minta

A vizsgálandó műtrágya (lásd az Irányelv I. mellékletének A és B részét) 1 és 3 g közé eső mennyiségét 0,001 g pontossággal bemérve vigyük 200 ml-es vagy 250 ml-es Erlenmeyer lombikba, amelybe előzetesen 100 ml, 65 °C-ra melegített ammónium citrát oldatot töltöttünk.

7.2. Az oldat vizsgálata

Dugjuk be az Erlenmeyer lombikot, és rázzuk annak érdekében, hogy csomómentes szuszpenziót nyerjünk. Időnként egy pillanatra vegyük ki a dugót a nyomás kiegyenlítésére, majd zárjuk vissza az Erlenmeyer lombikot. Helyezzük a lombikot vízfürdőbe, hogy tartalmának hőmérsékletét pontosan 65 °C-on tarthassuk, és csatlakoztassuk a keverőhöz (8. ábra). Keverés közben a szuszpenzió szintjének állandóan a vízfürdőben lévő víz szintje alatt kell lennie.¹ A mechanikai keverést úgy állítsuk be, hogy az anyag teljes szuszpendálását biztosítsuk.

Pontosan 1 órai keverés után vegyük ki az Erlenmeyer lombikot a vízfürdőből.

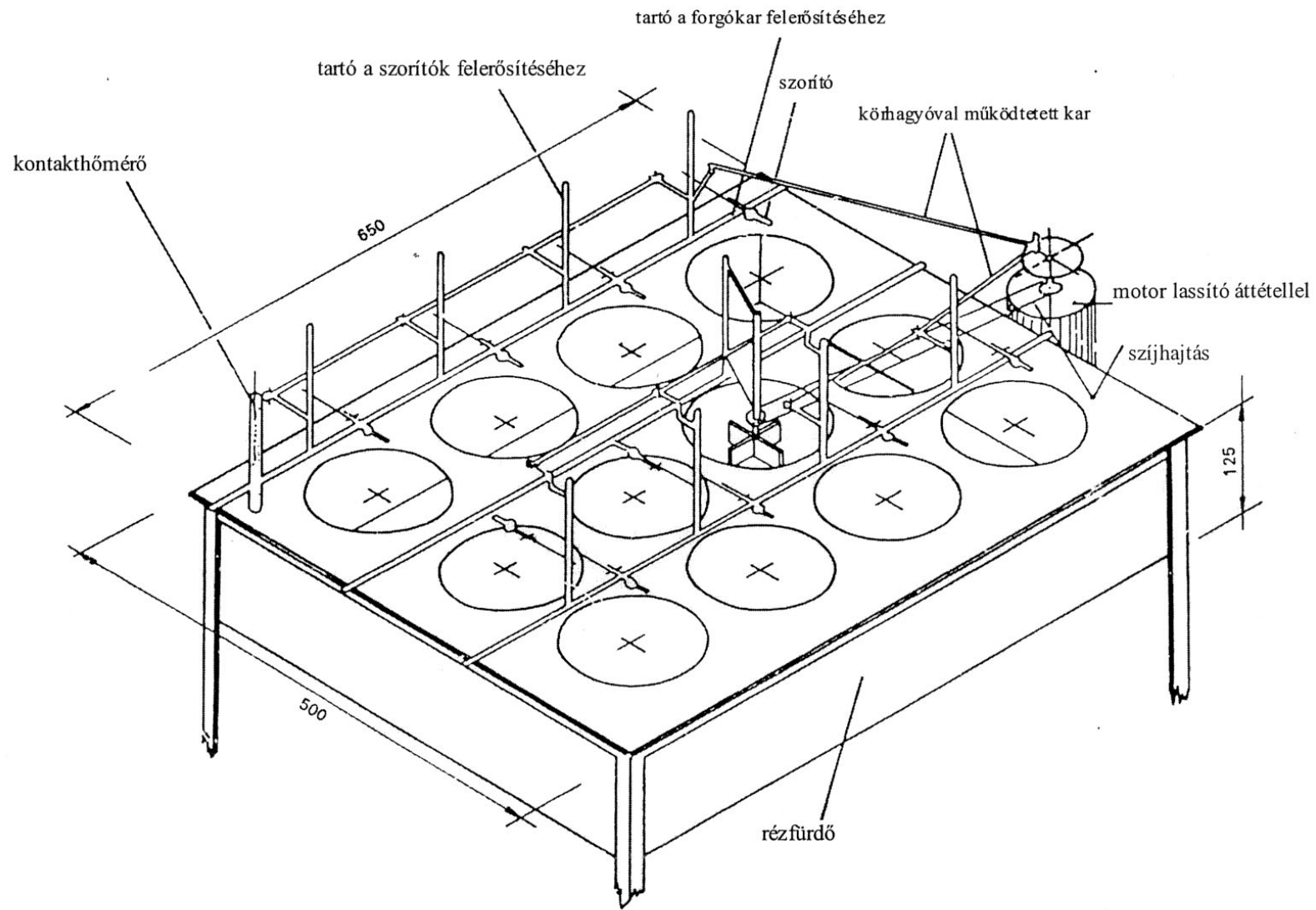
Hűtsük le azonnal folyóvíz alatt szobahőmérsékletre, és tartalmát veszteség nélkül vigyük át egy 500 ml-es mérőlombikba fecskendővel ellátott desztillált vizes palackkal való bemosással. Töltsük jelig vízzel. Keverjük alaposan össze. Szűrjük át közepes sebességgel száraz, redős, közepes sebességű, foszfátmentes szűrőpapíron száraz edénybe. Öntsük el a szűrlet első, kb. 50 ml-es részletét.

Ezután gyűjtsünk össze kb. 100 ml tiszta szűrletet.

7.3. Meghatározás

Az így nyert kivonat foszfortartalmát a D/2. módszer szerint határozzuk meg.

¹ Ha nem áll rendelkezésre mechanikus keverő, a lombikot 5 percenként kézzel is összerázhatjuk.



8. ábra

D/1.5. KIVONÁS LÚGOS AMMÓNIUMCITRÁTTAL

D/1.5.1. OLDHATÓ FOSZFOR KIVONÁSA PETERMANN SZERINT 65 °C-on

1. TÁRGY

A jelen fejezet eljárást ír le a lúgos ammónium-citrátban oldható foszfor meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer kizárólag a lecsapott dikalcium-foszfor.dihidrátra ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) alkalmazható.

3. A MÓDSZER ELVE

A foszfort 65 °C-on ammónium citrát lúgos oldatával (Petermann szerint) meghatározott körülmények között vonjuk ki.

4. VEGYSZEREK

Desztillált víz vagy a desztillált vízzel azonos tulajdonságú ionmentes víz.

4.1. Petermann-féle oldat.

4.2. Jellemzők

Citromsav ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$): 173 g/liter.

Ammónia: 42 g/liter ammóniakötésben lévő nitrogén.

pH: 9,4 és 9,7 között.

Készítése diammónium-citrátból

Oldjunk fel 931 g diammónium-citrátot (mólsúly: 226,19) kb. 3500 ml vízben, 5 l-es kalibrált lombikban. Állítsuk folyóvízes fürdőbe, keverjük össze, hűtsük, majd kis részletekben adjuk hozzá az ammóniát. Pl. $d_{20}=0,906$ g/ml sűrűségű, 20,81 súly%-os ammónia tartalmú oldatnál 502 ml ammónia oldatot kell használni. Állítsuk a hőmérsékletet 20 °C-ra, töltsük a lombikot jelig desztillált vízzel, és keverjük össze a lombik tartalmát.

Készítése citromsavból és ammóniából

Oldjunk fel 865 g citromsav monohidrátot kb. 2500 ml desztillált vízben egy kb. 5 l-es edényben. Helyezzük az edényt jeges fürdőbe, és folyamatos rázogatás közben adjunk hozzá ammónia oldatot egy olyan tölcseren keresztül, amelynek szára a citromsav oldatba merül. Pl. $d_{20}=0,906$ g/ml sűrűségű, 20,81 súly%-os ammónia tartalmú oldatnál 1114 ml ammónia oldatot kell adagolni. Állítsuk a hőmérsékletet 20 °C-ra, töltsük át az oldatot egy 5 l-es mérőlombikba, töltsük jelig desztillált vízzel és keverjük össze.

Ellenőrizzük az ammónia-kötésű nitrogéntartalmat a következőképpen:

Vigyük az oldat 25 ml-ét egy 250 ml-es mérőlombikba, és töltsük jelig desztillált vízzel. Keverjük össze. Határozzuk meg ezen oldat 25 ml-ének ammónia nitrogén tartalmát a C/1. módszerrel. Megfelelő, ha a 0,5 mol/l H_2SO_4 fogyása 15 ml lesz.

Ha az ammónia nitrogéntartalom 42 g/liternél nagyobb, a felesleges ammóniát semleges gázárammal vagy enyhe melegítéssel kiűzhetjük, és a pH-t így 9,7 értékre hozhatjuk vissza. Végezzünk egy második meghatározást ennek ellenőrzésére.

Ha az ammónia nitrogéntartalom 42 g/liternél kevesebb (n), M vagy V mennyiségű ammónia oldatot szükséges hozzáadni

tömeg szerint:

$$M = (42 - n \times 2,8) \times \frac{500}{20,81}$$

vagy térfogat szerint:

$$v = \frac{M}{0,906} \quad 20 \text{ °C-on.}$$

Ha V kevesebb, mint 25 ml, akkor adjuk közvetlenül az ammónia oldatot az 5 l-es lombikba, $V \times 0,173$ g porított citromsavval együtt.

Ha V nagyobb, mint 25 ml, célszerű egy liter új reagenst készíteni az alábbi módon:

Mérjünk le 173 g citromsavat. Oldjuk fel 500 ml vízben. Betartva a jelzett óvatossági intézkedéseket, adjunk hozzá $225 + V \times 1206$ ml-t abból az ammónia oldatból, amelyet az 5 liter reagens elkészítéséhez használtunk. Töltsük fel vízzel és keverjük össze.

Az így kapott 1 liter oldatot keverjük össze az előzőleg készített oldat 4975 ml-ével.

5. FELSZERELÉS

5.1. Vízfürdő, 65 ± 1 °C hőmérséklet beállítására alkalmas.

5.2. 500 ml-es kalibrált lombik (pl. Stohmann).

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Minta

Mérjük le az előkészített minta 1 g-ját 0,001 g pontossággal, és vigyük 500 ml-es kalibrált lombikba(5.2.).

7.2. Extrakció

Adjunk hozzá 200 ml lúgos ammónium-citrát oldatot (4.1.). Dugaszoljuk be a lombikot, és rázzuk erőteljesen kézzel, hogy elkerüljük a csomók képződését és az anyagnak a lombik falára való tapadását.

Helyezzük a lombikot 65 °C-os vízfürdőbe és rázzuk össze minden 5 percben az első fél óra alatt. Minden összezárást követően lazítsuk meg a dugót a nyomás kiegyenlítésére. A vízfürdőben a vízének szintje a lombikban lévő oldat szintje felett legyen. Hagyjuk a lombikot a vízfürdőben 65 °C-on egy további órára, és 10 percenként rázzuk össze. Vegyük ki a lombikot, hűtsük 20 °C körüli hőmérsékletre, és töltsük kb. 500 ml-re vízzel. Keverjük össze, és szűrjük száraz redős, foszfátmentes szűrőpapíron. A szűrlet első részletét öntsük el.

7.3. Meghatározás

A kivont foszfortartalom meghatározását az így nyert oldat alikvot részletéből a D/2. módszerrel határozzuk meg.

D/1.5.2. OLDHATÓ FOSZFOR KIVONÁSA PETERMANN SZERINT SZOBAHŐMÉRSÉKLETEN

1. TÁRGY

A jelen fejezet eljárást ír le hidegen lúgos ammónium-citrátban oldható foszfor meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer kizárólag örölt foszfátokra alkalmazható.

3. A MÓDSZER ELVE

A foszfort 20 °C körüli hőmérsékleten ammónium-citrát lúgos oldatával (Petermann-féle oldattal) meghatározott körülmények között vonjuk ki.

4. VEGYSZEREK

Lásd a D/1.5.1. fejezetet.

5. FELSZERELÉS

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés, és egy 250 ml-es kalibrált lombik (pl. Stohmann lombik).

5.2. Körkörös rázógép (35-40 fordulat/perc).

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Minta

Mérjük le az előkészített minta 2,5 g-ját 0,001 g pontossággal, és vigyük a 250 ml-es kalibrált lombikba (5.1.).

7.2. Extrakció

Adjunk hozzá egy kevés Petermann-féle oldatot 20 °C-on, rázzuk kézzel nagyon erősen, hogy gátat vessünk a csomóképződésnek, és megelőzzük az anyagnak a lombik oldalára való feltapadását. Töltsük a lombikot jelig Petermann-féle oldattal, és zárjuk le gumidugóval.

Rázzuk két óra hosszat a rázógépen (5.2.). Késedelem nélkül szűrjük le száraz, redős, foszfátmentes szűrőpapíron száraz edénybe. A szűrlet első részletét öntsük el.

7.3. Meghatározás

A foszfor meghatározást az így nyert oldat alikvot részéből a D/2. módszer szerint végezzük el.

D/1.5.3. JOULIE SZERINTI LÚGOS AMMÓNIUM-CITRÁTBAN OLDHATÓ FOSZFOR KIVONÁSA

1. TÁRGY

A jelen fejezet eljárást ír le a Joulie szerinti lúgos ammónium-citrátban oldható foszfor meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer alkalmazható minden olyan egyszerű vagy összetett foszfát műtrágyára, amelyben a foszfor kalcinált alumínium-foszfát formában található.

3. A MÓDSZER ELVE

A kivonást az ammónium-citrát meghatározott összetételű lúgos oldatával történő erőteljes rázással végezzük (szükség szerint oxin jelenlétében) 20 °C-on.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ionmentes víz.

4.1. Joulie-féle lúgos ammónium citrát oldat

Ez az oldat 400 g citromsavat és 153 g NH₃-at tartalmaz literenként. Szabad ammóniumtartalma kb. 55 g/liter. A alább megadott módszerek egyikével készíthető:

4.1.1. Egy literes kalibrált lombikban oldjunk fel 400 g citromsavat ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) kb. 600 ml ammónia oldatban ($d_{20} = 0,925$ g/ml, vagyis 200 g/l NH_3). A citromsavat 50–80 g-os mennyiségekben folyamatosan adagoljuk, miközben a hőmérsékletet 50 °C alatt tartjuk. A térfogatot ammóniaoldattal 1 l-re egészítjük ki.

4.1.2. Oldjunk fel 1 literes kalibrált lombikban 432 g diammónium-citrátot ($C_6H_{14}N_2O_7$) 300 ml vízben. Adjunk hozzá 440 ml ammónia oldatot ($d_{20} = 0,925$ g/ml). A térfogatot vízzel 1 l-re egészítjük ki.

Megjegyzés:

Az összes ammóniatartalom ellenőrzése:

Vegyünk a citrát oldatból egy 10 ml-es mintát, és vigyünk 250 ml-es mérőlombikba. Töltsük jelig desztillált vízzel. Határozzuk meg az így kapott oldat 25 ml-ének ammónia nitrogén tartalmát a C/1. módszer szerint.

1 ml 0,5 mol/l H_2SO_4 0,008516 g NH_3 -nak felel meg.

Ilyen körülmények között a reagenst akkor lehet megfelelőnek tekinteni, ha a titrálásnál fogyott ml-ek száma 17,7 és 18 ml között van.

Ha ez nem teljesül, akkor adjunk az oldathoz annyiszor 4, 25 ml ammóniát ($d_{20} = 0,925$ g/ml) ahányszor 0,1 ml-rel 18 ml alá esik a fentiek szerint fogyott ml-ek száma.

4.2. Porított 8-hidroxikinolin (oxin)

5. FELSZERELÉS

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés, és egy kisméretű üveg vagy porcelán dörzsmozsár törővel.

5.2. 500 ml-es kalibrált lombikok.

5.3. 1000 ml-es kalibrált lombik.

5.4. Körkörös rázógép (35-40 fordulat/perc).

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRAS

7.1. Minta

Mérjük be az előkészített minta 1 g-ját 0,0005 pontossággal, és vigyünk kisméretű dörzsmozsárba. Adjunk hozzá kb. 10 csepp citrátot (4.1.), hogy megnedvesítsük, és nagyon óvatosan dörzsöljük el a dörzsmozsár törőjével.

7.2. Extrakció

Adjunk hozzá 20 ml ammónium citrátot (4.1.) és keverjük péppé, majd hagyjuk kb. 1 percig állni.

Öntsük le róla a folyadékot egy 500 ml-es kalibrált lombikba. Kaparjuk a mozsár aljára azokat a szemcséket is, amelyek az első nedves dörzsölést elkerülhették. Adjunk hozzá 20 ml citrát oldatot (4.1.), dörzsöljük el, mint fent, és a dekantált oldatot vigyünk a kalibrált lombikba. Ezt az eljárást négyszer ismételjük meg. Ezt követően a mozsárban lévő összes anyagot áttölthetjük a kalibrált lombikba. A felhasznált citrát összes térfogatának megközelítőleg 100 ml-nek kell lennie.

Öblítsük a dörzsmozsarat és a törőt a kalibrált lombikba 40 ml desztillált vízzel.

A bedugaszolt lombikot rázógépen (5.4.) 3 óráig rázatjuk. Hagyjuk a lombikot 15-16 óráig állni, majd rázassuk ismét 3 óráig ugyanolyan feltételek mellett. A hőmérsékletet az egész eljárás alatt 20 ± 2 °C hőmérsékleten kell tartani.

Töltsük a lombikot jelig desztillált vízzel. Szűrjük száraz szűrőn, öntsük el a szűrlet első részét, a tiszta szűrletet gyűjtjük száraz edénybe.

7.3. Meghatározás

A kivont foszfor meghatározását az így nyert oldat alikvot részéből a D/2. módszer szerint végezzük el.

8. FÜGGELÉK

Az oxin alkalmazása lehetővé teszi, hogy ezt az eljárást magnéziumot tartalmazó műtrágyákra alkalmazzuk. Alkalmazása akkor javasolt, ha a magnézium és a foszforanhidrid aránya magasabb, mint 0,03 ($\text{Mg}/\text{P}_2\text{O}_5 > 0,03$). Ha ez a feltétel teljesül, adjunk a megnedvesített vizsgálati mintához 3 g oxint. Az oxin magnézium távollétében feltételezhetően a továbbiakban nem zavarja a meghatározást. Azonban ha ismert, hogy a vizsgálandó anyag nem tartalmaz magnéziumot, az oxin használatától el lehet tekinteni.

D/1.6. VÍZOLDHATÓ FOSZFOR KIVONÁSA

1. TÁRGY

A jelen fejezet eljárást ír le a vízoldható foszfát kivonására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer alkalmazható minden műtrágyára, beleértve az összetett műtrágyákat is, ahol vízoldható foszfort kell meghatározni.

3. A MÓDSZER ELVE

A vízoldható foszfort vízzel extraháljuk meghatározott körülmények között történő rázatással.

4. VEGYSZER

Desztillált vagy ionmentes víz.

5. FELSZERELÉS

5.1. 500 ml-es kalibrált lombik (pl. Stohmann).

5.2. Körkörös rázógépj (35—40 fordulat/perc).

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Minta

Mérjük le a minta 5 g-ját 0,001 g pontossággal, és vigyük az 500 ml-es kalibrált lombikba (5.1.).

7.2. Extrakció

Adjunk a lombikba 450 ml vizet, amelynek hőmérséklete 20 és 25 °C között legyen.

Rázassuk a rázógépen (5.2.) 30 percig. Ezután a lombikot töltsük jelig vízzel, rázással alaposan keverjük össze, majd szűrjük száraz, foszfátmentes redős szűrőn egy száraz edénybe.

7.3. Meghatározás

A foszfor meghatározását az így nyert oldat egy alikvot részéből a D/2. módszerrel végezzük.

D/2. A KIVONT FOSZFOR MEGHATÁROZÁSA

(Gravimetriás módszer kinolin-foszfomolibdát alkalmazásával.)

1. TÁRGY

A jelen fejezet eljárást ír le a foszfor meghatározására műtrágya kivonatokban.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer mindenfajta műtrágya kivonat² esetében alkalmazható a foszfor különféle formáinak meghatározására.

3. A MÓDSZER ELVE

A foszfort egy esetleges hidrolízist követően savas közegben kinolin-foszfomolibdát formájában lecsapjuk. Szűrés és mosás után a csapadékot 250 °C-on szárítjuk és mérjük. A fenti körülmények között az oldatban valószínűen előforduló vegyületek (ásványi és szerves savak, ammónium ionok, oldható szilikátok stb.) részéről zavaró hatásra nem kell számítani, ha a lecsapáskor nátrium-molibdát vagy ammónium-molibdát reagenst használunk.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ionmentes víz.

4.1. Tömény salétromsav ($d_{20} = 1,40$ g/ml).

4.2. A reagens elkészítése

4.2.1. A nátrium-molibdát alapú reagens készítése.

A oldat: Oldjunk fel 70 g nátrium-molibdát, dihidrátot 100 ml desztillált vízben.

B oldat: Oldjunk fel 60 g citromsav monohidrátot 100 ml desztillált vízben és adjunk hozzá 85 ml tömény salétromsavat (4.1).

C oldat: A C oldatot az A és B oldatok elegyítésével nyerjük.

D oldat: 50 ml desztillált vízhez adjunk 35 ml tömény salétromsav (4.1) oldatot és 5 ml frissen desztillált kinolint. Ezt az oldatot adjuk a C oldathoz, alaposan keverjük össze és hagyjuk egy éjszakán át sötét helyen állni. Ezt követően töltjük fel desztillált vízzel 500 ml-re, ismételten keverjük össze, és zsugorított üveg-szűrőn (5.6) szűrjük le.

4.2.2. Az ammónium-molibdát alapú reagens készítése

A oldat: Oldjunk fel 100 g ammónium-molibdátot 300 ml desztillált vízben miközben gyengén melegítjük és kevergetjük időről időre.

B oldat: Oldjunk fel 120 g citromsav monohidrátot 200 ml desztillált vízben és adjunk hozzá 170 ml tömény salétromsavat (4.1).

C oldat: Adjunk 10 ml frissen desztillált kinolint 70 ml koncentrált salétromsavhoz (4.1.).

D oldat: Lassan öntsük állandó keverés közben az A oldatot a B oldathoz. Azután alapos keverés közben adjuk a C oldatot ehhez az elegyhez, és egészítsük ki 1 literre. Hagyjuk állni két napig sötét helyen, és azután szűrjük át egy zsugorított üvegszűrőn (5.6.).

A 4.2.1. és a 4.2.2 szerint nyert reagenseket ugyanúgy kell használni; mindkettőt sötét helyen, lezárt polietilén üvegben kell eltartani.

5. FELSZERELÉS

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés és egy széles nyakú 500 ml-es Erlenmeyer lombik.

5.2. Osztott pipetták, 10,25 és 50 ml-s.

² Ásványi savakban oldható foszfát, vízdoldható foszfát, ammónium-citrátokban oldható foszfát, 2%-os citromsavban oldható foszfát és 2%-os hangyasavban oldható foszfát.

5.3. Üvegszűrő tégely, 5—20 μ pórusmérettel.

5.4. Szívópalack.

5.5. Szárítószekrény, 250 $\pm$ 10 °C-ra állítható.

5.6. Zsugorított üveg szűrőtölcsér, 5—20 μ pórusmérettel.

6. ELJÁRÁS

6.1. Az oldat elkészítése

Vegyük ki pipettával a műtrágya kivonat kb. 0,01 g P₂O₅-ot tartalmazó részét (lásd a 2. táblázatot), és vigyük egy 500 ml-es Erlenmeyer lombikba. Adjunk hozzá 15 ml tömény salétromsavat³ (4.1.), és higítsuk vízzel kb. 100 ml-re.

2. táblázat

A foszfát kivonatok alikvot részének meghatározása

P ₂ O ₅ % a műtrágyában	P% a műtrágyában	Vizsgálandó minta (g)	Hígítás (ml-re)	Minta (ml)	Hígítás (ml-re)	Alikvot rész a lecsapáshoz (ml)	Kinolin foszfo- molibdát átszá- mítási faktor (F) P ₂ O ₅ %-ra	Kinolin foszfo- molibdát átszá- mítási faktor (F') P%-ra
5—10	2,2—4,4	1	500	—	—	50	32,074	13,984
		5	500	—	—	10	32,074	13,984
10—25	4,4—11,0	1	500	—	—	25	64,148	27,968
		5	500	50	500	50	64,148	27,968
+ 25	+ 11	1	500	—	—	10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

6.2. Hidrolízis

Ha feltételezhető, hogy az oldatban metafoszfátok, pirofoszfátok és polifoszfátok vannak jelen, hidrolízist végzünk az alábbiak szerint:

Hozzuk lassú forrásba az Erlenmeyer lombik tartalmát és tartsuk ezen a hőmérsékleten, amíg a hidrolízis befejeződik (ez általában egy óra alatt következik be). Gondot kell fordítani arra, hogy elkerüljük az egyenetlen és túlzott bepárlódás okozta veszteségeket: visszafolyó hűtőt kell felszerelni, különben a kezdeti térfogat a felére is lecsökkenhet. A hidrolízis végeztével a térfogatot desztillált vízzel az eredeti térfogatra kell kiegészíteni.

6.3. A szűrőtégely lemerése

Szárítsuk a szűrőtégelyt (5.3.) legalább 15 percig 250 $\pm$ 10 °C hőmérsékletű szárítószekrényben. Hagyjuk lehűlni exsikkátorban, majd mérjük le.

6.4. Lecsapás

Az Erlenmeyer lombikban lévő savas oldatot addig melegítjük, amíg forrásba jön. Ekkor megindítjuk a kinolin-foszfomolibdát csapadék kiválását úgy, hogy 40 ml lecsapó reagenst⁴ (4.2.1. vagy 4.2.2. pont szerinti reagenst) adagolunk cseppenként, folyamatos keverés mellett. Helyezzük az Erlenmeyer lombikot forrásban lévő vízfürdőre, hagyjuk ott 15 percig, időnként megrázogatva. Az oldatot szűrhetjük azonnal, vagy pedig lehűlés után.

³ 21 ml, ha a kicsapandó oldat több, mint 15 ml citrát oldatot tartalmaz (semleges citrát, Peterman vagy Joulie-féle lúgos citrát).

⁴ 15 ml citrát (semleges Petermann vagy Joulie) oldatnál többet tartalmazó foszfát oldatoknál, ahol a savanyításhoz 21 ml tömény salétromsavat használtunk, a lecsapó reagensből 80 ml-t kell használni.

6.5. Szűrés és mosás

Az oldatot vákuum segítségével dekantálva szűrjük. Az Erlenmeyer lombikban maradt csapadékot 30 ml vízzel mossuk. Dekantáljuk és szűrjük le az oldatot. Ezt az eljárást ötször megismételjük. Végül a csapadéknak a lombikban maradt részét is veszteség nélkül a szűrőre mossuk vízzel. Négyyszer átmoszuk 20—20 ml vízzel, minden alkalommal teljesen leszívva a folyadékot a szűrőről. Alaposan szárítsuk meg a csapadékot.

6.6. Szárítás és mérés

Töröljük le a szűrőtégely külső oldalát szűrőpapírral. Helyezzük a szűrőtégelyt a szárítószekrénybe és szárítsuk 250 °C-n (5.5.) súlyállandóságig (általában 15 perc). Hagyjuk exszikkátorban lehűlni, és gyorsan mérjük le.

6.7. Vakpróba

Minden vizsgálatsorozathoz végezzünk vakpróbát úgy, hogy csak a reagenseket és oldószereket használjuk az extrakciónak megfelelő arányban. A kapott értéket vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

6.8. Az eredmények helyességének igazolása

Végezzük el a meghatározást káliumdihidrogén-foszfát oldat 0,01 g P_2O_5 -ot tartalmazó alikvot mennyiségével.

7. AZ EREDMÉNY KIFEJEZÉSE

Ha a 2. táblázat szerinti beméréseket és hígításokat alkalmazzuk, a következő képleteket kell használni:

$$P\% \text{ a műtrágyában} = (A - a) \times F'$$

vagy

$$P_2O_5\% \text{ a műtrágyában} = (A - a) \times F$$

ahol:

A = a kinolin-foszfomolibdát tömege, g,

a = a vakpróba során kapott kinolin-foszfomolibdát tömege, g,

F és F' = a 2. táblázat utolsó két oszlopában megadott faktorok.

A 2. táblázattól eltérő bemérések és hígítások esetén a műtrágyában levő foszfortartalom kiszámítására a következő képleteket kell használni:

$$P\% = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

vagy

$$P_2O_5\% = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

ahol:

f és f' = a kinolin-foszfomolibdát átszámítási faktorai: P_2O_5 -ra 0,032074 (f), vagy P-ra 0,013984 (f'),

D = hígítási faktor,

M = a vizsgált minta (bemérés) tömege, g-ban.

E) KÁLIUM**E/1. VÍZOLDHATÓ KÁLIUM TARTALOM MEGHATÁROZÁSA****1. TÁRGY**

A jelen fejezet eljárást ír le a vízoldható kálium meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer valamennyi, a 3. számú melléklet 1. számú függelékében felsorolt kálium műtrágyára alkalmazható.

3. A MÓDSZER ELVE

A vizsgálandó mintában lévő káliumot vízben oldjuk. Eltávolítjuk vagy megköjtjük azokat az anyagokat, amelyek a kálium mennyiségi meghatározását zavarhatnák, majd a káliumot enyhén lúgos közegben kálium-tetrafenilborát formájában lecsapjuk.

4. VEGYSZEREK

Desztillált vagy ionmentes víz.

4.1. Formaldehid

Tiszta formaldehid oldat, 25 és 35% közötti formaldehid tartalommal.

4.2. Kálium klorid analitikai célra.**4.3. Nátrium-hidroxid oldat: 10 mol/l.**

Ügyelni kell arra, hogy csak káliummentes nátrium-hidroxidot szabad használni.

4.4. Indikátor oldat

Oldjunk fel 0,5 g fenolftaleint 90%-os etanolban, és egészítsük ki az oldat térfogatát 100 ml-re.

4.5. EDTA oldat

Oldjunk fel 4 g-ot etiléndiamintetraecetsav dinátrium sójának dihidrátjából vízben, 100 ml-s mérő lombikban. Töltsük jelig és keverjük össze.

Ezt a reagenst műanyag edényben kell eltartani.

4.6. Nátriumtetrafenil-borát oldat (NaTPB oldat)

Oldjunk fel 32,5 g nátriumtetrafenil-borátot 980 ml vízben, adjunk hozzá 2 ml nátrium-hidroxid oldatot (4.3.) és 20 ml magnézium klorid oldatot (100 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /liter). Keverjük 15 percig, és szűrjük finom, hamumentes szűrőpapíron.

Ezt a reagenst műanyag edényben kell eltartani.

4.7. Mosófolyadék

20 ml STPB oldatot (4.6.) hígítsunk 1000 ml-re vízzel.

4.8. Brómos víz.

Telített vizes brómoldat.

5. FELSZERELÉS**5.1. 1000 ml-s mérőlombik.****5.2. 250 ml-s főzőpohár.****5.3. Szűrőtégelyek 5 és 20 μm közötti porozitással.****5.4. Szárítószekrény 120 $\pm$ 10 °C-ra beállítva.****5.5. Exsikkátor.**

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

A kálium sók esetében a mintát elegendően finomra kell darálni ahhoz, hogy a vizsgálat céljára reprezentatív mintát kapjunk. Ezekhez a termékhez az 1. módszer (6) a) pontját kell alkalmazni.

7. ELJÁRÁS

7.1 Minta

Mérjük be az előkészített mintából 10 g-t 0,001 g pontossággal (50%-nál több káliumoxidot tartalmazó káliumsók esetében 5 g-t) és vigyük át 600 ml-s főzőpohárba kb. 400 ml vízzel.

Forraljuk fel és tartsuk forrásban 30 percig. Hűtsük le, vigyük át veszteség nélkül 1000 ml-s mérőlombikba, töltsük fel jelig, keverjük össze és szűrjük száraz edénybe. Öntsük el a szűrlet első 50 ml-ét (lásd 7.6., megjegyzés az eljáráshoz).

7.2. Az alikvot rész elkészítése a lecsapáshoz

Pipettával vigyük a szűrlet 25—50 mg káliumot tartalmazó alikvot részét (lásd a 3. táblázat) 250 ml-es főzőpohárba. Ha szükséges, térfogatát vízzel egészítsük ki 50 ml-re.

A zavaró anyagok eltávolítása végett adjunk 10 ml EDTA oldatot (4.5.) és néhány csepp fenolftalein oldatot (4.4.) a főzőpohárba, keverjük el és adjunk hozzá cseppenként nátrium-hidroxid oldatot (4.3.), amíg az oldat meg nem pirosodik. Adjunk hozzá még pár csepp nátrium-hidroxidot a lúgfelesleg biztosítására. (Általában 1 ml nátrium-hidroxid elegendő a minta semlegesítésére és a lúgfelesleg biztosítására.)

Az ammónia nagy részének eltávolítására [lásd 7.6 b) megjegyzés az eljáráshoz] forraljuk kíméletesen 15 percig.

Ha szükséges, adjunk hozzá vizet, térfogatát 60 ml-re kiegészítve. Forraljuk fel az oldatot, majd vegyük le a főzőpoharat a rezsóról és adjunk hozzá 10 ml formaldehidet (4.1.). Adjunk hozzá néhány csepp fenolftaleint, és ha szükséges, még egy kevés nátrium-hidroxidot, amíg határozott piros szín jelenik meg. Takarjuk le a főzőpoharat óraüveggel és helyezzük forró vízfürdőre 15 percnyi időre.

7.3. A tégely lemerése

Száítsuk a szűrőtégelyt (lásd 5. „Felszerelés”) állandó tömegig (kb. 15 perc) a 120 °C-os szárítószekrényben.

Hagyjuk a tégelyt exsikkátorban lehűlni, majd mérjük le.

7.4. Lecsapás

Vegyük le a főzőpoharat a forró vízfürdőről, cseppenként keverjük hozzá 10 ml STPB oldatot (4.6.). Ez az adagolás kb. 2 percet vesz igénybe. Szűrés előtt legalább 10 percig hagyjuk állni.

7.5. Szűrés és mosás

Szűrjük vákuumban a lemerített szűrőtégelybe, öblítsük be a főzőpoharat a mosófolyadékkal (4.7.). Mossuk a csapadékot háromszor a mosófolyadékkal (összesen 60 ml mosófolyadékkal) és kétszer 5—10 ml vízzel.

Gondosan szárítsuk meg a csapadékot.

7.6. Szárítás és mérés

Töröljük le a szűrőtégely külső oldalát szűrőpapírral. Helyezzük a szűrőtégelyt tartalmával együtt a szárítószekrénybe másfél órára, 120 °C hőmérsékleten. Hagyjuk a szűrőtégelyt exsikkátorban lehűlni, és gyorsan mérjük le.

Megjegyzés az eljáráshoz

a) Ha a szűrlet sötét színű, vegyünk ki belőle pipettával egy legfeljebb 100 mg K_2O -ot tartalmazó alikvot részt, vigyük egy 100 ml-es mérőlombikba, adjunk hozzá brómos vizet és forraljuk fel, hogy a brómfelesleget eltávolítsuk. Hűtsük le, majd töltsük jelig, szűrjük le és a szűrlet alikvot határozzuk meg a kálium tartalmát mennyiségileg.

b) Ahol nincs vagy kevés az ammónia nitrogén tartalom, ott nem szükséges 15 percig forralni.

7.7. A kálium kivonatok alikvot részének meghatározása.

3. táblázat

K ₂ O% a műtrágyában	K% a műtrágyában	Vizsgálandó minta (g)	Extrakt oldat mintarészlete a hígításhoz (ml)	Hígítás (ml-re)	Alikvot rész a lecsapáshoz (ml)	Átszámítási faktor (F) K ₂ O%-ra (g KTPB)	Átszámítási faktor (F') K%-ra (g KTPB)
5—10	4,2—8,3	10	—	—	50	26,280	21,812
10—20	8,3—16,6	10	—	—	25	52,560	43,624
20—50	16,6—41,5	10	vagy — vagy 50	— 250	10 50	131,400 131,400	109,060 109,060
> 50	> 41,5	5	vagy — vagy 50	— 250	10 50	262,800 262,800	218,120 218,120

7.8. Vakpróba

Minden mérési sorozathoz végezzünk vakpróbát úgy, hogy csak a reagenseket használjuk az analízisnél használt mennyiségekben, és a végeredmény kiszámításakor vegyük figyelembe.

7.9. Ellenőrző vizsgálat

A vizsgálati módszer ellenőrzésére végezzük el a meghatározást kálium-klorid vizes oldatának legfeljebb 40 mg K₂O-t tartalmazó alikvot részével.

8. AZ EREDMÉNY KISZÁMÍTÁSA

Ha a 3. táblázat szerinti beméréseket és hígításokat használjuk, a műtrágyában levő káliumtartalom kiszámítására az alábbi képleteket kell alkalmazni:

$$\text{K}_2\text{O}\% \text{ a műtrágyában} = (A - a) \times F$$

vagy

$$\text{K}\% \text{ a műtrágyában} = (A - a) \times F'$$

ahol:

- A = a mintából nyert csapadék tömege, g,
a = a vakpróbánál nyert csapadék tömege, g,
F és F' = faktorok (lásd a 3. táblázatot).

Ha a 3. táblázatban megadottól eltérő beméréseket és hígításokat használjuk, a műtrágyában levő káliumtartalom kiszámítására tömegszázalékban az alábbi képleteket kell alkalmazni:

$$\text{K}_2\text{O}\% = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

vagy

$$\text{K}\% = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

ahol:

- f = átszámítási szorzószám, KTPB-ből K₂O-ra: 0,1314,
f' = átszámítási szorzószám, KTPB-ből K-ra: 0,109,
D = hígítási faktor,
M = a bemért minta tömege, g.

F) KLORID**F/1. KLORID MEGHATÁROZÁSA SZERVESANYAG TÁVOLLÉTÉBEN****1. TÁRGY**

A jelen fejezet eljárást ír le a klorid meghatározására szervesanyag távollétében.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer valamennyi szervesanyagot nem tartalmazó műtrágyára alkalmazható.

3. A MÓDSZER ELVE

A vízben feloldott kloridokat savas közegben ismert koncentrációjú ezüst-nitrát oldat feleslegével lecsapjuk. A felesleget ammónium-tiocianát oldattal vas(III)ammónium-szulfát jelenlétében visszatitráljuk (Volhard módszer).

3. VEGYSZEREK

Kloridmentes desztillált vagy ionmentes víz.

4.1. Nitrobenzol vagy dietiléter.

4.2. Salétromsav, 10 mol/l.

4.3. Indikátor oldat

Oldjunk fel vízben 40 g vas(III)ammónium szulfátot, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$, és az oldat térfogatát egészítsük ki egy literre.

4.4. Ezüst-nitrát oldat, 0,1 mol/l, meghatározott koncentrációjú.

4.5. Ammónium-tiocianát mérőoldat, 0,1 mol/l.

Készítése:

Mivel a só higroszkópos, és bomlás veszélye nélkül nem szárítható, ajánlatos kb. 9 g-ot lemérni, vízben feloldani, majd térfogatát 1 l-re kiegészíteni. Titrálással állítsuk be 0,1 mol/l-re a 0,1 mol/l-es AgNO_3 titerét.

5. FELSZERELÉS

5.1. Körkörös rázógépj (35—40 fordulat/perc).

5.2. Büretták.

5.3. Mérőlombik, 500 ml-es.

5.4. Erlenmeyer lombik, 250 ml-es.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Minta és az oldat előkészítése

A minta 5 g-ját mérjük le 0,001 g pontossággal és vigyük 500 ml-s mérőlombikba. Adjunk hozzá 450 ml vizet. Fél óra hosszat kevertessük a rázógépen (5.1). Töltsük fel 500 ml-re desztillált vízzel; keverjük össze és szűrjük főzőpohárba.

7.2. Meghatározás

Vegyük a szűrlet legfeljebb 0,150 g kloridot tartalmazó alikvot részét. Például 25 ml-t (0,25 g), 50 ml-t (0,5 g) vagy 100 ml-t (1 g). Ha a kivett rész térfogata 50 ml-nél kisebb, akkor egészítsük ki desztillált vízzel 50 ml-re.

Adjunk hozzá 5 ml 10 mol/l salétromsavat (4.2.), 20 ml indikátor oldatot (4.3.) és két csepp 0,1 mol/l ammónium-tiocianát mérőoldatot (4.5.). (Ez utóbbi reagensből e célra szolgáló, nullára állított bürettával mintát veszünk.)

Ezután bürettából adagoljunk ezüst-nitrát oldatot (4.4.) amíg 2—5 ml ezüst-nitrát felesleg keletkezik. Adjunk hozzá 5 ml nitrobenzolt vagy 5 ml dietilétert (4.1.) és rázzuk jól össze, hogy tömörítsük a csapadékot. Titráljuk meg a fölös ezüst-nitrátot 0,1 mol/l ammónium-tiocianát oldattal (4.5.) amíg olyan vörösesbarna színt észlelünk, amely a lombik óvatos rázogatója közben is megmarad.

Megjegyzés:

A nitrobenzol vagy dietiléter (de főleg a nitrobenzol) megakadályozza, hogy az ezüst-klorid reakcióba lépjen az ammónium-tiocianáttal. Így tiszta színátcsapást kapunk.

7.3. Vakpróba

Készítsünk vakpróbát a vizsgálattal azonos körülmények között, és eredményét vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

7.4. Kontrol vizsgálat

A vizsgálatot megelőzően ellenőrizzük a módszer pontosságát frissen készített kálium-klorid oldat olyan alikvot részével, amely 100 mg nagyságrendű, ismert mennyiségű kloridot tartalmaz.

8. AZ EREDMÉNY KIFEJEZÉSE

Az eredményt a beérkezési állapotú minta klorid tartalmának százalékos (m/m) értékében fejezzük ki.

Számítsuk ki a klorid(Cl) százalékot az alábbi képlettel:

$$\text{klorid}\% = 0,003456 \times \frac{(V_2 - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M}$$

ahol:

V_z = a 0,1 mol/l ezüst-nitrát ml-einek száma,

V_{cz} = a 0,1 mol/l ezüst-nitrát vakpróbához fogyott ml-einek száma,

V_a = a 0,1 mol/l ammónium-tiocianát ml-einek száma,

V_{ca} = a 0,1 mol/l ammónium-tiocianát vakpróbához fogyott ml-einek száma,

M = a bemérés (7.2.) g-ban.

G) AZ ŐRLÉS FINOMSÁGA

G/1. AZ ŐRLÉS FINOMSÁGÁNAK MEGHATÁROZÁSA (SZÁRAZ SZITÁLÁS)

1. TÁRGY

A jelen fejezet száraz eljárást ír le az őrlés finomságának meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer alkalmazható az EC típusú műtrágyák közül mindazokra, amelyeknél 0,630 és 0,160 mm-es szitákra vonatkozó őrlési finomsági követelmény van előírva.

3. A MÓDSZER ELVE

Gépi szitálással meghatározzuk a terméknek azt a mennyiségét, amelynek szemcsemérete 0,630 fölött van, és azt a mennyiséget, amelynek szemcsemérete 0,160 és 0,630 mm között van. Az őrlés finomságának százalékos értékét kiszámítjuk.

4. FELSZERELÉS

4.1. Rázógép gépi szitáláshoz.

4.2. Szabványos méretű (20 cm átmérőjű, 5 cm magasságú) sziták 0,160-os és 0,630 nyílással.

5. ELJÁRÁS

Mérjük le a minta 50 g-ját 0,05 g pontossággal. Állítsuk össze a két szitát és a hozzájuk tartozó gyűjtő edényrészt és helyezzük a rázógépre (4.1.). A nagyobb nyílású szita kerüljön felülre. Tegyük a szitálandó mintát a felső szitára. Szitáljunk 10 percig, majd vegyük ki a gyűjtő edényrészben összegyűlt anyagot. Indítsuk újra a szitát, és egy perc múlva győződjünk meg arról, hogy a gyűjtő edényrészbe ez idő alatt nem hullott át 250 mg-ot meghaladó anyagmennyiség. Ismételjük az utóbbi eljárást mindaddig, amíg az 1 perces rázás alatt az összegyűlt anyag mennyisége kevesebb nem lesz 250 mg-nál. Mérjük le külön-külön a szitákon fennmaradt anyagot.

6. AZ EREDMÉNY KISZÁMÍTÁSA

A minta %-os finomsága a 0,630 mm-s szitán $= (50 - M_1) \times 2$.

A minta %-os finomsága a 0,160 mm-s szitán $= (50 - (M_1 + M_2)) \times 2$.

ahol:

M_1 : — a 0,630-as nyílású szitán fennmaradt szitamaradék tömege, g,

M_2 : — a 0,160-os nyílású szitán fennmaradt szitamaradék tömege, g.

A számítások eredményét a legközelebbi egész számra kell kerekíteni.

G/2. LÁGY TERMÉSZETES FOSZFÁTOK ŐRLÉSI FINOMSÁGÁNAK MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY

A jelen módszer lágy természetes foszfátok őrlési finomságának meghatározására szolgál.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer lágy természetes foszfátokra alkalmazható.

3. A MÓDSZER ELVE

Finom részecske eloszlású mintáknál az összetapadás miatt a száraz szitálás nehézkes, ezért általában nedves szitálást alkalmaznak.

4. VEGYSZEREK

Nátrium-hexametafoszfát oldat, 1%-os.

5. FELSZERELÉS

5.1. Szabványos méretű (20 mm átmérőjű, 5 cm magasságú) sziták 0,063 és 0,125 mm nyílással, gyűjtő edényrésszel.

5.2. Üvegtölcsér, 20 cm átmérővel, állványra szerelve.

5.3. 250 ml-s főzőpoharak.

5.4. Szárítószekrény.

6. VIZSGÁLATI MÓDSZER

6.1. Mintavétel

Mérjük le a minta 50 g-ját 0,05 g pontossággal. Mossuk a szita mindkét oldalát vízzel és helyezzük a 0,125 mm-s szitát a 0,063 mm-s szita tetejére.

6.2. Eljárás

Helyezzük a mintát a felső szitára. Szitáljunk gyenge hideg víz áram mellett (csapvizet lehet használni), amíg az átfolyó víz gyakorlatilag tiszta lesz. Ügyelni kell a folyadékáram beállítására, hogy az alsó szita sohase teljék meg vízzel.

Amikor úgy látjuk, hogy a felső szitán a maradék mennyisége többé-kevésbé állandóvá vált, vegyük le ezt a szitát és helyezzük addig egy gyűjtőedény-részre.

Folytassuk a nedves szitálást az alsó szitán pár percig, amíg az átfolyó víz közel tiszta lesz.

Tegyük vissza a 0,125 mm-s szitát a 0,063 mm-s szitára. A gyűjtő edényrészből vigyünk fel a felső szitára minden maradékot és kezdjük újra a szitálást gyenge vízáramlás mellett, amíg az átfolyó víz megint tisztává nem válik.

Mindegyik szitamaradékot mossuk veszteség nélkül külön-külön főzőpoharakba a tölcser segítségével. Mindegyik szitamaradékot szuszpendáljuk fel vízzel a főzőpohárban, majd kb. 1 perces állás után dekantálunk annyi vizet, amennyit lehetséges.

A főzőpoharakat tegyük szárítószekrénybe és szárítsuk 150 °C-on 2 óra hosszat.

Hagyjuk lehűlni, a szita maradékokat ecsettel nyerjük vissza, és mérjük le.

7. AZ EREDMÉNY KISZÁMÍTÁSA

A vizsgálatok eredményeit a következő egész számra kell kerekíteni.

$$\begin{aligned}\% \text{-os finomság a } 0,125 \text{ mm-s szitán} &= (50 - M_1) \times 2 \\ \% \text{-os finomság a } 0,063 \text{ mm-s szitán} &= (50 - (M_1 + M_2)) \times 2,\end{aligned}$$

ahol:

M_1 — a 0,125 mm-s szitán fennmaradt maradék tömege, g,

M_2 — a 0,063 mm-s szitán fennmaradt maradék tömege, g.

Megjegyzések:

Ha a szitálás után csomók jelenléte észlelhető, a vizsgálatot a következőképpen kell újra végezni:

Lassan, folyamatos keverés mellett öntsük a minta 50 grammját egy literes lombikba, amelybe előzetesen 500 ml nátrium-hexametafoszfát oldatot öntöttünk. Dugaszoljuk be a lombikot, és kézzel erőteljesen rázzuk, hogy a csomók szétesessenek. Az egész szuszpenziót vigyük a felső szitára, és gondosan mossuk át a lombikot is. Folytassuk a vizsgálatot a 6.2. pont előírásai szerint.

H) MEZOELEMEK**H/1. AZ ÖSSZES KALCIUM, ÖSSZES MAGNÉZIUM, ÖSSZES NÁTRIUM
ÉS A SZULFÁT FORMÁJÁBAN JELEN LÉVŐ ÖSSZES KÉN KIVONÁSA****1. TÁRGY**

Ez a fejezet az összes kalcium, az összes magnézium, az összes nátrium és a szulfát formájában jelen lévő összes kén kivonásához határoz meg eljárást úgy, hogy ugyanaz a kivonat alkalmazható valamennyi megkövetelt tápelem meghatározásához.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer azokra a műtrágyákra alkalmazandó, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke megköveteli az összes kalcium, az összes magnézium, az összes nátrium és a szulfát formájában jelen lévő összes kén megadását.

3. A MÓDSZER ELVE

Oldás híg sósavban forralva.

4. VEGYSZEREK**4.1. Hígított sósav**

Egy térfogatrész sósav ($d_{20} = 1,18$ g/ml) és egy térfogatrész víz.

5. FELSZERELÉS

Állítható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS**7.1. Vizsgálati minta.**

A kalciumot, a magnéziumot, a nátriumot és a szulfát formájában jelen lévő ként egy milligramm pontossággal bemért 5 g vizsgálati mintából vonjuk ki.

Ha azonban a műtrágya 15%-nál több ként (S), azaz 37,5%-nál több SO_3 -ot, és 18,8%-nál több kalciumot (Ca), azaz 26,3%-nál több CaO -t tartalmaz, akkor a kalcium és kén kivonását egy milligramm pontossággal bemért 1 g vizsgálati mintából végezzük. Tegyük a vizsgálati mintát 600 ml-es főzőpohárba.

7.2. Az oldat elkészítése

Adjunk hozzá kb. 400 ml vizet és kis adagokban — a minta magas karbonát tartalma esetén óvatosan — adjunk még hozzá kis adagokban 50 ml hígított sósavat (4.1.). Forraljuk fel és tartsuk forrásban 30 percig. Időnként megkeverve hagyjuk lehűlni. Veszteség nélkül, dekantálással vigyük át egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig vízzel, és keverjük össze. Száraz szűrőn keresztül szűrjük át egy száraz lombikba, és az első részletet öntsük el. A szűrletnek teljesen átlátszónak kell lennie. Ha a szűrletet nem használjuk fel azonnal, akkor dugóval zárjuk le.

H/2. KÜLÖNBÖZŐ FORMÁBAN JELEN LÉVŐ ÖSSZES KÉN KIVONÁSA

1. TÁRGY

Ez a fejezet a műtrágyákban elemi formában és/vagy egyéb kémiai összetételben jelen lévő összes kén kivonásához határoz meg eljárást.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer azokra a műtrágyákra alkalmazandó, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke a különböző formában (elemi, tioszulfát, szulfít, szulfát) jelen lévő összes kén megadását követeli meg.

3. A MÓDSZER ELVE

Az elemi ként lúgos közegben átalakítjuk poliszulfidokká és tioszulfáttá; ezeket, továbbá az esetlegesen jelen lévő szulfitokat hidrogén-peroxiddal oxidáljuk. Ezáltal a kén különböző formáit szulfáttá alakítottuk, amelyet bárium-szulfátos kicsapással határozunk meg (8.9. módszer).

4. VEGYSZEREK

4.1. Hígított sósav:

Egy térfogatrész sósav ($d_{20} = 1,18$ g/ml) és egy térfogatrész víz.

4.2. Nátrium-hidroxid oldat, NaOH, legalább 30% ($d_{20} = 1,33$ g/ml).

4.3. Hidrogén-peroxid oldat, 30% (m/m).

4.4. Bárium-klorid vizes oldata, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 122 g/l.

5. FELSZERELÉS

Elektromos főzőlap állítható hőmérséklettel.

6. A MINTA ELKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vizsgálati minta

Egy milligramm pontossággal mérjük be olyan mennyiségű műtrágyát, amely 80 és 350 mg közötti mennyiségű ként (S) vagy 200 és 875 mg közötti mennyiségű SO_3 -ot tartalmaz.

Rendszerint (ha $S < 15\%$) 2,5 g-ot mérjük be. Tegyük a vizsgálati mintát egy 400 ml-es főzőpohárba.

7.2. Oxidálás

Adjunk hozzá 20 ml nátrium-hidroxid oldatot (4.2.) és 20 ml vizet. Fedjük le óraüveggel. Forraljuk 5 percig a főzőlapon (5.1.). Vegyük le a főzőlapról. Forró vízszög segítségével gyűjtjük össze a főzőpohár falára ragadt ként és forraljuk 20 percig. Hagyjuk lehűlni.

Adjunk hozzá 2 ml-es adagokban hidrogén-peroxidot (4.3.) mindaddig, amíg már nem észlelünk további reakciót. 6—8 adag hidrogén-peroxidra lesz szükség. Hagyjuk tovább oxidálódni egy órát, aztán forraljuk fél órán keresztül. Hagyjuk lehűlni.

7.3. Az oldat elkészítése az elemzéshez

Adjunk hozzá kb. 50 ml vizet és 50 ml sósav oldatot (4.1.).

— Ha a kén (S) mennyisége kevesebb mint 5%:

szűrjük át egy 600 ml-es főzőpohárba. A szűrőn maradt csapadékot mossuk át többször hideg vízzel. Mosás után a szűrlet utolsó cseppjeiből ellenőrizzük a szulfát jelenlétének hiányát bárium-klorid oldat (4.4.) segítségével; a szűrletnek tökéletesen tisztának kell lennie. A szulfátot a teljes szűrletmennyiségben határozzuk meg a 8.9. módszer szerint.

— Ha a kén (S) mennyisége több mint 5%:

vigyük át veszteség nélkül egy 250 ml-es mérőlombikba, töltsük jelig vízzel és keverjük össze. Száraz szűrőn keresztül szűrjük át egy száraz tárolóedénybe; a szűrletnek teljesen tisztának kell lennie. Ha a szűrletet nem használjuk fel azonnal, akkor dugóval zárjuk le. Határozzuk meg a szulfátokat ennek az oldatnak egy alikvot részén bárium-szulfátos kicsapással (8.9. módszer).

H/3. A VÍZOLDHATÓ KALCIUM, MAGNÉZIUM, NÁTRIUM ÉS (A SZULFÁT FORMÁJÁBAN JELEN LÉVŐ) KÉN KIVONÁSA

1. TÁRGY

Ez a fejezet a vízben oldódó kalcium, magnézium, nátrium és (a szulfát formájában jelen lévő) kén kivonásához határoz meg eljárást úgy, hogy ugyanaz a kivonat alkalmazható legyen az összes megkövetelt tápelem meghatározásához.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer azokra az EGK műtrágyákra alkalmazandó, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függelége megköveteli a vízben oldódó kalcium, magnézium, nátrium és (a szulfát formájában jelen lévő) kén megadását.

3. A MÓDSZER ELVE

A tápelemeket forró vízben oldjuk.

4. VEGYSZEREK

Desztillált, vagy azonos minőségű ioncserélt víz.

5. FELSZERELÉS

Állítható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

6. A MINTA ELKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vizsgálati minta

a) Ha a műtrágyák nem tartalmaznak ként, vagy ha tartalmaznak, akkor nem több mint 3% ként (S), azaz 7,5% SO_3 -ot és ugyanakkor nem több mint 4% kalciumot (Ca), azaz 5,6% CaO-t, akkor mérjük be 5 g műtrágyát egy milligramm pontossággal.

b) Ha a műtrágyák több mint 3% ként (S) és több mint 4% kalciumot (Ca) tartalmaznak, akkor mérjük be 1 g műtrágyát egy milligramm pontossággal.

Tegyük a vizsgálati mintát 600 ml-es főzőpohárba.

7.2. Az oldat elkészítése

Adjunk hozzá kb. 400 ml vizet és tartsuk forrásban 30 percig. Időnként megkeverve hagyjuk lehűlni, és veszteség nélkül, dekantálással vigyük át egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig vízzel, és keverjük össze.

Száraz szűrőn keresztül szűrjük át egy száraz lombikba. A szűrlet első részleteit öntsük el. A szűrletnek teljesen átlátszónak kell lennie.

Ha a szűrletet nem használjuk fel azonnal, akkor dugóval zárjuk le.

H/4. KÜLÖNBÖZŐ FORMÁBAN JELEN LÉVŐ, VÍZBEN OLDÓDÓ KÉN KIVONÁSA

1. TÁRGY

Ez a fejezet a műtrágyákban különböző, vízben oldódó formában jelen lévő kén kivonásához határoz meg eljárást.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer azokra az EC műtrágyákra alkalmazandó, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függelége megköveteli a vízben oldódó kéntrioxid megadását.

3. A MÓDSZER ELVE

A ként hideg vízben feloldjuk, majd lúgos közegben hidrogén-peroxidos oxidációval szulfáttá alakítjuk.

4. VEGYSZEREK

4.1. Hígított sósav:

Egy térfogatrész sósav ($d_{20} = 1,18$ g/ml) és egy térfogatrész víz.

4.2. Nátrium-hidroxid oldat, NaOH, legalább 30% ($d_{20} = 1,33$ g/ml).

4.3. Hidrogén-peroxid oldat, 30% (w/w).

5. FELSZERELÉS

5.1. 500 ml-es Stohmann-lombik.

5.2. Forgó rázógép, 30—40 fordulat/perc.

5.3. Állítható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vizsgálati minta

a) Ha a műtrágyák legfeljebb 3% ként (S), azaz 7,5% SO_3 -ot és ugyanakkor legfeljebb 4% kalciumot (Ca), azaz 5,6% CaO-t tartalmaznak, akkor mérjük be 5 g műtrágyát egy milligramm pontossággal.

b) Ha a műtrágyák több mint 3% ként (S) és ugyanakkor több mint 4% kalciumot (Ca) tartalmaznak, akkor mérjük be 1 g műtrágyát milligrammos pontossággal.

Tegyük a vizsgálati mintát egy 500 ml-es lombikba (5.1.).

7.2. Az oldat elkészítése

Adjunk hozzá kb. 400 ml vizet. Zárjuk le dugóval. Rázassuk (5.2.) 30 percig. Töltsük fel jelig vízzel és keverjük össze. Száraz szűrőn keresztül szűrjük át egy száraz lombikba. Ha a szűrletet nem használjuk fel azonnal, akkor dugóval zárjuk le.

7.3. A vizsgálatához használt alikvot rész oxidálása

A kivont oldatból mérjük ki egy legfeljebb 50 ml-es alikvot részt, amely lehetőség szerint 20 mg és 100 mg közötti ként (S) tartalmazzon.

Ha szükséges, töltsük fel 50 ml-re vízzel. Adjunk hozzá 3 ml nátrium-hidroxid oldatot (4.2.) és 2 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.3.). Takarjuk le óraüveggel és a főzőlapon (5.3.) óvatosan forraljuk egy órán keresztül. Milliliteres részletekben folytassuk a hidrogén-peroxid oldat hozzáadását mindaddig, amíg a reakció tart (legfeljebb 5 ml).

Ezután hagyjuk lehűlni. Vegyük le az óraüveget és mossuk le az alsó oldalát a főzőpohárba. Adjunk hozzá kb. 20 ml hígított sósavat (4.1.). Töltsük fel vízzel kb. 300 ml-ig.

Határozzuk meg a szulfátok mennyiségét az oxidált oldat egészére vonatkoztatva a 8.9. módszer szerint.

H/5. AZ ELEMI KÉN KIVONÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA

FIGYELMEZTETÉS

Ez az elemzési módszer szén-diszulfid (CS_2) használatát írja elő. Ezért különleges biztonsági intézkedéseket kell alkalmazni, különösen a következők tekintetében:

- a CS_2 tárolása,
- a személyzet védőfelszerelése,
- a munkahelyi higiénia,
- a tüzesetek és a robbanások megelőzése,
- a használt vegyszer elhelyezése.

Ez a módszer jól képzett személyzetet és megfelelően felszerelt laboratóriumot kíván meg.

1. TÁRGY

Ez a fejezet a műtrágyákban jelen lévő elemi kén kivonásához és a mennyiségének megállapításához határoz meg eljárást.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer azokra az EC műtrágyákra alkalmazandó, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléké megköveteli az elemi formában jelen lévő összes kén megadását.

3. A MÓDSZER ELVE

A vízben oldódó vegyületek eltávolítását követően az elemi ként szén-diszulfid segítségével kivonjuk, majd a kivont ként gravimetriásan meghatározzuk.

4. VEGYSZEREK

Szén-diszulfid.

5. FELSZERELÉS

- 5.1. 100 ml-es extrakciós lombik, csiszolatos üvedugóval ellátva.
- 5.2. Soxhlet-készülék, alkalmas szűrőelemekkel.
- 5.3. Vákuumos, forgó párologtató berendezés.

- 5.4. Ventilátorral ellátott elektromos kemence 90 ± 2 °C-ra beállítva.
- 5.5. 5—7 cm átmérőjű porcelán bepárló csészék, amelyek 5 cm-nél nem magasabbak.
- 5.6. Állítható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vizsgálati minta

Egy milligramm pontossággal mérjük be 5 és 10 g közötti mennyiségű mintát, és tegyük a Soxhlet-készülék (5.2.) extrakciós hüvelyébe.

7.2. A kén kivonása

Alaposan mossuk át a tartalmát forró vízzel, hogy minden vízben oldható összetevőt eltávolítsunk. Szárítsuk a kemencében (5.4.) 90 °C-on legalább egy órán keresztül. Helyezzük bele a szűrőt a Soxhlet-készülékbe (5.2.).

Helyezzünk egy pár üveggyöngyöt a készülék extrakciós lombikjába (5.1.), mérjük le a tömegét (P_0) és adjunk hozzá 50 ml szén-diszulfidot (4.1.).

Csatlakoztassuk a készüléket és hagyjuk, hogy az elemi kén kivonása folytatódjon hat órán keresztül. Kapcsoljuk ki a fűtést, és lehűlés után szedjük le a lombikot. Kössük a lombikot a forgó párologtató berendezésre (5.3.) és párologtassuk, amíg a lombik tartalma szivacsos masszává szilárdul.

Szárítsuk a lombikot a kemencében 90 °C-on (5.4.) (általában egy óra szükséges), amíg a tömege (P_1) állandósul.

7.3. Az elemi kén tisztaságának ellenőrzése

Egyes anyagok az elemi kénnel együtt kivonódhattak a szén-diszulfidos eljárás során. Az elemi kén tisztaságának ellenőrzése a következőképpen zajlik:

homogenizáljuk a lombik tartalmát olyan alaposan, amennyire csak lehet, és vegyünk ki 2 vagy 3 g-ot milligrammos pontossággal (n). Helyezzük bepárló csészébe (5.5.). Mérjük meg a csészének és tartalmának együttes tömegét (P_2). Helyezzük a főzőlapra (5.6.) és állítsuk azt be 220 °C-ot nem meghaladó hőmérsékletre, hogy a kén ne gyulladjon meg. Hagyjuk szublimálni 3 vagy 4 órán keresztül, amíg a tömege nem állandósul (P_3).

Megjegyzés:

Egyes műtrágyák esetén nem feltétlenül szükséges a kén tisztaságát ellenőrizni. Ebben az esetben hagyjuk ki a 7.2. lépést.

AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

A műtrágya elemi kén (S) tartalmának százalékos aránya a következő:

$$\text{A műtrágyában a tisztítatlan S (\%)} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

$$\text{A kivont kén tisztasága (\%)} = \frac{P_2 - P_3}{n} \times 100$$

$$\text{A műtrágyában a tiszta S (\%)} = \frac{(P_1 - P_0)(P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100$$

ahol:

- m = a műtrágya vizsgálati mintájának tömege grammban kifejezve,
- P_0 = a Soxhlet-lombik tömege grammban kifejezve,
- P_1 = a Soxhlet-lombik és a tisztítatlan kén szárítás utáni együttes tömege,
- n = a tisztításra szánt tisztítatlan kén tömege grammban kifejezve,
- P_2 = a bepárló-csésze tömege,
- P_3 = a bepárló-csésze tömege a kén szublimációja után.

H/6. A KIVONT KALCIUM OXALÁT FORMÁJÁBAN TÖRTÉNŐ LECSAPÁST KÖVETŐ PERMANGANOMETRIÁS MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY

Ez a fejezet a műtrágya kivonatokban lévő kalcium mennyiségének megállapítására határoz meg eljárást.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer azokra az EGK műtrágyákra alkalmazandó, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke megköveteli az összes és/vagy a vízben oldódó kalcium megadását.

3. A MÓDSZER ELVE

A kivont oldat alikvot részéből a jelen lévő kalciumot oxalát formájában lecsapjuk és azt kálium-permanganátos titrálással meghatározzuk.

4. VEGYSZEREK

4.1. Hígított sósav:

egy térfogatrész sósav ($d_{20} = 1,18$ g/ml) és egy térfogatrész víz.

4.2. 1:10 arányban hígított kénsav:

egy térfogatrész kénsav ($d_{20} = 1,84$ g/ml) tíz térfogatrész vízben.

4.3. 1:1 arányban hígított ammónia oldat:

egy térfogatrész ammónia ($d_{20} = 0,88$ g/ml) és egy térfogatrész víz.

4.4. Ammónium-oxalát telített oldata $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$, szobahőmérsékleten (nagyjából 40 g/l).

4.5. Citromsav oldat, 30% (m/v).

4.6. Ammónium-klorid oldat, 5% (m/v).

4.7. Brómtimolkék oldat, 95%-os etanolban, 0,1% (m/v).

4.8. Brómkrezolzöld oldat, 95%-os etanolban, 0,04% (m/v).

4.9. Kálium-permanganát mérőoldat, 0,02 mol/l.

5. FELSZERELÉS

5.1. 5 és 20 μm közötti porozitású üveg szűrőtégely.

5.2. Forró vízfürdő.

6. AZ ALIKVOT RÉSZ ELŐKÉSZÍTÉSE

A 8.1. vagy a 8.2. módszer szerint készített kivont oldatból pipettával vegyünk ki egy 15 és 50 mg közötti mennyiségű Ca-ot ($= 21$ és 70 mg közötti mennyiségű CaO) tartalmazó alikvot részt. Legyen ennek az alikvot résznek a térfogata v_2 . Töltsük bele egy 400 ml-es főzőpohárba. Szükség esetén semlegesítsük egy pár csepp ammónia oldat (4.3.) segítségével [az indikátor (4.7.) zöldről kékre váltásáig].

Adjunk hozzá 1 ml citromsav oldatot (4.5.) és 5 ml ammónium-klorid oldatot (4.6.).

7. A KALCIUM-OXALÁT LECSAPÁSA

Adjunk hozzá kb. 100 ml vizet. Hozzuk forrásba, adjunk hozzá 8—10 csepp indikátor oldatot (4.8.) majd lassan 50 ml forró ammónium-oxalát oldatot (4.4.). Ha csapadék keletkezik, oldjuk fel néhány csepp sósav hozzáadásával (4.1.). Semlegesítsük

folyamatos keverés közben, nagyon lassan ammónia oldattal (4.3.), amíg a pH 4,4 és 4,6 közé nem változik [az indikátor (4.8.) zöldről kékre változásáig]. Helyezzük a főzőpoharat forrásban lévő vízfürdőbe (5.2.) kb. 30 perc időtartamra.

Vegyük ki a főzőpoharat a fürdőből, hagyjuk állni egy órán keresztül és szűrjük le a tégelyen keresztül (5.1.).

8. AZ OXALÁTOS CSAPADÉK TITRÁLÁSA

Mossuk a főzőpoharat és az üvegszűrőt addig, amíg az ammónium-oxalát felesleg teljes mértékben el nem távozik (ez a mosóvízben a klorid jelenlétének hiányával ellenőrizhető). Helyezzük a tégelyt egy 400 ml-es főzőpohárba és oldjuk fel a csapadékot 50 ml forró kénsavval (4.2.). Tegyük annyi vizet a főzőpohárba, hogy kb. 100 ml legyen az oldat térfogata. Melegítsük fel 70—80 °C-os hőmérsékletre és cseppenként titráljuk kálium-permanganát oldattal (4.9.) mindaddig, amíg a rózsaszín elszíneződés 1 percig megmarad. Legyen ez a térfogat n .

9. AZ EREDMÉNYEK KISZÁMÍTÁSA

A műtrágya kalcium (Ca) tartalma tömegszázalékban a következő:

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

ahol:

- n = a felhasznált kálium-permanganát mennyisége ml-ben kifejezve,
- m = a vizsgálati minta tömege grammban kifejezve,
- v_2 = az alikvot rész térfogata milliliterben kifejezve,
- v_1 = a kivont oldat térfogata milliliterben kifejezve,
- t = a kálium-permanganát oldat molaritása mol/l-ben kifejezve.

$$CaO (\%) = Ca (\%) \times 1,400.$$

H/7. MAGNÉZIUM MEGHATÁROZÁSA ATOMABSZORPCIÓS SPEKTROFOTOMETRIÁVAL

1. TÁRGY

Ez a fejezet a műtrágya kivonatokban lévő magnézium mennyiségének megállapítására határoz meg eljárást.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer azokra a 8.1. és 8.3. módszer szerint kivont műtrágya kivonatokra alkalmazandó, amelyekre az összes és/vagy a vízben oldódó magnézium megadása kötelező, a következő kivételekkel:

a mezoelemekről szóló 3. számú melléklet 1. függelékében felsorolt műtrágyák:

- 4. típus (kieserit),
- 5. típus (magnézium-szulfát) és
- 7. típus (kieserit kálium-szulfáttal)

amelyekre a 8.8. módszer vonatkozik.

Az alább megadott módszer minden olyan műtrágya kivonatra alkalmazandó, amely olyan mennyiségben tartalmaz bizonyos elemeket, ami zavarhatja a magnézium komplexometriás meghatározását.

3. A MÓDSZER ELVE

A magnézium meghatározása atomabszorpciós spektrofotometriával, az oldat megfelelő hígítása után.

4. VEGYSZEREK

4.1. Sósav, 1 mol/l oldat.

4.2. Sósav, 0,5 mol/l oldat.

4.3. Magnézium törzsoldat, 1,00 mg/ml.

4.3.1. Oldjunk fel 10,141 g magnézium-szulfátot ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 500 ml 0,5 mol/l sósavoldatban (4.2.), 1000 ml-es főzőpohárban. Oldódás után mossuk át veszteség nélkül 1000 ml-es mérőlombikba, töltsük fel jelig, és keverjük össze.

4.3.2. Mérjünk be 1,658 g magnézium-oxidot (MgO), amelyet a karbonátosodás nyomainak eltüntetésére előzetesen kalcináltunk. Helyezzük főzőpohárba, amelybe 100 ml vizet és 120 ml 1 mol/l sósavat (4.1.) is teszünk. Amikor feloldódott, veszteség nélkül átmoszuk egy 1000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig, és keverjük össze.

vagy:

4.3.3. Kereskedelmi standard oldat

A laboratórium köteles az ilyen oldatokat ellenőrizni.

4.4. Stroncium-klorid oldat.

Oldjunk fel 75 g stroncium-kloridot ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) sósavoldatban (4.2.), és egészítsük ki a térfogatát 500 ml-re ugyanazzal a sósavoldattal.

5. FELSZERELÉS

Atomabszorpciós mérésekre alkalmas spektrofotométer, magnézium lámpával, beállítva 285,2 nm-re.

Levegő-acetilén láng.

6. A MINTA ELKÉSZÍTÉSE

Lásd a H/1. és a H/3. fejezeteket.

7. ELJÁRÁS

7.1. Ha a műtrágya megadott magnéziumtartalma (Mg) több mint 6% (azaz 10% MgO formájában), akkor vegyünk 25 ml-t (V_1) a kivont oldatból (6.). Vigyük át egy 100 ml-es mérőlombikba, töltsük jelig vízzel, és keverjük össze. A hígítási tényező $D_1 = 100/V_1$.

7.2. Pipettával vegyünk ki 10 ml-t a kivont oldatból (6.) vagy a (7.1.) oldatból. Vigyük át egy 200 ml-es mérőlombikba. Töltsük jelig a 0,5 mol/l sósavval (4.2.), és keverjük össze. A hígítási tényező 200/10.

7.3. Hígítsuk ezt az oldatot (7.2.) a 0,5 mol/l sósav oldattal (4.2.) úgy, hogy a koncentráció a spektrofotométer (5.1.) mérési tartományának optimális részébe essen. V_2 a minta térfogata 100 ml-ben. A hígítási tényező $D_2 = 100/V_2$.

Az utolsó oldat 10 (térfogatszázalék) stroncium-klorid oldatot (4.4.) tartalmazzon.

7.4. Vakoldat készítése

Készítsünk vakoldatot a teljes eljárás megismétlésével a kivonástól kezdve (8.1. vagy 8.3. módszer), egyedül a műtrágya vizsgálati mintáját hagyjuk ki.

7.5. Kalibrációs oldatok készítése

A törzsoldat (4.3.) 0,5 mol/l sósavval történő hígításával készítsünk legalább öt növekvő koncentrációjú kalibrációs oldatot a készülék (5.1.) optimális mérési tartományán belül.

Ezek az oldatok 10% (m/v) stroncium-klorid oldatot (4.4.) tartalmazzanak.

7.6. Mérés

Állítsuk be a spektrofotométert (5.1.) 285,2 nm hullámhosszra.

Porlasszuk be egymás után a kalibrációs oldatokat (7.5.), a minta oldatot (7.3.) és a vakoldatot (7.4.), miközben mindig a következő mérendő oldattal mossuk át a készüléket. Ismételjük meg ezt a műveletet háromszor. Ábrázoljuk a kalibrációs görbét az egyes kalibrációs oldatok (7.5.) átlagos abszorbanciájának felhasználásával az ordinátán és a megfelelő magnéziumra vonatkoztatott koncentráció (µg/ml-ben) feltüntetésével az abszcisszán. Határozzuk meg a magnézium koncentrációját a mintában (7.3.), X_s és a vakoldatban (7.4.), X_b , a kalibrációs görbe alapján.

8. AZ EREDMÉNYEK KISZÁMÍTÁSA

A magnézium (Mg) vagy magnézium-oxid (MgO) mennyiségét a mintában a kalibrációs oldatokhoz történő viszonyítás segítségével határozhatjuk meg, a vakpróba eredményének figyelembevételével.

A magnézium (Mg) tömegszázalékos mennyisége a műtrágyában a következő:

$$Mg (\%) = \frac{(X_s - X_b) D_1 (200/10) D_2 \times 100}{1000 \times M}$$

ahol:

- X_s = az elemzendő minta koncentrációja, amint azt felvettük a kalibrációs görbére, µg/ml-ben kifejezve,
- X_b = a vakoldat koncentrációja, amint azt felvettünk a kalibrációs görbére, µg/ml-ben kifejezve,
- D_1 = a hígítási tényező, ha az oldatot hígítottuk (7.1.),
egyenlő négygel, ha 25 ml-t vettünk,
egyenlő eggyel, ha az oldatot nem hígítottuk,
- D_2 = a 7.3.-nál szereplő hígítási tényező,
- M = a vizsgálati minta tömege a kivonás során.

$$MgO (\%) = Mg (\%) / 0,6$$

H/8. MAGNÉZIUM MEGHATÁROZÁSA KOMPLEXOMETRIÁVAL

1. TÁRGY

Ez a fejezet a műtrágya kivonatokban lévő magnézium mennyiségének megállapítására határoz meg eljárást.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer azokra az EC műtrágya kivonatokra alkalmazandó, amelyekre az összes és/vagy a vízben oldódó magnézium megadása kötelező:

- a 3. számú melléklet 1. függelékében felsorolt műtrágyák: egyszerű nitrogénműtrágyák, 1b. típus (kalcium-magnézium-nitrát), 7. típus (magnézium-szulfát-nitrát), 8. típus (nitrogénműtrágyák magnéziummal) és tiszta káliumműtrágyák, 2. típus (dúsított kainit), 4. típus (magnéziumot tartalmazó kálium-klorid), 6. típus (magnéziumsót tartalmazó kálium-szulfát),
- a függelék mezoelemekről szóló D táblázatában felsorolt műtrágyák.

3. A MÓDSZER ELVE

A magnéziumot a 8.1. és/vagy a 8.3. módszer szerint oldatba vesszük. Első titrálás: a Ca és Mg titrálása EDTA segítségével, eriokrómfekete T jelenlétében. Második titrálás: a Ca titrálása EDTA segítségével, kalcein vagy kalkonkarbonsav jelenlétében. A magnéziumot a különbségből határozzuk meg.

4. VEGYSZEREK

4.1. Magnézium mérőoldat, 0,05 mol/l:

4.1.1. Oldjunk fel 1,232 g magnézium-szulfátot ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) a 0,5 mol/l sósavoldatban (4.11.) és hígítsuk fel ugyanazzal a sávvval 100 ml-re.

vagy:

4.1.2. Mérjünk be 2,016 g magnézium-oxidot, amelyet a karbonátosodás nyomainak eltüntetésére előzetesen kalcináltunk. Helyezzük főzőpohárba, amelybe 100 ml vizet is teszünk.

Keverjük bele kb. 120 ml kb. 1 mol/l sósavat (4.12.).

Amikor feloldódott, veszteség nélkül vigyük át egy 1000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig, és keverjük össze.

Ezeknek az oldatoknak 1 ml-e 1,216 mg Mg-ot tartalmaz (= 2,016 mg MgO).

A laboratórium felelőssége a fenti mérőoldat koncentrációjának az ellenőrzése.

4.2. EDTA 0,05 mol/l oldata

Mérjünk be 18,61 g-ot a dinátrium-etilén-diamin-tetraacetát-dihidrátból ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), tegyük egy 1000 ml-es főzőpohárba és oldjuk fel 600–800 ml vízben. Veszteség nélkül vigyük át egy 1000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig, és keverjük össze. Ellenőrizzük ezt az oldatot a mérőoldattal (4.1.) úgy, hogy az utóbbiból kiveszünk egy 20 ml-es mintát, és megtitráljuk a (7.2.) módszer szerinti analitikai eljárással.

Egy ml EDTA oldat megfelel 1,216 mg Mg-nak (= 2,016 mg MgO) és 2,004 mg Ca-nak (= 2,804 mg CaO) (lásd 10.1. és 10.6. megjegyzés).

4.3. 0,05 mol/l kalcium mérőoldat

Mérjünk be 5,004 g száraz kalcium-karbonátot. Helyezzük főzőpohárba, amelybe 100 ml vizet is teszünk. Fokozatosan keverjük bele 120 ml kb. 1 M sósavat (4.12.).

Forraljuk fel a széndioxid kiűzése céljából, hűtsük le és veszteség nélkül vigyük át egy 1000 ml-es mérőlombikba, majd töltsük fel jelig vízzel, és keverjük össze. Ellenőrizzük ezt az oldatot az EDTA oldattal (4.2.) a (7.3.) módszer szerinti analitikai eljárással. Ennek az oldatnak 1 ml-e 2,004 mg Ca-t tartalmaz (= 2,804 mg CaO), és megfelel 1 ml 0,05 mólos EDTA oldatnak (4.2.).

4.4. Kalcein indikátor

Alaposan keverjük össze mozsárban 1 g kalceint 100 g nátrium-kloriddal. Ebből a keverékből 10 mg-ot használunk. Az indikátor zöldről narancsszínűre változik. A titrást addig kell folytatni, amíg a szín narancsra változik, ami mentes a zöldes árnyalattól.

4.5. Kalkonkarbonsav indikátor

Oldjunk fel 400 mg kalkonkarbonsavat 100 ml metanolban. Ez az oldat legfeljebb csak kb. 4 hétig tárolható. Ebből az oldatból három cseppet kell használni. Az indikátor pirosról kék színűre változik. A titrást addig kell folytatni, amíg a szín kékre változik, ami mentes a pirosas árnyalattól.

4.6. Eriokrómfekete-T indikátor

Oldjunk fel 300 mg eriokrómfekete-T indikátort 25 ml 1-propanol és 15 ml trietanol-amin keverékében. Ez az oldat legfeljebb csak kb. 4 hétig tárolható. Ebből az oldatból három cseppet kell felhasználni. Az indikátor pirosról kék színűre változik és a titrást addig kell folytatni, amíg a szín kékre változik, ami mentes a pirosas árnyalattól. Csak akkor változtatja a színét, ha magnézium is jelen van. Szükség esetén adjunk hozzá 1 ml-t a mérőoldatból (4.1.).

Ha kalcium és magnézium egyaránt jelen van, akkor az EDTA először a kalciummal képez komplexet és azután a magnéziummal. Ebben az esetben a két elem meghatározása párhuzamosan történik.

4.7. Kálium-cianid oldat

KCN 2%-os vizes oldata. (Ne pipetázzuk szájjal és lásd 10.7.).

4.8. Kálium-hidroxid és kálium-cianid oldata

Oldjunk fel 280 g KOH-t és 66 g KCN-t vízben, egészítsük ki a térfogatát egy literre és keverjük össze.

4.9. pH 10,5-es puffer oldat

Egy 500 ml-es mérőlombikba tegyünk 33 g ammónium-kloridot és oldjuk fel 200 ml vízben, majd adjunk hozzá 250 ml ammóniát ($d_{20} = 0,91$ g/ml), végül töltsük fel jelig és keverjük össze. Rendszeresen ellenőrizzük az oldat pH-ját.

4.10. Hígított sósav: egy térfogat sósav ($d_{20} = 1,18$ g/ml) és egy térfogat víz.

- 4.11. Sósav oldat, kb. 0,5 mol/l.
- 4.12. Sósav oldat, kb. 1 mol/l.
- 4.13. Nátrium-hidroxid oldat, 5 mol/l.

5. FELSZERELÉS

- 5.1. Mágneses vagy mechanikus keverő.
- 5.2. pH-mérő.

6. ELLENŐRZŐ VIZSGÁLAT

Végezzünk el meghatározásokat az oldatok (4.1. és 4.3.) alikvot részein olyan módon, hogy a Ca/Mg arány nagyjából azonos legyen az elemzendő oldatban lévővel. Ebből a célból vegyünk (a) mennyiséget a (4.3.) mérőoldatból és (b—a) mennyiséget a (4.1.) mérőoldatból. Az (a) és (b) szám megfelel az EDTA oldatból az elemzendő minta két titrálása során felhasznált mennyiség ml-ben kifejezett értékének. Ez az eljárás csak akkor megfelelő, ha az EDTA a kalcium és a magnézium oldatok pontosan ekvivalensek. Ha ez nem áll fenn, akkor helyesbítéseket kell végezni.

7. A VIZSGÁLATI OLDAT ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a H/1. és a H/3. fejezeteket.

8. MEGHATÁROZÁS

- 8.1. Az alikvot rész kivétele.

Az alikvot rész lehetőleg 9 és 18 mg közötti mennyiségű magnéziumot tartalmazzon (= 15—30 mg MgO).

- 8.2. Titrálás eriokrómfekete-T jelenlétében

Pipetázzunk egy alikvot részt (8.1.) az elemzendő oldatból egy 400 ml-es főzőpohárba. Semlegesítsük a felesleges savat 5 M nátrium-hidroxid oldattal (4.12.), pH-mérő alkalmazása mellett. Hígítsuk fel vízzel kb. 100 ml-re. Adjunk hozzá 5 ml puffer oldatot (4.9.). A pH-mérő által mért pH $10,5 \pm 0,1$ kell legyen. Adjunk hozzá 2 ml kálium-cianid oldatot (4.7.) és három csepp eriokrómfekete T indikátort (4.6.). Titráljuk EDTA oldattal (4.2.). Közben a keverővel (5.1.) lassan kevertetjük (lásd 10.2., 10.3. és 10.4.). Legyen „b” a 0,05 mólos EDTA oldat millilitereinek száma.

- 8.3. Titrálás kalcein vagy kalkonkarbonsav jelenlétében

Pipetázzunk a fenti titrálás során alkalmazottal azonos alikvot részt az elemzendő oldatból egy 400 ml-es főzőpohárba. Semlegesítsük a felesleges savat 5 M nátrium-hidroxid oldattal (4.13.), pH-mérő alkalmazása mellett. Hígítsuk fel vízzel kb. 100 ml-re. Adjunk hozzá 10 ml KOH/KCN oldatot (4.8.) és az indikátort (4.4.) vagy (4.5.). A keverővel (5.1.) való lassú keverés közben titráljuk meg az EDTA oldattal (4.2.) (lásd 10.2., 10.3. és 10.4.). Legyen „a” a 0,05 mólos EDTA oldat millilitereinek száma.

9. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

Azokra az EGK műtrágyákra, amelyekre a módszer alkalmazható (5 g műtrágya 500 ml kivonatban), a műtrágya százalékos tartalma:

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

$$Mg (\%) \text{ a műtrágyában} = \frac{(b - a) \times T}{M}$$

ahol:

- a = a 0,05 mólos EDTA oldat millilitereinek száma, amelyet a kalcein vagy kalkonkarbonsav jelenlétében végzett titrálás során használtunk fel,
- b = a 0,05 mólos EDTA oldat millilitereinek száma, amelyet az eriokrómfekete-T jelenlétében végzett titrálás során használtunk fel,
- M = a vizsgálati minta tömege, amely az alikvot részben van (grammban kifejezve),
- T = $0,2016 \times$ az EDTA oldat molaritása/0,05 (lásd 4.2.),
- T' = $0,1216 \times$ az EDTA oldat molaritása/0,05 (lásd 4.2.).

10. MEGJEGYZÉSEK

10.1. Komplexometriai elemzésekben a sztöchiometrikus EDTA: fém arány mindig 1:1, függetlenül a fém vegyértékétől és annak ellenére, hogy az EDTA négy vegyértékű. Az EDTA titráló oldat és a mérőoldatok ezért molárisak és nem normál oldatok.

10.2. A komplexometriás indikátorok gyakran érzékenyek a levegőre. Az oldat veszíthet a színéből a titrálás alatt. Ebben az esetben egy vagy két csepp indikátort kell hozzáadni. Ez elsősorban az eriokrómfekete-T és a kalkonkarbonsav esetében igaz.

10.3. A fém-indikátor komplexek gyakran relatíve stabilak, így esetenként valamennyi időt vehet igénybe, amíg a színváltozás megtörténik. Ezért az EDTA utolsó cseppjeit lassan kell hozzáadni és egy csepp 0,05 mólos magnézium oldatot (4.1.) vagy kalcium oldatot (4.3.) kell még hozzáadni, annak érdekében, hogy megbizonyosodjunk arról, hogy a színváltozás nem ment még végbe. Ez különösen igaz az eriokróm-magnézium komplex esetében.

10.4. Az indikátor színátcsapását nem függőlegesen, hanem vízszintesen, az oldat keresztmetszetében kell észlelni, és a főzőpoharat fehér háttér elé kell helyezni, jól megvilágított helyre. Az indikátor színátcsapása könnyen észlelhető, ha a főzőpoharat alulról gyengén megvilágított (25 wattos lámpa), homályos üvegre tesszük.

10.5. Ez az elemzés bizonyos fokú gyakorlatot követel meg. A feladat — többek között — tartalmazza a 4.1. és 4.3. mérőoldatok színváltozásainak megfigyelését. Ajánlatos, hogy a meghatározásokat ugyanaz a laborkémikus végezze.

10.6. Ha garantált titerű EDTA oldatot használunk (például Tritisol, Normex), akkor ez egyszerűsítheti a 4.1., 4.2. és 4.3. mérőoldatok egyenértékének ellenőrzését.

10.7. A kálium-cianidot tartalmazó oldatok nem önthetők el a lefolyóba a cianid ártalmatlanítása nélkül, például lúgosítást követő nátrium-hipokloritos oxidációval.

H/9. SZULFÁTOK MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY

Ez a fejezet a műtrágya kivonatokban szulfát formájában jelen lévő kén mennyiségének megállapítására határoz meg eljárást.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a 8.1., 8.2., 8.3. és 8.4. módszer során előállított kivonatokban jelen lévő szulfát mennyiségének megállapítására alkalmazható.

3. A MÓDSZER ELVE

Gravimetriás meghatározás bárium-szulfát formájában.

4. VEGYSZEREK

4.1. Hígított sósav:

Egy térfogatrész sósav ($d_{20} = 1,18$ g/ml), és egy térfogatrész víz.

4.2. Bárium-klorid oldat $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 122 g/l.

4.3. Ezüst-nitrát oldat: 5 g/l.

5. FELSZERELÉS

5.1. Porcelán olvasztótégelyek.

5.2. Forró vízfürdő.

5.3. Szárítószekrény 105 ± 1 °C-ra beállítva.

5.4. Elektromos kemence 800 ± 50 °C-ra beállítva.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

6.1. Mintavétel az oldatból

Pipetta alkalmazásával vegyünk ki egy alikvot részt a 2. pontban megjelölt kivont oldatokból, amely 20—100 mg S-t vagy 50—350 mg SO_3 -ot tartalmaz.

Tegyük ezt az alikvot részt egy megfelelő térfogatú főzőpohárba. Adjunk hozzá 20 ml hígított sósavat (4.1.). Egészítsük ki kb. 300 ml-re vízzel.

6.2. A lecsapás

Forraljuk fel az oldatot. Cseppenként adjunk hozzá kb. 20 ml-t a bárium-klorid oldatból (4.2.), miközben élénken keverjük az oldatot. Forraljuk néhány percig.

A főzőpoharat fedjük le óraüveggel, és tegyük forrásban lévő vízfürdőbe (5.2.) egy órás időtartamra. Ezután hagyjuk forró (> 60 °C) állapotban állni, amíg a felülúszó folyadék kitisztul. Dekantáljuk a tiszta oldatot egy kis pórusú hamumentes szűrőn. Mossuk át a csapadékot néhányszor forró vízzel. Folytassuk a csapadék mosását a szűrőn, amíg a szűrlet klorid-mentes lesz. Ezt ezüst-nitrát oldat (4.3.) segítségével ellenőrizhetjük.

6.3. Elhamvasztás és a csapadék lemerése

Helyezzük a szűrőpapírt és a csapadékot egy előzőleg 0,1 mg pontossággal lemerített porcelántégelybe (5.1.). Szárítsuk meg a szárítószekrényben (5.3.) és hamvasszuk kb. 800 °C-on fél órán keresztül (5.4.). Hagyjuk lehűlni exsikkátorban, és mérjük le 0,1 mg-os pontossággal.

7. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

Egy mg bárium-szulfát megfelel 0,137 mg S-nek vagy 0,343 mg SO_3 -nak.

A műtrágya tömegszázalékos kén tartalma a következő:

$$S (\%) = w = 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$\text{SO}_3 (\%) \times 2,5$$

Ahol:

- w = a bárium-szulfát csapadék tömege grammban kifejezve,
- v_1 = a kivont oldat térfogata milliliterben kifejezve,
- v_2 = az alikvot térfogata milliliterben kifejezve,
- m = a vizsgálati minta tömege grammban kifejezve.

H/10. A KIVONT NÁTRIUM MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY

Ez a fejezet a műtrágya kivonatokban jelen lévő nátrium mennyiségének megállapításához határoz meg eljárást.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer azokra a műtrágyákra alkalmazandó, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke megköveteli a nátrium megadását.

3. A MÓDSZER ELVE

Az I/2. és/vagy I/3. módszer szerint kapott kivonat megfelelő hígítása után az oldat nátrium-koncentrációját lángemissziós spektrofotometriával határozzuk meg.

4. VEGYSZEREK

4.1. Hígított sósav

Egy térfogatrész sósav ($d_{20} = 1,18$ g/ml) és egy térfogatrész víz.

4.2. Alumínium-nitrát $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$.4.3. Cézium-klorid, CsCl .4.4. Vízmentes nátrium-klorid, NaCl .

4.5. Cézium-klorid és alumínium-nitrát oldat

Készítsünk vizes oldatot 50 g cézium-kloriddal (4.3.) és 250 g alumínium-nitráttal (4.2.) egy 1000 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel jelig, és keverjük össze.

4.6. Nátrium törzsoldat, 1 mg/ml Na

Oldjunk fel vízben 2,542 g nátrium-kloridot (4.4.) egy 1000 ml-es mérőlombikban. Adjunk hozzá 10 ml sósavat (4.1.). Töltsük fel jelig, és keverjük össze.

5. FELSZERELÉS

Lángemisszióra alkalmas spektrofotométer, 589,3 nm-re beállítva.

6. KALIBRÁLÓ OLDATOK ELKÉSZÍTÉSE

6.1. Tegyük 10 ml törzsoldatot (4.6.) egy 250 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig, és keverjük össze. Az oldat koncentrációja 40 $\mu\text{g/ml}$ Na.

6.2. Tegyük 0, 5, 10, 15, 20, 25 ml közbenső oldatot (6.1.) 100 ml-es mérőlombikokba. Adjunk hozzá 10 ml (4.5.) oldatot. Töltsük fel jelig, és keverjük össze. Az oldatok koncentrációja: 0, 2, 4, 6, 8, 10 $\mu\text{g/ml}$ Na.

7. A MÉRENDŐ OLDATOK ELŐKÉSZÍTÉSE

A kivont oldat várható nátriumtartalmától függően, az I/2. vagy I/3. módszer szerint (5 g műtrágya 500 ml-ben) végezzük el a hígításokat a következő táblázatnak megfelelően:

Na ₂ O (%)	Na (%)	Közbenső hígítás	+	Végső hígítás	+	A hígítás mértéke
		Minta (ml) (v ₄)	Hígítás ml-re (v ₃)	Minta (ml) (v ₄)	Hígítás ml-re	
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

A közbenső oldat térfogatát vízzel egészítsük ki. A végső hígításhoz adjunk 10 ml-t a (4.5.) oldatból a 100 ml-es mérőlombikba.

Egy g-os vizsgálati mintához szorozzuk meg a végső hígítás térfogatát (v₄) öttel.

8. MEGHATÁROZÁS

Készítsük elő a spektrofotométert (5.1.) az 589,3 nm-es mérésre. Kalibráljuk a műszert a kalibrációs oldatokkal (6.2.). Ezután állítsuk be a műszer érzékenységet úgy, hogy a teljes mérési tartományt kihasználjuk a legtöményebb kalibrációs oldat mérésénél. Ezután mérjük meg az elemzendő vizsgálati mintára (7.) adott választ. Ismételjük meg ezt a műveletet 3 alkalommal.

9. AZ EREDMÉNYEK KISZÁMÍTÁSA

Rajzoljuk fel a kalibrációs görbét az egyes kalibrációs oldatokra adott átlagos válaszok feltüntetésével az ordinátán, míg az abszcisszán a megfelelő koncentrációk szerepeljenek µg/ml mértékegységben kifejezve. Határozzuk meg ebből a vizsgálati minta nátrium-koncentrációját. Számítsuk ki a nátrium mennyiségét, a hígítások mértékének figyelembevételével. Az eredményt a minta százalékában fejezzük ki.

A műtrágya nátrium (Na) tartalma tömegszázalékban a következő:

$$Na (\%) = X \frac{v_3}{v_4} \frac{v_1}{v_2} \frac{10^{-2}}{m}$$

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

Ahol:

- x = a spektrofotométerbe bejuttatott oldat koncentrációja µg/ml-ben kifejezve,
- v₁ = a kivont oldat térfogata milliliterben kifejezve,
- v₂ = az alikvot térfogata a közbenső hígításnál milliliterben kifejezve,
- v₃ = a közbenső hígítás térfogata milliliterben kifejezve,
- v₄ = az alikvot térfogata a végső hígításnál (100 milliliterben),
- m = a vizsgálati minta tömege grammban kifejezve.

I) MIKROELEMEEK**I/1. AZ ÖSSZES MIKROELEM KIVONÁSA****1. TÁRGY**

A módszer a következő mikroelemek kivonására vonatkozóan határozza meg az eljárást: összes bór, összes kobalt, összes réz, összes vas, összes mangán, összes molibdén és összes cink. A cél az, hogy minél kevesebb kivonatot kelljen előállítani, és amikor csak lehet, ugyanazt a kivonatot használjuk fel valamennyi fent felsorolt mikroelem teljes mennyiségének meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az eljárás azokra az EGK műtrágyákra vonatkozik, amelyek a 3. számú melléklet 1. függeléke hatálya alá tartoznak és a következő mikroelemek egyikét, vagy közülük többet tartalmaznak: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. Alkalmazható minden olyan mikroelemre, amelynek megadott koncentrációja 10% vagy annál kevesebb.

3. A MÓDSZER ELVE

Forrásban lévő hígított sósavban való oldás.

Megjegyzés:

A kivonás tapasztalati jellegű és ezért a terméktől vagy a műtrágya egyéb összetevőitől függően előfordulhat, hogy nem mindig veszteségmentes. Különösen egyes mangán-oxidok esetében a kivont mangán mennyisége a minta tényleges mangántartalmánál jelentősen kevesebb lehet. A műtrágya előállítók felelőssége, hogy a megadott érték ténylegesen annak a mennyiségnek feleljen meg, amit a vizsgálat körülményei között ki lehet vonni.

4. VEGYSZEREK**4.1. Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 6 mol/l**

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) egy térfogatrész vízzel.

4.2. Tömény ammónia oldat (NH_4OH , $d_{20} = 0,9 \text{ g/ml}$).**5. FELSZERELÉS**

Állítható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

Megjegyzés

Ha a kivonat bór-tartalmát kell meghatározni, ne használjunk boroszilikát üveg felszerelést. Mivel a módszer forralást is tartalmaz, teflon vagy kvarcüveg alkalmazása javasolt. Ha a mosogatáshoz borátokat tartalmazó mosogatószeret használtak, akkor az üvegárut használat előtt gondosan át kell öblíteni.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vizsgálati minta

Mérjük le a műtrágyából egy 2 és 10 g közé eső mennyiséget a minta adott elemre megadott koncentrációjától függően. Az alábbi táblázatot kell használni ahhoz, hogy megfelelő hígítás után a végső oldat az egyes módszereknek megfelelő mérési tartományon belül essen. A mintákat 1 mg-os pontossággal kell bemérni.

A mikroelem megadott koncentrációja a műtrágyában (%)	< 0,01	0,01— < 5	> 5—10
A vizsgálati minta tömege (g)	10	5	2
Az adott elem tömege a mintában (mg)	1	0,5—250	100—200
A kivonat térfogata, V (ml)	250	500	500
Az adott elem koncentrációja a kivonatban (mg/l)	4	1—500	200—400

Vigyük át a mintát egy 250 ml-es főzőpohárba.

7.2. Az oldat elkészítése

Ha szükséges, nedvesítsük meg a mintát egy kis vízzel, majd óvatosan, kis részletekben adjuk hozzá annyiszor 10 ml hígított sósavat (4.1.), ahány g-ot bemértünk a műtrágyából, és ezután adjunk hozzá kb. 50 ml vizet. Fedjük le a főzőpoharat óraüveggel és keverjük össze a tartalmát. A főzőlapon forraljuk fel, majd forraljuk 30 percen keresztül. Időnként megkeverve hagyjuk lehűlni. Vigyük át veszteség nélkül egy 250 vagy 500 ml-es mérőlombikba (lásd a táblázatot). Töltsük jelig vízzel, és gondosan keverjük össze. Szűrjük át egy száraz szűrőn, száraz edénybe. Öntsük el a szűrlet első részét. A kivonatnak tökéletesen tisztának kell lennie.

Ajánlatos a meghatározásokat késedelem nélkül elvégezni a tiszta szűrlet alikvot részein. Ha nem azonnal végezzük a mérést, akkor a kivonatokat tartalmazó lombikokat dugóval zárjuk le.

Megjegyzés:

Az olyan kivonatoknál, amelyeknél a börtartalmat kell meghatározni, a következőképpen járjunk el: állítsuk a pH-t koncentrált ammónia oldattal (4.2.) 4 és 6 közé.

8. MEGHATÁROZÁS

Az egyes mikroelemek meghatározását az azokra a mikroelemekre leírt módszerben megadott alikvot részekből kell elvégezni.

Ha szükséges, az I/3. módszerrel távolítsuk el a szerves kelát- vagy komplexképző anyagokat a kivonat egy alikvot részéből. Ha a meghatározást atomabszorpciós spektrometriával végezzük, akkor erre nincs feltétlenül szükség.

I/2. A VÍZBEN OLDHATÓ MIKROELEMOK KIVONÁSA

1. TÁRGY

A módszer eljárást ír le a következő mikroelemek vízben oldható formáinak meghatározásához: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. A cél az, hogy minél kevesebb kivonást kelljen elvégezni és amikor csak lehet, ugyanazt a kivonatot használjuk fel a fent felsorolt mikroelemek koncentrációjának meghatározásához.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez az eljárás azokra az EKG műtrágyákra vonatkozik, amelyek a 3. számú melléklet 1. függeléké hatálya alá tartoznak és a következő mikroelemek egyikét, vagy közülük többet tartalmaznak: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. Alkalmazható minden mikroelemre, amelynek megadott koncentrációja 10% vagy annál alacsonyabb.

3. A MÓDSZER ELVE

A mikroelemeket úgy vonjuk ki, hogy a műtrágyát $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ hőmérsékleten vízzel rázatjuk.

Megjegyzés

A kivonás tapasztalati jellegű és előfordulhat, hogy nem veszteségmentes.

4. VEGYSZEREK

4.1. Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 6 mol/l

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat ($d_{20} = 1,18\text{ g/ml}$) 1 térfogatrész vízzel.

5. FELSZERELÉS

5.1. Forgó rázógép, 35—40 fordulat/perc sebességre állítva.

5.2. pH-mérő.

Megjegyzés:

Ha a kivonat bórtartalmát kell meghatározni, ne használjunk boroszilikát üveg felszerelést. Teflon vagy kvarcüveg alkalmazása javasolt. Ha a mosogatáskor borátokat tartalmazó mosogatószert használtak, az üvegárut használat előtt alaposan át kell öblíteni.

6. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE

Lásd a B) fejezetet

7. ELJÁRÁS

7.1. Vizsgálati minta

Mérjük le a műtrágyából egy 2 és 10 g közé eső mennyiséget a minta adott elemre megadott koncentrációjától függően. Az alábbi táblázatot kell használni ahhoz, hogy a végső oldat megfelelő hígítás után az egyes módszereknek megfelelő mérési tartományon belül essen. A mintákat 1 mg-os pontossággal kell bemérni.

A mikroelem megadott koncentrációja a műtrágyában (%)	< 0,01	0,01— < 5	> 5—10
A vizsgálati minta tömege (g)	10	5	2
Az adott elem tömege a mintában (mg)	1	0,5—250	100—200
A kivonat térfogata, V (ml)	250	500	500
Az adott elem koncentrációja a kivonatban (mg/l)	4	1—500	200—400

Vigyük a mintát egy 250 vagy 500 ml-es lombikba (a táblázat alapján).

7.2. Az oldat elkészítése

Adjunk kb. 200 ml vizet a 250 ml-es lombikba, vagy 400 ml vizet az 500 ml-es lombikba.

Zárjuk le jól a lombikot. Rázzuk meg erősen kézzel, hogy jól eloszlassuk a mintát, azután helyezzük a lombikot a rázógépre és 30 percig rázassuk.

Vízzel töltjük jelíg és gondosan keverjük össze.

7.3. A vizsgálati oldat előkészítése

Szűrjük le késelelem nélkül száraz, tiszta lombikba. A lombikot zárjuk le dugóval. A meghatározást a szűrést követően azonnal végezzük el.

Megjegyzés:

Ha a szűrlet fokozatosan zavarossá válik, végezzünk új kivonást a 7.1. és 7.2. pont szerint, V_e térfogatú lombikot használva. Szűrjük át a kivonatot W térfogatú, előzetesen kiszárított mérőlombikba, amelybe már töltöttünk 5,00 ml hígított sósavat (4.1.). Állítsuk le a szűrést pontosan abban a pillanatban, amikor a folyadékszint eléri a kalibrációs jelet. Gondosan keverjük össze.

Ilyen körülmények között az eredmények kifejezésekor a V értéke:

$$V = V_e \times W / (W - 5)$$

Az eredmények kiszámításakor a hígítás ettől a V értéktől függ.

8. MEGHATÁROZÁS

Az egyes mikroelemek meghatározását az azokra a mikroelemekre leírt módszerben megadott alikvot részekből kell elvégezni.

Ha szükséges, az I/3. módszerrel távolítsuk el a szerves kelát- vagy komplexképző anyagokat a kivonat egy alikvot részéből. Ha a meghatározást atomabszorpciós spektrometriával végezzük, akkor erre nincs feltétlenül szükség.

I/3. SZERVES VEGYÜLETEK ELTÁVOLÍTÁSA MŰTRÁGYA KIVONATOKBÓL

1. TÁRGY

Ez a módszer a szerves vegyületek műtrágya kivonatokból való eltávolítására vonatkozó eljárást írja le.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az eljárást azon műtrágyák az I/1. és az I/2. módszerrel kivont mintáinak elemzésére lehet alkalmazni, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke az összes és/vagy a vízben oldható mikroelemek megadását előírja.

Megjegyzés:

Kis mennyiségű szerves anyag jelenléte az atomabszorpciós spektrometriával történő meghatározást általában nem zavarja.

3. A MÓDSZER ELVE

Az alikvot részben jelen lévő szerves vegyületeket hidrogén-peroxiddal oxidáljuk.

4. VEGYSZEREK

4.1. Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 0,5 mol/l

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat ($d_{20} = 1,18$ g/ml), 20 térfogatrész vízzel.

4.2. Hidrogén-peroxid oldat (30% H_2O_2 $d_{20} = 1,11$ g/ml), mikroelemektől mentes.

5. FELSZERELÉS

Termosztálható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

6. ELJÁRÁS

Vegyünk 25 ml-t az I/1. vagy az I/2. módszerrel nyert kivonatból és vigyük át egy 100 ml-es főzőpohárba. A 9.2. módszerrel nyert kivonat esetében adjunk hozzá 5 ml hígított sósav oldatot (4.1.). Azután adjunk hozzá 5 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.2.). Takarjuk le óraüveggel. Hagyjuk kb. 1 órán keresztül szobahőmérsékleten oxidálódni, majd fokozatosan melegítsük forrásig és fél óráig forraljuk. Ha szükséges, lehűlés után még egyszer adjunk hozzá 5 ml hidrogén-peroxidot. Végül forraljuk fel a hidrogén-peroxid felesleg eltávolításához. Hagyjuk lehűlni és vigyük át veszteség nélkül egy 50 ml-es mérőlombikba, majd töltsük fel. Szűrjük le, ha szükséges.

Amikor alikvot részeket veszünk ki, illetve a termékben a mikroelem százalékos koncentrációját kiszámítjuk, ezt a hígítást figyelembe kell venni.

I/4. MIKROELEMMEK MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN ATOMABSZORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL. (ÁLTALÁNOS ELJÁRÁS)

1. TÁRGY

A módszer bizonyos mikroelemek műtrágyakivonatokban jelen lévő mennyiségének atomabszorpciós spektrometriás módszerrel történő meghatározásához ad meg általános eljárást.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az eljárást olyan műtrágyák az I/1. és az I/2. módszerrel kivont mintáinak vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke az összes és/vagy a vízben oldható elemek megadását előírja.

Ennek az eljárásnak az alkalmazása a különböző mikroelemekre az egyes elemek esetében meghatározott módszerek leírásában van részletezve.

Megjegyzés:

Kis mennyiségű szerves anyag jelenléte a legtöbb esetben nem zavarja az atomabszorpciós spektrometriával történő meghatározást.

3. A MÓDSZER ELVE

Miután a kivonatot szükség szerint kezeltük a zavaró kémiai anyagok mennyiségének csökkentésére vagy eltávolítására, a kivonatot meghígítjuk úgy, hogy a koncentráció a spektrofotométer optimális mérési tartományába essen a mikroelem meghatározásához alkalmas hullámhossznál.

4. VEGYSZEREK

4.1. Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 6 mol/l

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat ($r = 1,18 \text{ g/ml}$) 1 térfogatrész vízzel.

4.2. Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 0,5 mol/l

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) 20 térfogatrész vízzel.

4.3. Lantánsó oldatok (10 g La/l).

Ezt a vegyszert a kobalt, vas, mangán és cink meghatározásához használjuk. Az alábbi módszerek egyikének alkalmazásával készíthető el:

a) Lantán-oxidot sósavban (4.1.) feloldunk. Tegyük 11,73 g lantán-oxidot (La_2O_3) 150 ml vízzel egy literes mérőlombikba és adjunk hozzá 120 ml 6 mol/l sósavat (4.1.). Hagyjuk feloldódni, majd vízzel egészítsük ki egy literre és gondosan keverjük össze. Ez az oldat kb. 0,5 mol/l töménységű, sósavban oldva; vagy

b) Lantán-klorid, -szulfát vagy -nitrát oldattal. Oldjunk fel 26,7 g lantán-klorid-heptahidrátot ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) vagy 31,2 g lantán-nitrát-hexahidrátot ($\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) vagy 26,2 g lantán-szulfát-nonahidrátot ($\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) 150 ml vízben, azután adjunk hozzá 85 ml 6 mol/l sósavat (4.1.). Hagyjuk feloldódni, majd vízzel egészítsük ki térfogatát 1 literre. Gondosan keverjük össze. Ez az oldat kb. 0,5 mol/l töménységű, sósavban oldva.

4.4. Kalibrációs oldatok

Ezek készítésére vonatkozóan lásd az egyes mikroelemekre megadott egyedi vizsgálati módszereket.

5. FELSZERELÉS

Atomabszorpciós spektrométer a meghatározandó elemekre jellemző sugárzás kibocsátására alkalmas fényforrásokkal.

Az analitikusnak követnie kell a műszer használati utasítását és legyen járatos a műszer kezelésében. A műszer legyen alkalmas a háttérkorrekcióra, hogy azt szükség esetén (Co és Zn meghatározásokhoz) alkalmazni lehessen. A vizsgálatokhoz levegőt és acetilén gázt kell használni.

6. A VIZSGÁLATI OLDAT KÉSZÍTÉSE

6.1. A meghatározandó mikroelemek kivont oldatának készítése.

Lásd az I/1. és/vagy I/2., illetve értelemszerűen a I/3. fejezeteket

6.2. A vizsgálati oldat kezelése

Hígítsuk meg az I/1., az I/2. vagy az I/3. módszerrel kapott kivonat alikvot részét vízzel és/vagy sósav oldattal (4.1.) vagy (4.2.) úgy, hogy a végső mérési oldatban a meghatározandó elem koncentrációja megfeleljen a használt kalibrációs tartománynak (7.2.) és a sósav koncentrációja legyen legalább 0,5 mol/l, és ne legyen több, mint 2,5 mol/l. Ehhez egy vagy több egymást követő hígítás elvégzésére van szükség.

A kivonat végső hígításával nyert oldat egy alikvot részét vegyük ki, a térfogatát nevezzük (a) ml-nek és vigyük át egy 100 ml-es mérőlombikba. Ha kobalt-, vas-, mangán- vagy cinktartalmat határozzunk meg, akkor adjunk hozzá 10 ml lantánsó oldatot (4.3.). Töltsünk jelig a 0,5 mol/l sósavoldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze. Ez a végső mérési oldat. A hígítási tényezőt nevezzük D-nek.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vakoldat készítése

Készítsünk vakoldatot úgy, hogy a kivonástól kezdve megismételjük az egész eljárást, de nem adjuk hozzá a bemért műtrágyamintát.

7.2. Kalibrációs oldatok készítése

Az egyes mikroelemekre egyedileg megadott módszerek szerint készített kalibrációs munkaoldatok felhasználásával 100 ml-es mérőlombikokban készítsünk egy legalább 5 kalibrációs oldatból álló, növekvő koncentrációjú sorozatot, a spektrométer optimális méréstartományán belül. Ha szükséges, állítsuk be a sósav oldat koncentrációját úgy, hogy az a hígított vizsgálati oldatok (6.2.) sósav koncentrációjához a lehető legközelebb essen. Kobalt, vas, mangán vagy cink meghatározásakor adjunk az oldatokhoz 10 ml-t ugyanabból a lantánsó oldatból (4.3.), amit a 6.2. pontnál használtunk. Töltsük jelig a 0,5 mol/l sósav oldattal (4.2.) és keverjük alaposan össze.

7.3. Meghatározás

Készítsük elő a spektrofotométert (5.) a mérésekhez, és állítsuk be az érintett mikroelemhez a módszer által megadott hullámhosszra.

Porlasszuk be háromszor egymást követően a kalibrációs oldatokat (7.2.), a vizsgálati oldatot (6.2.) és a vakoldatot (7.1.), miközben feljegyezzünk minden eredményt és kiöblítjük a készüléket az egyes porlasztások között desztillált vízzel.

Vegyük fel a kalibrációs görbét úgy, hogy minden kalibrációs oldatra (7.2.) nézve az átlagos spektrométer leolvasásokat tüntetjük fel az ordinátán és az elem $\mu\text{g/ml}$ -ben kifejezett megfelelő koncentrációit pedig az abszcisszán.

Ebből a görbéből határozzuk meg az érintett mikroelem koncentrációját a minta oldatban (x_s), (6.2.) és a vakoldatban (x_b), (7.1.), a koncentrációkat $\mu\text{g/ml}$ -ben kifejezve.

8. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

A mikroelem %-os (m/m)koncentrációja (E) a műtrágyában egyenlő:

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

ha a 9.3. módszert használtuk:

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

ahol:

- E = a meghatározott mikroelem mennyisége, a műtrágya százalékában kifejezve,
- x_s = a vizsgálati oldat (6.2.) koncentrációja $\mu\text{g/ml}$ -ben,
- x_b = a vakoldat (7.1.) koncentrációja $\mu\text{g/ml}$ -ben,
- V = az I/1. vagy az I/2. módszerrel nyert kivonat térfogata ml-ben,
- D = a végrehajtott hígításnak (6.2.) megfelelő tényező,
- M = az I/1. vagy I/2. módszer szerint bemért minta tömege g-ban.

A D hígítási tényező számítása:

Ha az (a1), (a2), (a3), ... (ai) és (a) az alikvot részek és (v1), (v2), (v3), ... (vi) és (100) a hígításaiknak rendre megfelelő térfogatok, ml-ben kifejezve, akkor a D hígítási tényező:

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

I/5. BÓR MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYA-KIVONATOKBAN AZOMETIN-H SPEKTROFOTOMETRIÁS MÓDSZERREL

1. TÁRGY

A módszer a bór műtrágya-kivonatokban történő meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az eljárást olyan műtrágyák az I/1. és az I/2. módszerrel kivont mintáinak vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke az összes és/vagy a vízben oldható bór tartalom megadását előírja.

3. A MÓDSZER ELVE

A borátionok azometin-H oldatban sárga színű komplexet képeznek, amelynek koncentrációját molekuláris abszorpciósspektrometriával 410 nm-en határozzuk meg. A zavaró ionokat EDTA-val fedjük el.

4. VEGYSZEREK

4.1. EDTA puffer oldat

300 ml vizet tartalmazó 500 ml-es mérőlombikba tegyünk:

- 75 g ammónium-acetátot ($\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$);
- 10 g dinátrium-etilén-diamin-tetraacetátot (Na_2EDTA);
- 40 ml ecetsavat (CH_3COOH , $d_{20} = 1,05 \text{ g/ml}$).

Töltsük jelig vízzel és gondosan keverjük össze. Az oldat pH-ját üvegelektóddal ellenőrizzük, az $4,8 \pm 0,1$ legyen.

4.2. Azometin-H oldat

200 ml-es mérőlombikba tegyünk

- 10 ml puffer oldatot (4.1.);
- 400 mg azometin-H-t ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$);
- 2 g aszkorbinsavat ($C_6H_8O_6$).

Töltsük jelig és gondosan keverjük össze. Ebből a reagensből ne készítsünk nagy mennyiséget, mert csak pár napig stabil.

4.3. Bór kalibráló oldatok

4.3.1. Bór törzsoldat (100 µg/ml)

Oldjunk fel 0,5719 g bórsavat (H_3BO_3) vízben, egy 1000 ml-es mérőlombikban. Töltsük jelig vízzel és gondosan keverjük össze. Töltsük műanyag edénybe és tároljuk hűtőszekrényben.

4.3.2. Bór munkaoldat (10 µg/ml)

Tegyünk 50 ml törzsoldatot (4.3.1.) egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük jelig vízzel és gondosan keverjük össze.

5. FELSZERELÉS

Spektrométer molekuláris abszorpciós mérésekhez, 10 mm optikai úthosszú küvettákkal, 410 nm-re állítva.

6. AZ ELEMZENDŐ OLDAT ELŐKÉSZÍTÉSE

6.1. A bór oldat készítése

Lásd az I/1. és/vagy az I/2., illetve értelemszerűen az I/3. fejezetek.

6.2. A vizsgálati oldat előkészítése

A kivonat (6.1.) alikvot részét hígítsuk meg úgy, hogy a 7.2. pontban megadott koncentrációt kapjunk. Két egymást követő hígítás lehet szükséges.

Nevezzük a hígítási tényezőt D-nek.

6.3. A korrekciós oldat elkészítése

Ha a vizsgálati oldat (6.2.) színes, készítsünk megfelelő korrekciós oldatot oly módon, hogy műanyag edénybe teszünk 5 ml vizsgálati oldatot (6.2.), 5 ml EDTA puffer oldatot (4.1.) és 5 ml vizet, majd jól elkeverjük.

7. ELJÁRÁS

7.1. A vakoldat elkészítése

Készítsünk vakoldatot úgy, hogy az egész eljárást megismételjük a kivonástól kezdve, de nem mérünk be műtrágya mintát.

7.2. A kalibrációs oldatok elkészítése

Tegyünk 0, 5, 10, 15, 20 és 25 ml kalibrációs munkaoldatot (4.3.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Töltsük jelig vízzel és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok 0 és 2,5 µg/ml közé eső bórt tartalmaznak.

7.3. Színelőhívás

Tegyünk a kalibrációs oldatokból (7.2.), a vizsgálati oldatokból (6.2.) és a vakoldatból (7.1.) 5—5 ml-t műanyag edényekbe. Adjunk hozzájuk 5 ml EDTA puffer oldatot (4.1.). Adjunk hozzájuk 5 ml azometin-H oldatot (4.2.).

Gondosan keverjük össze és 2,5—3 órára sötét helyre állítva hagyjuk a színt kialakulni.

7.4. Meghatározás

Mérjük meg a 7.3. pont szerint kapott oldatok, és ha szükség van rá, a korrekciós oldat (6.3.) abszorbanciáját 410 nm-en, vízzel szemben. Minden leolvasás előtt vízzel öblítsük át a küvettákat.

8. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

Ábrázoljuk a kalibrációs görbét úgy, hogy a kalibrációs oldatok (7.2.) koncentrációját az abszcisszára, a spektrofotométerről leolvasott abszorbanciát (7.4.) az ordinátára mérjük fel.

Olvaszuk le a kalibrációs görbéről a bórkoncentrációt a vakpróbában (7.1.) a bórkoncentrációt a vizsgálati oldatban (6.2.) és ha a vizsgálati oldatunk színes volt, akkor a vizsgálati oldat korrigált koncentrációját is. Az utóbbi kiszámításához vonjuk ki a korrekciós oldat abszorbanciáját a vizsgálati oldat abszorbanciájából (6.2.) és így határozzuk meg a vizsgálati oldat korrigált koncentrációját. Jegyezzük fel a vizsgálati oldat korrigált (6.2.) vagy korrekció nélküli, $X(x_s)$ koncentrációját és a vakoldat (x_b) koncentrációját.

A műtrágya tömegszázalékban kifejezett bórtartalmát az alábbi képlet adja meg:

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

Ha az I/3. módszert használtuk:

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

ahol:

- B = a bórtartalom a műtrágya százalékában kifejezve,
- x_s = a vizsgálati oldat (6.2.) koncentrációja ($\mu\text{g/ml}$), korrekcióval vagy anélkül,
- x_b = a vakoldat (7.1.) koncentrációja ($\mu\text{g/ml}$),
- V = az I/1. vagy az I/2. módszer szerint nyert kivonat térfogata,
- D = a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője,
- M = az I/1. vagy az I/2. módszer szerint bemért minta tömege g-ban.

A D hígítási tényező kiszámítása: ha (a1) és (a2) egymást követő alikvot részek és (v1) és (v2) a megfelelő hígítások szerinti térfogatok, a D hígítási tényező a következő:

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

I/6. KOBALT MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYÁKBAN ATOMABSZORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL

1. TÁRGY

Ez a módszer a kobalt műtrágyakivonatokban történő meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ezt az eljárást azon műtrágyák az I/1. és az I/2. módszerrel kivont mintáinak vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke az összes és/vagy a vízben oldható kobalttartalom megadását előírja.

3. A MÓDSZER ELVE

A kivonatok megfelelő kezelése és hígítása után a kobalttartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. VEGYSZEREK

4.1. Sósav oldat, kb. 6 mol/l

Lásd az I/4. fejezet (4.1.).

4.2. Sósav oldat, kb. 0,5 mol/l

Lásd az I/4. fejezet (4.2.).

4.3. Lantánsó oldatok (10 g La/l)

Lásd az I/4. fejezet (4.3.).

4.4. Kobalt kalibrációs oldatok

4.4.1. Kobalt törzsoldat (1000 µg/ml)

250 ml-es főzőpohárba mérjünk be 1 g kobaltot 0,1 mg-os pontossággal, adjunk hozzá 25 ml 6 mol/l sósavat (4.1.) és melegítsük főzőlapon, amíg a kobalt teljesen fel nem oldódik. Amikor lehűlt, vigyük át veszteség nélkül egy 1000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel vízzel és gondosan keverjük össze.

4.4.2. Kobalt munkaoldat (100 µg/ml).

Vigyük 10 ml törzsoldatot (4.4.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel 0,5 mol/l sósav oldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze.

5. FELSZERELÉS

Atomabszorpciós spektrométer: lásd az I/4. módszert (5.). A műszernek a kobalthoz megfelelő sugárforrással (240,7 nm) kell rendelkeznie. A spektrométernek alkalmasnak kell lennie háttérkorrekció elvégzésére.

6. A VIZSGÁLATI OLDAT ELŐKÉSZÍTÉSE

6.1. Kivont kobalt-oldat

Lásd az I/1. és/vagy az I/2., illetve értelemszerűen az I/3. fejezeteket.

6.2. A vizsgálati oldat előkészítése

Lásd az I/4. fejezet (6.2.). A vizsgálati oldat 10% (v/v) lantánsó oldatot (4.3.) tartalmazzon.

7. ELJÁRÁS

7.1. A vakoldat készítése

Lásd az I/4. fejezet (7.1.). A vakoldat 10% (v/v) lantánsó oldatot (4.3.) tartalmazzon.

7.2. A kalibrációs oldatok elkészítése

Lásd az I/4. fejezet (7.2.).

A kobalt számára optimális 0—5 µg/ml meghatározási tartomány beállításához tegyük rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml-t a munkaoldatból (4.4.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Ha szükséges, a sósav koncentrációt állítsuk be úgy, hogy a vizsgálati oldatok sósav-koncentrációjához a lehető legközelebb essen. Adjunk mindegyik mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban alkalmazott lantánsó oldatból. Töltsük fel 100 ml-re 0,5 M sósav oldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 µg/ml kobaltot tartalmaznak.

7.3. Meghatározás

Lásd az I/4. fejezet (7.3.). Készítsük elő a spektrométert (5.) 240,7 nm-en történő mérésre.

8. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

Lásd az I.4. fejezet (8.).

A műtrágya tömegszázalékban kifejezett kobalttartalmát az alábbi egyenlet adja meg:

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

Ha az I/3. fejezetet használtuk:

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

ahol:

- Co = a műtrágya százalékban kifejezett kobalttartalma,
- x_s = a vizsgálati oldat (6.2.) koncentrációja (µg/ml),
- x_b = a vakoldat (7.1.) koncentrációja (µg/ml),
- V = az I/1. vagy az I/2. fejezet szerint nyert kivonat térfogata (ml),
- D = a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője,
- M = az I/1. fejezet vagy az I/2. fejezet szerint bemért minta tömege (g).

A D hígítási tényező kiszámítása: Ha az (a_1) , (a_2) , (a_3) , ... (a_i) és (a) az alikvot részek, (v_1) , (v_2) , (v_3) , ... (v_i) és (100) a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

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

I/7. RÉZ MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN ATOMABSORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL

1. TÁRGY

Ez a módszer a réz műtrágyakivonatokban való meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ezt az eljárást azon műtrágyák az I/1. és az I/2. módszerrel kivont mintáinak vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke az összes és/vagy a vízben oldható réztartalom megadását előírja.

3. A MÓDSZER ELVE

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a réztartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. VEGYSZEREK

4.1. Sósav oldat, kb. 6 mol/l

Lásd az I/4. fejezet (4.1.).

4.2. Sósav oldat, kb. 0,5 mol/l

Lásd az I/4. fejezet (4.2.).

4.3. Hidrogén-peroxid oldat (30% H_2O_2 , $d_{20} = 1,11$ g/ml), mikroelemektől mentes.

4.4. Réz kalibrációs oldatok

4.4.1. Réz törzsoldat (1000 μ g/ml)

Mérjünk be 250 ml-es főzőpohárba 1 g rezet 0,1 mg-os pontossággal, és adjunk hozzá 25 ml 6 mol/l sósavat (4.1.), majd adjunk még hozzá 5 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.3.) végül melegítsük főzőlapon, amíg a réz teljesen fel nem oldódik. Vigyük át veszteség nélkül egy 1000 ml-es mérőlombikba. Töltsük jelig vízzel és gondosan keverjük össze.

4.4.2. Réz munkaoldat (100 μ g/ml)

Helyezzünk 20 ml törzsoldatot (4.4.1.) egy 200 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig 0,5 mol/l sósav oldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze.

5. FELSZERELÉS

Atomabszorpciós spektrométer: lásd az I/4. módszert (5.). A műszer legyen felszerelve rézre jellemző sugarak (324,8 nm) kibocsátására alkalmas fényforrással.

6. A VIZSGÁLATI OLDAT ELŐKÉSZÍTÉSE

6.1. Kivont réz-oldat

Lásd az I/1. és/vagy az I/2., illetve értelemszerűen az I/3. fejezetet.

6.2. A vizsgálati oldat előkészítése

Lásd az I/4. fejezetet (6.2.).

7. ELJÁRÁS

7.1. Vakoldat készítése

Lásd az I/4. fejezetet (7.1.).

7.2. A kalibrációs oldatok elkészítése

Lásd az I/4. fejezetet (7.2.).

A réz számára optimális 0—5 µg/ml meghatározási tartomány beállításához vigyünk át rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml munkaoldatot (4.4.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Ha szükséges, a sósav-koncentrációt állítsuk be úgy, hogy az a vizsgálati oldat (6.2.) sósav-koncentrációjához a lehető legközelebb essen. Töltsük fel 100 ml-re 0,5 mol/l sósav oldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 µg/ml rezet tartalmaznak.

7.3. Meghatározás

Lásd az I/4. fejezetet (7.3.). Készítsük fel a spektrométert (5.) 324,8 nm-en történő mérésre.

8. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

Lásd az I/4. fejezetet (8.).

A műtrágya tömegszázalékban kifejezett réztartalmát az alábbi egyenlet adja meg:

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

Ha az I/3. fejezetet használtuk:

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

ahol:

- Cu = a műtrágya százalékban kifejezett réztartalma,
- x_s = a vizsgálati oldat koncentrációja (µg/ml) (6.2.),
- x_b = a vakoldat koncentrációja (µg/ml) (7.1.),
- V = az I/1. vagy az I/2. fejezet szerint nyert kivonat térfogata (ml),
- D = a 6.2. szerint végzett hígítás tényezője,
- M = az I/1. vagy az I/2. fejezet szerint bemért minta tömege (g).

A D hígítási tényező kiszámítása: Ha az (a1), (a2), (a3), ... (ai) és (a) az alikvot részek, (v1), (v2), (v3), ... (vi) és (100) a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

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

I/8. VAS MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN ATOMABSZORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL

1. TÁRGY

A módszer a vas műtrágyakivonatokban való meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az eljárást azon műtrágyák az I/1. és I/2. fejezet szerint kivont mintáinak vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke az összes és/vagy a vízben oldható vastartalom megadását előírja.

3. A MÓDSZER ELVE

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a vastartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. VEGYSZEREK

4.1. Sósav oldat, kb. 6 mol/l

Lásd az I/4. fejezetet (4.1.).

4.2. Sósav oldat, kb. 0,5 mol/l

Lásd az I/4. módszert (4.2.).

4.3. Hidrogén-peroxid oldat (30% H_2O_2 , $d_{20} = 1,11$ g/ml), mikroelemektől mentes.

4.4. Lantánsó oldatok (10 g La literenként)

Lásd az I/4. módszert (4.3.).

4.5. Vas kalibrációs oldatok

4.5.1. Vas törzsoldat (1000 $\mu\text{g/ml}$)

Mérjünk be 500 ml-es főzőpohárba 1 g tiszta vasdrótot 0,1 mg-os pontossággal, adjunk hozzá 200 ml 6 mol/l sósavat (4.1.) és 15 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.3.). Melegítsük főzőlapon, amíg a vas teljesen fel nem oldódik. Amikor lehűlt, vigyük át veszteség nélkül egy 1000 ml-es mérőlombikba. Töltsük jelig vízzel és gondosan keverjük össze.

4.5.2. Vas munkaoldat (100 $\mu\text{g/ml}$)

Helyezzünk 20 ml törzsoldatot (4.5.1.) egy 200 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig 0,5 mol/l sósav oldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze.

5. FELSZERELÉS

Atomabszorpciós spektrométer: lásd az I/4. módszert (5.). A műszer legyen felszerelve vasra jellemző sugarak (248,3 nm) kibocsátására alkalmas fényforrással.

6. A VIZSGÁLATI OLDAT ELŐKÉSZÍTÉSE

6.1. Kivont vas-oldat

Lásd az I/1. és/vagy az I/2., illetve értelemszerűen az I/3. fejezetet.

6.2. A mintaoldat előkészítése

Lásd az I/4. fejezetet (6.2.). A vizsgálati oldatnak 10 térfogat% lantánsó oldatot kell tartalmaznia.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vakoldat készítése

Lásd az I/4. fejezetet (7.1.). A vizsgálati oldatnak 10 térfogat% a (6.2.) pontban használt lantánsó oldatot kell tartalmaznia.

7.2. A kalibrációs oldatok elkészítése

Lásd az I/4. fejezetet (7.2.).

A vas számára optimális 0—10 $\mu\text{g/ml}$ meghatározási tartomány beállításához tegyünk rendre 0, 2, 4, 6, 8 és 10 ml munkaoldatot (4.5.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Ha szükséges, a sósav-koncentrációt állítsuk be úgy, hogy az a vizsgálati oldat sósav-koncentrációjához a lehető legközelebb essen. Tegyünk mindegyik mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban használt lantánsó oldatból. Töltsük fel 0,5 mol/l sósav oldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 2, 4, 6, 8 és 10 $\mu\text{g/ml}$ vasat tartalmaznak.

7.3. Meghatározás

Lásd az I/4. fejezetet (7.3.). Készítsük fel a spektrofotométert (5.) 248,3 nm-en történő mérésre.

8. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

Lásd az I/4. fejezetet (8.).

A műtrágya tömegszázalékban kifejezett vastartalmát az alábbi egyenlet adja meg:

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

Ha az I/3. fejezetet használtuk:

ahol:

- Fe = a műtrágya százalékban kifejezett vastartalma,
- x_s = a vizsgálati oldat koncentrációja ($\mu\text{g/ml}$) (6.2.),
- x_b = a vakoldat koncentrációja ($\mu\text{g/ml}$) (7.1.),
- V = az I/1. vagy az I/2. fejezet szerint nyert kivonat térfogata (ml),
- D = a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője,
- M = az I/1. vagy a I/2. módszer szerint bemért minta tömege (g).

A D hígítási tényező kiszámítása: Ha az (a1), (a2), (a3) ... (ai) és (a) az alikvot részek, (v1), (v2), (v3), ... (vi) és (100) a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

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

I/9. MÓDSZER MANGÁN MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN ATOMABSORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL

1. TÁRGY

A módszer a mangán műtrágyakivonatokban való meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az eljárást azon műtrágyák az I/1. és az I/2. módszerrel kivont mintáinak vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléké az összes és/vagy a vízben oldható mangántartalom megadását előírja.

3. A MÓDSZER ELVE

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a mangántartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. VEGYSZEREK

4.1. Sósav oldat, kb. 6 mol/l

Lásd az I/4. fejezetet (4.1.).

4.2. Sósav oldat, kb. 0,5 mol/l

Lásd az I/4. fejezetet (4.2.).

4.3. Lantánsó oldatok (10 g La literenként)

Lásd az I/4. fejezetet (4.3.).

4.4. Mangán kalibrációs oldatok

4.4.1. Mangán törzsoldat (1000 µg/ml)

Mérjük be 250 ml-es főzőpohárba 1 g mangánt 0,1 mg-os pontossággal, adjunk hozzá 25 ml 6 mol/l sósav oldatot (4.3.). Melegítsük főzőlapon, amíg a mangán teljesen fel nem oldódik. Amikor lehűlt, vigyük át veszteség nélkül egy 1000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel vízzel és gondosan keverjük össze.

4.4.2. Mangán munkaoldat (100 µg/ml)

Hígítsunk fel 20 ml törzsoldatot (4.4.1.) 0,5 M sósavban (4.2.) egy 200 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a 0,5 mol/l sósav oldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze.

5. FELSZERELÉS

Atomabszorpciós spektrométer: lásd az I/4. módszert (5.). A műszer legyen felszerelve mangánnak megfelelő sugarak (279,6 nm) kibocsátására alkalmas fényforrással.

6. A VIZSGÁLATI OLDAT ELŐKÉSZÍTÉSE

6.1. Kivont mangán-oldat

Lásd az I/1. és/vagy az I/2. fejezetet, illetve értelemszerűen az I/3 fejezetet.

6.2. A vizsgálati oldat előkészítése

Lásd az I/4. fejezetet (6.2.). A vizsgálati oldat 10% (v/v) lantánsó oldatot tartalmazzon (4.3).

7. ELJÁRÁS

7.1. Vakoldat készítése

Lásd az I/4. fejezetet (7.1.). A vakoldat 10% (v/v), a 6.2.-ben alkalmazott lantánsót tartalmazzon.

7.2. A kalibrációs oldatok elkészítése

Lásd az I/4. fejezetet (7.2.).

A mangán számára optimális 0—5 µg/ml meghatározási tartomány beállításához tegyünk rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml munkaoldatot (4.4.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Ha szükséges, akkor a sósav koncentrációt állítsuk be úgy, hogy a vizsgálati oldatok sósav-koncentrációjához a lehető legközelebb essen. Adjunk mindegyik mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban használt lantánsó oldatból. Töltsük fel 100 ml-re a 0,5 M sósav oldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 µg/ml mangánt tartalmaznak.

7.3. Meghatározás

Lásd az I/4. fejezetet (7.3). Készítsük fel a spektrométert (5.) 279,6 nm-en történő mérésre.

8. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

Lásd az I/4. fejezetet (8.).

A műtrágya tömegszázalékban kifejezett mangántartalmát az alábbi egyenlet adja meg:

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

Ha az I/3. fejezetet használtuk:

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

ahol:

Mn = a műtrágya százalékban kifejezett mangántartalma,

x_s = a vizsgálati oldat koncentrációja (µg/ml) (6.2.),

x_b = a vakoldat koncentrációja (µg/ml) (7.1.),

V = az I/1. vagy az I/2. fejezet szerint nyert kivonat térfogata (ml),

D = a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője,

M = az I/1. vagy az I/2. fejezet szerint bemért minta tömege (g).

A D hígítási tényező kiszámítása: ha az (a1), (a2), (a3), ... (ai) és (a) az alikvot részek, és (v1), (v2), (v3), ... (vi) és (100) a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

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

I/10. MOLIBDÉN MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN AMMÓNIUM-TIOCIANÁTTAL KÉPZETT KOMPLEXÉNEK SPEKTROFOTOMETRIÁS MÉRÉSÉVEL

1. TÁRGY

A módszer a molibdén műtrágyakivonatokban való meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az eljárást azon műtrágyák az I/1. és az I/2. módszerrel kivont mintáinak vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke az összes és/vagy a vízben oldható molibdén-tartalom megadását előírja.

3. A MÓDSZER ELVE

A molibdén (V) savas közegben SCN^- ionokkal $[\text{MoO}(\text{SCN})_5]^-$ komplexet képez.

A komplexet n-butil-acetáttal vonjuk ki. A zavaró ionok, így a vas-ionok a vizes fázisban maradnak. A sárga-narancs színt molekuláris abszorpciós spektrometriával 470 nm-en mérjük.

4. VEGYSZEREK

4.1. Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 6 mol/l

Lásd az I/4. fejezetet (4.1.).

4.2. Réz oldat (70 mg/l) 1,5 mol/l sósav oldatban

Mérjük be 275 mg rézsulfátot ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 0,1 mg pontossággal és oldjuk fel 250 ml 6 mol/l sósav oldatban (4.1.) egy 1000 ml-es mérőlombikban. Töltsük jelig vízzel és gondosan rázzuk össze.

4.3. Aszkorbinsav oldat (50 g/l)

Oldjunk fel 50 g aszkorbinsavat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) vízben egy 1000 ml-es mérőlombikban. Töltsük jelig vízzel, rázzuk össze gondosan és tartsuk hűtőszekrényben.

4.4. n-butil-acetát

4.5. Ammónium-tiocianát oldat, 0,2 mol/l

Oldjunk fel 15,224 g NH_4SCN -ot vízben egy 1000 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel jelig vízzel, gondosan rázzuk össze és tartsuk sötét üvegben.

4.6. Ón-klorid oldat (50 g/l) 2 mol/l sósavban

Ennek az oldatnak tökéletesen tisztának kell lennie és közvetlenül a felhasználás előtt kell elkészíteni. Használjunk nagyon tiszta ón-kloridot, másképpen az oldat nem lesz tiszta.

100 ml oldat készítéséhez oldjunk fel 5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -ot 35 ml 6 mol/l sósavban (4.1.). Adjunk hozzá 10 ml-t a réz oldatból (4.2.). Vízzel töltsük jelig és gondosan keverjük össze.

4.7. Molibdén kalibrációs oldatok

4.7.1. Molibdén törzsoldat (500 µg/ml)

Tegyünk 0,1 mg pontossággal bemért 0,920 g ammónium-molibdenátot

$[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ egy 1000 ml-es mérőlombikba és oldjuk fel 6 M sósavban (4.1.). Ugyanezzel az oldattal töltsük jelig, és gondosan keverjük össze.

4.7.2. Molibdén közbenső oldat (25 µg/ml).

A törzsoldat (4.7.1.) 25 ml-ét tegyük egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig 6 mol/l sósavval (4.1.) és gondosan keverjük össze.

4.7.3. Molibdén munkaoldat (2,5 µg/ml)

Vigyük át a közbenső oldat (4.7.2.) 10 ml-ét egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig 6 mol/l sósav oldattal és gondosan keverjük össze.

5. FELSZERELÉS

5.1. Molekuláris abszorpció mérésére alkalmas spektrométer 20 mm optikai úthosszú küvettákkal ellátva, 470 nm-en való mérésre beállítva.

5.2. 200 ml-es vagy 250 ml-es választótölcsérek.

6. A VIZSGÁLATI OLDAT ELŐKÉSZÍTÉSE

6.1. Kivont molibdén-oldat

Lásd az I/1. és/vagy az I/2., illetve értelemszerűen az I/3. fejezetet.

6.2. A vizsgálati oldat előkészítése

A kivonat (6.1.) alikvot részét hígítsuk meg 6 mol/l sósavoldattal (4.1.), hogy megfelelő molibdén koncentrációt kapjunk. Nevezzük a hígítási tényezőt D-nek.

Vegyünk ki egy alikvot részt (a) a kivonatból, ami 1—12 µg közötti mennyiségű molibdént tartalmaz és tegyük az választótölcsérbe (5.2.). Töltsük fel 50 ml-re a 6 mol/l sósavoldattal (4.1.).

7. ELJÁRÁS

7.1. A vakoldat készítése

Készítsünk vakoldatot úgy, hogy a kivonástól kezdve az egész eljárást megismételjük, a műtrágya-minta bemérése nélkül.

7.2. Kalibrációs sorozat készítése

Legalább hat, növekvő koncentrációjú kalibrációs oldatot készítsünk a spektrométer optimális érzékenységi tartományának megfelelő koncentráció tartományban.

A 0—12,5 µg molibdén tartományhoz tegyünk rendre 0, 1, 2, 3, 4, és 5 ml munkaoldatot (4.7.3.) a választótölcsérekbe (5.2.). Egészítsük ki a térfogatukat 50 ml-re 6 M sósavval (4.1.). Így a tölcérek rendre 0, 2,5, 5, 7,5, 10 és 12,5 µg molibdént tartalmaznak.

7.3. A komplex kialakítása és elválasztása

Minden egyes választótölcsérbe (6.2., 7.1. és 7.2.) tegyünk az alábbi sorrendben:

- 10 ml réz oldatot (4.2.),
- 20 ml aszkorbinsav oldatot (4.3.).

Gondosan keverjük össze, várjunk két-három percet, azután adjunk hozzá:

- 10 ml n-butil-acetátot (4.4.), precíziós pipettát használva,
- 20 ml tiocianát oldatot (4.5.).

Rázzuk egy percig, hogy a komplex átmenjen a szerves fázisba; hagyjuk szétválni a fázisokat; ha a két fázis szétvált, az egész vizes fázist engedjük le és öntsük el; majd a szerves fázist mossuk:

- 10 ml ón-klorid oldattal (4.6.).

Rázzuk egy percig. Hagyjuk szétválni és a teljes vizes fázist engedjük le. Gyűjtsük a szerves fázist kémcsőbe, ezáltal lehetővé válik, hogy a szuszpendált vízcseppeket is összegyűjtsük.

7.4. Meghatározás

Mérjük le a 7.3. szerint kapott oldatok abszorbanciáját 470 nm hullámhosszon, a 0 µg/ml molibdén kalibrációs oldattal (7.2.) szemben.

8. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

Készítsük el a kalibrációs görbét úgy, hogy a kalibrációs oldatokban (7.2.) lévő molibdén μg -ban kifejezett mennyiségét az abszcisszán, a spektrométerről leolvasott megfelelő abszorbanca értékeket (7.4.) pedig az ordinátán ábrázoljuk.

A görbe segítségével határozzuk meg a molibdén tömegét a vizsgálati oldatban (6.2.) és a vakoldatban (7.1.). Ezeket a tömegeket nevezzük rendre x_s -nek és x_b -nek.

A műtrágya tömegszázalékban kifejezett molibdén tartalma:

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

Ha az I/3. fejezet szerint használtuk:

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

ahol:

- Mo = a műtrágya százalékos molibdén tartalma,
- a = az utolsó hígításból (6.2.) kivett alikvot térfogata, ml,
- x_s = a Mo tömege a vizsgálati oldatban (6.2.), mg,
- x_b = a Mo tömege a vakoldatban (7.1.), amelynek térfogata a vizsgálati oldat (6.2.) alikvot része térfogatának felel meg,
- V = a z I/1. vagy I/2. fejezet szerint nyert kivonat térfogata, ml,
- D = 6.2. szerinti hígítás tényezője,
- M = az I/1. vagy az I/2. fejezet szerint bemért minta tömege, g.

A D hígítási tényező számítása: ha (a1), (a2) egymást követő alikvot részek, és (v1), (v2) a megfelelő hígításaik térfogata, a hígítási tényező a következő:

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

I/11. CINK MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN ATOMABSORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL

1. TÁRGY

A módszer a cink műtrágyakivonatokban való meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az eljárást olyan műtrágyák az I/1. és az I/2. módszerrel kivont mintáinak vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke az összes és/vagy a vízben oldható cinktartalom megadását előírja.

3. A MÓDSZER ELVE

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a cinktartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. VEGYSZEREK

4.1. Sósav oldat, kb. 6 mol/l

Lásd az I/4. fejezetet (4.1.).

4.2. Sósav oldat, kb. 0,5 mol/l

Lásd az I/4. fejezetet (4.2.).

4.3. Lantánsó oldatok (10 g La/liter)

Lásd az I/4. fejezetet (4.3.).

4.4. Cink kalibrációs oldatok

4.4.1. Cink törzsoldat (1000 µg/ml)

1000 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 1 g cinkport vagy -lemezket 0,1 mg pontossággal bemérve, 25 ml 6 mol/l sósavban (4.1.). Miután teljesen feloldódott, töltsük fel jelig vízzel és gondosan keverjük össze.

4.4.2. Cink munkaoldat (100 µg/ml)

Egy 200 ml-es mérőlombikban hígítsunk fel 20 ml törzsoldatot (4.4.1.) 0,5 mol/l sósav oldatban (4.2.). Töltsük fel jelig 0,5 mol/l sósav oldattal és gondosan keverjük össze.

5. FELSZERELÉS

Atomabszorpciós spektrométer: lásd az I/4. módszert (5.). A műszer legyen felszerelve cinkre jellemző sugarak (213,8 nm) kibocsátására alkalmas fényforrással. A spektrométernek alkalmasnak kell lennie háttérkorrekció elvégzésére.

6. A VIZSGÁLATI OLDAT ELŐKÉSZÍTÉSE

6.1. Kivont cink-oldat

Lásd az I/1. és/vagy az I/2., illetve értelemszerűen az I/3. fejezetet.

6.2. A vizsgálati oldat előkészítése

Lásd az I/4. fejezetet (6.2.). A vizsgálati oldat 10% (v/v) lantánsó oldatot tartalmazzon.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vakoldat készítése

Lásd az I/4. fejezetet (7.1.). A vakoldat 10% (v/v), a 6.2. pontban alkalmazott lantánsó oldatot tartalmazzon.

7.2. A kalibrációs oldatok elkészítése

Lásd az I/4. fejezetet (7.2.).

A cink számára optimális 0—5 µg/ml meghatározási tartomány beállításához tegyünk rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml munkaoldatot (4.4.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Ha szükséges, a sósav-koncentrációt állítsuk úgy, hogy az a vizsgálati oldatok sósav-koncentrációjához a lehető legközelebb essen. Adjunk mindegyik mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban használt lantánsó oldatból. Töltsük fel 100 ml-re 0,5 mol/l sósav oldattal (4.2.) és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 µg/ml kobaltot tartalmaznak.

7.3. Meghatározás

Lásd az I/4. fejezetet (7.3.). Készítsük elő a spektrométert 213,8 nm-en történő mérésre.

8. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

Lásd az I/4. fejezetet (8.).

A műtrágya tömegszázalékban kifejezett cinktartalmát az alábbi egyenlet adja meg:

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

Ha az I/3. fejezetet használtuk:

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

ahol:

- Zn a műtrágya százalékban kifejezett cinktartalma,
 x_s a (6.2.) vizsgálati oldat koncentrációja, $\mu\text{g/ml}$,
 x_b a (7.1.) vakoldat koncentrációja, $\mu\text{g/ml}$,
V az I/1. vagy I/2. fejezet szerint nyert kivonat térfogata, ml,
D a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője,
M az I/1. vagy az I/2. fejezet szerint bemért minta tömege, g.

A D hígítási tényező kiszámítása: Ha az (a_1), (a_2), (a_3), ... (a_i) és (a) az alikvot részek, és (v_1), (v_2), (v_3), ... (v_i) és (100) a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

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

J) 10%-NÁL NAGYOBB KONCENTRÁCIÓJÚ MIKROELEMMEK

J/1. AZ ÖSSZES MIKROELEM KIVONÁSA

1. TÁRGY

Ez a módszer eljárást ír elő a következő mikroelemek kivonásához: összes bór, összes kobalt, összes réz, összes vas, összes mangán, összes molibdén és összes cink. A cél az, hogy lehetőleg minimális számú kivonást végezzünk, ahol lehetséges, ugyanazt a kivonatot használva a fent felsorolt mikroelemek összes mennyiségének meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az eljárás a 3. számú melléklet 1. függeléke hatálya alá eső, a következő mikroelemek közül egyet vagy többet tartalmazó műtrágyákra vonatkozik: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. Alkalmazandó minden olyan mikroelemre, amelynek bejelentett tartalma meghaladja a 10%-ot.

3. A MÓDSZER ELVE

Oldás forrásban lévő hígított sósavban.

Megjegyzés:

A kivonás empirikus és előfordulhat, hogy nem veszteségmentes, a terméktől vagy a műtrágya egyéb alkotórészeitől függően. Különösen bizonyos mangán-oxidok esetében előfordulhat, hogy a kivont mennyiség lényegesen kisebb, mint a termékben található mangán összes mennyisége. A műtrágyagyártó cég felelőssége annak biztosítása, hogy a bejelentett tartalom ténylegesen megfeleljen a módszer feltételei mellett kivont mennyiségnek.

4. VEGYSZEREK

Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 6 mol/l.

Elegyítsünk 1 térfogatrész sósavat ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) 1 térfogatrész vízzel.

Tömény ammónia oldat (NH_4OH , $d_{20} = 0,9 \text{ g/ml}$).

5. FELSZERELÉS

5.1. Hőfokszabályozós elektromos főzőlap.

5.2. pH-mérő műszer.

Megjegyzés:

Ha a kivonat bór-tartalmának a meghatározása a cél, boroszilikát üvegedényt használni tilos! Mivel a módszer forralást ír elő, a teflon vagy a kvarcüveg használata előnyösebb. Amennyiben borátokat tartalmazó mosogatószerrel mostuk el az üvegedényeket, alaposan öblítsük le azokat.

6. A MINTA ELKÉSZÍTÉSE

Lásd B) fejezet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vizsgálati minta

Vegyünk 1 vagy 2 g tömegű műtrágyát, attól függően, hogy mennyi a termékben az elem deklarált részaránya. A következő táblázatot kell használni az olyan végső oldat elkészítéséhez, amely megfelelő hígítás után az egyes módszerekre előírt mérési tartományon belül lesz. A mintákat 1 mg pontossággal kell bemérni.

A műtrágyában található mikroelem deklarált részaránya (%)	> 10 < 25	≥ 25
A vizsgálati minta tömege (g)	2	1
A mintában található elem tömege (mg)	> 200 < 500	≥ 250
A kivonat térfogata, V (ml)	500	500
A kivonatban található elem koncentrációja (mg/l)	> 400 < 1000	≥ 500

Tegyük a mintát 250 ml-es főzőpohárba.

7.2. Az oldat elkészítése

Szükség esetén nedvesítsük meg a mintát egy kevés vízzel, óvatosan, kis részletekben adjunk hozzá műtrágya-grammonként 10 ml hígított sósavat (4.1.), majd öntsünk hozzá kb. 50 ml vizet. Fedjük le a főzőpoharat óraüveggel, és keverjük össze. Forraljuk fel a főzőlapon, és forraljuk 30 percig. Időnként megkeverve hagyjuk lehűlni. Veszteség nélkül öntsük át 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük jelig vízzel, és jól keverjük össze. Száraz szűrőn szűrjük át száraz tárolóedénybe. Az első részletet öntsük el. A kivonatnak teljesen tisztának kell lennie.

Megjegyzés:

Amennyiben a tárolóedényt nem lehet bedugaszolni, ajánlatos a meghatározást a tiszta szűrlet alikvot részeivel azonnal elvégezni.

Olyan kivonat esetén, ahol a börtartalmat kell meghatározni, tömény ammóniaoldattal állítsuk be a pH értéket 4 és 6 közé (4.2.).

8. MEGHATÁROZÁS

Az egyes mikroelemek meghatározását az azokra a mikroelemekre leírt módszerben megadott alikvot részből kell elvégezni.

A J/5., J/6., J/7., J/9. és a J/10. módszert nem lehet olyan elem meghatározására használni, amely kelát- vagy komplex kötésben van. Ilyenkor a meghatározás előtt a J/10. módszert kell használni.

Atomabszorpciós spektrometriával (J/8. és J/11. módszer) végzett meghatározás esetén az ilyen kezelés nem feltétlenül szükséges.

J/2. VÍZOLDHATÓ MIKROELEMOK KIVONÁSA

1. TÁRGY

Ez a módszer eljárást ír elő a következő mikroelemek vízzoldható formáinak a kivonására: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. A cél az, hogy — ahol csak lehet — minimális számú kivonást végezzünk, lehetőleg ugyanazt a kivonatot használva a fent felsorolt mikroelemek mennyiségének meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az eljárás olyan közösségi műtrágyákra vonatkozik, amelyek a 3. számú melléklet 1. függeléké hatálya alá esnek, és amelyek a következő mikroelemek közül egyet vagy többet tartalmaznak: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. Alkalmazandó minden olyan mikroelemre, amelynek bejelentett tartalma meghaladja a 10%-ot.

3. A MÓDSZER ELVE

A mikroelemeket a műtrágya 20 ± 2 °C hőmérsékletű vízzel való rázatásával extraháljuk.

Megjegyzés:

A kivonás empirikus és nem biztos, hogy veszteségmentes.

4. VEGYSZEREK

4.1. Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 6 mol/l

Elegyítsünk 1 térfogatrész sósavat ($d_{20} = 1,18$ g/ml) 1 térfogatrész vízzel.

5. FELSZERELÉS

Forgó keverő, kb. 35—40 1/min. fordulatszámra beállítva.

Megjegyzés:

Ha a kivonat bőrtartalmát kell meghatározni, ne használjunk boroszilikát üvegedényt. Teflon- vagy kvarcüveg-edény ajánlható ehhez a kivonáshoz. Amennyiben borátokat tartalmazó mosogatószerrel mostuk el az üvegedényeket, alaposan öblítsük ki azokat.

6. A MINTA ELKÉSZÍTÉSE

Lásd B) fejezet.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vizsgálati minta

Mérjük le a műtrágyából 1 vagy 2 g-ot, attól függően, hogy mennyi a termékben az elem bejelentett részaránya. A következő táblázatot kell használni a végső oldat elkészítéséhez, amely megfelelő hígítás után az egyes módszerek esetében a mérési tartományon belül fog esni. A mintákat 1 mg pontossággal kell bemérni.

A műtrágya deklarált mikroelem tartalma (%)	$> 10 < 25$	≥ 25
A vizsgálati minta tömege (g)	2	1
Az elem tömege a mintában (mg)	$> 200 < 500$	≥ 250
A kivonat térfogata, V (ml)	500	500
Az elem koncentrációja a kivonatban (mg/l)	$> 400 < 1000$	≥ 500

Tegyük a mintát 500 ml-es lombikba.

7.2. Az oldat elkészítése

Öntsünk hozzá kb. 400 ml vizet.

Szorosan dugaszoljuk be a lombikot. Rázzuk jól össze kézzel, hogy diszpergáljuk a mintát, utána helyezzük rá a rázógépre, és rázassuk 30 percig.

Töltsük a lombikot jelig vízzel, és jól rázzuk össze.

7.3. A mintaoldat elkészítése

Szűrjük azonnal tiszta, száraz lombikba. Dugaszoljuk be a lombikot. A meghatározást közvetlenül a szűrés után végezzük.

Megjegyzés:

Ha a szűrlet fokozatosan zavarossá válik, készítsünk egy másik kivonatot a 7.1. és 7.2. pont szerint egy V_e térfogatú lombikban. Szűrjük le egy előzetesen kiszárított W térfogatú mérőlombikba, amelybe 5 ml hígított sósavat (4.1.) töltöttünk. A szűrést pontosan akkor fejezzük be, amikor a szűrlet a mérőlombik jelét elérte. Gondosan keverjük össze.

Ilyen körülmények között a V értéke az eredmények kifejezésekor a következő lesz:

$$V = V_e \times W / (W - 5)$$

Az eredmények kifejezésekor a hígítás ettől a V értéktől függ.

8. MEGHATÁROZÁS

A mikroelemek meghatározását az egyes mikroelemeknél leírt alikvot részekből kell elvégezni.

A J/5., J/6., J/7., J/9. és J/10. módszert nem lehet olyan elemek meghatározására használni, amelyek kelát- vagy komplex kötésben vannak. Ilyenkor a meghatározás előtt a J/3. módszert kell használni.

Atomabszorpciós spektrometriával (J/8. és J/11. módszer) végzett meghatározás esetén az ilyen kezelést el lehet hagyni.

J/3. SZERVES VEGYÜLETEK ELTÁVOLÍTÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBÓL

1. TÁRGY

Ez a módszer eljárást ír elő a szerves vegyületeknek műtrágyakivonatból történő eltávolítására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az eljárást olyan, a J/1. és a J/2. módszerrel kivont műtrágyaminták elemzésére alkalmazandó, amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke az összes elem, és/vagy a vízzeloldható elemek bejelentését írja elő.

Megjegyzés:

Ha szerves anyag kis mennyiségben van jelen, az rendszerint nem befolyásolja az atomabszorpciós spektrometriával végzett meghatározást.

3. A MÓDSZER ELVE

A kivonat alikvot részében a szerves anyagokat hidrogén-peroxiddal oxidáljuk.

4. VEGYSZEREK

Hígított sósav (HCl) oldat, körülbelül 0,5 mol/l.

Elegyítsünk 1 térfogatrész sósavat ($d_{20} = 1,18$ g/ml) 20 térfogatrész vízzel.

Hidrogén-peroxid oldat (30% H_2O_2 , $d_{20} = 1,11$ g/ml), mikroelemektől mentes.

5. FELSZERELÉS

Hőfokszabályozós elektromos főzőlap.

6. ELJÁRÁS

Vegyünk a J/1. vagy a J/2. módszerrel nyert kivonatból 25 ml-t, és öntsük 100 ml-es főzőpohárba. A J/2. módszer alkalmazása esetén öntsünk hozzá 5 ml hígított sósavat (4.1.). Ezután öntsünk hozzá 5 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.2.). Fedjük le óráüveggel. Hagyjuk oxidálódni szobahőmérsékleten kb. 1 órán keresztül, majd lassan forraljuk fel, és hagyjuk fél óráig forni. Ha az oldat lehűlt, szükség szerint adjunk hozzá még 5 ml hidrogén-peroxidot. Ezután forraljuk fel, hogy a felesleges hidrogén-peroxid eltávozzék. Hagyjuk lehűlni, és veszteség nélkül öntsük át 50 ml-es mérőlombikba, majd töltsük fel vízzel. Szükség esetén szűrjük le.

Amikor alikvot részt veszünk ki, és kiszámítjuk a termékben található mikroelem százalékos mennyiségét, ezt a hígítást figyelembe kell venni.

J/4. A MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN LÉVŐ MIKROELEMÉK MEGHATÁROZÁSA ATOMABSZORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL (ÁLTALÁNOS ELJÁRÁS)

1. TÁRGY

Ez a fejezet általános eljárást ír elő a műtrágyakivonatokban található vas és cink mennyiségének a meghatározására atomabszorpciós spektrometriával.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez az eljárás a J/1. és a J/2. fejezet szerint kivont műtrágyaminták elemzésére szolgál, amelyekre a 3. számú mellékletének 1. függeléke az összes, és/vagy a vízzeloldható vas és cink bejelentését előírja. Az eljárásnak a különböző mikroelemekre való alkalmazása az egyes elemekre külön-külön előírt módszerekben van részletesen leírva.

Megjegyzés:

Kis mennyiségű szerves anyag jelenléte legtöbbször nem befolyásolja az atomabszorpciós spektrometriával végzett meghatározást.

3. A MÓDSZER ELVE

Azt követően, hogy szükség esetén kezeltük a kivonatot a zavaró kémiai anyagok csökkentése vagy kiküszöbölése végett, a kivonatot úgy hígítjuk, hogy a koncentrációja a meghatározandó mikroelem mérésére alkalmas hullámhosszon a spektrométer optimális tartományába essék.

4. VEGYSZEREK

4.1. Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 6 mol/l

Elegyítsünk 1 térfogatrész sósavat ($\rho = 1,18$ g/ml) 1 térfogatrész vízzel.

4.2. Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 0,5 mol/l

Elegyítsünk 1 térfogatrész sósavat ($d_{20} = 1,18$ g/ml) 20 térfogatrész vízzel.

4.3. Lantánsó oldatok (10 g La/l)

Ez a reagens vas és cink meghatározására szolgál. Kétféle módon készíthető:

a) Sósavban oldott lantán-oxiddal (4.1.). Vigyünk 11,73 g lantán-oxidot (La_2O_3) 150 ml vízzel 1 literes mérőlombikba, és adjunk hozzá 120 ml 6 mol/l sósavat (4.1.). Hagyjuk feloldódni, majd egészítsük ki vízzel 1 literre, és gondosan keverjük össze. Ez az oldat kb. 0,5 mol/l-es lantánra.

b) Lantán-klorid, -szulfát vagy -nitrát oldattal. Oldjunk fel 26,7 g lantán-klorid-heptahidrátot ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) vagy 31,2 g lantán-nitrát-hexahidrátot [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] vagy 26,2 g lantán-szulfát-monahidrátot [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] 150 ml vízben, majd öntsünk hozzá 85 ml 6 M töménységű sósavat (4.1.). Hagyjuk feloldódni, majd egészítsük ki vízzel 1 literre. Jól keverjük össze. Ez az oldat kb. 0,5 mol/l lantánra.

4.4. Kalibráló oldatok

Ezek elkészítéséhez lásd az egyes mikroelemek meghatározási módszereit.

5. FELSZERELÉS

Atomabszorpciós spektrométer, a meghatározandó mikroelemekre jellemző sugárzást kibocsátó sugárforrással felszerelve.

Az analitikus tartsa be a műszer használati utasítását, és legyen járatos a műszer használatában. A készülék tegye lehetővé háttérkorrekció alkalmazását, hogy szükség esetén használni lehessen (pl. Zn). Az alkalmazandó gázok: levegő és acetilén.

6. A VIZSGÁLATI OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

6.1. A meghatározandó elemeket tartalmazó kivonat-oldatok elkészítése

Lásd J/1., és/vagy J/2. fejezetet, valamint szükség szerint a J/3. fejezetet.

6.2. A vizsgálandó oldat kezelése

A J/1., a J/2. vagy a J/3. fejezet szerint nyert kivonat aliquot részét hígítsuk vízzel és/vagy sósavval (4.1.) vagy (4.2.) úgy, hogy a mérendő végső oldatban a meghatározandó elem olyan koncentrációjú legyen, amely megfelel az alkalmazott kalibrációs tartománynak (7.2.), a sósav-koncentráció pedig legalább 0,5 mol/l, legfeljebb pedig 2,5 M. Ez a művelet egy vagy több hígítási lépést igényelhet.

A végső oldatot úgy nyerjük, hogy egy aliquot rész hígított kivonatot 100 ml térfogatú mérőlombikba öntünk. Legyen ennek az aliquot résznek a térfogata (a) ml. Öntsünk hozzá 10 ml lantánsó oldatot (4.3.). Töltsük a jelig 0,5 mol/l töménységű sósavoldattal (4.2.), és jól keverjük össze. A hígítási tényezőt nevezzük D-nek.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vakoldat készítése

Készítsünk vakoldatot oly módon, hogy a kivonási szakasztól kezdve végighaladunk az egész eljárásan, csak a műtrágya vizsgálati minta bevitelét hagyjuk el belőle.

7.2. Kalibráló oldatok készítése

Az egyes mikroelemekre megadott módszerrel készített kalibráló munkaoldatból készítsünk 100 ml-es mérőlombikokban legalább öt, növekvő koncentrációjú kalibráló oldatot, melyek koncentrációja a spektrométer optimális mérési tartományába esik. Szükség esetén állítsuk be a sósav koncentrációt úgy, hogy a lehető legjobban megközelítse a hígított mintaoldat koncentrációját (6.2.). A vas vagy a cink meghatározásakor öntsünk hozzá 10 ml-t ugyanabból a lantánsó oldatból (4.3.), mint amilyent a (6.2.) pontban használtunk. Töltsük jelig 0,5 mol/l sósavoldattal (4.2.), és jól keverjük össze.

7.3. Meghatározás

Készítsük elő a spektrométert (5.) a meghatározáshoz, és állítsuk be az egyes mikroelemekre a módszerben megadott hullámhossz-értéket.

Porlasszuk be háromszor egymás után a kalibráló oldatokat (7.2.), a vizsgálandó oldatot (6.2) és a vakoldatot (7.1.). Közben jegyezzük fel az egyes eredményeket, és öblítsük át a műszert desztillált vízzel az egyes porlasztások között.

Készítsük el a kalibrációs görbét oly módon, hogy az egyes kalibráló oldatokra (7.2.) a spektrométeren leolvasott értékek átlagát felvesszük az ordinátán, az elem $\mu\text{g/ml}$ -ben kifejezett, megfelelő koncentrációját pedig az abszcisszán.

Ebből a görbéből határozzuk meg az X_s mintaoldatban (6.2.), és az X_b vakoldatban (7.1.) lévő mikroelem-koncentrációkat, $\mu\text{g/ml}$ -ben kifejezve.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

A műtrágyában lévő mikroelem (E) százalékarányát a következő képlettel adjuk meg:

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

Ha a J/3. fejezetet használtuk:

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

ahol:

E	= a meghatározott mikroelem mennyisége, a műtrágya százalékában kifejezve,
X_s	= a mintaoldat (6.2.) koncentrációja, $\mu\text{g/ml}$ -ben,
X_b	= a vakoldat (7.1.) koncentrációja, $\mu\text{g/ml}$ -ben,
V	= a J/1. vagy J/2. fejezet szerint nyert kivonat mennyisége, ml-ben,
D	= a 6.2. pontban végzett hígításnak megfelelő tényező,
M	= a J/1. vagy J/2. fejezet szerint vett vizsgálati minta tömege, g-ban.

A D hígítási tényező számítása:

Ha (a1), (a2), (a3), ..., (ai) és (a) az aliquot részek, és (v1), (v2), (v3), ..., (vi) és (100) a megfelelő hígításokhoz tartozó ml-ben megadott mennyiségek, akkor a D hígítási tényező a következővel egyenlő:

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

J/5. MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN LÉVŐ BÓR MEGHATÁROZÁSA ACIDIMETRIÁS TITRÁLÁSSAL

1. TÁRGY

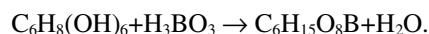
Ez a fejezet eljárást ír elő a műtrágyakivonatok bórtartalmának a meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ezt az eljárást olyan, a J/1. vagy a J/2. módszerrel nyert műtrágyaminták kivonatának a vizsgálatára kell alkalmazni, amelyekre nézve a 3. számú melléklet 1. függeléke előírja az összes, és/vagy a vízzeloldható bórtartalom bejelentését.

3. A MÓDSZER ELVE

A borát és a mannit alábbi reakciója során mannit-bór komplex képződik:



A komplexet nátrium-hidroxid oldattal 6,3 pH értékre titráljuk.

4. VEGYSZEREK

4.1. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$) 50 ml etanolban (95%-os) 100 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel vízzel. Jól rázzuk össze.

4.2. Hígított sósavoldat, kb. 0,5 mol/l

Elegyítsünk 1 térfogatrész sósavat (HCl) ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) 20 térfogatrésznyi vízzel.

4.3. Nátrium-hidroxid oldat, kb. 0,5 mol/l

Szén-dioxid-mentesnek kell lennie. Oldjunk fel 20 g nátrium-hidroxid (NaOH) pelletet 1 literes, kb. 800 ml forralt vizet tartalmazó mérőlombikban. Amikor az oldat lehűlt, egészítsük ki 1000 ml-re forralt vízzel, és jól keverjük össze.

4.4. Nátrium-hidroxid mérőoldat, kb. 0,025 mol/l

Szén-dioxid-mentesnek kell lennie. A 0,5 mol/l nátrium-hidroxid oldatot (4.3.) forralt vízzel hígítsuk húszszorosára, és jól keverjük össze. Az oldat bórban (B) kifejezett értékét meg kell határozni (lásd 9. pont).

4.5. Bór kalibráló oldat (100 $\mu\text{g/ml}$ B)

1000 ml-es mérőlombikban oldjunk fel vízzel 0,5719 g, 0,1 mg pontossággal bemért bórsavat (H_3BO_3). Öntsük fel vízzel, és jól keverjük össze. Öntsük át műanyag palackba, és tároljuk hűtőszekrényben.

4.6. D-mannit ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6$) por.

4.7. Nátrium-klorid (NaCl).

5. FELSZERELÉS

5.1. Üvegelektrodos pH-mérő műszer

5.2. Mágneses keverő

5.3. 400 ml-es főzőpohár teflon keverőpálcával

6. A VIZSGÁLATI OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

6.1. A bóroldat elkészítése

Lásd a J/1., a J/2. és, ahol szükséges, a J/3. fejezeteket.

7. ELJÁRÁS

Vizsgálat

Tegyünk egy 400 ml-es főzőpohárba (5.3.) alikvot résznyit (a) a kivonatból (6.1.), amely 2—4 mg B-t tartalmaz. Öntsünk hozzá 150 ml vizet.

Adjunk hozzá néhány csepp metilvörös indikátoroldatot (4.1.).

A J/2. fejezet szerint történő kivonás esetében 0,5 mol/l sósav (4.2.) hozzáadásával az indikátoroldat színátcsapási pontjáig savanyítsuk meg a kivonatot, azután adjunk hozzá további 0,5 ml 0,5 mol/l sósavat (4.2.).

3 g nátrium-klorid (4.7.) hozzáadása után forraljuk fel az oldatot a szén-dioxid kiűzése végett. Hagyjuk lehűlni. Helyezzük a főzőpoharat a mágneses keverőre (5.2.), és helyezzük bele az előzetesen kalibrált pH-mérő elektródokat (5.1.).

Állítsuk be a pH-értéket pontosan 6,3-ra, először a 0,5 mol/l nátrium-hidroxid oldattal (4.3.), utána a 0,025 mol/l NaOH oldattal (4.4.).

Adjunk hozzá 20 g D-mannitot (4.6.), oldjuk fel teljesen, és jól keverjük össze. Titráljuk a 0,025 mol/l nátrium-hidroxid oldattal (4.4.) 6,3 pH-értékre (legalább 1 percig stabil legyen). A szükséges térfogat legyen x_1 .

8. VAKOLDAT

Készítsünk vakoldatot oly módon, hogy megismételjük az egész eljárást az oldatkészítési szakasztól, csupán a műtrágyát hagyjuk ki. A szükséges térfogat legyen x_0 .

9. A NÁTRIUM-HIDROXID OLDAT (4.4.) BÓR (B) EGYENÉRTÉKE

Pipetázzunk 20 ml (2,0 mg B) kalibráló oldatot (4.5.) 400 ml-es főzőpohárba, és adjunk hozzá néhány csepp metilvörös indikátoroldatot (4.1.). Adjunk hozzá 3 g nátrium-kloridot (4.7.) és sósavoldatot (4.2.) az indikátoroldat (4.1.) színátcsapási pontjáig.

Egészítsük ki a térfogatot kb. 150 ml-re, és fokozatosan forraljuk fel a szén-dioxid kiűzése végett. Hagyjuk lehűlni. Helyezzük a főzőpoharat a mágneses keverőre (5.2.), és tegyük bele az előzetesen kalibrált pH-mérő elektródokat (5.1.). Állítsuk be a pH-értéket pontosan 6,3-ra, először a 0,5 mol/l nátrium-hidroxid oldattal (4.3.), majd a 0,025 mol/l NaOH oldattal (4.4.).

Adjunk hozzá 20 g D-mannitot (4.6.), oldjuk fel teljesen, és jól keverjük össze. Titráljuk a 0,025 mol/l nátrium-hidroxid oldattal (4.4.) 6,3 pH-értékre (legalább 1 percig stabil maradjon). A fogyott mérőoldat térfogata legyen V_1 .

Ugyanilyen módon készítsünk vakoldatot, a kalibráló oldatot 20 ml vízzel helyettesítve. A fogyott mérőoldat térfogata legyen V_0 .

A NaOH mérőoldat (4.4.) bór egyenértéke (F) mg/ml mértékegységben megadva a következő:

$$F \text{ (mg/ml-ben)} = 2/(V_1 - V_0).$$

1 ml pontosan 0,025 mol/l értékre beállított nátrium-hidroxid oldat 0,27025 mg bórnak felel meg.

10. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

A műtrágyában található bór százalékaránya a következő képlettel számítható:

$$B(\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

ahol:

- B (%) = a műtrágya százalékos bórtartalma,
- X_1 = a vizsgálati mintára fogyott 0,025 mol/l nátrium-hidroxid oldat (4.4.) térfogata, ml-ben,
- X_0 = a vakoldatra fogyott 0,025 mol/l nátrium-hidroxid oldat M (4.4.) térfogata, ml-ben,
- F = a 0,025 mol/l nátrium-hidroxid oldat M (4.4.) bór (B) értéke, mg/ml-ben,
- V = a 10.1. vagy a 10.2. módszerrel nyert kivonat-oldat térfogata, ml-ben,
- a = a kivonat-oldatból (6.1.) vett alikvot rész (7.1.) térfogata, ml-ben,
- M = a 10.1. vagy a 10.2. módszerrel vett vizsgálati minta tömege, grammal.

J/6. A MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN TALÁLHATÓ KOBALT MEGHATÁROZÁSA GRAVIMETRIÁS MÓDSZERREL, 1-NITROZO-2-NAFTOLLAL

1. TÁRGY

A fejezet eljárást ír elő a műtrágyakivonatokban található kobalt meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az eljárást olyan műtrágyamintákból vett kivonatok vizsgálatára kell alkalmazni, amelyeket a J/1. vagy a J/2. eljárással nyertek, és amelyekre nézve a 3. számú melléklet 1. függeléke előírja a kobalttartalom bejelentését.

3. A MÓDSZER ELVE

A kobalt(III)-ion 1-nitrozo-2-naftollal vörös csapadékot, $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -t ad. Miután a kivonatban lévő kobaltot kobalt(III)-ion formájára hoztuk, ecetsavas közegben 1-nitrozo-2-naftol oldattal lecsapatjuk. Szűrés után a csapadékot kimoszuk, súlyállandósáig szárítjuk, és mint $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -t mérjük.

4. VEGYSZEREK

4.1. Hidrogén-peroxid oldat (H_2O_2 , $\rho = 1,11 \text{ g/ml}$), 30%.

4.2. Nátrium-hidroxid oldat kb. 2 mol/l

Oldjunk fel 8 g nátrium-hidroxid pelletet 100 ml vízben.

4.3. Higított sósav oldat, kb. 6 mol/l

Elegyítsünk 1 térfogatrész sósavat ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) 1 térfogatrész vízzel.

4.4. Ecetsav (99,7% $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$) ($d_{20} = 1,05 \text{ g/ml}$).

4.5. 1:2 ecetsav oldat, kb. 6 mol/l

Elegyítsünk 1 térfogatrész ecetsavat (4.4.) 2 térfogatrész vízzel.

4.6. 1-nitrozo-2-naftol oldat 100 ml ecetsavban (4.4.). Adjunk hozzá 100 ml langyos vizet. Alaposan keverjük össze. Rögtön szűrjük le. Az így nyert oldatot azonnal fel kell használni.

5. FELSZERELÉS

5.1. Szűrőtégely P 16/ISO 4793-as, 4-es porozitású, 30 vagy 50 ml űrtartalmú.

5.2. Szárítószekrény, $130 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ hőmérsékletre beállítva.

6. A VIZSGÁLATI OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

6.1. A kobaltoldat elkészítése

Lásd J/1. vagy J/2. fejezet.

6.2. A vizsgálandó oldat elkészítése

Tegyünk a kivonatból legfeljebb 20 mg kobaltot tartalmazó alikvot részt egy 400 ml-es főzőpohárba. Ha a kivonatot a 10.2. módszerrel készítettük, savanyítsuk meg 5 csepp sósavval (4.3.). Adjunk hozzá kb. 10 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.1.). Hagyjuk az oxidálószer 15 percig hidegen hatni, majd az oldat térfogatát egészítsük ki vízzel kb. 100 ml-re. Fedjük le a főzőpoharat óraüveggel. Forraljuk fel, és hagyjuk forrni kb. 10 percig. Hűtsük le. Cseppenként lúgosítsuk meg a nátrium-hidroxid oldattal (4.21.), amíg fekete kobalt-hidroxid kezd kicsapódni.

7. ELJÁRÁS

Adjunk az oldathoz 10 ml ecetsavat (4.4.), és vízzel egészítsük ki kb. 200 ml-re a térfogatát. Melegítsük forrásig. Folyamatos keverés közben bürettával cseppenként adjunk hozzá 20 ml 1-nitrozo-2-naftol oldatot (4.6.). Erőteljes keveréssel fejezzük be, hogy a csapadék tömörödjön (koaguláljon).

Szűrjük át az előre lemerített szűrőtégelyen (5.1.), vigyázva, hogy a szűrő el ne tömörödjön. Ezt szem előtt tartva ügyeljünk arra, hogy a szűrés alatt a csapadék felületét mindig folyadékréteg borítsa.

Mossuk át a főzőpoharat hígított ecetsavval (4.5.), hogy az összes csapadékot eltávolítsuk, mossuk a csapadékot a szűrőn hígított ecetsavval (4.5.), és azután mossuk át háromszor forró vízzel.

130 ± 2 °C hőmérsékletű szárítószekrényben (5.2.) szárítsuk súlyállandóságig.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

1 mg $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ csapadék 0,0096381 mg kobaltnak felel meg.

A műtrágyában található kobalt (Co) százalékarányát következő képlettel lehet kiszámítani:

$$\text{Co (\%)} = X \times 0,0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

ahol:

- X = a csapadék tömege, mg,
- V = a J/1. vagy J/2. fejezet szerint nyert kivonat-oldat mennyisége, ml,
- a = az utolsó hígításból vett alikvot rész mennyisége, ml,
- D = ennek az alikvot résznek a hígítási tényezője,
- M = a vizsgálati minta tömege, g.

J/7. MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN LÉVŐ RÉZ MEGHATÁROZÁSA TITRIMETRIÁS MÓDSZERREL

1. TÁRGY

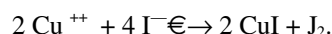
Ez a fejezet eljárást ír elő a műtrágyakivonatokban lévő réz meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

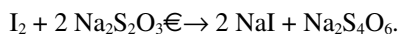
Ezt az eljárást olyan műtrágyamintákból vett kivonatokra kell alkalmazni, amelyeket a J/1. vagy a J/2. eljárással nyertek, és amelyekre nézve a 3. számú melléklet 1. függeléke a réztartalom bejelentését írja elő.

3. A MÓDSZER ELVE

A réz(II) ionokat savas közegben kálium-jodiddal redukáljuk:



Az így felszabadult jódot nátrium-tioszulfát mérőoldattal, keményítő indikátor jelenlétében titráljuk a következő képlet szerint:



4. VEGYSZEREK

4.1. Salétromsav (HNO_3 , $d_{20} = 1,40 \text{ g/ml}$).

4.2. Karbamid [$(\text{NH}_2)_2\text{C}=\text{O}$].

4.3. Ammónium-hidrogén-difluorid (NH_4HF_2) oldat, 10% (m/V) oldata.

Az oldatot műanyag edényben kell tartani.

4.4. Ammónium-hidroxid oldat (1 + 1).

Elegyítsünk 1 térfogatrész ammóniát (NH_4OH , $\rho = 0,9 \text{ g/ml}$) 1 térfogatrész vízzel.

4.5. Nátrium-tioszulfát mérőoldat

Oldjunk fel 7,812 g nátrium-tioszulfát pentahidráttal ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) vízzel, 1 literes mérőlombikban. Az oldat 1 ml-e 2 mg rézzel egyenértékű. Stabilizáljuk az oldatot néhány csepp kloroformmal. Az oldatot közvetlen fénytől védve, üvegedényben kell tartani.

4.6. Kálium-jodid (KI).

4.7. Kálium-tiocianát (KSCN) oldat 25% (m/V)

Tartsuk az oldatot műanyag palackban.

4.8. Keményítő oldat (kb. 0,5%)

Tegyünk 2,5 g keményítőt egy 600 ml-es főzőpohárba. Öntsünk hozzá kb. 500 ml vizet. Keverés közben forraljuk fel. Hűtsük le szobahőmérsékletre. Az oldatot csak rövid ideig lehet eltartani. Az eltarthatóságot javíthatjuk, ha kb. 10 mg higany-jodidot adunk az oldathoz.

5. A VIZSGÁLATI OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

A rézoldat elkészítése

Lásd J/1. és J/2. fejezet.

6. ELJÁRÁS

6.1. Oldatkészítés titráláshoz

Tegyünk egy legalább 20—40 mg rezet tartalmazó alikvot részt az oldatból 500 ml-es Erlenmeyer-lombikba.

Rövid forralással űzzük el a jelen lévő oxigénfelesleget. A térfogatot egészítsük ki kb. 100 ml-re vízzel. Adjunk hozzá 5 ml salétromsavat (4.1.), forraljuk fel, és hagyjuk forrni kb. fél percig.

Vegyünk le az Erlenmeyer-lombikot a fűtőkészületről, adjunk hozzá kb. 3 g karbamidot (4.2.), és ismét forraljuk kb. fél percig.

Vegyünk le a fűtőkészületről, és adjunk hozzá 200 ml hideg vizet. Ha szükséges, hűtsük az Erlenmeyer-lombik tartalmát szobahőmérsékletre.

Fokozatosan adjunk hozzá ammónium-hidroxid oldatot (4.4.), amíg az oldat színe kékre változik, akkor adjunk még hozzá 1 ml-t feleslegben.

Adjunk hozzá 50 ml ammónium-hidrogén-difluorid oldatot (4.3.), és keverjük össze.

Adjunk hozzá 10 g kálium-jodidot (4.6.), és oldjuk fel.

6.2. Az oldat titrálása

Helyezzük az Erlenmeyer-lombikot mágneses keverőre. Tegyünk a keverőrudat az Erlenmeyer-lombikba, és állítsuk be a keverőt a kívánt fordulatszámmra.

Adjunk hozzá bürettával nátrium-tioszulfát mérőoldatot (4.5.) addig, amíg az oldatból felszabaduló jódnak barna színe halványabbá válik.

Adjunk hozzá 10 ml keményítő-oldatot (4.8.).

Folytassuk a nátrium-tioszulfát oldattal (4.5.) végzett titrálást, amíg a bíbor szín csaknem eltűnik.

Adjunk hozzá 20 ml kálium-tiocianát oldatot (4.7.), és folytassuk a titrálást addig, amíg az ibolyakék szín teljesen el nem tűnik.

Jegyezzük fel a felhasznált tioszulfát oldat mennyiségét.

7. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

1 ml nátrium-tioszulfát mérőoldat (4.5.) 2 mg réznek felel meg.

A műtrágyában lévő réz százalékarányát a következő képlettel lehet kiszámítani:

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

ahol:

- X = A felhasznált nátrium-tioszulfát oldat térfogata, ml-ben,
- V = A J/1. és a J/2. fejezet szerinti kivonat-oldat térfogata, ml-ben,
- A = Az alikvot rész térfogata, ml-ben,
- M = A J/1. és a J/2. fejezet szerint kezelt vizsgálati minta tömege, g-ban.

J/8. A MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN LÉVŐ VAS MEGHATÁROZÁSA ATOMABSZORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL

1. TÁRGY

Ez a fejezet eljárást ír elő a műtrágyakivonatokban lévő vas meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ezt az eljárást olyan, műtrágyamintákból vett kivonatokra kell alkalmazni, amelyeket a J/1. és a J/2. módszerrel nyertek, és amelyekre nézve a 3. számú melléklet 1. függelége az összes, és/vagy a vízzeloldható vas bejelentését írja elő.

3. A MÓDSZER ELVE

A kivonat megfelelő kezelése és hígítása után a vastartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. VEGYSZEREK

4.1. Sósavoldat, kb. 6 mol/l

Lásd J/4. fejezet (4.1.).

4.2. Sósavoldat, kb. 0,5 mol/l

Lásd J/4. fejezet (4.2.).

4.3. Hidrogén-peroxid oldat (30% H₂O₂ d₂₀ = 1,11 g/ml), mikroelemektől mentes.

4.4. Lantánsó oldatok (10 g La/l)

Lásd J/4. fejezet (4.3.).

4.5. Vas kalibráló oldat

4.5.1. Vas törzsoldat (1000 µg/ml)

Mérjünk 1 g tiszta vashuzalt 0,1 mg pontossággal 500 ml-es főzőpohárba, adjunk hozzá 200 ml 6 mol/l sósavat (4.1.), és 15 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.3.). Melegítsük főzőlapon, amíg a vas teljesen feloldódik. Amikor lehűlt, vigyük át veszteség nélkül egy 1000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel jelig vízzel, és jól keverjük össze.

4.5.2. Vas munkaooldat (100 µg/ml)

Öntsünk 20 ml törzsoldatot (4.5.1.) 200 ml-es mérőlombikba. Töltsük jelig a 0,5 mol/l sósav oldattal (4.2.), és jól keverjük össze.

5. FELSZERELÉS

Atomabszorpciós spektrométer: lásd 10.4. módszer (5.). A műszer legyen ellátva vas mérésére alkalmas sugárforrással (248,3 nm).

6. A VIZSGÁLANDÓ OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

6.1. Vas kivonat-oldat

Lásd: J/1., és/vagy J/2., és szükség szerint a J/3. fejezet.

6.2. A mintaoldat elkészítése

Lásd J/4. fejezet (6.2.). A mintaoldat 10% (v/v) lantánsó oldatot tartalmazzon.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vakoldat készítése

Lásd J/4. fejezet (7.1.). A vakoldat 10% (v/v), a 6.2. pontban használt lantánsó oldatot tartalmazzon.

7.2. Kalibráló oldatok készítése

Lásd J/4. fejezet (7.2.).

A vas 0—10 µ g/ml közötti optimális meghatározási tartományához öntsünk 0, 2, 4, 6, 8 és 10 ml munkaoldatot (4.5.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Ha szükséges, állítsuk be a sósav-koncentrációt, hogy a lehető legjobban megközelítse a mintaoldatét. Adjunk mindegyik mérőlombikba 10 ml, a 6.2. pontban használt lantánsó oldatot. Töltsük jelig a lombikot 0,5 M sósavoldattal (4.2.), és jól keverjük össze. Az oldatok rendre 0, 2, 4, 6, 8 és 10 µ g/ml vasat tartalmaznak.

7.3. Meghatározás

Lásd J/4. fejezet (7.3.). Készítsük elő a spektrométert (5.) a 248,3 nm-es hullámhosszon történő méréshez.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Lásd J/4. fejezet (8.).

A műtrágya százalékos vastartalmát a következő képlettel lehet kiszámítani:

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

Ha a J/3. fejezet szerinteket használjuk:

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

Ahol:

Fe	= a vas mennyisége a műtrágya százalékában kifejezve,
x_s	= a mintaoldat (6.2.) koncentrációja µ g/ml-ben,
x_b	= a vakoldat (7.1.) koncentrációja µ g/ml-ben,
V	= J/1. vagy J/2. fejezet szerint nyert kivonat mennyisége ml-ben,
D	= a 6.2. pontban végzett hígítás tényezője,
M	= a J/1. vagy J/2. fejezet szerint vett vizsgálati minta tömege grammban.

INNEN

A D hígítási tényező számítása: ha (a_1) , (a_2) , (a_3) ..., (a_i) és (a) alikvot részek, és (v_1) , (v_2) , (v_3) , ..., (v_i) és (100) a hígításuknak megfelelő mennyiségek, ml-ben megadva, a D hígítási tényezőt a következő képlettel lehet számítani:

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

J/9. MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN LÉVŐ MANGÁN MEGHATÁROZÁSA TITRÁLÁSSAL

1. TÁRGY

Ez a módszer eljárást ír elő a műtrágyakivonatokban lévő mangán meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ezt az eljárást olyan műtrágyamintából nyert kivonatokra kell alkalmazni, amelyeket a J/1. és a J/2. fejezet alapján nyertek, és amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke a mangán bejelentését írja elő.

3. A MÓDSZER ELVE

Ha a kivonatban kloridionok vannak jelen, akkor azokat a kivonat kénsavas forralásával el kell távolítani. A mangánt salétromsavas közegben nátrium-bizmutáttal oxidáljuk. A képződött kálium-permanganátot vas(II)-szulfát feleslegével redukáljuk. Ezt a felesleget kálium-permanganát oldattal titráljuk vissza.

4. VEGYSZEREK

4.1. Koncentrált kénsav (H_2SO_4 , $d_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$).

4.2. Kénsav, kb. 9 mol/l

Gondosan elegyítsünk 1 térfogatrész koncentrált kénsavat (4.1.) 1 térfogatrész vízzel.

4.3. Salétromsav, 6 mol/l

Elegyítsünk 3 térfogatrész salétromsavat (HNO_3 , $\rho = 1,40 \text{ g/ml}$) 4 térfogatrész vízzel.

4.4. Salétromsav, 0,3 mol/l

Elegyítsünk 1 térfogatrész 6 M salétromsavat 19 térfogatrész vízzel.

4.5. Nátrium-bizmutát (NaBiO_3) (85%).

4.6. Kovaföld.

4.7. Ortofoszforsav, 15 mol/l (H_3PO_4 , $\rho = 1,71 \text{ g/ml}$).

4.8. Vas-szulfát oldat, 0,15 mol/l

Oldjunk fel 41,6 g vas-szulfát-heptahidrátot ($\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{ H}_2\text{O}$) 1 literes mérőlombikban.

Adjunk hozzá 25 ml koncentrált kénsavat (4.1.), és 25 ml foszforsavat (4.7.). Töltsük fel 1000 ml-re. Keverjük össze.

4.9. Kálium-permanganát oldat, 0,020 mol/l

Mérjünk be 3,160 g kálium-permanganátot (KMnO_4) 0,1 mg pontossággal. Oldjuk fel, és töltsük fel 1000 ml-re vízzel.

4.10. Ezüst-nitrát oldat, 0,1 mol/l

Oldjunk fel 1,7 g ezüst-nitrátot (AgNO_3) vízben, és töltsük fel 100 ml-re.

5. FELSZERELÉS

5.1. Szűrőtégely, P16/ISO 4793 szerint, 4-es porozitású, 50 ml térfogatú, 500 ml-es szűrőlombikra szerelve.

5.2. Mágneses keverő.

6. A VIZSGÁLANDÓ OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

6.1. Mangán kivonat-oldat

Lásd a J/1. és J/2. fejezetet. Ha nem ismeretes, hogy vannak-e jelen kloridionok, akkor egy csepp ezüst-nitrát oldattal (4.10.) végezzünk kísérletet ennek megállapítására.

6.2. Ha kloridionok nincsenek jelen, 10—20 mg mangánt tartalmazó alikvot részt vigyünk magas főzőpohárba. A térfogatot állítsuk be kb. 25 ml-re bepárlással vagy víz hozzáadásával. Adjunk hozzá 2 ml koncentrált kénsavat (4.1.).

6.3. Ha kloridionok vannak jelen, akkor azokat a következőképpen kell eltávolítani.

Vigyünk a kivonatból 10—20 mg mangánt tartalmazó alikvot részt 400 ml-es magas főzőpohárba. Adjunk hozzá 5 ml 9 M kénsavat (4.2.). Vegyifülke alatt forraljuk főzőlapon mindaddig, amíg bőséges fehér füstfejlődést nem észlelünk. Addig folytassuk a forralást, amíg a térfogat kb. 2 ml-re nem csökken (a főzőpohár alján vékony, szirupszerű folyadékréteg látható). Hagyjuk lehűlni szobahőmérsékletre.

Óvatosan adjunk hozzá 25 ml vizet, és újra vizsgáljuk meg 1 csepp ezüst-nitrát oldat (4.10.) hozzáadásával, hogy vannak-e jelen kloridionok. Ha még mindig van klorid az oldatban, ismételjük meg a műveletet 5 ml 9 M kénsav (4.2.) hozzáadása után.

7. ELJÁRÁS

Adjunk a mintaoldatot tartalmazó 400 ml-es főzőpohárba 25 ml 6 M salétromsavat (4.3.), és 2,5 g nátrium-bizmutátot (4.5.). Keverjük erőteljesen 3 percig a mágneses keverőn (5.2.).

Adjunk hozzá 50 ml 0,3 M salétromsavat (4.4.), és keverjük újra. Szűrjük vákuumban, olyan szűrőtégelyen (5.1.) keresztül, amelynek alját kovafölddel (4.6.) borítottuk. Mossuk át a szűrőt néhányszor a 0,3 M salétromsavval (4.4.), amíg színtelen szűrletet nem kapunk.

Vigyünk a szűrletet és a mosófolyadékot 500 ml-es főzőpohárba. Keverjük össze, és adjunk hozzá 25 ml 0,15 M vas-szulfát oldatot (4.8.). Ha vas-szulfát hozzáadásakor a szűrlet megsárgul, adjunk hozzá 3 ml 15 M ortofoszforsavat (4.7.).

Bürettából titráljuk a fölös vas-szulfátot 0,02 M kálium-permanganát oldattal (4.9.), amíg az elegy színe rózsaszínbe megy át, és ez a szín 1 percig állandó marad. Végezzünk vakpróbát azonos feltételek mellett, de a vizsgálati minta kihagyásával.

Megjegyzés:

Az oxidált oldatnak nem szabad gumival érintkeznie.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

1 ml 0,02 kálium-permanganát oldat 1,099 mg mangánnak (Mn) felel meg.

A műtrágya százalékos mangántartalmát a következő képlettel lehet kiszámítani:

$$Mn (\%) = (X_b - X_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

ahol:

- X_b = a vakpróbához felhasznált kálium-permanganát mennyisége ml-ben,
- X_s = a vizsgálati mintához felhasznált kálium-permanganát mennyisége ml-ben,
- V = a J/1. és J/2. fejezet szerint nyert kivonat-oldat mennyisége ml-ben,
- a = a kivonatból vett alikvot rész mennyisége ml-ben,
- M = a vizsgálati minta tömege g-ben.

J/10. MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN LÉVŐ MOLIBDÉN MEGHATÁROZÁSA GRAVIMETRIÁS MÓDSZERREL 8-HIDROXI-KINOLINNAL

1. TÁRGY

Ez a fejezet eljárást ír elő műtrágyakivonatokban lévő molibdén meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az eljárást olyan, műtrágyából vett minták kivonataira kell alkalmazni, amelyeket a J/1. és a J/2. módszerrel nyertek, és amelyekre a 3. számú melléklet 1. függeléke a molibdén bejelentését írja elő.

3. A MÓDSZER ELVE

A molibdént meghatározott körülmények között lecsapatott molibdenil-oxinát formájában határozzuk meg.

4. VEGYSZEREK

4.1. Kénsavoldat kb. 1 mol/l

Óvatosan töltünk 55 ml kénsavat (H_2SO_4 , $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$) 1 literes, 800 ml vizet tartalmazó mérőlombikba. Keverjük össze. Lehűlés után egészítsük ki a térfogatát 1 literre. Keverjük össze.

4.2. Hígított ammónia oldat (1:3).

Elegyítünk 1 térfogatrész koncentrált ammónia oldatot (NH_4OH , $d_{20}=0,9 \text{ g/ml}$) 3 térfogatrész vízzel.

4.3. Hígított ecetsav oldat (1:3)

Elegyítünk 1 térfogatrész tömény ecetsavat (99,7% CH_3COOH , $\rho = 1,049 \text{ g/ml}$) 3 térfogatrész vízzel.

4.4. Dinátrium-etilén-diamin-tetraacetát (EDTA)

Oldjunk fel 5 g Na_2EDTA -t vízben, 100 ml-es mérőlombikban. Töltsük a jelig és keverjük össze.

4.5. Pufferoldat

100 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 15 ml tömény ecetsavat és 30 g ammónium-acetátot vízben. Töltsük fel 100 ml-re.

4.6. Hidroxi-kinolin (oxin) oldat

100 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 3 g 8-hidroxi-kinolint 5 ml koncentrált ecetsavban. Adjunk hozzá 80 ml vizet. Cseppenként adjunk hozzá ammónia oldatot (4.2.), amíg az oldat zavarossá nem válik, azután addig adjuk hozzá az ecetsavat (4.3.), amíg az oldat újra kitisztul. Töltsük fel vízzel 100 ml-re.

5. FELSZERELÉS

5.1. Szűrőtégely, P16/ISO 4793 szerint, 4-es porozitású, 30 ml térfogatú.

5.2. pH-mérő, üvegelektóddal.

5.3. Szárítószekrény, 130—135 °C közötti hőmérsékleten.

6. A VIZSGÁLATI OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

6.1. A molibdén oldat elkészítése. Lásd a J/1. és a J/2. módszert.

7. ELJÁRÁS

7.1. A mintaoldat elkészítése

Vigyünk 20—100 mg molibdént tartalmazó alikvot részt 250 ml-es főzőpohárba. Egészítsük ki a térfogatát vízzel 50 ml-re. Állítsuk be az oldat kémhatását kénsav oldat (4.1.) cseppenkénti adagolásával pH 5-re. Adjunk hozzá 15 ml EDTA oldatot (4.4.), azután 5 ml pufferoldatot (4.5.). Vízzel töltsük fel kb. 80 ml-re.

7.2. A csapadék kinyerése és tisztítása

A csapadék kinyerése

Enyhén melegítsük az oldatot. Folyamatos keverés mellett adjuk hozzá az oxin oldatot (4.6.). Addig folytassuk a lecsapatást, amíg csapadék kiválása már nem észlelhető. Adjunk még hozzá annyi vegyszert, hogy a felülülő oldat enyhén sárgára színeződjék. Általában 20 ml elegendő. Enyhén melegítsük a csapadékot még két-három percig.

Szűrés és mosás

Szűrjük szűrőtégelyen (5.1.). Öblítsük néhányszor 20 ml forró vízzel. Az öblítővíznek fokozatosan színtelenné kell válnia, jelezve azt, hogy oxin már nincs jelen.

7.3. A csapadék mérése

Szárítsuk a csapadékot súlyállandóságig (legalább 1 órán keresztül) 130—135 °C közötti hőmérsékleten.

Hagyjuk exsikkátorban lehűlni, és mérjük le.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

1 mg molibdenil-oxinát, $\text{MoO}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$ 0,2305 mg molibdénnek felel meg.

A műtrágya százalékos molibdén tartalmát a következő képlettel lehet kiszámítani:

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

ahol:

- X = a molibdenil-oxinát csapadék tömege mg-ban,
- V = a J/1. vagy J/2. fejezet szerinti kivonat-oldat mennyisége ml-ben,
- a = az utolsó hígításból vett alikvot rész mennyisége ml-ben,
- D = az alikvot rész hígítási tényezője,
- M = a vizsgálati minta tömege g-ban.

J/11. A MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN LÉVŐ CINK MEGHATÁROZÁSA ATOMABSZORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL

1. TÁRGYA

Ez a módszer eljárást ír elő a műtrágyakivonatokban lévő cink meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ezt az eljárást olyan, műtrágyamintákból vett kivonatokra kell alkalmazni, amelyeket a J/1. és a J/2. fejezettel nyertek, és amelyekre nézve a 3. számú melléklet 1. függeléke a cink bejelentését írja elő.

3. A MÓDSZER ELVE

A kivonat megfelelő kezelése és hígítása után a cinktartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. VEGYSZEREK

4.1. Sósav oldat, kb. 6 mol/l

Lásd J/4. fejezet (4.1.).

4.2. Sósav oldat, kb. 0,5 mol/l

Lásd J/4. fejezet (4.2.).

4.3. Lantánsó oldatok (10 g La/l)

Lásd J/4. fejezet, (4.3.).

4.4. Cink kalibráló oldatok

4.4.1. Cink törzsoldat (1000 μ g/ml)

1000 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 1 g 0,1 mg-os pontossággal bemért cinkport vagy -pelyhet 25 ml 6 mol/l töménységű sósavban (4.1.). Amikor teljesen feloldódott, töltsük fel vízzel, és jól keverjük össze.

4.4.2. Cink munkaoldat (100 μ g/ml)

200 ml-es mérőlombikban hígítsunk a törzsoldatból (4.4.1.) 20 ml-t 0,5 mol/l sósav oldatban (4.2.). Töltsük fel 0,5 M sósav oldattal és jól keverjük össze.

5. FELSZERELÉS

Atomabszorpciós spektrométer

Lásd a J/4. fejezetet (5.). A készülék legyen ellátva cink mérésére alkalmas sugárforrással (213,8 nm). A spektrométer legyen alkalmas háttérkorrekció végzésére.

6. A VIZSGÁLATI OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

6.1. Cink kivonat-oldat

Lásd a J/1. és/vagy J/2. fejezetet.

6.2. Mintaoldat készítése

Lásd a J/4. fejezetet (6.2.). A mintaoldat 10% (v/v) lantánsó oldatot (4.3.) tartalmazzon.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vakoldat készítése

Lásd a J/4. (7.1.) fejezetet. A vakoldat 10% (v/v), a 6.2. pontban használt lantánsó oldatot tartalmazzon.

7.2. Kalibráló oldat készítése

Lásd a J/4. fejezetet (7.2.). A cink 0—5 m g közé eső optimális meghatározási tartományához vigyünk 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml munkaoldatot (4.4.2.) rendre 100 ml-es mérőlombikokba. Ha szükséges, állítsuk be a sósavoldat koncentrációját úgy, hogy a lehető legközelebb essék a mintaoldatéhoz. Adjunk mindegyik mérőlombikba 10 ml, a 6.2. pontban használt lantánsó oldatot. Töltsük fel a lombikokat a 0,5 M sósavoldattal (4.2.), és jól keverjük össze.

Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 m g/ml cinket tartalmaznak.

7.3. Meghatározás

Lásd a J/4. fejezetet (7.3.). Készítsük elő a spektrométert (5.) 213,8 nm-en történő méréshez.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Lásd a J/4. fejezetet (8.).

A műtrágya százalékos cinktartalmát a következő képlettel lehet kiszámítani:

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

Ha a J/3. fejezetet használtuk:

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

ahol:

Zn	= a cink mennyisége a műtrágya százalékában kifejezve,
X_s	= a műtrágyaoldat koncentrációja μ g/ml-ben,
X_b	= a vakoldat koncentrációja μ g/ml-ben,
V	= a J/1. vagy J/2. fejezet szerint nyert kivonat-oldat mennyisége ml-ben,
D	= a (6.2.) pontban végzett hígítás tényezője,
M	= a J/1. vagy J/2. fejezet szerint vett vizsgálati minta tömege g-ban.

A D hígítási tényező számítása: ahol (a1), (a2), (a3), ... (ai) és (a) az egymást követő alikvot részek, és (v1), (v2), (v3), ... (vi) és (100) a hígításuknak megfelelő mennyiségek, a D hígítási tényező:

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

3. számú melléklet az 50/2003. (V. 9.) FVM rendelethez

[8. számú melléklet a 8/2001. (I. 26.) FVM rendelethez]

**A magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák jellemzőinek,
robbanó képességének ellenőrzésére vonatkozó eljárások**

A 2. számú melléklet 1. MŰTRÁGYÁK fejezetének 1.3. pontjában és a 3. számú melléklet 1. MŰTRÁGYÁK fejezetének 1.3. pontjában meghatározott tulajdonságok határértékeinek való megfelelés ellenőrzésére szolgáló módszerek.

I. A HŐKEZELÉSI CIKLUSOK ALKALMAZÁSÁNAK MÓDSZEREI

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer meghatározza az olaj-visszatartási (porozitási) és robbanóképesség vizsgálat végrehajtása előtti hőkezelési ciklusok alkalmazására vonatkozó eljárásokat a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák esetében.

2. A 2. SZÁMÚ MELLÉKLET 1. MŰTRÁGYÁK FEJEZETÉNEK 1.3. PONTJÁBAN HIVATKOZOTT OLAJ-VISSZATARTÁSI VIZSGÁLATOT MEGELŐZŐ HŐKEZELÉSI CIKLUSOK

2.1. Alkalmazási terület

Ez az eljárás a műtrágya olajvisszatartásának meghatározása előtt alkalmazott hőkezelési ciklus eljárásra vonatkozik. Az alkalmazandó hőkezelési ciklusok száma kettő.

2.2. Alapelv és fogalom-meghatározás

A vizsgálati minta felmelegítése szoba hőmérsékletről 50 °C-os hőmérsékletre és ezen való tartása két órán keresztül (50 °C-os fázis). A minta lehűtése 25 °C-ra és ezen a hőmérsékleten való tartása két órán keresztül (25 °C-os fázis).

A két egymást követő 50 °C-os és 25 °C-os fázis alkot egy hőkezelési ciklust.

Az olajvisszatartás meghatározása céljából két hőkezelési ciklusnak kitett mintát 203 °C-os hőmérsékleten kell tartani.

2.3. Készülékek

Normál laboratóriumi felszerelés, különösen:

- 25 l, illetve 50 ± 1 °C-os termosztált vízfürdők,
- Erlenmeyer-lombikok, 150 ml-es.

2.4. Eljárás

Az egyes vizsgálati mintákból mérjük 70 ± 5 grammot egy-egy Erlenmeyer-lombikba, és dugóval zárjuk le.

Az egyes lombikokat helyezzük át minden két órában az 50 °C-os fürdőből a 25 °C-os fürdőbe és viszont.

Az egyes fürdőkben a víz hőmérsékletét tartjuk állandó értéken, valamint a vizet tartjuk gyors keveréssel mozgásban annak érdekében, hogy a vízszint a minta szintje felett legyen. A dugót védjük meg a vízpára lecsapódástól habgumi kupakkal.

3. A 2. SZÁMÚ MELLÉKLET 1. MŰTRÁGYÁK FEJEZETÉNEK 1.3. PONTJÁBAN HIVATKOZOTT ROBBANÓ-KÉPESSÉG VIZSGÁLATOT MEGELŐZŐ HŐKEZELÉSI CIKLUSOK

3.1. Alkalmazási terület

Ez az eljárás a robbanó-képesség vizsgálat előtti hőkezelési ciklusos vizsgálatra vonatkozik.

Az alkalmazandó hőkezelési ciklusok száma öt.

3.2. Alapelv és fogalom meghatározás

Vízálló tartályban a mintát a szoba hőmérsékletről melegítjük fel 50 °C-ra, és tartjuk ezen a hőmérsékleten egy órán keresztül (50 °C-os fázis). Ezután a mintát hűtjük le 25 °C-ra, és tartjuk ezen a hőmérsékleten egy órán keresztül (25 °C-os fázis). Az 50 °C-os és a 25 °C-os fázis egymás utáni kombinációja alkot egy hőkezelési ciklust. A megfelelő számú hőkezelési ciklus után a mintát tartjuk 20 ± 3 °C-os hőmérsékleten a robbanó-képesség vizsgálat végrehajtásáig.

3.3. Készülék

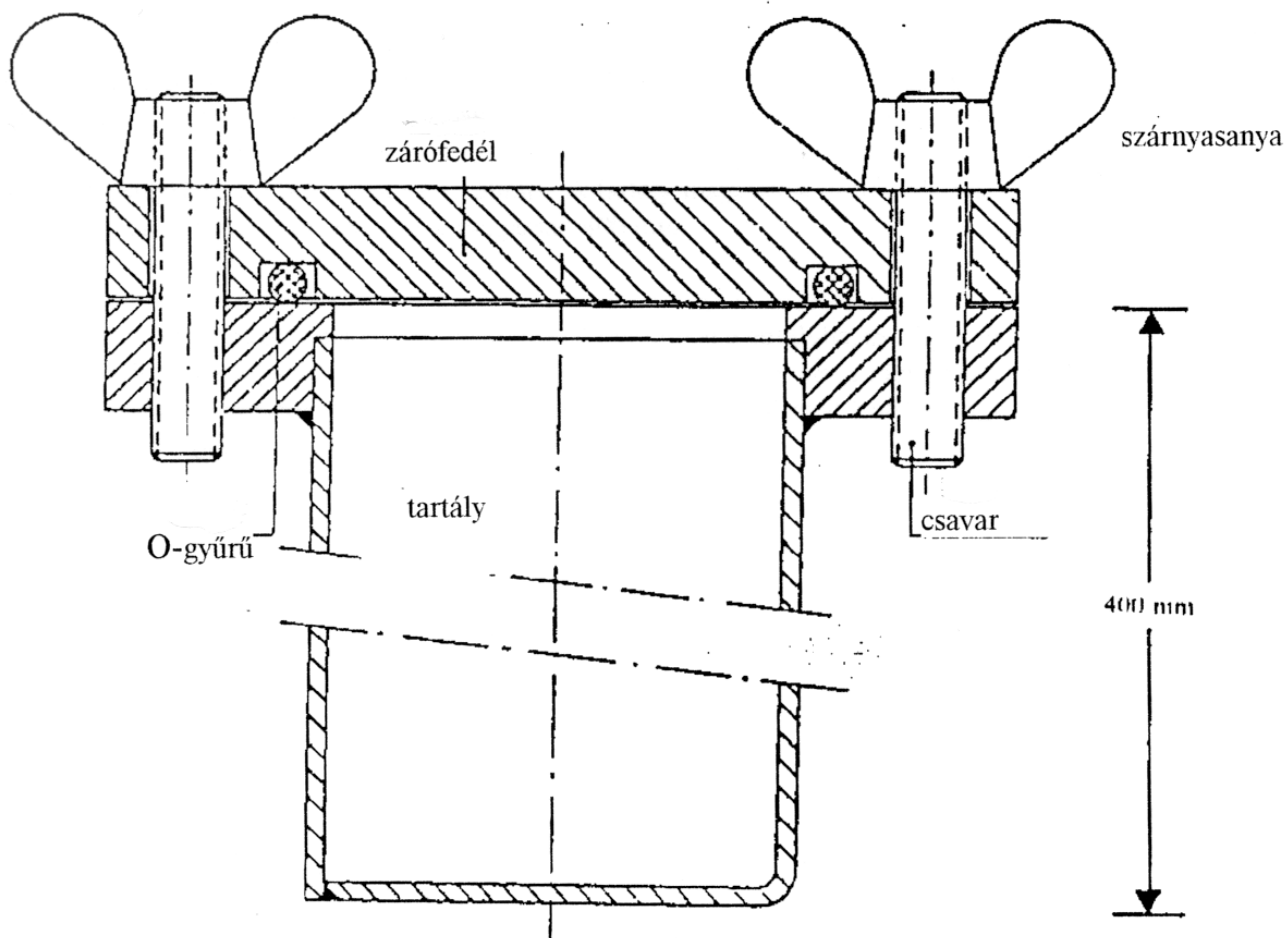
— 20 és 51 °C között termosztált vízfürdő, amelynek minimális melegedési és hűtési sebessége legalább 10 °C/h, vagy két vízfürdő, amelyek közül az egyik 20 °C-on termosztált, a másik 51 °C-on. A vízfürdőkben a vizet folyamatosan keverni kell; a fürdő méretének elég nagynek kell lennie ahhoz, hogy a víz megfelelő áramlását biztosítsa.

— Rozsdamentes acél tartály, amely mindenütt vízzáró, és a közepén termoelemmel van ellátva. A tartály külső szélessége 45 (2) mm, falvastagsága 1,5 mm (lásd az 1. ábrát). A tartály magassága és hosszúsága a vízfürdő méreteinek megfelelően választható meg, pl. a hosszúság 600 mm, a magasság 400 mm.

3.4. Eljárás

Helyezzünk egy robbantáshoz szükséges mennyiségű műtrágyát a tartályba, és zárjuk le a zárófedelet. Helyezzük a tartályt a vízfürdőbe. Melegítsük fel a vizet 51 °C-ra, és mérjük meg a hőmérsékletet a műtrágya közepén. Egy órával azután, hogy a hőmérséklet a középpontban elérte az 50 °C-t, a vizet hűtsük le. Egy órával azután, hogy a hőmérséklet a középpontban 25 °C-ra süllyedt, a vizet újra melegítsük fel a második ciklus megkezdéséhez.

1. ábra Az olajvisszatartás meghatározása



II. AZ OLAJVISSZATARTÁS MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák olajvisszatartásának meghatározására vonatkozó eljárást határozza meg.

A módszer alkalmazható mind szemcsézett, mind granulált műtrágyáknál, amelyek nem tartalmaznak olajban oldódó anyagokat.

2. FOGALOMMEGHATÁROZÁS

Egy műtrágya olajvisszatartása: a műtrágya által visszatartott olaj tömegszázalékban kifejezett mennyisége a meghatározott vizsgálati feltételek között.

3. ALAPELV

A vizsgálati mennyiség meghatározott időre teljes bemerítésre kerül a gázolajba, amit a fölös olaj meghatározott feltételek mellett történő eltávolítása követ. Ezután a vizsgált anyagmennyiség tömegnövekedésének mérése történik.

4. REAGENS

Gázolaj

Maximális viszkozitás: 5 mP 40 °C-on.

Sűrűség: 0,8 és 0,85 g/ml között 20 °C-on.

Kéntartalom: $\leq 1,0\%$ (tömegszázalék)

Hamu: $\leq 0,1\%$ (tömegszázalék)

5. KÉSZÜLÉKEK

Szokásos laboratóriumi felszerelés, és:

5.1. Legalább 0,01 gramm pontosságú mérleg

5.2. Főzőpoharak, 500 ml-es.

5.3. Műanyagból készült tölcser, lehetőleg henger alakú fallal a felső végénél, megközelítőleg 200 mm átmérőjű.

5.4. A tölcserbe (5.3.) illő vizsgáló szita, 0,5 mm lyukméretű.

Megjegyzés:

A tölcser és a szita méretének olyannak kell lennie, hogy csupán néhány szemcse legyen egymáson és az olaj könnyen eltávozhasson.

5.5. Szűrőpapír, gyors szűrőképességű, krepp, puha, tömege 150 g/m².

5.6. Abszorbens kendő (laboratóriumi minőség).

6. ELJÁRÁS

Két külön párhuzamos meghatározás történik gyors egymásutánban ugyanannak a vizsgálati mintának a különböző részletein.

6.1. A vizsgáló szita (5.4.) segítségével távolítsuk el a 0,5 mm-nél kisebb részecskéket. 0,01 gramm pontossággal mérjünk be 50 gramm mintát a főzőpohárba (5.2.). Adjunk elegendő mennyiségű gázolajat (4. rész) úgy, hogy teljesen befedje a szemcséket, és óvatosan keverjük, hogy az olaj az összes szemcse teljes felületét benedvesítse. Fedjük be a főzőpoharat óraüveggel, és hagyjuk állni egy órán keresztül 25 ± 2 °C-on.

6.2. Szűrjük le a főzőpohár teljes tartalmát a vizsgáló szitával (5.4.) ellátott tölcseren keresztül (5.3.). Hagyjuk a szűrőn a fennmaradt mennyiséget egy órán keresztül, hogy az olaj főleg legnagyobb része lefolyhasson.

6.3. Egy sima felületen fektessünk két szűrőpapírt (5.5.) (500 × 500 mm) egymásra; hajtsuk mindkét szűrőpapír négy szélét felfelé körülbelül 40 mm szélességig, hogy ez megakadályozza a szemcsék leszóródását. Helyezzünk két réteg abszorbens kendőt a szűrőpapírok közé. Öntsük ki a szűrő (5.4.) teljes tartalmát az abszorbens kendőre, és puha, sima ecsettel terítsük el egyenletesen a szemcséket. Két perc elteltével emeljük fel az abszorbens kendők egyik oldalát, hogy a szemcsék átkerüljenek az alul lévő szűrőpapírokra, és terítsük el egyenletesen a szemcséket az ecsettel. Helyezzünk egy másik szűrőpapírt — hasonlóan felfelé hajtott szélekkel — a mintára, és körkörös mozdulatokkal, gyenge nyomást gyakorolva görgessük a szemcséket a két szűrőpapír között. Minden nyolcadik kör után tartsunk szünetet, és emeljük fel a szűrőpapírok szemben lévő oldalait, hogy a szélre került szemcsék visszakerüljenek a középre. Alkalmazzuk a következő eljárást: végezzünk négy teljes körzést, először az óramutató járásával megegyezően, majd az óramutató járásával ellenkezően. Ezután görgessük vissza a szemcséket a fent leírt módon. Ezt az eljárást háromszor ismételjük meg (24 körzés, a szélek kétszer kerülnek felemelésre). Óvatosan helyezzünk új szűrőpapírt az alsó és a felette lévő lap közé, és a felső lap szélét felemelve engedjük a szemcséket legurulni az új lapra. Borítsuk be a szemcséket új szűrőpapírral, és ismételjük meg a fent leírt eljárást. Közvetlenül a görgetés után öntsük a szemcséket kitarázott edénybe, és a visszatartott gázolaj tömegének meghatározásához újra mérjük meg 0,01 gramm pontossággal.

6.4. A görgetési eljárás megismétlése és a mérés megismétlése

Ha a visszatartott gázolaj mennyisége a vizsgálati anyagban meghaladja a 2,00 grammot, helyezzük a vizsgálati anyagot új szűrőpapírokra, és ismételjük meg a görgetési eljárást, a sarkokat a 6.3. résznek megfelelően felemelve (kétszer nyolc körzés, egy felemelés). Ezután mérjük meg újra a vizsgálati mennyiséget.

7. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

7.1. A számítás módja és a képlet

Az olajvisszatartás mértékét az egyes meghatározások esetében a megszárt vizsgálati minta mennyiség tömegszázalékában kifejezve a következő egyenlet adja meg:

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

ahol:

m_1 = a szárt vizsgálati mintamennyiség (6.1.) tömege grammban kifejezve;

m_2 = a 6.3., illetve a 6.4. résznek megfelelő vizsgálati mintamennyiség tömege grammban kifejezve az utolsó mérés alapján.

Eredményként a két külön párhuzamos meghatározás számtani közepét vegyük.

III. AZ ÉGHETŐ ALKOTÓRÉSZEK MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát műtrágyák éghetőanyag-tartalom meghatározását szolgáló eljárást írja le.

2. ALAPELV

A szervesen töltőanyagokból keletkező szén-dioxidot előzetesen savval eltávolítjuk. A szerves alkotórészeket króm-sav/kénsav keverék segítségével oxidáljuk. A képződött szén-dioxidot bárium-hidroxid oldatban elnyeletjük. A csapadékot sósavoldatban oldjuk fel, és nátrium-hidroxid oldattal történő visszatitrálással mérjük.

3. REAGENSEK

3.1. Analitikai minőségű króm-trioxid Cr_2O_3 .

3.2. Kénsav, 60 v/v%:

Töltsünk 360 ml vizet egy egyliteres főzőpohárba, és óvatosan adjunk hozzá 640 ml kénsavat (sűrűség 20°C -on = 1,83 g/ml).

3.3. Ezüst-nitrát: 0,1 mol/l-es oldat.

3.4. Bárium-hidroxid:

Mérjünk ki 15 gramm bárium-hidroxidot ($\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$), és teljesen oldjuk fel forró vízben. Hagyjuk kihűlni, és töltsük át egy egyliteres mérőlombikba. Töltsük fel a jelig, és keverjük össze. Szűrjük át redős szűrőpapíron.

3.5. Sósav: 0,1 M mérőoldat.

3.6. Nátrium-hidroxid: 0,1 mól/l mérőoldat.

3.7. Brómfenol-kék: 0,4 gramm/liter koncentrációjú vizes oldata.

3.8. Fenolftalein: 2 gramm/liter koncentrációjú 60% térfogat százalékos etanolos oldata;

3.9. Nátrium-karbonát: szemcseméret 1,0 és 1,5 mm között.

3.10. Ioncserélt víz, frissen forralt a szén-dioxid eltávolításáért.

4. KÉSZÜLÉK

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés, különösen:

— 15 ml kapacitású szűrőtégely zsugorított üveggel; a korong átmérője: 20 mm; teljes magasság: 50 mm; porozitás 4 (pórusátmérő 5 és 15 mm között);

— 600 ml-es főzőpohár.

4.2. Sűrített nitrogén-adagoló.

4.3. A készülék a következő alkatrészekből áll, és lehetőség szerint csiszolt gömb csőcsatlakozással kerül összeszerelésre (lásd a 2. ábrát).

4.3.1. Körülbelül 200 mm hosszú és 30 mm átmérőjű abszorpciós cső (A), nátrium-karbonáttal (3.9.) töltött, amelyet üveggyapot dugó tart a helyén.

4.3.2. 500 ml-es B reakcióedény, kétnyakú gömblombik

4.3.3. Vigreux frakcionáló oszlop (C'), körülbelül 150 mm hosszú.

4.3.4. Dupla falú hűtő ©, 200 mm hosszú.

4.3.5. Drechsel-palack (D), amely az esetlegesen átdesztillálódó felesleges sav felfogására szolgál.

4.3.6. Jégfürdő (E) a Drechsel-palack hűtésére.

4.3.7. Két darab gázmosó (F_1 és F_2), 32 és 35 mm közötti átmérőjű, amelynek gázelosztója 10 mm-es alacsony porozitású zsugorított üveglemez.

4.3.8. Vákuumszivattyú és vákuumszabályozó készülék (G), amely T üvegcsövet tartalmaz az áramlási körbe helyezve, és a szabad vége egy Hoffman-szorítóval ellátott rövid gumicsövön keresztül egy vékony kapilláriszhoz csatlakozik.

Figyelem:

Forrásban lévő krómkénsav oldat használata csökkentett nyomás alatt levő készülékben veszélyes művelet, és megfelelő óvintézkedések megtételét igényli.

5. ELJÁRÁS

5.1. Mintavétel elemzés céljára

Mérjük ki körülbelül 10 gramm ammónium-nitrátot 0,001 gramm pontossággal.

5.2. A karbonátok eltávolítása

Helyezzük az elemzendő mintát a B reakcióedénybe. Adjunk hozzá 100 ml kénsavat (3.2.). Szobahőmérsékleten a szemcsék körülbelül 10 perc alatt feloldódnak. Állítsuk össze a készüléket a 2. ábrán látható módon. Csatlakoztassuk az abszorpciós cső (A) egyik végét a nitrogénforráshoz (4.2.) egy visszacsapó szelepen keresztül, amely 5—6 mm közötti higanyt tartalmaz, a másik végét pedig a reakcióedénybe vezető gázbevezető csőhöz csatlakoztassuk. Szereljük fel a lombikra (B) a Vigreux frakcionáló oszlopot (C') és a duplafalú hűtőt (C), és indítsuk el a hűtővizet. Állítsuk be a nitrogént úgy, hogy mérsékeltén áramoljon az oldaton keresztül, forraljuk fel az oldatot, és tartsuk forrásban két percig. Ezután már nem szabad pezsegni. Amennyiben mégis buborékok figyelhetők meg, folytassuk a forralást további harminc percig. Hagyjuk az oldatot legalább 20 percig hűlni, miközben a nitrogén tovább áramlik rajta keresztül.

Fejezzük be a készülék rajz szerinti összeszerelését úgy, hogy a hűtő csövét a Drechsel-palackhoz (D), a palackot pedig az F₁ és F₂ gázmosóhoz csatlakoztatjuk. Az összeszerelési művelet alatt a nitrogénnek folyamatosan áramolnia kell az oldaton keresztül. Gyorsan adjunk 50-50 ml bárium-hidroxid oldatot (3.4.) a gázmosók (F₁ és F₂) mindegyikébe.

Buborékkoltassunk keresztül nitrogént körülbelül 10 percen át. Az oldatnak tisztának kell maradnia a gázmosókban. Amennyiben nem így lenne, a karbonát mentesítő eljárást meg kell ismételni.

5.3. Oxidáció és abszorpció

Miután kihúztuk a kétnyakú gömblombikból (4.3.2.) a nitrogéntápcsövet, gyorsan adagoljunk be 20 gramm króm-trioxidot (3.1.) és 6 ml ezüst-nitrát oldatot (3.3.) a reakcióedény (B) oldalsó nyakán keresztül. Csatlakoztassuk a készüléket a vákuumszivattyúhoz, és állítsuk be úgy a nitrogénáramlást, hogy az F₁ és F₂ zsugorított üveg gázmosón a buborékok állandó árama haladjon keresztül.

Melegítsük a reakcióedényt (B), amíg a folyadék forrni kezd, és tartsuk forrásban másfél órán keresztül¹. A nitrogénáramlás szabályozása miatt szükségesnek bizonyulhat a vákuumszabályozó szelep (G) utánállítása, mivel lehetséges, hogy a vizsgálat alatt kicsapódott bárium-karbonát eltömi a zsugorított üveg lemezeket. A művelet akkor kielégítő, ha az F₂ gázmosóban lévő bárium-hidroxid oldat tiszta marad. Ellenkező esetben ismételjük meg a vizsgálatot. Hagyjuk abba a melegítést, és szedjük szét a készüléket. A bárium-hidroxid eltávolításához mossuk el mindegyik gázelosztót mind kívül, mind belül, és gyűjtsük össze a mosásterméket a megfelelő gázmosóban. Helyezzük a gázelosztókat, egyiket a másik után egy 600 ml-es főzőpohárba, amelyet később a meghatározás során fogunk használni.

A zsugorított-üveg szűrőtégelyt használva gyorsan szűrjük meg vákuum alatt először az F₂, majd az F₁ gázmosó tartalmát. Gyűjtsük össze a csapadékot a gázmosók vízzel (3.10.) történő átmosásával, és mossuk át a tégelyt az ugyanebből a vízből vett 50 ml-es mennyiséggel. Helyezzük a szűrőtégelyt a 600 ml-es főzőpohárba, és adjunk hozzá körülbelül 100 ml vizet. Öntsünk körülbelül 50 ml kiforralt vizet mindegyik gázmosóba, és öt percen át buborékkoltassunk nitrogént a gázelosztókon keresztül. Egyesítsük a vizet a főzőpohárból származóval. Ismételjük meg a műveletet még egyszer, hogy a gázelosztók átmosása alapos legyen.

5.4. A szerves anyagból származó karbonátok mérése

Adjunk öt csepp fenoltaleint (3.8.) a főzőpohár tartalmához. Az oldat színe pirosra változik. Titráljuk sósavval (3.5.), amíg a rózsaszín szín éppen eltűnik. Alaposan keverjük az oldatot, hogy biztosak lehessünk benne, a rózsaszín szín nem tér vissza. Adjunk hozzá öt csepp brómfenol-kéket, és titráljuk sósavval, amíg az oldat színe sárgává nem válik. Adjunk hozzá további 10 ml sósavat (3.5.).

Melegítsük az oldatot forráspontig, és folytassuk a forralását legfeljebb egy percig. Gondosan ellenőrizzük, hogy ne maradjon csapadék a folyadékban.

Hagyjuk kihűlni, és titráljuk vissza nátrium-hidroxid oldattal (3.6.).

6. VAKPRÓBA

Hajtsunk végre vakpróbát ugyanezt az eljárást követve és az összes reagensből ugyanilyen mennyiséget használva.

¹ Ezüst-nitrát katalizátor jelenlétében a szerves anyagok nagyobb részének esetében a másfél órás reakcióidő elégségesnek bizonyul.

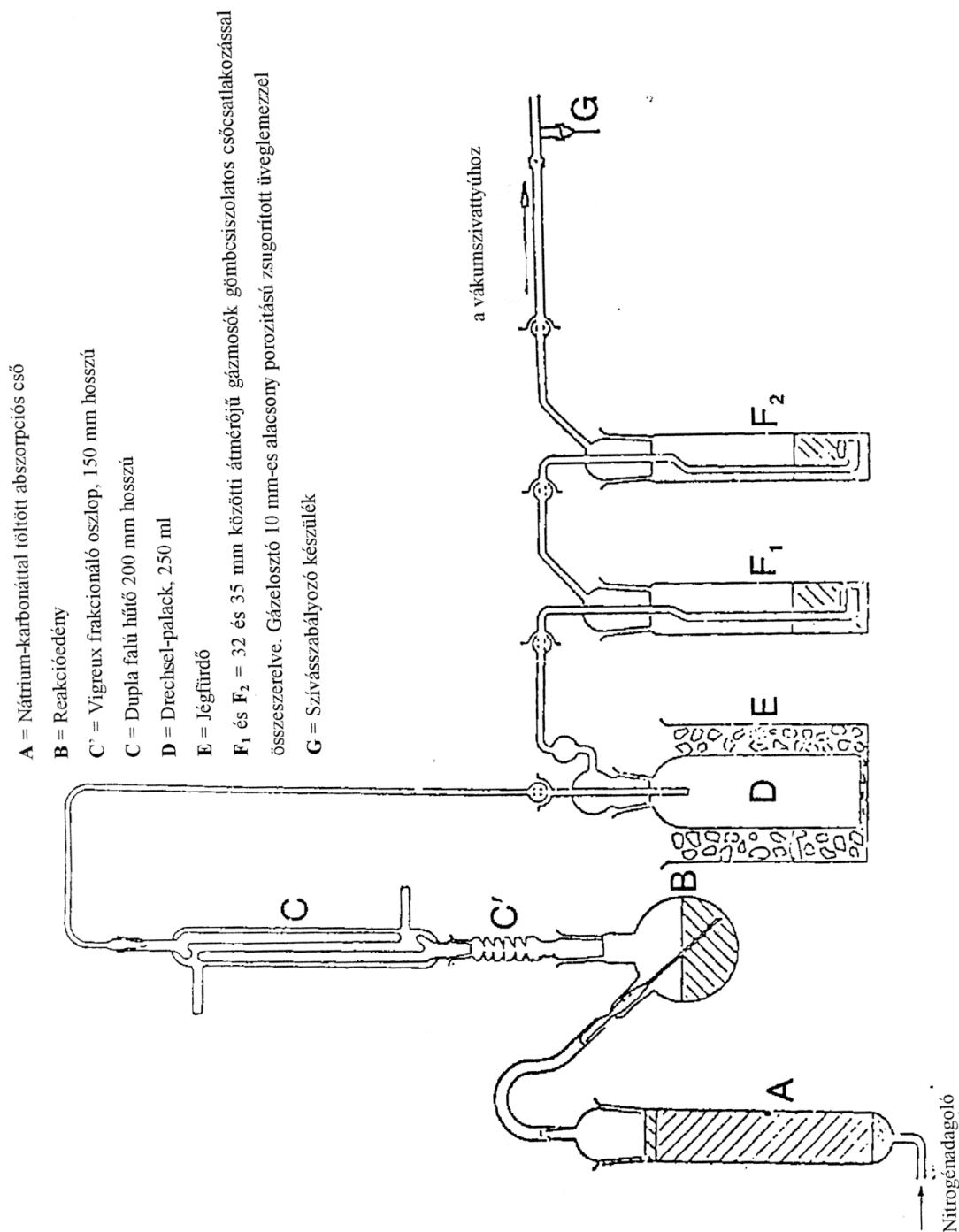
7. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

A minta tömegszázalékában, szénként kifejezett éghetőanyag-tartalmat (C) a következő képlet adja meg

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

ahol:

- E = a vizsgálati anyagmennyiség tömege grammban kifejezve,
 V₁ = a fenolftalein színében bekövetkezett változás után hozzáadott 0,1 M sósav teljes mennyisége ml-ben kifejezve,
 V₂ = a visszatitrálásra használt 0,1 M nátrium-hidroxid mennyisége ml-ben kifejezve.



IV. A pH-ÉRTÉK MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák oldatának pH-értékének mérési eljárását határozza meg.

2. ALAPELV

Az ammónium-nitrát oldat pH-értékének mérése pH-mérő segítségével.

3. REAGENSEK

Desztillált vagy ioncserélt víz, szén-dioxid mentesített.

3.1. 20 °C-on 6,88 pH-értékű pufferoldat

Oldjunk fel $3,40 \pm 0,01$ gramm káliumdihidrogén-ortofoszfátot (KH_2PO_4) körülbelül 400 ml vízben. Azután oldjunk fel $3,55 \pm 0,01$ gramm dinátriumhidrogén-ortofoszfátot (Na_2HPO_4) körülbelül 400 ml vízben. Veszteség nélkül töltsük át a két oldatot egy 1000 ml-es mérőlombikba, töltsük fel jelig, és keverjük össze. Tartsuk ezt a folyadékot egy légmentesen záró edényben.

3.2. 20 °C-on 4,00 pH-értékű pufferoldat

Oldjunk fel $10,2 \pm 10,01$ gramm káliumhidrogén-ftalátot ($\text{KHC}_3\text{O}_4\text{H}_4$) vízben, töltsük át veszteség nélkül egy 1000 ml-es mérőlombikba, töltsük fel jelig, és keverjük össze.

Tartsuk ezt a folyadékot légmentesen záró edényben.

3.3. A kereskedelmi forgalomban beszerezhető pH-szabványoldatok használhatók.

4. KÉSZÜLÉK

Üveg és kalomel vagy ezekkel egyenértékű elektródákkal felszerelt, 0,05 pH-egység érzékenységgű pH-mérő.

5. ELJÁRÁS

5.1. A pH-mérő kalibrálása

Kalibráljuk a pH-mérőt (4.) 20 ± 1 °C-on a (3.1.), (3.2.) vagy (3.3.) pufferoldatok használatával. Vezessünk az oldat felületére lassú nitrogénáramot, és ezt az áramot tartsuk fenn az egész vizsgálat során.

5.2. Meghatározás

Töltsünk 100,0 ml vizet $10 (\pm 0,01)$ grammnyi mintára egy 250 ml-es főzőpohárban. Távolítsuk el az oldhatatlan anyagokat szűréssel, dekantálással vagy centrifugálással. Mérjük meg a tiszta oldat pH-értékét 20 ± 1 °C-on ugyanazzal az eljárással, mint a pH-mérő kalibrálásakor.

6. AZ EREDMÉNY KIFEJEZÉSE

Fejezzük ki az eredményeket pH-egységekben 0,1 egység pontossággal, és tüntessük fel az alkalmazott hőmérsékletet.

V. A SZEMCSEMÉRET MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát műtrágyák szitaelemzésének eljárását határozza meg.

2. ALAPELV

A vizsgálati minta szitálása három szitából álló szitasoron kézzel vagy mechanikus módon történik. Az egyes szitákon fennmaradt anyag tömege rögzítésre kerül, és kiszámítják a szükséges szitákon átjutott anyag százalékos arányát.

3. KÉSZÜLÉK

3.1. 200 mm átmérőjű drótszövet vizsgálati sziták egyenként 2,0 mm-es, 1,0 mm-es és 0,5 mm-es lyukmérettel a szabvány méreteknak megfelelően. Egy-egy fedél és egy-egy gyűjtőtartály mindegyik szitasorhoz.

3.2. 0,1 gramm mérési pontosságú mérleg.

3.3. Mechanikus szitarázó készülék (ha rendelkezésre áll), amely képes a vizsgálati minta mind függőleges, mind vízszintes irányú mozgatására.

4. ELJÁRÁS

4.1. A mintát körülbelül 100 grammos reprezentatív részekre osztjuk.

4.2. Mérjük meg az egyik ilyen részt 0,1 gramm pontossággal.

4.3. Rendezzük el a szitákból képzett szitasort emelkedő sorrendben: gyűjtőtartály, 0,5 mm-es, 1,0 mm-es, 2,0 mm-es, és helyezzük a lemért vizsgálati anyag mennyiségét a legfelső szitára. Illesszük a fedőt a szitasor tetejére.

4.4. Rázzuk kézzel vagy géppel, mind függőlegesen, mind vízszintesen mozgatva, és amennyiben a rázás kézzel történik, néha megütögetve. Folytassuk ezt az eljárást 10 percig, vagy addig, amíg az egyes szitákon egy perc alatt áthaladó anyag mennyisége már kevesebb, mint 0,1 gramm.

4.5. Távolítsuk el sorban a szitákat a szitasorból, és gyűjtjük össze az általuk felfogott anyagot, szükség esetén finom ecsettel seperjük le az anyagot a szita hátoldaláról.

4.6. Mérjük meg az egyes sziták által felfogott és a gyűjtőtartályban összegyűlt anyagot 0,1 grammos pontossággal.

5. AZ EREDMÉNYEK ÉRTÉKELÉSE

5.1. Számoljuk ki az egyes gyűjtött részek tömegértékét a résztömeg értékek összegének százalékos arányában (nem az eredeti mennyiséghez viszonyított százalékos arányra).

Számoljuk ki a százalékos arányt a gyűjtőtartályban (vagyis < 0,5 mm): A%

Számoljuk ki a százalékos arányt a 0,5 mm-es szitán fennmaradt anyag vonatkozásában: B%

Számoljuk ki az 1,0 mm-es szitán áthaladt anyag mennyiségét, vagyis (A + B)%

A résztömegek összegének az eredeti tömeg 2%-án belül kell maradnia.

5.2. Legalább két külön elemzést kell elvégezni, és az A esetében az eredmények nem térhetnek el 1,0%-nál nagyobb mértékben, a B esetében pedig 1,5%-nál nagyobb mértékben. Egyéb esetben ismételjük meg a vizsgálatot.

6. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

Rögzítsük a kétszeri méréssel kapott A és az A + B értékek középértékét.

VI. A KLÓRTARTALOM MEGHATÁROZÁSA (KLORIDIONKÉNT)

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú ammónium-nitrát műtrágyák klórtartalmának (kloridionként való) meghatározására vonatkozó eljárást határozza meg.

2. ALAPELV

A vízben oldott kloridionokat ezüst-nitráttal savas közegben potenciometrikus titrálással határozzuk meg.

3. REAGENSEK

Kloridmentes desztillált vagy ioncserélt víz.

3.1. Aceton.

3.2. Koncentrált salétomsav (sűrűség 20 °C-on = 1,40 g/ml).

3.3. Ezüst-nitrát 0,1 mol/l mérőoldat — ezt az oldatot barna üvegben tároljuk.

3.4. Ezüst-nitrát 0,004 mol/l mérőoldat — ezt az oldatot felhasználáskor készítjük el.

3.5. Kálium-klorid, 0,1 mol/l szabvány referenciaoldat. Mérjünk ki 0,1 gramm pontossággal 3,7276 gramm analitikai minőségű kálium-kloridot, amelyet megelőzően kemencében 130 °C-on egy órán keresztül szárítottunk, majd exsikkátorban hűtöttünk le a környezeti hőmérsékletre. Oldjuk fel kevés vízben, töltsük át az oldatot veszteség nélkül 500 ml-es mérőlombikba, hígítsuk fel a jelleg, és keverjük össze.

3.6. Kálium-klorid, 0,004 mol/l szabvány referenciaoldat — ezt az oldatot felhasználáskor készítjük el.

4. KÉSZÜLÉK

4.1. Ezüstindikátor elektróddal és kalomel referenciaelektroddal felszerelt potenciométer, amelynek érzékenysége 2 mV, és —500-tól + 500 mV-ig használatos.

4.2. Telített kálium-nitrát oldatot tartalmazó mérőhíd, amely a kalomel-elektroddhoz (4.1.) csatlakozik, és amely a végein porózus dugaszokkal van lezárva.

Figyelem: A hídra nincs szükség, amennyiben ezüst- és higany¹ szulfát elektródot használunk.

4.3 Mágneses keverő, teflonbevonatú rúddal.

4.4 Finom végű, 0,01 ml-es osztásokkal ellátott mikrobüretta.

5. ELJÁRÁS

5.1. Az ezüst-nitrát oldat titerének beállítása

Mérjünk 5,00 ml és 10,00 ml szabvány referencia kálium-klorid oldatot (3.6.), és töltsük két megfelelő méretű (például 250 ml-es), alacsony főzőpohárba. Végezzük el mindkét főzőpohár tartalmának titrálását az alábbiak szerint.

Adjunk 5 ml salétomsavat (3.2.), 120 ml acetont (3.1.) és annyi vizet, hogy a teljes mennyiség nagyjából 150 ml legyen. Helyezzük a mágneses keverő (4.3.) rúdját a főzőpohárba, és indítsuk be a keverőt. Merítsük be az ezüstelektrodot (4.1.) és a híd (4.2) szabad végét az oldatba. Kössük össze az elektródokat a potenciométerrel (4.1.), és miután meggyőződünk róla, hogy a készülék nullán áll, jegyezzük fel a kiinduló potenciál értékét.

Titráljunk a mikrobüretta (4.4.) használatával, először 4, illetve 9 ml ezüst-nitrát oldatot adagolva a használt szabvány referencia kálium-klorid oldatnak megfelelően. Folytassuk az adagolást 0,1 ml-es adagokban a 0,004 mol/l-es oldatok és 0,05 ml-es adagokban a 0,1 mol/l-es oldatok esetében. Az egyes hozzáadások után várjuk meg a potenciál stabilizálódását.

Egy táblázat első két oszlopába jegyezzük be a hozzáadott mennyiségeket és a megfelelő potenciálértékeket.

A táblázat harmadik oszlopában jegyezzük fel az E potenciál egymás utáni növekményeit (D_1E). A negyedik oszlopban jegyezzük fel a potenciálnövekmények (D_1E) közötti negatív vagy pozitív különbségeket (D_2E). A titrálásnak akkor érünk a végére, amikor az ezüst-nitrát oldathoz hozzáadott 0,1 vagy 0,05 ml-es adag (V_1) a D_1E -nek maximális értéket biztosít.

A reakció végének megfelelő ezüst-nitrát oldat pontos mennyiségének (V_{eq}) kiszámítására használjuk a következő képletet:

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

ahol:

- V_o = az ezüst-nitrát oldat összes mennyisége ml-ben kifejezve, amely közvetlenül alacsonyabb annál a mennyiségnél, amely a Δ_1E -nek maximális értéket biztosít,
- V_1 = az ezüst-nitrát oldat utolsó hozzáadott adagjának (0,1 vagy 0,05 ml) mennyisége ml-ben kifejezve,
- b = a Δ_2E utolsó pozitív értéke
- B = az utolsó pozitív és első negatív Δ_2E abszolút értékének összege (lásd a példákat az 1. táblázatban).

5.2. Vakpróba

Végezzünk vakpróbát, és vegyük figyelembe a végső eredmény kiszámolásánál.

A reagenseken végzett vakpróba V_4 eredményét ml-ben a következő képlet adja meg:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

ahol:

- V_2 = a kálium-klorid szabvány referenciaoldat 10 ml-es mennyisége titrálására fogyott ezüst-nitrát oldat pontos mennyiségének (V_{eq}) értéke ml-ben kifejezve,
- V_3 = a kálium-klorid szabvány referenciaoldat 5 ml-es mennyisége titrálására fogyott ezüst-nitrát oldat pontos mennyiségének (V_{eq}) értéke ml-ben kifejezve.

5.3. Ellenőrző próba

A vakpróba egyúttal annak ellenőrzésére is szolgál, hogy a készülék megfelelően működik, és a vizsgálati eljárást helyesen hajtották végre.

5.4. Meghatározás

Vegyünk egy részt a mintából 10 és 20 gramm közötti mennyiségben, és mérjük meg 0,01 gramm pontossággal. Vigyük át veszteség nélkül egy 250 ml-es főzőpohárba. Adjunk hozzá 20 ml vizet, 5 ml salétromsavat (3.2.), 120 ml acetont (3.1.) és annyi vizet, hogy a teljes mennyiség körülbelül 150 ml legyen.

Helyezzük a mágneses keverő (4.3.) rúdját a főzőpohárba, helyezzük a főzőpoharat a keverőre, és hozzuk mozgásba a keverőt. Merítsük bele az ezüstelektrodát (4.1.) és a híd (4.2.) szabad végét az oldatba, kössük össze az elektrodákat a potenciométerrel (4.1.), majd miután meggyőződünk róla, hogy a készülék nullán áll, jegyezzük fel a kiinduló potenciál értékét.

Mikrobürettából (4.4.) 0,1 ml-es részletekben történő adagolással titráljuk meg az ezüst-nitrát oldattal (3.3.). Az egyes hozzáadások után várjuk meg, amíg a potenciál stabilizálódik.

Folytassuk a titrálást az 5.1.-ben meghatározott módon, a harmadik bekezdéstől kezdve: „Egy táblázat első két oszlopába jegyezzük be a hozzáadott mennyiségeket és a megfelelő potenciálértékeket ...”

6. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

Az elemzés eredményét az elemzéshez kapott mintában található klór százalékos mennyiségeként fejezzük ki.

A klór (Cl) százalékos mennyiségét a következő képlet alapján számoljuk ki:

ahol:

- T = a használt ezüst-nitrát oldat molaritása,
- V_4 = a vakpróba (5.2.) eredménye ml-ben kifejezve,
- V_5 = a V_{eq} ml-ben kifejezett értéke a meghatározásnak (5.4.) megfelelően,
- m = a vizsgálati anyag bemért adagjának tömege grammban kifejezve.

1. táblázat

Példa

Az ezüst-nitrát oldat mennyisége V	Potenciál E	D ₁ E	D ₂ E
ml	mV		
4,80	176		
4,90	211	35	
5,00	283	72	+ 37
5,10	306	23	—49
5,20	319	13	—10
$V_{eq} = 4,9 + 0,1 \times \frac{37}{37 + 49} = 4,943$			

VII. A RÉZ MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák réztartalmának meghatározására vonatkozó eljárást írja le.

2. ALAPELV

A mintát hígított sósavban oldjuk fel, és a réztartalmat atomabszorpciós spektrofotometriával határozzuk meg.

3. REAGENSEK

3.1. Sósav (sűrűség 20 °C-on = 1,18 g/ml).

3.2. Sósav, 6 mol/l-es oldat.

3.3. Sósav, 0,5 mol/l-es oldat.

3.4. Ammónium-nitrát.

3.5. Hidrogén-peroxid, 30%-os

3.6. Rézoldat² (törzsoldat): mérjük ki 0,001 gramm pontossággal 1 gramm tiszta rezet, oldjuk fel 25 ml 6 mol/l-es sósav oldatban (3.2.), adjunk hozzá fokozatosan 5 ml hidrogén-peroxidot (3.5.), és hígítsuk fel 1 literre vízzel. Ebből az oldatból 1 ml 1000 µg rezet (Cu) tartalmaz.

3.6.1. Rézoldat (hígított): hígítsunk fel 10 ml törzsoldatot (3.6.) 100 ml-re vízzel, majd a kapott oldatból 10 ml-t hígítsuk fel újra 100 ml-re vízzel, a legvégül kapott oldat 1 ml-e 10 µg rezet (Cu) fog tartalmazni.

Ezt az oldatot közvetlenül a felhasználás előtt készítjük el.

4. KÉSZÜLÉK

Atomabszorpciós spektrofotométer réz lámpával (324,8 nm).

² A kereskedelemben kapható szabvány rézoldatot is használhatunk.

5. ELJÁRÁS

5.1. Az oldat előkészítése az elemzésre

Mérjük ki 0,001 gramm pontossággal 25 grammot a mintából, helyezük egy 400 ml-es főzőpohárba, óvatosan adjunk hozzá 20 ml sósavat (3.1.) (a szén-dioxid képződés miatt heves reakció jöhet létre). Szükség esetén adjunk hozzá még sósavat. Amikor a pezsgés abbamaradt, pároljuk szárazra, néha üvegpálcával kavargatva. Adjunk hozzá 15 ml 6 mol/l-es sósav oldatot (3.2.) és 120 ml vizet. Keverjük meg az üvegpálcával, amelyet hagyjunk a főzőpohárban, és fedjük be a főzőpoharat óraiüveggel. Forraljuk óvatosan az oldatot, amíg a feloldódás teljes nem lesz, majd hűtsük le.

Töltsük át az oldatot egy 250 ml-es mérőlombikba, a főzőpoharat 5 ml 6 mol/l-es sósavval (3.2.) és kétszer 5 ml forró vízzel átmosva. Töltsük fel a jelig 0,5 mol/l-es sósavval (3.3.), és gondosan keverjük össze.

Szűrjük át rézmentes szűrőpapíron³, az első 50 ml-t kiöntve.

5.2. Vakoldat

Készítsünk vakoldatot, amelyből csupán a mintát hagytuk ki. Ezt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

5.3. Meghatározás

5.3.1. A minta és a vakpróba oldatok előkészítése

Hígítsuk fel a mintaoldatot (5.1.) és a vakpróbára szánt oldatot (5.2.) 0,5 mol/l-es sósav oldattal (3.3.), hogy a réz koncentrációja a spektrofotométer optimális mérési tartományán belül legyen. Rendes körülmények között hígításra nincsen szükség.

5.3.2. A kalibráló oldatok előkészítése

A réz standardoldat (3.6.) 0,5 mol/l-es sósav oldattal való hígításával (3.3.) készítsünk legalább öt, a spektrofotométer optimális mérési tartományának (0-tól 5,0 mg/l Cu) megfelelő standardoldatot. Mielőtt feltöltenénk jelig, adjunk mindegyik oldathoz annyi ammónium-nitrátot (3.4.), hogy a koncentráció 10 vegyes százalék legyen.

5.4. Mérés

Állítsuk be a spektrofotométert (4.) 324,8 nm hullámhosszra oxidáló levegő-acetilén lángot használva. Porlasszuk be egymás után háromszor az egyes oldatokat: a kalibráló oldatot (5.3.2.), a mintaoldatot és a vakoldatot (5.3.1.), és a készüléket a beporlasztások között minden alkalommal mossuk át desztillált vízzel. Szerkesszük meg az analitikai mérőgörbét az összes standardoldat átlagos abszorbananciáját az ordinátán ábrázolva, a hozzá tartozó μ g/ml-ben kifejezett rézkoncentrációkat pedig mint abszcisszán felvéve.

Az analitikai mérőgörbe segítségével határozzuk meg a rézkoncentrációt a végső minta oldatban és a vakoldatban.

6. Az eredmények kifejezése

A vizsgálati minta tömegének, az elemzés során végrehajtott hígításoknak és a vakpróba értékének figyelembevételével számoljuk ki a minta réztartalmát. Az eredményt mgCu/kg-ban fejezzük ki.

VIII. A ROBBANÓKÉPESSÉG MEGHATÁROZÁSA

1. TÁRGY ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a magas nitrogéntartalmú egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák robbanási ellenálló képességének meghatározására vonatkozó eljárást határozza meg.

2. ALAPELV

A vizsgálati mintát acélcsőbe zárjuk, és detonációs hatásnak vetjük alá robbanásindító töltet segítségével. A robbanás terjedését a csövet a vizsgálat alatt vízszintesen tartó ólomhengerek összenyomódásának mértékéből határozzuk meg.

³ Whatman 541 vagy ezzel egyenértékű.

3. ANYAGOK

3.1. Plasztikus robbanóanyag, amely 83—86% penthritet tartalmaz

Sűrűség: 1500—1600 kg/m³

Detonációs sebesség: 7300—7700 m/s

Súly: 500 ± 1 gramm

3.2. Hét hajlékony robbanózsín darab nem fém hüvelyben

Töltőszúly: 11—13 g/m

Az egyes zsinórok hossza: 400 ± 2 mm

3.3. Másodlagos robbanóanyagból sajtolt pellet, mélyedéssel ellátva a detonátor befogadására.

Robbanóanyag: hexogén / viasz 95/5, tetril vagy más hasonló másodlagos robbanóanyag hozzáadott grafitral vagy anélkül.

Sűrűség: 1500—1600 kg/m³

Átmérő: 19—21 mm

Magasság: 19—23 mm

Középső mélyedés a detonátor befogadására: átmérő 7—7,3 mm, mélység 12 mm

3.4. ISO 65—1981—Heavy Series-ben meghatározott varrat nélküli acélcső, névleges méretek DN 100 (4'')

Külső átmérő: 113,1—115,0 mm

Falvastagság: 5,0—6,5 mm

Hossz: 1005 (± 2) mm

3.5. Fenéklemez

Anyag: jól hegeszthető minőségű acél

Méretek: 160 × 160 mm

Vastagság: 5—6 mm

3.6. Hat ólomhenger

Átmérő: 50 (± 1) mm

Magasság: 100—101 mm

Anyaguk: legalább 99,5%-os tisztaságú finomított ólom

3.7. Acéltömb

Hosszúság: legalább 1000 mm

Szélesség: legalább 150 mm

Magasság: legalább 150 mm

Tömeg: legalább 300 kg, ha nincs stabil alap az acéltömb számára

3.8. Műanyag vagy kartonpapír henger az indítótöltet számára

Falvastagság: 1,5—2,5 mm

Átmérő: 92—96 mm

Magasság: 64—67 mm

3.9. Detonátor (elektromos vagy nem elektromos) 8-tól 10-ig terjedő iniciációs erővel (Nóbel sor szerinti erőssé)

3.10. Fakorong

Átmérő: 92—96 mm. Az átmérőnek illeszkednie kell az acélcső (3.4.) belső átmérőjéhez

Vastagság: 20 mm

3.11. A detonátorral (3.9.) egyező méretű farúd

3.12. Gombostű (maximális hosszúság: 20 mm), valamint tűzőgép

4. ELJÁRÁS

4.1. Az indítótöltet előkészítése az acélcsőbe való behelyezésre

A szükséges felszerelés meglététől függően két módszer közül választhatunk az indítótöltet robbanóanyagának beindításához.

4.1.1. Hétpontos egyidejű iniciálás

A használatra előkészített indítótöltetet a 3. ábra mutatja.

4.1.1.1. Fúrjunk lyukakat a fakorongba (3.10.) a korong tengelyével párhuzamosan a középponton és hat lyukon keresztül, amelyek egy 55 mm átmérőjű koncentrikus kör mentén szimmetrikusan helyezkednek el. A lyukak átmérője a használt gyújtózsínór (3.2.) átmérőjétől függően 6 és 7 mm között legyen (lásd a 3. ábra A—B részét).

4.1.1.2. Vágjunk le hét, egyenként 400 mm-es darabot a hajlékony gyújtózsínórból (3.2.). Tiszta vágásokkal és a végek azonnali leragasztásával kerüljük el a robbanóanyag bármilyen veszteségét a végeknél. Dugjuk át a hét zsinórdarabot a fakorong (3.10.) hét lyukán úgy, hogy a korong másik oldalán néhány cm kiálljon a végükből. 5—6 mm-re az egyes zsinórdarabok végétől szúrjunk gombostűt (3.12.) átlósan a zsinórdarabok textilhüvelyébe, és kenjük be ragasztóval a zsinórokat kívül a gombostűktől 2 cm-es sávban. Végül húzzuk meg a zsinórok hosszabbik végét, hogy a gombostűk érintkezzenek a fakoronggal.

4.1.1.3. Formáljuk a plastik robbanóanyagot (3.1.) henger alakúra, amelynek átmérője a henger (3.8.) átmérőjétől függően 92 és 96 mm között van. Állítsuk ezt a hengert a talpára egy vízszintes felületen, és helyezzük bele a megformázott robbanóanyagot. Ezután helyezzük a hét gyújtózsínórt tartó fakorongot⁴ a henger tetejére, és nyomjuk le, bele a robbanóanyagba. Állítsuk be úgy a henger magasságát (64 és 67 mm között), hogy a legfelső pereme ne legyen feljebb a fa szintjénél. Végül kapcsok használatával rögzítsük a hengert a fakoronghoz, körben az egész kerületén.

4.1.1.4. Csoportosítsuk úgy a hét gyújtózsínór szabad végeit a farúd (3.11.) körül, hogy a végeik mind egy, a rúdra merőleges síkba kerüljenek. Ragasztószalaggal rögzítsük őket egy kötegbe a farúd körül⁵.

4.1.2. Központi iniciálás sajtolt pellettel

A használatra előkészített indítótöltetet a 2. ábra mutatja.

4.1.2.1. A sajtolt pellet előkészítése

A szükséges biztonsági intézkedések megtétele után helyezzünk 10 grammot a másodlagos robbanóanyagból (3.3.) egy 19 és 21 mm közötti átmérőjű formába, és sajtoljuk össze a megfelelő alakra és sűrűsége.

(Az átmérő-magasság aránya durván 1:1 legyen.)

A forma aljának közepén egy rögzítő-peceknek kell lennie, amely 12 mm magas, 7,0—7,3 mm átmérőjű (a használt detonátor átmérőjétől függően), és amely egy henger alakú mélyedést alakít ki a töltetben a detonátor későbbi behelyezéséhez.

4.1.2.2. Az indítótöltet előkészítése

Helyezzük a plastik robbanóanyagot a hengerbe (3.8.), amely függőlegesen áll sík felületen, majd nyomjuk le a sajtolószerszámmal, hogy a robbanóanyag henger alakú formát kapjon a közepén mélyedéssel. Helyezzük be az összesajtolt pelletet ebbe a mélyedésbe. Egy fakoronggal, amely közepén 7,0—7,3 mm közötti méretű lyukat tartalmaz a detonátor behelyezésére, fedjük be a henger alakúra formált és az összesajtolt pelletet tartalmazó robbanóanyagot. Kereszt alakban ragasztószalaggal rögzítsük egymáshoz a fakorongot és a hengert. Győződjünk meg róla, hogy a korongba fúrt lyuk és az összesajtolt pelletben lévő mélyedés a farúd behelyezésével egy tengelyű lett.

4.2. Az acélcsővek előkészítése a robbanási vizsgálathoz

Az acélcső (3.4.) egyik végénél fúrunk két átellenes helyen 4 mm átmérőjű lyukat merőlegesen az oldalfalon keresztül, 4 mm-re a végétől.

Rögzítsük hegesztéssel a fenéklapot (3.5.) a cső másik végéhez, teljesen kitöltve az alsó lap és a cső fala közötti derékszöget olvasztott fémmel, a cső teljes kerülete körül.

⁴ A korong átmérőjének minden esetben egyeznie kell a henger belső átmérőjével.

⁵ NB: Amíg a hat szélső, a kerületen elhelyezkedő zsinórnak feszesnek kell lennie az összeállítás után, a középső zsinórnak némileg lazának kell maradnia.

4.3. Az acélcső megtöltése és feltöltése

(Lásd a 3., 4. és 5. ábrát)

4.3.1. A vizsgálati mintát, az acélcsövet és az indítótöltetet $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$ -ra kell kondicionálni. Két robbanási vizsgálatához 16—18 kg vizsgálati anyag szükséges.

4.3.2. Állítsuk a csövet függőleges helyzetbe, hogy a négyzet alakú alsó fenéklemez szilárd, sima felületre, lehetőleg betonra támaszkodjon. Töltsük meg a csövet körülbelül magasságának egyharmadát a vizsgálati mintával, és egymás után ötször ejtsük függőlegesen 10 cm-ről a földre, hogy a szemcséket vagy granulátumokat, amennyire csak lehetséges, tömörítsük a csőben. A tömörítés gyorsítása érdekében a ledobások között összesen 10-szer ütögessük meg az oldalfalat 750—1000 gramm kalapáccsal.

Ismételjük meg ezt a betöltési módszert a vizsgálati minta újabb adagjával. Végül további mennyiséget úgy adagoljunk, hogy az a cső 10-szer végzett felemelése és leejtése, valamint az eközben összesen 20 kalapácsütés által végzett tömörítés után a felső végétől számított 70 mm-es távolságig töltsen meg a csövet.

Az acélcsőben a vizsgálati minta töltési magasságát úgy kell beállítani, hogy a később behelyezendő indítótöltet (4.1.1. vagy 4.1.2.) szoros érintkezésben legyen a mintával, annak teljes felületén.

4.3.3. Helyezzük be az indítótöltetet a csőbe úgy, hogy érintkezzen a mintával; a fakorong felső felületének 6 mm-rel a cső vége alatt kell lennie. Gondoskodjunk róla, hogy a robbanóanyag és a vizsgálati minta valóban szorosan érintkezzen, ha szükséges, a mintából kis mennyiségeket vegyünk el, vagy tegyünk hozzá. A 3. és 4. ábrán látható módon a cső nyitott végénél helyezzünk sasszegeket a lyukakon keresztül, hogy két végük a csőre támaszkodjon.

4.4. Az acélcső és az ólomhengerek elhelyezése

4.4.1. Számozzuk meg az ólomhengerek alját (3.6.) 1-től 6-ig. Csináljunk hat jelölést egymástól 150 mm-re a vízszintes alapon nyugvó acéltömb (3.7.) középvonalán úgy, hogy az első jelölés legalább 75 mm-re legyen a tömb szélétől. Helyezzünk függőlegesen minden egyes jelölésre egy ólomhengert úgy, hogy az egyes hengerek aljának közepét a jelölésre állítsuk.

4.4.2. A 4.3. szerint előkészített acélcsövet fektessük le vízszintesen az ólomhengerekre oly módon, hogy a cső tengelye párhuzamos legyen az acéltömb középvonalával, és a cső hegesztett vége 50 mm-rel nyúljon túl a 6. számú ólomhengeren. Hogy megakadályozzuk a cső legurulását, helyezzünk kisméretű faékeket az ólomhengerek és a cső fala közé (egyet minden oldalra), hogy helyezzünk kereszt alakban fadarabokat a cső és az acéltömb közé.

Megjegyzés: Győződjünk meg róla, hogy a cső érintkezik mind a hat ólomhengerrel; a cső felületének enyhe görbületét kiegyenlíthetjük a cső hosszanti tengelye körüli forgatásával; ha bármely ólomhenger túl hosszú lenne (100 mm), óvatosan ütögessük a kérdéses hengert kalapáccsal, ameddig el nem éri a szükséges magasságot.

4.5. Előkészület a robbantásra

4.5.1. Állítsuk össze a készüléket a 4.4. szerint egy bunkerben vagy más megfelelően előkészített föld alatti helyen (pl. bányában vagy alagútban). Ügyeljünk arra, hogy az acélcső hőmérséklete a robbantás előtt $20 \pm 5 ^\circ\text{C}$ -on maradjon.

Megjegyzés: Amennyiben a fenti robbantási helyek nem lennének biztosíthatóak, a műveletet el lehet végezni egy fagerendákkal betakart, betonbélélelű gödörben. A robbanás hatására acélzilánkok csapódhatnak szét nagy mozgási energiával, ezért a robbantást lakott területtől vagy közforgalmú utaktól megfelelő távolságra kell végezni.

4.5.2. Ha hétpontos iniciálással ellátott indítótöltetet használunk, ügyeljünk arra, hogy a gyújtózsínókat a 4.1.1.4. ponthoz tartozó lábjegyzetben leírt módon feszítettük ki, és amennyire csak lehetséges, vízszintesen rendeztük el.

4.5.3. Végezetül távolítsuk el a farúdat, és tegyük be helyette a detonátort. A robbantást addig ne hajtsuk végre, ameddig a veszélyzónából nem evakuáltunk mindenkit, és a vizsgálatot végző személyzet nem vonult védett helyre.

4.5.4. Robbantsuk fel a robbanóanyagot.

4.6. Hagyjunk elég időt, hogy a füst (gáznemű és esetleg mérgező bomlástermékek, például nitrózus gázok) eloszoljanak, azután gyűjtsük be az ólomhengereket, és mérjük meg magasságukat nóniuszos tolmércével.

Jegyezzük fel az összes jelöléssel ellátott henger esetében az összenyomódás mértékét a 100 mm-es eredeti magasság százalékában kifejezve. Amennyiben a hengerek ferdén nyomódtak össze, mérjük meg a legkisebb és a legmagasabb értéket, és vegyük ezek középértékét.

4.7. Szükség esetén a robbanási sebesség folyamatos mérésére érzékelőt alkalmazhatunk; az érzékelőt a cső tengelyével egyező hosszanti irányban vagy az oldalfal mentén kell behelyezni.

4.8. Mintánként két robbantási vizsgálatot kell végrehajtani.

5. VIZSGÁLATI JELENTÉS

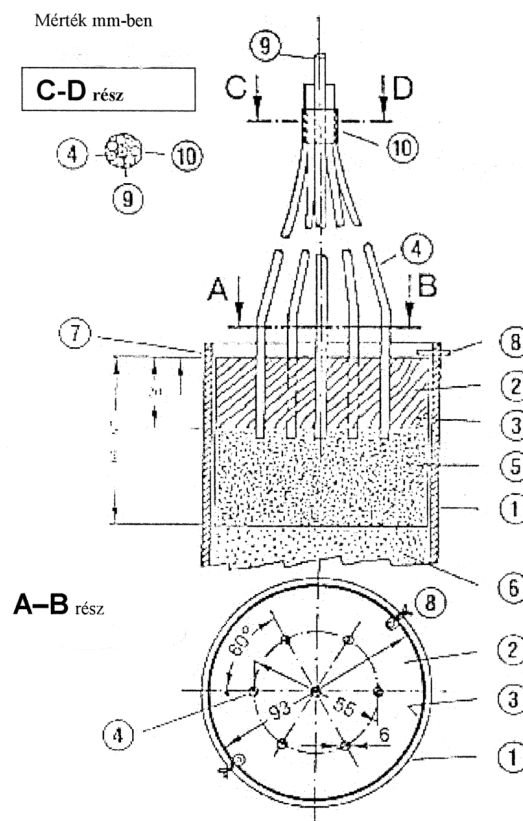
Az egyes robbantási vizsgálatok vizsgálati jelentéseiben a következő paraméterek értékeit kell feltüntetni

- az acélcső külső átmérőjének és falvastagságának ténylegesen mért értéke,
- az acélcső Brinell-keménysége,
- a cső és a minta hőmérséklete közvetlenül a robbantás előtt,
- az acélcsőben levő minta tényleges sűrűsége (kg/m^3),
- az egyes ólomhengerek magassága a robbantás után, megadva a henger megfelelő sorszámát,
- az indítótöltet iniciálásának módja.

5.1. A vizsgálati eredmények értékelése

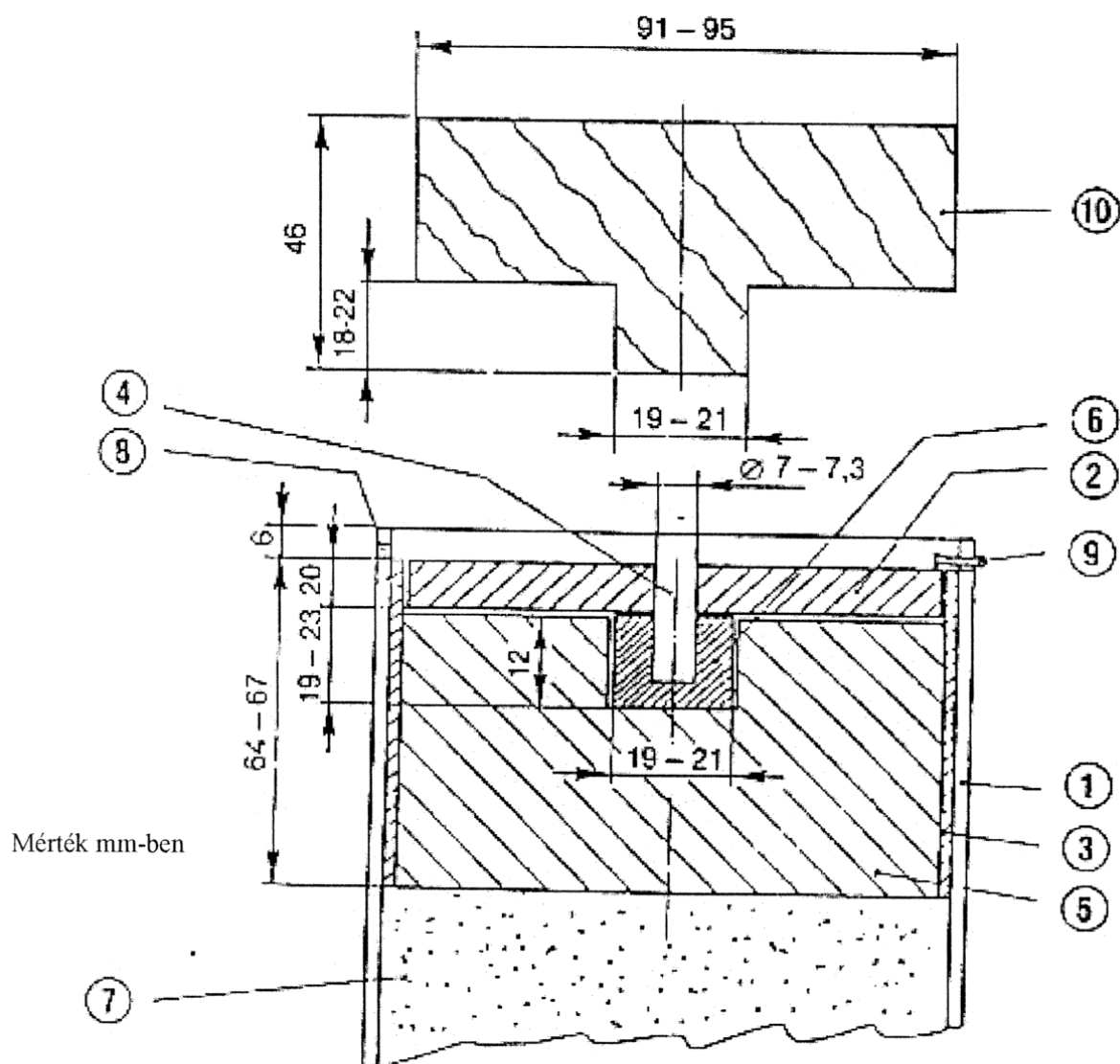
Amennyiben minden egyes robbantás esetén legalább egy ólomhenger összenyomódása nem haladja meg az 5%-os értéket, a vizsgálatot bizonyító erejűnek kell tekinteni.

3. ábra Indítótöltet hétpontos iniciálással



1. Acélcső
2. Fakorong hét lyukkal
3. Műanyag vagy kartonpapír henger
4. Gyújtószinórok
5. Plasztik robbanóanyag
6. Vizsgálati minta
7. 4 mm átmérőjű fűrt lyuk a sasszeg befogadására
8. Sasszeg
9. A 4-essel körülvett farúd
10. Ragasztószalag a 4-es rögzítéséhez a 9-es körül

4. ábra Indítótöltet központi iniciálással



1. Acélcső
2. Falemez
3. Műanyag vagy kartonpapír henger
4. Farúd
5. Plasztik robbanóanyag
6. Sajtolt pellet
7. Vizsgálati minta
8. 4 mm átmérőjű fűrt lyuk a sasszeg befogadására
9. Sasszeg
10. Fa sajtológyszerszám az 5-öshöz

A gazdasági és közlekedési miniszter 30/2003. (V. 9.) GKM rendelete

a földgáz díjának megállapításáról szóló 11/1999. (III. 19.) GM rendelet módosításáról

A gázszolgáltatásról szóló 1994. évi XLI. törvény (a továbbiakban: GSZT) 31. §-ának (3) bekezdésében foglalt felhatalmazás alapján — figyelemmel a GSZT 31. §-ának (1) bekezdésére — a következőket rendelem el:

1. §

A földgáz díjának megállapításáról szóló 11/1999. (III. 19.) GM rendelet (a továbbiakban: R.) 3. §-a a következő (20) és (21) bekezdéssel egészül ki, egyidejűleg a (20)—(24) bekezdés számozása (22)—(26) bekezdésre változik:

„(20) Az 1. számú mellékletben meghatározott

a) B) árszabás 1. árkategóriáján belül a gázértékesítő,

b) E) árszabás 1—3. pontján, valamint 4. pontjának 1. árkategóriáján belül a gázszolgáltató

az egyes árszabások „(a) árcsoport” jelű rovataiban megjelölt díjakat köteles (legmagasabb) hatósági árként alkalmazni azon földgázmennyiség esetében, amelyet a (földgáz) fogyasztó a lakossági fogyasztók közvetlen vagy közvetett távhőellátása vagy földgáz ellátása céljából vásárol.

(21) A (17) és a (20) bekezdés hatálya alá nem tartozó fogyasztás legmagasabb hatósági árát az 1. számú melléklet egyes árszabásain belül a „(b) árcsoport” jelű rovat tartalmazza.”

2. §

Az R. 1. számú melléklete helyébe e rendelet *melléklete* lép.

3. §

(1) Ez a rendelet 2003. május 15-én lép hatályba, egyidejűleg hatályát veszti az 50/2000. (XII. 21.) GM rendelet 1. §-a és a 6/2002. (VI. 24.) GKM rendelet 1. §-a, valamint annak melléklete.

(2) Az e rendelet mellékletének

a) A), F) és G) árszabásában meghatározott díjakat a hatálybalépést követően,

b) B), C) és E) árszabásában meghatározott gázdíjakat a hatálybalépés utáni első — fogyasztói szerződés szerinti vagy rendkívüli — mérőleolvasást követő fogyasztás elszámolásánál,

c) B), C) és E) árszabásában meghatározott alap-, illetve teljesítménydíjakat, valamint a D) árszabásban meghatározott díjat a hatálybalépés utáni első kibocsátott számlában

kell alkalmazni.

(3) Az e rendeletben közzétett ár (díj) a hatálybalépés előtt kötött szerződések részévé válik, kivéve, ha a felek az eredeti szerződés változatlan fenntartásában vagy az e rendeletben foglaltaknál alacsonyabb ár (díj) alkalmazásában állapodtak meg.

Szalay Gábor s. k.,

gazdasági és közlekedési minisztériumi
politikai államtitkár

Melléklet

a 30/2003. (V. 9.) GKM rendelethez

[1. számú melléklet

a földgáz díjának megállapításáról szóló
11/1999. (III. 19.) GM rendelethez]

A földgáz legmagasabb díjai (áfa nélkül)

A) Vízonteladói árszabás

1. árkategória		2. árkategória		
Éves vízonteladói teljesítménydíj (Ft/MJ/nap)	Vízonteladói gázdíj (Ft/MJ)	Éves vízonteladói teljesítménydíj (Ft/MJ/nap)	Vízonteladói gázdíj (Ft/MJ)	Vízonteladói díjkedvezmény (Ft/MJ)
13,35	0,745	13,35	1,039	0,0803

B) Szállítóvezetési árszabás

1. árkategória				2. árkategória	
Éves szállítóvezetési teljesítménydíj (Ft/MJ/h)		Szállítóvezetési gázdíj (Ft/MJ)		Éves szállítóvezetési teljesítménydíj (Ft/MJ/h)	Szállítóvezetési gázdíj (Ft/MJ)
(a) árcsoport	(b) árcsoport	(a) árcsoport	(b) árcsoport		
488	488	0,735	0,735	550	0,984

C) Lakossági fogyasztás árszabása

Gázmérő(k) névleges, (össz-)teljesítménye (m ³ /h)	Éves lakossági alapidj (Ft)	Éves lakossági alapidj* [Ft/(m ³ /h)]	Gázdíj (Ft/MJ)
1. 20-nál kisebb	2520	—	1,148
2. 20 és 20-nál nagyobb	—	4728	1,046

* m³/h a gázmérő(k) névleges (össz-)teljesítményére vonatkoztatva.

D) Mérővel nem rendelkező lakások árszabása

Fogyasztás egységára (Ft/MJ)	1,197
------------------------------	-------

E) Nem lakossági árszabás

	Gázmérő(k) névleges (össz-) teljesítménye (m ³ /h)	Éves alapdíj (Ft)		Éves alapdíj* [Ft/(m ³ /h)]		Gázdíj (Ft/MJ)	
		(a) árcsoport	(b) árcsoport	(a) árcsoport	(b) árcsoport	(a) árcsoport	(b) árcsoport
1.	20-nál kisebb	2520	2592	—	—	1,148	1,179
2.	20—100	—	—	4728	4848	1,046	1,074

* m³/h a gázmérő(k) névleges (össz-)teljesítményére vonatkoztatva.

	Gázmérő(k) névleges (össz-)teljesítménye nagyobb 100 m ³ /h-nál Teljesítménylekötés	Éves teljesítménydíj (Ft/MJ/h)		Gázdíj (Ft/MJ)	
		(a) árcsoport	(b) árcsoport	(a) árcsoport	(b) árcsoport
3.	101—500	488	488	0,862	0,895

	Gázmérő(k) névleges (össz-)teljesítménye nagyobb 100 m ³ /h-nál Teljesítménylekötés	1. árkategória				2. árkategória	
		Éves teljesítménydíj (Ft/MJ/h)		Gázdíj (Ft/MJ)		Éves teljesítménydíj (Ft/MJ/h)	Gázdíj (Ft/MJ)
		(a) árcsoport	(b) árcsoport	(a) árcsoport	(b) árcsoport		
4.	500-nál nagyobb	488	488	0,750	0,750	550	1,045

F) Üzemanyag árszabás

Üzemanyagdíj (Ft/nm ³)	93,3
------------------------------------	------

G) Felemelt díj

Felemelt gázdíj (Ft/MJ)	2,8
-------------------------	-----

Az oktatási miniszter 11/2003. (V. 9.) OM rendelete

az ipari és kereskedelmi szakképesítések szakmai
és vizsgakövetelményeiről szóló
18/1995. (VI. 6.) IKM rendelet módosításáról

A szakképzésről szóló 1993. évi LXXVI. törvény 5. § (1) bekezdésének b) pontjában foglalt felhatalmazás alapján a következőket rendelem el:

1. §

Az ipari és kereskedelmi szakképesítések szakmai és vizsgakövetelményeiről szóló 18/1995. (VI. 6.) IKM rendelet mellékletének (a továbbiakban: Melléklet) a szakképesítések megnevezését tartalmazó jegyzékének „Nyomdaipar” szakmacsoportba tartozó „12 2 7359 04 5 5 10 Szita-nyomó” szakképesítés megnevezése helyébe a „33 5278 07 Szita- és tamponnyomó” megnevezés lép.

2. §

A Melléklet szakmai és vizsgakövetelményeit tartalmazó részének „Nyomdaipar” szakmacsoportja e rendelet mellékletében foglaltak szerint kiegészül a „Szita- és tamponnyomó” szakképesítés szakmai és vizsgakövetelményeivel.

3. §

(1) Ez a rendelet a kihirdetését követő 8. napon lép hatályba.

(2) E rendelet hatálybalépésével egyidejűleg hatályát veszti az ipari és kereskedelmi szakképesítések szakmai és vizsgakövetelményeiről szóló 18/1995. (VI. 6.) IKM rendelet mellékletének a „Szita-nyomó” szakképesítés szakmai és vizsgakövetelményeit tartalmazó rendelkezései.

Dr. Magyar Bálint s. k.,
oktatási miniszter

Melléklet

a 11/2003. (V. 9.) OM rendelethez

Szita- és tamponnyomó szakképesítés szakmai és vizsga követelményei

I. A szakképesítés Országos Képzési Jegyzékben szereplő adatai

1. A szakképesítés azonosító száma: 33 5278 07
2. A szakképesítés megnevezése: Szita- és tamponnyomó

II. A szakképesítés munkaterülete

1. A szakképesítéssel legjellemzőbben betölthető munkakör, foglalkozás

A munkakör foglalkozás	
FEOR száma	FEOR megnevezés
7359	Egyéb nyomdaipari foglalkozások

2. A munkaterület rövid, jellemző leírása

A szitanyomást végző szakember egy sokoldalúan felhasználható nyomtatási technológiát alkalmaz, amellyel festéket, valamint a technikában különböző területeken használatos rétegeket egymás mellé vagy egymásra nyomtathat. A szitaszövet nyitott nyomóelemein keresztül egy rákel segítségével juttatja a festéket vagy a réteget képező anyagot a nyomathordozóra. A szitanyomás technológiáját alkalmazzák a kézműves és a nagyipari termelésben tömeggyártásra egyaránt, kis méretektől kezdve a több méter nagyságú sík, hengeres és szabálytalan felületek nyomtatására. A szitanyomó nyomtathat papírra, textilre, kerámiára, különféle műanyagokra, fémekre. A nyomathordozó lehet meghatározott méretű ív, tekercs vagy különböző alakú tárgy. A szitanyomó szakember képes speciális formakészítő feladatokat is ellátni.

A tamponnyomtatást végző szakember egy közvetett mélynyomtatási eljárással dolgozik, melynél a festéket egy speciális szilikon tampon vagy egy szilikon gumihenger továbbítja a nyomóformáról a nyomathordozóra. A gyakorlatban alkalmazott acél és műanyagból készült mélynyomóformák alkalmassá teszik vonalas, árnyaltos eredeti, egy vagy többszínű nyomtatására. Alkalmazható a kézműves és a nagyipari termelésben tömeggyártásra egyaránt, kis méretű sík, hengeres és szabálytalan felületek nyomtatására. Nyomtathat a tamponnyomó papírra, textilre, kerámiára, különféle műanyagokra, fémekre, a csomagolástechnikában zárókupakok díszítésére is használják.

3. A szakképesítéssel rokon szakképesítések

A szakképesítéssel rokon szakképesítések	
azonosító száma	megnevezése
31 5274 01	Filmnyomó és kendőfestő

III. A szakképesítés szakmai követelményei

A foglalkozás gyakorlása során előforduló legfontosabb feladatcsoportok, feladatok és az azokhoz közvetlenül kapcsolódó követelmények

1. Számítógép-kezelés (-felhasználás)

A szakember legyen képes:

- elindítani, újraindítani, kikapcsolni a számítógépet,
- végrehajtani hálózati be- és kijelentkezést,
- kijelölni, áthelyezni, törölni, használni, átméretezni a munkaasztal objektumait,
- értelmezni a számítógép alapvető konfigurációs beállításait,

— meghatározni a szoftver szerzői jogának, a shareware, a freeware és a felhasználói licenz fogalmát,

— kijelölni, másolni, mozgatni, törölni fájlokat és mappákat,

— tömöríteni a fájlokat és könyvtárakat,

— használni a beépített sűgőrendszereket,

— böngészni az Internet/Intranet hálózaton,

— keresni információt Internet/Intranet hálózaton,

— kommunikálni a helyi és világhálózaton,

— küldeni és fogadni elektronikus dokumentumot,

— felismerni a vírusokat és értesíteni az illetékes karbantartót,

— elvégezni a nyomtatási feladatokat és beállításokat,

— használni a szövegszerkesztő program fontosabb fájlfelkezelő funkcióit,

— formázni szöveget, bekezdést, táblázatot és oldalt,

— elkészíteni egy körlevelet,

— kinyomtatni a szerkesztett dokumentumot,

— importálni, mozgatni és átméretezni objektumokat (kép, grafikonok),

— használni a helyesírás ellenőrző modult,

— használni a táblázatkezelő program fontosabb fájlfelkezelő funkcióit,

— strukturálni adatokat táblázatos formába,

— alkalmazni az abszolút és relatív cellahivatkozásokat,

— alkalmazni a képleteket és függvényeket,

— formázni a táblázatot, munkafüzetet és oldalt,

— rendezni a táblázat adatait,

— elkészíteni egy diagramot,

— importálni, mozgatni és átméretezni objektumokat,

— nyomtatni táblázatot, diagramot.

2. Vállalkozás-gazdálkodás

A szakember legyen képes:

— bemutatni a vállalkozások helyét a makrokörnyezetben,

— kiválasztani a vállalkozási formák közül a szakképesítéshez leginkább alkalmasat,

— meghatározni a vállalkozások alapításához és működéséhez szükséges feltételeket,

— felismerni a vállalkozás marketingtevékenységének szerepét,

— a gazdálkodás folyamatát átlátva elkülöníteni egymástól a gazdálkodáshoz szükséges termelési tényezőket,

— felismerni a vállalkozás logisztikai rendszerének lényegét,

— jellemezni az anyagok főbb fajtáit,

— különbséget tenni a saját termelésű és a vásárolt készletek között,

— a megrendelések tartalmi és formai szempontjainak ismeretében kitölteni egyszerűbb megrendeléseket formanyomtatványon,

- meghatározni a vállalkozás munkaerő-szükségletét,
- felismerni a vállalkozások leggyakoribb tárgyi eszközeit, értelmezni azok elhasználódását,
- jellemezni a befektetések egyik formáját a beruházásokat,
- meghatározni a vállalkozás eredményességét az árbevétel és a költség tartalmának ismeretében,
- kitölteni alapvető pénzforgalmi nyilvántartásokat azok tartalmi és formai követelményeinek betartása alapján, pl. bevételi és kiadási nyilvántartás, készpénzfizetési számla stb.,
- formailag ellenőrizni a beérkező számlákat,
- kapcsolatot tartani a kereskedelmi bankokkal a bankszámlavezetés, a betétgyűjtés és a hitelezési ügyletek ismeretei alapján,
- különbséget tenni a költségvetési kapcsolatok alapján a vállalkozásokat terhelő legfontosabb központi és helyi adók között,
- meghatározni a bérek járulékait az államháztartási kapcsolatok figyelembevételével, kitölteni azok egyszerűbb nyilvántartásait.

3. A munka előkészítése a nyomtatáshoz

A szakember legyen képes:

- értelmezni a munkatáskát, munkaleírást,
- meghatározni az adott munkához szükséges alapanyag mennyiségét,
- felismerni és kijavítani az észlelt hibákat (nyomóforma, papír, festék, nyomógép hibái),
- ellenőrizni a gép műszaki állapotát,
- előkészíteni a nyomathordozót,
- meghatározni a nyomási színrendet,
- előkészíteni a nyomóformát, és a gyártáshoz szükséges segéd- és adalékanyagokat,
- a nyomtatáshoz szükséges festékmennyiséget színminta szerint kikeverni,
- ellenőrizni a nyomóforma épségét és helyességét.

4. A nyomógép beállítása a nyomtatáshoz

A szakember legyen képes:

- beállítani a berakóasztalt és bekészíteni a nyomathordozót,
- beigazítani a nyomógépet, beállítani a fő szerkezeti részeit; a berakóasztalt, az ívvezetést, az ívillesztést, az ívkivezetést és ívkirakást, valamint a nyomóművet a munkaigényei szerint,
- befogatni és rögzíteni a nyomóformát,
- szükség szerint beszerezni a számozóművet,
- beállítani és befestékezni a festékezőművet,
- elvégezni a festékezés elő-beállítását a nyomóforma igényei szerint,

- megteremteni a példányszámnymáshoz a nyomóforma, a nyomathordozó, a festékezés, valamint a nyomógép összhangját,
- jóváhagyni a nyomatot felettesével vagy a megrendelővel.

5. A nyomtatási folyamat végrehajtása

A szakember legyen képes:

- példányszámnymtatás közbeni mintavétellel ellenőrizni a nyomatot,
- szubjektív (szemrevételezés) és objektív (műszeres) módszerekkel ellenőrizni a nyomtatás minőségét (színhelyesség, ponttorzulás, színegyensúly, illeszkedés),
- elhárítani a nyomtatás közben fellépő esetleges hibákat,
- biztosítani a nyomtatási feltételek előírt szinten tartását (pótolni a felhasznált nyomathordozót, ellenőrizni a festék, a nedvesítő oldat és egyéb adalékok mennyiségét és minőségét),
- elvégezni a nyomtatás közben szükséges tisztítási, karbantartási műveleteket.

6. A gyártás utómunkálatainak elvégzése

A szakember legyen képes:

- a nyomtatás elvégzése után a példányszámot ellenőrizni a mennyiségi és minőségi követelmények szerint,
- szükség esetén a leválogatást elvégezni,
- a nyomtatás utáni gépkarbantartást és befejező műveleteket elvégezni (gépmosás stb.),
- a nyomtatás során fel nem használt anyagokat összegyűjteni, rendszerezni és a raktározást megoldani.

7. A gyártáshoz kapcsolódó általános feladatok ellátása I.

A szakember legyen képes:

- folyamatosan vezetni a munkatáskát, illetve a munkalapot,
- tisztán tartani a munkahelyét,
- elvégezni a napi és az időszakos karbantartási feladatokat,
- alkalmazni a munkaköréhez kapcsolódó munka-, tűz-, baleset- és környezetvédelmi előírásokat.

8. A speciális nyomdaipari munka-, tűz- és környezetvédelmi előírások betartása

A szakember legyen képes:

- betartani a speciális nyomdaipari munkavédelmi előírásokat,
- betartani a speciális nyomdaipari tűzvédelmi előírásokat,
- betartani a speciális nyomdaipari környezetvédelmi előírásokat.

9. Nyomatok előállítása egyedi, speciális anyagra és felületre

A szakember legyen képes:

— szitanyomógépeken nyomtatni kézi berakással, illetve terítéssel

- = a szitanyomógépbe a technológiai előírások szerint behelyezni az előkészített nyomóformát,
 - = a technológiai utasításnak megfelelően kiválasztani a lehúzókést,
 - = beszerelni a nyomógépbe és azt az előírásnak megfelelően a nyomóformához állítani,
 - = a technológiai utasításoknak és a gépkönyveknek megfelelően a nyomógépet az adott nyomathordozóhoz hozzáállítani,
 - = az előkészített festéket a technológiának megfelelően, sík szita esetében rákel felőli felületére, hengeres szitadob esetében a dob belsejébe juttatni,
 - = a nyomathordozót a gépeken rendelkezésre álló illesztékek, befogószerkezetek segítségével az előírásnak megfelelő helyzetben regiszterpontosan behelyezni és rögzíteni,
 - = a nyomóformát a technológiai utasításoknak és a gépkönyveknek megfelelően a nyomtatási pozícióba állítani,
 - = próbanyomatot készíteni, ha szükséges elvégezni a finom beállításokat a minőségi előírásoknak megfelelően,
 - = az előírt paraméterek betartása mellett a példányszámnymtatást végezni, közben vizuálisan vagy ha szükséges műszerek segítségével a minőséget ellenőrizni,
 - = a nyomógépből a nyomott anyagot kiemelni, a technológiának megfelelően a lehúzóasztal meggátoló állványban, szerkezetben, szárítóban elhelyezni,
 - = többszín nyomtatása esetében a formáról a megmaradt festéket eltávolítani, a formát a nyomógépből kiemelni és a technológiai előírásoknak megfelelő oldószerrel kimosni,
 - = a következő szín nyomtatásához előkészített nyomóformát a nyomógépbe beemelni, és az előzőekben leírtak szerint a munkát tovább folytatni;
- tamponnyomógépen nyomtatni kézi berakással
- = a tamponnyomógépbe a technológiai előírásoknak megfelelően az előkészített nyomóformát behelyezni és rögzíteni,
 - = a tamponnyomógépbe a technológiai utasításnak megfelelően a festéklehúzó rákelt a nyomóformához beállítani,
 - = a technológiai utasításoknak és a gépkönyveknek megfelelően a tamponnyomógépet és a nyomandó anyag befogószerkezetét nyomtatási helyzetbe beállítani,

- = a tamponnyomógépbe a nyomandó anyagot a gépeken rendelkezésre álló befogószerkezetek segítségével az előírásnak megfelelő helyzetben regiszterpontosan rögzíteni,
 - = a nyomótampont a gépeken rendelkezésre álló befogószerkezetek segítségével az előírásnak megfelelő helyzetben rögzíteni,
 - = a nyomótampont a gépeken rendelkezésre álló befogószerkezetek segítségével az előírásnak megfelelően a nyomóformához és a nyomandó anyaghoz beállítani,
 - = a tamponnyomógépen próbanyomatot készíteni, ha szükséges elvégezni a finom beállításokat a minőségi előírásoknak megfelelően,
 - = a tamponnyomógépen az előírt paraméterek betartása mellett példányszámnymtatást végezni, közben vizuálisan vagy ha szükséges műszerek segítségével a minőséget ellenőrizni,
 - = a tamponnyomógépből a nyomott anyagot kiemelni, a technológiának megfelelően a lehúzóasztal meggátoló állványban, szerkezetben, szárítóban, elhelyezni,
 - = tamponnyomógépen többszín nyomtatása esetében a festéktégelyből a megmaradt festéket eltávolítani, a formát a nyomógépből kiemelni és a technológiai előírásoknak megfelelő oldószerrel a formát és a tégelyt kimosni,
 - = a tamponnyomógépen a következő szín nyomtatásához előkészített nyomóformát a nyomógépbe behelyezni, a festéktégelybe a következő színű festéket tölteni és az előzőekben leírtak szerint a munkát tovább folytatni;
- tanácsot adni, a lehetőségek figyelembevételével, a megrendelőnek a sokszorosítandó eredetiek kialakítására
- = vonalas vagy árnyaltos feladatokat kivitelezni az adott technológiával, hogy az a legszebb, legpontosabb nyomatot eredményezze,
 - = egyeztetni a kapott eredetiek típusára (vázlat, rajzolt-, festett kép, fotó, negatív-, diafilm, színbontott pozitív- vagy negatívfilm stb.);
- grafikai előkészítést végezni;
- szitanyomtatásnál méretenként és fajtánként szétválogatást végezni;
- = az eredetiket szétválogatni fajtánként (vázlat, festett-, rajzolt kép, fotó, negatív-, pozitív-, dia-pozitívfilm, színbontott pozitív- vagy negatívfilm),
 - = a nyomtatásra kerülő anyagokat szétválogatni alapanyaguk, alakjuk, méretük, felhasználási módjuk, a feldolgozási technológia, esetleges további feldolgozási módjuk szerint,
 - = a nyomtatásra kerülő anyagokat szétválogatni a formakészítésnél felhasználható szitaszövet anyagai, tulajdonságai, a szita szövéséhez felhasználható szálak vastagsága, a szövés sűrűsége, típusai szerint;

— tamponnyomtatásnál a nyomtatásra kerülő anyagokat szétválogatni a nyomtatási technológiákban előírt és felhasználásra kerülő formaanyagok, tamponok tulajdonságainak, minőségének figyelembevételével;

— az egyes részműveletek között a már nyomtatott anyagokat szakszerűen mozgatni;

— szitanyomtatásnál félautomata gépeket kezelni:

= a nyomandó anyagot a gépeken rendelkezésre álló illesztékek, befogószerkezetek segítségével az előírásnak megfelelő helyzetben regiszterpontosan behelyezni,

= az előírt biztonsági berendezések használatával a nyomtatás folyamatát elindítani,

= a nyomott terméket kiemelni, és azt a lehúzóda elkerülése végett regálba vagy az erre a célra készített szárítóba elhelyezni;

— szitanyomtatásnál automata gépeket kezelni

= a nyomathordozót a gépeken rendelkezésre álló önberakóműbe a gépkönyvek technológiai utasításainak megfelelően felrakni,

= az előírt biztonsági berendezések használatával a nyomtatás folyamatát elindítani;

— nyomtatás után a nyomott felületen a festék visszasedésének elkerülése végett beépített hőszugárzókat, melegvegőt befűvő berendezéseket alkalmazni;

— nyomtatás után a nyomott felületen a festék visszasedés elkerülésére beépített ultraibolya, illetve infravörös sugárzókat alkalmazni;

— a szita- és tamponnyomtatásnál a nyomtatásra kerülő, illetve a már nyomtatott anyagokat szakszerűen ki- és becsomagolni;

— a nyomathordozó felületén a nyomófesték kötődését kémiai kezeléssel erősíteni;

— a nyomathordozó felületén a nyomófesték kötődését ionizálással stabilizálni.

10. Számítógépes specifikus grafikai alkalmazások

A szakember legyen képes:

— vektor grafikus programokat (vonalas) alkalmazni,

— Pixel grafikus programokat (árnyaltos) alkalmazni,

— Négyszíncolor, hexacrom, Pantone skála színelméleti összefüggéseit alkalmazni.

IV. A szakképesítés vizsgáztatási követelményei

1. A szakmai vizsgára bocsátási feltételei

— Iskolai előképzettség: tizedik évfolyam elvégzése.

— A szakmai elméleti és gyakorlati tantárgyak követelményeinek teljesítése.

— Szakmai alkalmassági követelményeknek kell megfelelni.

2. A szakmai vizsga részei

A szakmai vizsga szóbeli és gyakorlati vizsgarészekből áll.

a) A szóbeli vizsga tantárgyai és időtartama

— Számítástechnika

— Vállalkozási-gazdálkodási alapismeretek

— Anyagismeret

— Szakmai ismeret (technológia)

A vizsga időtartama: max 20—25 perc.

b) A gyakorlati vizsga feladatcsoportjai és időtartama

A speciális nyomdaipari munka-, tűz- és környezetvédelmi előírások betartása.

Nyomatok előállítása egyedi, speciális anyagra és felületre.

A vizsga időtartama: 420 perc.

3. A szakmai vizsgán számon kérhető feladatok a szint megjelölésével

a) A szóbeli vizsga tartalma

— Számítástechnika:

Az 1. Számítógép-kezelés (-felhasználás) és a 10. Számítógépes specifikus grafikai alkalmazások feladatcsoportokban szereplő valamennyi feladat számon kérhető az ott megjelölt szinten.

— Vállalkozási-gazdálkodási alapismeretek:

A 2. Vállalkozás-gazdálkodás feladatcsoportban szereplő valamennyi feladat számon kérhető az ott megjelölt szinten.

— Anyagismeret:

A 3. A munka előkészítése a nyomtatáshoz, a 4. A nyomógép beállítása a nyomtatáshoz, az 5. A nyomtatási folyamat végrehajtása és a 9. Nyomatok előállítása egyedi, speciális anyagra és felületre feladatcsoportokban szereplő anyagismerettel kapcsolatos feladat számon kérhető az ott megjelölt szinten.

— Szakmai ismeret (technológia):

A 3. A munka előkészítése a nyomtatáshoz, a 4. A nyomógép beállítása a nyomtatáshoz, az 5. A nyomtatási folyamat végrehajtása, a 6. A gyártás utómunkálatainak elvégzése, a 7. A gyártáshoz kapcsolódó általános feladatok ellátása I., a 8. A speciális nyomdaipari munka-, tűz- és környezetvédelmi előírások betartása, a 9. Nyomatok előállítása egyedi, speciális anyagra és felületre feladatcsoportokban szereplő szakmai ismerettel (technológiával) kapcsolatos feladat számon kérhető az ott megjelölt szinten.

A szóbeli vizsgán a IV. 2. pontban szereplő összes tantárgyból központilag összeállított tételsorok alapján számolnak be tudásukról a jelöltek. Segédeszközként számítógépet kell használni, amelyet a vizsgáztató intézménynek kell biztosítania.

b) A gyakorlati vizsga tartalma

A 8. A speciális nyomdaipari munka-, tűz- és környezetvédelmi előírások betartása és a 9. Nyomatok előállítás egyedi, speciális anyagra és felületre feladatcsoportokban szereplő gyakorlattal kapcsolatos feladat számon kérhető az ott megjelölt szinten.

A gyakorlati vizsgán a III. fejezetben és a IV. 2. pontban szereplő feladatcsoportokból a vizsgaszervező intézmény által összeállított egy konkrét, a gyakorlati képzőhely profiljának megfelelő gyakorlati feladatot kell megoldani, melyet előzetesen jóvá kell hagyatni a vizsgabizottság elnökével és a területi gazdasági kamarát képviselő vizsgabizottsági taggal. A vizsgafeladatok a technológiai fejlesztéssel párhuzamosan kell, hogy változzanak.

4. A szakmai vizsga egyes részei alóli felmentés feltételei

A szakmai vizsga egyes részei alól felmentés nem adható.

5. A szakmai vizsga értékelése

a) A szakmai elméleti vizsga értékelése

A szóbeli vizsgát vizsgatantárgyanként egy-egy (1—5-ig terjedő) érdemjeggyel kell értékelni.

A szakmai elmélet osztályzatát a szóbeli érdemjegyek súlyozatlan átlaga és vizsgabizottság munkáját segítő pedagógusok javaslatai alapján állapítja meg a vizsgabizottság.

Eredménytelennek kell értékelni a szóbeli vizsgát, ha a vizsgázó a vizsga tantárgyainak bármelyikére elégtelen érdemjegyet kapott.

b) A szakmai gyakorlati vizsga értékelése

A vizsga eredményét a pontosság, a szakszerűség, a munka megtervezése szempontjainak, a munka- és környezetvédelmi szabályok betartásának figyelembevételével egyetlen (egyőtől ötig terjedő) osztályzattal kell értékelni.

c) A szakmai vizsga értékelése

Eredményes vizsgát tett az a vizsgázó, aki a szakmai elmélet és szakmai gyakorlat követelményeit teljesítette.

A szakmai szóbeli vizsga eredménytelensége esetén a sikertelen vizsgatantárgy(ak)ból a vizsgázó javítóvizsgát tehet a későbbi vizsgaidőszakban.

A szakmai gyakorlati vizsgarész eredménytelensége esetén a gyakorlati vizsgát meg kell ismételni.

V. Egyéb tudnivalók

A központi programok használata

A központi program használata az iskolai rendszerű képzésben kötelező, az iskolarendszeren kívüli képzésben ajánlott.

A pénzügyminiszter 10/2003. (V. 9.) PM rendelete

a Magyar Export-Import Bank Részvénytársaság és a Magyar Exporthitel Biztosító Részvénytársaság központi költségvetéssel történő elszámolásának részletes szabályairól szóló 16/1998. (V. 20.) PM rendelet módosításáról

A Magyar Export-Import Bank Részvénytársaságról és a Magyar Exporthitel Biztosító Részvénytársaságról szóló, többször módosított 1994. évi XLII. törvény 26. §-ának (5) bekezdésében foglalt felhatalmazás alapján a következőket rendelem el:

1. §

(1) A Magyar Export-Import Bank Részvénytársaság és a Magyar Exporthitel Biztosító Részvénytársaság központi költségvetéssel történő elszámolásának részletes szabályairól szóló 16/1998. (V. 20.) PM rendelet (a továbbiakban: R.) 5. § (3) bekezdése a következő második mondatall egészül ki:

„A Mehib Rt. — a biztosítottnak történő átutalást megelőzően — azt is köteles bejelenteni a PM-nek, ha kár-előleget kíván fizetni.”

(2) Az R. 5. §-ának (4) bekezdésének második mondata helyébe a következő rendelkezés lép: „Devizakövetelés biztosítása esetén — amennyiben a kárfizetés forintban történik — a Mehib Rt. a kárfizetést az ügyletet lebonyolító hitelintézet által a kárfizetési türelmi idő lejártának, ennek hiányában a követelés esedékességének napján alkalmazott devizavételi árfolyamon teljesíti.”

(3) Az R. 5. §-a a következő (5) bekezdéssel egészül ki: „(5) Devizakövetelés biztosítása esetén — ha a kárfizetés devizában történik — a kárfizetés forintösszegét a határidős beszédési megbízás napján érvényes, az MNB által közzétett hivatalos devizaárfolyamon kell megállapítani. A Mehib Rt. által ténylegesen kifizetett és a költségvetésből igényelt összeg dokumentált árfolyamváltozás miatt keletkezett különbözetét — a PM egyidejű értesítése mellett — a Mehib Rt. egy újabb határidős beszédési megbízással jogosult igényelni, illetve köteles a költségvetés számára a (4) bekezdésben megnevezett számlájára „helyesbítés” megjegyzéssel haladéktalanul befizetni.”

2. §

Az R. 7. §-ának (1) bekezdése a következő mondatall egészül ki:

„A kárkintlévőség állományának forintértékét a negyedév utolsó napján érvényes, MNB által közzétett hivatalos devizaárfolyamon is meg kell állapítani.”

3. §

Az R. 8. §-a helyébe a következő rendelkezés lép:

„8. § (1) Ha az általa kötött biztosítási szerződésből eredő kockázat mértékét a Mehib Rt. viszontbiztosító igénybevételel csökkenti, a viszontbiztosítással fedezett teljes kárfizetési összeget — annak esedékességekor — teljes egészében átutalja a biztosítottnak az 5. § (4) és (5) bekezdése szerint.

(2) A Mehib Rt. csak olyan viszontbiztosítási szerződést köthet, amely tartalmazza, hogy a Mehib Rt. által teljesített kárfizetést követően a viszontbiztosító hány napon belül köteles a viszontbiztosítási szerződésben vállalt fizetési kötelezettségének eleget tenni.

(3) A Mehib Rt. negyedévente kimutatást készít a viszontbiztosító fizetési kötelezettségéről és erről a 8. számú mellékletben szereplő módon, a negyedévet követő hónap 15-éig jelentést küld a PM-nek.

(4) A Mehib Rt. a 8. számú melléklet szerint negyedévenként jelentést készít a viszontbiztosító fizetése és a hozzá kapcsolódó elszámolások alakulásáról. A jelentést a tárgynegyedévet követő hónap 15. munkanapjáig megküldi a PM-nek.

(5) A viszontbiztosító fizetési kötelezettségének teljesítése esetén a Mehib Rt. a befolyt összegeket a befolyást követő 5. banki munkanapig köteles a 10032000-01907003 APEH Állami kezességbeváltás folyósítási számla javára „vizontbiztosító teljesítése” megjegyzéssel átutalni. A viszontbiztosító által történő teljesítés esetén az elszámolás a központi költségvetéssel a Mehib Rt. kárfizetésének teljesítése időpontjában alkalmazott árfolyamon történik.”

4. §

Az R. a következő 9. §-al egészül ki:

„9. § (1) A kárelőleg fizetésének várható időpontjáról és összegéről a Mehib Rt. a 9. számú mellékletben meghatározott módon, negyedévenként előrejelzést készít, amit a negyedévet megelőző hónap 15-éig megküld a PM-nek.

(2) A kárelőleg összege nem haladhatja meg a biztosított kárigényének önrésszel csökkentett összegének 50%-át.

(3) A kárelőleg teljesítésére az 5. § (4) és (5) bekezdése az irányadó.

(4) Ha a kárigénnyel kapcsolatos jogvita jogerős befejezésekor megállapítást nyer, hogy a Mehib Rt. kárfizetési kötelezettsége

a) a kifizetett kárelőleg összegét meghaladja, a különbözet kifizetésére az 5. § rendelkezéseit kell alkalmazni;

b) nem éri el a kifizetett kárelőleg összegét, a visszajáró összeget a Mehib Rt. köteles a kötelezettel szemben hala-

déktalanul érvényesíteni, és azt a befolyást követően az (5) bekezdésben foglaltak szerint átutalni.

(5) Ha a kárigénnyel kapcsolatos jogvita jogerős befejezését követően a kifizetett kárelőleg a Mehib Rt.-nek teljes egészében visszajár, a Mehib Rt. köteles a kötelezettel szemben a követelést haladéktalanul érvényesíteni és annak befolyása esetén a befolyást követő 5. banki munkanapig a 10032000-01907003 APEH Állami kezességbeváltás folyósítási számla javára, „kárelőleg-visszatérülés” megjegyzéssel átutalni.

(6) A Mehib Rt. negyedévenként kimutatást készít a kifizetett kárelőleg állományáról és erről a 9. számú mellékletben szereplő módon, a negyedévet követő hónap 15-éig jelentést küld a PM-nek.

(7) A Mehib Rt. a 9. számú melléklet szerint negyedévenként jelentést készít a kárelőleg visszatérüléséről. A jelentést a tárgynegyedévet követő hónap 15. munkanapjáig megküldi a PM-nek.”

5. §

Az R. a következő új 10. §-sal egészül ki, ezzel egyidejűleg a jelenlegi 10. § számozása 11. §-ra változik.

„10. § Ha a tárgyévet megelőző negyedik negyedévi adat-szolgáltatás adataihoz képest az auditált éves beszámoló eltérést mutat, akkor az Eximbanknak és a Mehib Rt.-nek az e rendelet alapján készített jelentéseket ismételtel el kell készíteniük, és azokat a PM részére az auditált éves beszámoló elkészültét követő két héten belül meg kell küldeni.”

6. §

(1) Az R. 8. számú mellékletének helyébe e rendelet 1. számú melléklete lép.

(2) Az R.-t e rendelet 2. számú melléklete a 9. számú melléklettel egészíti ki.

7. §

(1) Ez a rendelet a kihirdetését követő 3. napon lép hatályba, rendelkezéseit a hatálybalépést követő első negyedéves elszámolási időszakra kell alkalmazni.

(2) Az R. 3. számú mellékletének bevezető mondatában a „84/1998. (V. 6.) Korm. rendeletben” szövegrész helyébe a „312/2001. (XII. 28.) Korm. rendeletben” szövegrész lép.

Dr. László Csaba s. k.,
pénzügyminiszter

1. számú melléklet a 10/2003. (V. 9.) PM rendelethez

„8. számú melléklet a 16/1998. (V. 20.) PM rendelethez

1. számú táblázat

A MEHIB Rt. által vállalt más hitelbiztosító által viszontbiztosított biztosítási kötelezettségvállalásról

Módozat	Ország	Mehib által vállalt összes kötelezettség összege		... év ... n.év	Lejárat			Összesen	VB neve	VB %	Összeg Ft
		Ft	USD		2004	2005	2006				
Összesen:											

Dátum:

Készítette:

.....
cégszerű aláírás

2. számú táblázat

A viszontbiztosító által teljesített fizetés elszámolása

Módozat	Viszontbiztosító neve	Viszontbiztosító %	Összeg USD	Árfolyam Ft/USD	Összeg Ft
Összesen:					

Dátum:

Készítette:

.....
cégszerű aláírás

2. számú melléklet a 10/2003. (V. 9.) PM rendelethez

„9. számú melléklet a 16/1998. (V. 20.) PM rendelethez

1. számú táblázat

Várható kárelőleg-fizetési állomány előrejelzése

Módozat	Ügyfél	Ország	Ügylet	Kárelőleg-fizetés várható időpontja	Árfolyam (Ft/USD)	Kárelőleg-fizetés	
						USD	Ft
Év:						Negyedéves várható kárelőleg fizetés összesen:	

Dátum:

Készítette:

.....
cégszerű aláírás

2. számú táblázat

Kifizetett kárelőleg állománya év negyedév

Ügyfél	Ország	Ügylet	Kárelőleg összege	
			USD	Ft
Összesen:				

Dátum:

Készítette:

.....
cégszerű aláírás

3. számú táblázat

Kárelőleg visszatérülés elszámolása

Visszafizetésre kötelezett neve	Ország	Ügylet	Összeg USD	Árfolyam Ft/USD	Összeg Ft
Összesen:					

Dátum:

Készítette:

.....
cégszerű aláírás''

V. rész KÖZLEMÉNYEK, HIRDETMÉNYEK

Az Országos Választási Bizottság 108/2003. (V. 7.) OVB

h a t á r o z a t a

Az Országos Választási Bizottság a választási eljárásról szóló 1997. évi C. törvény (a továbbiakban: Ve.) 117. §-ának (1) bekezdésében foglalt hatáskörében eljárva a Terdik György és mások által benyújtott népszavazás kezdeményezés aláírásgyűjtő ívének hitelesítése tárgyában meghozta a következő

határozatot:

Az Országos Választási Bizottság az aláírásgyűjtő ív hitelesítését megtagadja. A határozat ellen az annak közlését követő 15 napon belül az Alkotmánybírósághoz

címezve az Országos Választási Bizottsághoz lehet kifogást benyújtani.

Indokolás

I.

Terdik György 2002. december 12-én népszavazási kezdeményezés aláírásgyűjtő íve mintapéldányának hitelesítését kérte az Országos Választási Bizottságtól. Az aláírásgyűjtő íven a következő kérdés szerepel:

„Akarja-e Ön, hogy még az Európai Unióhoz való csatlakozásról szóló népszavazás előtt ügydöntő népszavazás kötelezze az Országgyűlést: hozzon határozatot arról, hogy az Európai Unióval folytatott tárgyalás keretében a Kormány tárgyalja újra »A tőke szabad áramlásáról« szóló fejezetet és onnan vegye ki a termőföldet?»

A népszavazásra feltenni kívánt kérdést (a továbbiakban: kérdés) tartalmazó aláírásgyűjtő ív hitelesítését az

Országos Választási Bizottság a 2/2003. (I. 8.) OVB határozatával megtagadta. Az Alkotmánybíróság a 12/2003. (IV. 9.) AB határozatával e határozatot megsemmisítette, és az Országos Választási Bizottságot új eljárásra utasította.

Az Alkotmánybíróság határozata szerint a „a Ve. 118. § (5) bekezdése nem határozza meg egyértelműen az aláírásgyűjtő ív mintapéldányának kötelező megjelenési formáját. A Ve. nem támaszt olyan követelményt, hogy az aláírásgyűjtő ív mintapéldányán külön megjelölt hely álljon rendelkezésre az aláírást gyűjtő polgár aláírására.”

II.

Az aláírásgyűjtő íven feltüntetett kérdés tartalmi, a jogszabályi feltételeknek való megfelelés szempontjából történő vizsgálata körében az Országos Választási Bizottság megállapítja, hogy a népszavazásra bocsátandó kérdésben meghatározott időpont szerinti referendum, a 2003. április 12-i európai uniós csatlakozás tárgyában megtartott országos ügydöntő népszavazásra tekintettel már nem lehetséges. Mivel a kérdés a népszavazás időpontját illetően lehetetlen (teljesíthetetlen) feltételt tartalmaz, az nem felel meg az országos népszavazásról és népi kezdeményezésről szóló 1998. évi III. törvény (a továbbiakban: Nsztv.) 13. §-ának (1) bekezdésében foglalt feltételnek.

III.

A határozat az Nsztv. 13. §-án, a Ve. 117. §-án és 118. §-án, a jogorvoslatról való tájékoztatás a Ve. 130. § (1) bekezdésén alapul.

Budapest, 2003. május 7.

Dr. Ficzer Lajos s. k.,
az Országos Választási Bizottság
elnöke

Közlemény

a Kormányzati Ellenőrzési Hivatal szolgálati titokkörü jegyzékéről

1. Az államtitokról és a szolgálati titokról szóló 1995. évi LXV. törvény 6. §-a (1) bekezdésének *p*) pontjában foglalt felhatalmazás alapján a Kormányzati Ellenőrzési Hivatal szolgálati titokkörét a *mellékletben* foglaltak szerint állapítom meg.

2. Jelen közlemények a Magyar Közlönyben történő közzétételével egyidejűleg hatályát veszti a Kormányzati Ellenőrzési Hivatal titokkörü jegyzékéről szóló, a Magyar Közlöny 2001. évi 3. számában közzétett közlemény.

Melléklet

A Kormányzati Ellenőrzési Hivatal szolgálati titokkörü jegyzéke

Az államtitokról és a szolgálati titokról szóló 1995. évi LXV. törvény 4. §-ának (1) bekezdésében foglaltak alapján a Kormányzati Ellenőrzési Hivatal (a továbbiakban: Hivatal) elnöke az alábbi adatfajtákat minősítheti szolgálati titoknak:

1. A Hivatal által lefolytatott ellenőrzésekkel összefüggő dokumentumok azon adatai, amelyek érvényességi idő előtti nyilvánosságra hozatala, jogosulatlan megszerzése és felhasználása, illetéktelken személy részére hozzáférhetővé tétele sérti a Hivatal működési rendjét, akadályozza a feladat- és hatáskörének illetéktelen befolyástól mentes gyakorlását.

A minősítés leghosszabb érvényességi ideje: 20 év.

2. A Kormány részére készített előterjesztések, beszámolók azon adatai, amelyek szolgálati titoknak minősített információkkal kapcsolatosak.

A minősítés érvényességi ideje: az eredeti minősítéssel megegyezőideig.

3. A Kormányzati Ellenőrzési Hivatal védelmi berendezésével és működésével kapcsolatos adatok és dokumentációk.

A minősítés érvényességi ideje: 15 év.

ELŐFIZETÉSI FELHÍVÁS

Kormányrendelet felhatalmazása alapján jelenteti meg a Miniszterelnöki Hivatal a Magyar Közlöny mellékleteként a **HIVATALOS ÉRTESÍTŐT**. A lap hetente, szerdánként, tematikus főrészekben hitelesen közli a legfőbb állami, önkormányzati, társadalmi, gazdasági szervek, illetve szervezetek személyi, szervezeti, igazgatási és képzési, valamint a hírközlési tevékenység (frekvenciagazdálkodás, távközlés, postaügy, informatika) közleményeit, továbbá az üzleti élet híreit. Térítési díj ellenében közzé tesszük a Kincstári Vagyoni Igazgatóság vagyonértékesítési pályázatait, az állami, társadalmi, gazdasági szervezetek, parlamenti pártok, tb-önkormányzatok, kamarák, helyi önkormányzatok, egyházak, különböző képviseletek közleményeit. Fizetett hirdetésként — akár színes oldalakon is — helyet kaphatnak az Értesítőben a gazdálkodó szervezetek, egyetemek, alapítványok, de magánszemélyek közérdeklődésre számot tartó közlései is.

Őszintén reméljük, hogy a hírek, információk, közlemények egy lapban történő pontos és rendszerezett formában való közreadásával sikerül hatékonyabbá és eredményesebbé tenni előfizetőink tájékozódását a hivatali és üzleti életben. Az érdeklődők számára egyéb hasznos információkat is nyújt a lap.

A lap előfizetésben megrendelhető a Magyar Hivatalos Közlönykiadó 1085 Budapest, Somogyi Béla u. 6. címen, levélcím: 1394 Budapest 62., Pf. 357; faxszám: 318-6668.

2003. évi éves előfizetési díja: 9408 Ft áfával.

A **HIVATALOS ÉRTESÍTŐ** egyes számai megvásárolhatók a kiadó közlőnyboltjában: 1085 Budapest, Somogyi Béla u. 6. Telefon/fax: 267-2780.

M E G R E N D E L Ő L A P

Megrendelem a **HIVATALOS ÉRTESÍTŐ** című lapot példányban, és kérem a következő címre kézbesíteni:

Megrendelő neve:

címe (város/község, irányítószám):

utca, házszám:

Ügyintéző (telefonszám):

2003. évi előfizetési díj fél évre 4704 Ft áfával ☐

egy évre 9408 Ft áfával ☐

Számlát kérek a befizetéshez. ☐

Kérjük, a négyzetbe történő X bejelöléssel jelezze az előfizetés időtartamát.

Kelt.:

.....
cégszerű aláírás

MAGYAR KÖZLÖNY CD

Az eddig megjelent elektronikus Magyar Közlöny-évfolyamok (1998–99, 2000, 2001) után megjelenik a **MAGYAR KÖZLÖNY CD Archívum** következő, 2002. évi száma!

A MAGYAR KÖZLÖNY CD Archívum előnyei:

- **változatlan tartalom és formátum**
(az eredeti Magyar Közlönyök nyomdahű formában)
- **értéknövelő szolgáltatások**
(keresés, exportálás, közlönyformátumú nyomtatás)
- **kis helyigény, kényelmes tárolhatóság**
(hosszú távú archiválás adatromlás nélkül)

Az új CD és a korábbi évfolyamok ára példányonként egységesen **14 000 Ft + 12% áfa**, az öt évfolyam összesítve **46 000 Ft + 12% áfa**.

Éves Magyar Közlöny-előfizetéssel rendelkező megrendelők a megrendelt CD-k árából **50% kedvezményt** kapnak!

További információ kapható a **06 (80) 200-723** zöld számon vagy a **www.mhk.hu** honlapon.



MEGRENDELŐLAP

Megrendeljük a **Magyar Közlöny CD Archívumot** az alábbiak szerint:

- ☐ 2002-es évfolyam példányban, ára példányonként 14 000 Ft + 12% áfa
- ☐ 2001-es évfolyam példányban, ára példányonként 14 000 Ft + 12% áfa
- ☐ 2000-es évfolyam példányban, ára példányonként 14 000 Ft + 12% áfa
- ☐ 1998–99-es évfolyam példányban, ára példányonként 14 000 Ft + 12% áfa
- ☐ 1998–2002-es évfolyam összesítve példányban, ára példányonként 46 000 Ft + 12% áfa

Jelenleg is élő éves Magyar Közlöny-előfizetéssel rendelkezünk: igen / nem

Megrendelő (cég) neve: _____

Megrendelő címe: _____

Ügyintéző neve, telefonszáma: _____

Dátum: _____

Cégszerű aláírás: _____

Kérjük, hogy a szelvényt a Magyar Hivatalos Közlönykiadó **1394 Budapest 62, Pf. 361** postacímére, illetve a **266-8906-os** vagy a **318-6668-as** faxszámra küldje vissza. Megrendelését feladhatja a **www.mhk.hu** honlapon vagy a **kozlony@mhk.hu** e-mail-címen is.

KÖZLEMÉNY

A Magyar Hivatalos Közlönykiadó a Magyar Közlöny különszámaként megjelentette

AZ ÚJ POLGÁRI TÖRVÉNYKÖNYV KONCEPCIÓJA ÉS TEMATIKÁJA

című, A/4 formátumú, 144 oldal terjedelmű kiadványt.

A kiadvány a Kormány 1003/2003. (I. 25.) Korm. határozatával elfogadott új Polgári Törvénykönyv Konceptcióját és a Kodifikációs Főbizottság által jóváhagyott szabályozási Tematikát egybefoglalva tartalmazza.

Ára: 980 Ft áfával.

A megrendeléseket a Magyar Hivatalos Közlönykiadó címére (1085 Budapest, Somogyi Béla u. 6.) lehet feladni.
Fax: 338-4746 vagy 267-2780.

MEGRENDELŐLAP

Megrendeljük

AZ ÚJ POLGÁRI TÖRVÉNYKÖNYV KONCEPCIÓJA ÉS TEMATIKÁJA

című kiadványt példányban.

A megrendelő (cég) neve:

Címe (város, irányítószám):

Utca, házszám:

Az ügyintéző neve, telefonszáma:

A megrendelő (cég) bankszámlaszáma:

A megrendelt példányok ellenértékét a postaköltséggel együtt, a szállítást követő számla kézhezvétele után, 8 napon belül a Magyar Hivatalos Közlönykiadónak a számlán feltüntetett pénzforgalmi jelzőszámára átutaljuk.

Keltezés:

.....
cégszerű aláírás

Szerkeszti a Miniszterelnöki Hivatal, a Szerkesztőbizottság közreműködésével.

A szerkesztésért felelős: dr. Müller György. Budapest V., Kossuth tér 1—3.

Kiadja a Magyar Hivatalos Közlönykiadó. Felelős kiadó: dr. Kodela László elnök-vezérigazgató.
Budapest VIII., Somogyi Béla u. 6. Telefon: 266-9290.

Előfizetésben megrendelhető a Magyar Hivatalos Közlönykiadónál

Budapest VIII., Somogyi Béla u. 6., 1394 Budapest 62. Pf. 357, vagy faxon 318-6668.

Előfizetésben terjeszti a Magyar Hivatalos Közlönykiadó a FÁMA Rt. közreműködésével. Telefon/fax: 266-6567.

Információ: tel./fax: 317-9999, 266-9290/245, 357 mellék.

Példányonként megvásárolható a kiadó Budapest VIII., Somogyi B. u. 6. (tel./fax: 267-2780) szám alatti közlönypoltjában, illetve megrendelhető a www.mhk.hu/kozlonybolt internetcímen.

2003. évi éves előfizetési díj: 62 496 Ft. Egy példány ára: 140 Ft 16 oldal terjedelemtől, utána + 8 oldalanként + 140 Ft.

A kiadó az előfizetési díj évközlési emelésének jogát fenntartja.

HU ISSN 0076—2407

03.0821 — Nyomja a Magyar Hivatalos Közlönykiadó Lajosmizsei Nyomdája. Felelős vezető: Burján Norbert.