НАРЕДБА ЗА СПЕЦИАЛНИТЕ ИЗИСКВАНИЯ ЗА СЪСТАВ, ОПАКОВАНЕ, ЕТИКЕТИРАНЕ, МЕТОДИ ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ И АНАЛИЗ НА ТОРОВЕ

В сила от 05.05.2003 г.
Обн. ДВ. бр.10 от 4 Февруари 2003г., изм. ДВ. бр.105 от 29 Декември 2005г.

Глава първа.
ОБЩИ РАЗПОРЕДБИ

Чл. 1. С наредбата се определят специалните изисквания по отношение на състава, опаковането, етикетирането, методите за вземане на проби и анализ на видовете торове съгласно приложение № 1.

Чл. 2. (1) Торовете, които са посочени в приложение № 1 и отговарят на изискванията на наредбата, се означават с думите "ЕС тор".

(2) Лицето, което пуска на пазара торове, удостоверява тяхното съответствие с изискванията на наредбата чрез нанасяне на означението "ЕС тор".

Глава втора.
СПЕЦИАЛНИ ИЗИСКВАНИЯ ЗА СЪСТАВ, ОПАКОВАНЕ И ЕТИКЕТИРАНЕ НА ТОРОВЕ С ОЗНАЧЕНИЕ "ЕС ТОР"

Раздел I.
Общи изисквания

Чл. 3. (1) Съдържанието на основните хранителни елементи-азот, фосфор и калий, се изразява:

1. азот-под формата на елемент (N);
2. фосфор и калий-под формата на елемент (P, K), под формата на оксиди (P_2O_5, K_2O) или под двете форми едновременно.

(2) Съдържанието на фосфор и калий, изразено под формата на оксиди в приложение № 1, се преизчислява под формата на елементи чрез коефициентите:

1. фосфор (P) = фосфорен пентаоксид (P_2O_5) x 0,436;
2. калий (K) = калиев оксид (K_2O) x 0,830.

Чл. 4. (1) Съдържанието на второстепенни те хранителни елементи-калций, магнезий, натрий и сяра, се изразява под формата на елемент (Ca, Mg, Na, S), под формата на оксиди (CaO, MgO, Na_2O, SO_3) или под двете форми едновременно.

(2) Съдържанието на калций, магнезий, натрий и сяра, изразено под формата на оксиди в приложение № 1, се преизчислява под формата на елементи чрез коефициентите:

1. калций (Ca) = калциев оксид (CaO) x 0,715;
2. магнезий (Mg) = магнезиев оксид (MgO) x 0,600;
3. натрий (Na) = натриев оксид (Na_2O) x 0,742;
4. сяра (S) = серен триоксид (SO_3) x 0,400.

(3) Изчисленото съдържание на оксид или елемент се закръглява до първия десетичен знак.

Чл. 5. (1) Съдържанието на един или повече от микроелементите бор, кобалт, мед, желязо, манган, молибден или цинк в торове от видовете, определени в приложение № 1, раздели А, Б, В и Г, се обявява, когато:

1. микроелементите са добавени най-малко в количествата, посочени в приложение № 1, раздели Д.2.2 и Д.2.3;

2. торовете отговарят на изискванията, посочени в приложение № 1, раздели А, Б, В и Г.

(2) Когато микроелементите са естествена съставка на суровината за получаване на торове с основни (N, P, K) и второстепенни хранителни елементи (Ca, Mg, Na, S), микроелементите могат да бъдат обявени, при условие че се съдържат най-малко в минималните количества, посочени в приложение № 1, раздели Д.2.2 и Д.2.3.

Чл. 6. (1) Съдържанието на микроелементи се обявява под формата на елементи:

1. за торове, принадлежащи към видовете, включени в приложение № 1, раздел Д.1-в съответствие с изискванията, посочени в колона 6 на раздела;

2. за торове, посочени в т. 1, съдържащи поне два различни микроелемента и отговарящи на изискванията на приложение № 1, раздел Д.2.1, и за торове, принадлежащи към видовете, посочени в приложение № 1, раздели А, Б, В и Г, се посочват:

а) общото съдържание на микроелементи, изразено като процент от масата на тора;

б) водоразтворимото съдържание, изразено като процент от масата на тора, когато разтворимото съдържание е най-малко половината от общото съдържание; когато микроелементът е напълно разтворим във вода, се обявява само водоразтворимото съдържание.

(2) Когато микроелементът е химически свързан с органична молекула, съдържание то му в тора се обявява след водоразтворимото съдържание като процент от масата на продукта.

Чл. 7. (1) Торовете трябва да имат идентификационна маркировка.

(2) Когато торовете са опаковани, идентификационната маркировка трябва да е нанесена върху опаковката или върху етикетите.

(3) Когато торовете са в насипно състояние или опаковката съдържа повече от 100 килограма, идентификационната маркировка трябва да се съдържа в придружаващите документи.

Чл. 8. (1) Идентификационната маркировка по чл. 7 трябва да съдържа следните означения:

1. задължителни:

а) думите "ЕС ТОР" с главни букви;

б) маркировките, определени в чл. 16, 18 и 20;

в) обявено съдържание на всеки хранителен елемент, означено с думи и чрез съответния химичен символ и изразено като форми и/или разтворимости, когато такива са определени в приложение № 1; основните хранителни елементи се посочват в следния ред: азот (N), фосфор (P) и/или фосфорен пентаоксид (P2O5), калий (K) и/или калиев оксид (K2O); второстепенни те хранителни елементи се посочват в следния ред: калций (Ca) и/или калциев оксид (CaO), магнезий (Mg) и/или магнезиев оксид (MgO), натрий (Na) и/или натриев оксид (Na2O), сяра (S) и/или серен триоксид (SO3); микроелементите се посочват в следния ред: бор (B), кобалт (Co), мед (Cu), желязо (Fe), манган (Mn), молибден (Mo), цинк (Zn);

г) нетната или брутната маса; количество то течен тор може да се обяви допълнително и чрез обема или като маса спрямо обем (килограм на хектолитър или грам на литър); когато е обявена брутната маса, се посочва и масата на опаковката;

д) когато торът съдържа микроелементи, като всички или част от тях са химически свързани с органична молекула, след наименовани ето на микроелемента се добавя един от следните изрази: "хелатиран от" и наименованието на хелатообразуващия агент или абревиатурата му или "комплекс с" и наименованието на комплексообразувателя или абревиатурата му;

е) името или наименованието и адреса на лицето, което е отговорно за пускането на продукта на пазара;

ж) за смесените торове след наименование то на вида тор се добавя означението "смес";

2. незадължителни:

а) посочените в приложение № 1 незадължителни означения;

б) специфичните указания за използване, съхраняване и манипулиране;

в) знакът на производителя, търговската марка на продукта и търговското наименование на продукта.

(2) Незадължителните означения трябва да са ясно разграничени от задължителните и да не им противоречат.

(3) Задължителните и незадължителните означения трябва да са ясно отделени от всяка друга информация върху опаковката, етикета и придружаващите документи.

(4) Течните торове се пускат на пазара придружени от указания за температурата на съхранение и мерките за предотвратяване на инциденти при съхраняването им.

Чл. 9. (1) Етикетите или маркировката, отпечатана върху опаковката, и съдържащи данните по чл. 8, се поставят на видно място. Етикетите трябва да се придържат от системата, използвана за затваряне на опаковката. Ако тази система включва оловна или друг вид пломба, пломбата трябва да носи името или марката на лицето по чл. 8, ал. 1, т. 1, буква "е".

(2) Маркировката по ал. 1 трябва да бъде и да остава неизтриваема и ясно четлива.

(3) В случаите по чл. 7, ал. 3 копия от документите, съдържащи идентификационната маркировка, придружават продуктите и са достъпни за контрол.

Чл. 10. Когато торовете са опаковани, опаковката трябва да бъде затворена по такъв начин или чрез такива устройства, че при отваряне да се получи непоправимо нарушаване на системата за затваряне, на пломбата или на самата опаковка. Допуска се използване на вентилни торби.

Чл. 11. Етикетът, маркировката върху опаковката и придружаващите документи задължително се изписват и на български език.

Чл. 12. (1) Допустимите отклонения от обявеното съдържание на хранителни елементи в торовете са посочени в приложение № 2.

(2) Не се разрешават отклонения от минималните и максималните стойности на съдържанието на хранителни елементи, посочени в приложение № 1.

(3) Когато не е определена максимална стойност на съдържанието на хранителни елементи, няма ограничения за излишъка над обявеното количество.

Раздел II.
Специфични изисквания за неорганични торове с основни хранителни елементи

Чл. 13. Неорганичните торове с основни хранителни елементи, твърди или течни, еднокомпонентни или сложни, включително тези, които съдържат второстепенни хранителни елементи и/или микроелементи в минимални количества, се определят в приложение № 1, раздели А, Б, В, Д.2.2 или Д.2.3.

Чл. 14. (1) Съдържанието на калций, магнезий, натрий и сяра като второстепенни хранителни елементи, съдържащи се в торовете, посочени в приложение № 1, раздели А, Б и В, се обявява, когато тези елементи присъстват най-малко в следните количества:

1. 2 % калциев оксид (CaO), т.е. 1,4 % Ca;
2. 2 % магнезиев оксид (MgO), т.е. 1,2 % Mg;
3. 3 % натриев оксид (Na2O), т.е. 2,2 % Na;
4. 5 % серен триоксид (SO3), т.е. 2,0 % S.

(2) За течните торове за листно подхранване съдържанието на водоразтворим калций се посочва, когато е най-малко 8 % CaO (5,7 % Ca).

Чл. 15. Съдържанието на калций, магнезий, натрий и сяра в торовете, включени в приложение № 1, раздели А, Б и В, се обявява по един от следните начини:

1. общото съдържание, изразено като процент от масата на тора;

2. общото съдържание и съдържанието на водоразтворимата част, изразени като процент от масата на тора, когато водоразтворимото съдържание е най-малко една четвърт от общото съдържание;

3. водоразтворимото съдържание, изразено като процент от масата на тора, когато елементът е напълно разтворим във вода.

Чл. 16. (1) Към задължителната идентификационна маркировка по чл. 8, ал. 1, т. 1 се нанасят:

1. наименованието на вида тор в съответствие с приложение № 1, като непосредствено след химичния символ на основния храните лен елемент в скоби се посочват химическите символи на обявените второстепенни хранителни елементи;

2. съдържанието на хранителните елементи, означено чрез:

а) числа, показващи съдържанието на основни елементи, които за сложните торове са в реда, предвиден в наименованието;

б) числа в скоби, показващи съдържанието на обявените второстепенни елементи, последвани от израза "с микроелементи" или от предлога "с", последван от наименованието или наименованията на присъстващите микроелементи или техните химически символи.

(2) След означението на вида тор се посочват единствено числата за съдържанието на основните и второстепенните хранителни елементи.

(3) Обявеното съдържание на основни и второстепенни хранителни елементи се изразява в процент от масата на тора като цяло число или, когато е необходимо, с точност до първия десетичен знак.

(4) Съдържанието на хранителни елементи в сложните торове се означава:

1. за основните елементи: N, P и/или P2O5, K и/или K2O;

2. за второстепенните елементи: Ca и/или CaO, Mg и/или MgO, Na и/или Na2O, S и/или SO3.

(5) Обявеното съдържание на микроелементи се изразява като процент от масата на тора съгласно приложение № 1, раздели Д.2.2 и Д.2.3.

(6) Формата и разтворимостта на хранителните елементи се изразяват като процент от масата на тора, освен когато в приложение № 1 е определено друго.

Раздел III.
Специфични изисквания за неорганични торове с второстепенни хранителни елементи

Чл. 17. Неорганичните торове, твърди или течни, с второстепенни хранителни елементи, включително тези, които съдържат микроелементи, се определят в приложение № 1, раздели Г, Д.2.2 и Д.2.3.

Чл. 18. (1) Към задължителната идентификационна маркировка съгласно чл. 8, ал. 1, т. 1 се нанасят:

1. наименованието на вида тор в съответствие с приложение № 1, раздел Г;

2. съдържанието на обявените второстепенни хранителни елементи, означено чрез числа, последвани от израза "с микроелементи", ако има обявено съдържание на микроелементи, или от предлога "с", последван от наименованието или наименованията на присъстващите микроелементи или техните химически символи.

(2) Съдържанието на второстепенните хранителни елементи се изразява като процент от масата, като цяло число или, когато е необходимо, с точност до първия десетичен знак.

(3) Съдържанието на второстепенни хранителни елементи в сложните торове се означава,

както следва: Ca и/или CaO, Mg и/или MgO, Na и/или Na2O, S и/или SO3.

(4) Обявеното съдържание на микроелементи се изразява като процент от масата на тора, както е посочено в приложение № 1, раздели Д.2.2 и Д.2.3.

(5) Формата и разтворимостта на хранителните елементи се изразяват като процент от масата на тора, освен когато в приложение № 1 е определено друго.

Раздел IV.
Специфични изисквания за неорганични торове с микроелементи

Чл. 19. Твърдите или течните неорганични торове, съдържащи един или повече микроелементи, се определят в приложение № 1, раздели Д.1 и Д.2.1.

Чл. 20. (1) Към задължителната идентификационна маркировка съгласно чл. 8, ал. 1, т. 1 се нанасят:

1. наименованието на вида тор в съответствие с приложение № 1, раздел Д.1 или като наименование "смес от микроелементи", следвано от наименованията на микроелементите или техните химически символи;

2. съдържанието на микроелементи като процент от масата на тора, изразено като цяло число или, когато е необходимо, с точност до най-близкия знак след десетичната запетая за торове, съдържащи само един микроелемент, в съответствие с приложение № 1, раздел Д.1.

(2) Когато торовете съдържат няколко микроелемента, броят на позициите след десетичната запетая за даден елемент е съгласно приложение № 1, раздел Д.2.1.

(3) Видовете микроелементи и тяхната разтворимост се изразяват като процент от масата на тора, освен когато в приложение № 1 е определено друго.

(4) Когато микроелементът присъства в хелатна форма, трябва да се посочи pH - интервалът, гарантиращ приемлива устойчивост на хелата.

(5) Когато продуктът не оставя твърд остатък след разтваряне във вода, той може да се означи с израза "за разтваряне".

(6) Под задължителната или допълнителна та маркировка се добавя: "Да се използва само в случаи на доказана необходимост. Да не се превишават препоръчаните норми."

Чл. 21. Неорганичните торове с микроелементи се пускат на пазара опаковани.

Раздел V.
Специфични изисквания за амониево-нитратни торове с високо съдържание на азот

Чл. 22. (1) (Доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Еднокомпонентните или сложни амониево-нитратни торове с високо съдържание на азот могат да съдържат неорганични добавки или инертни вещества-смлян варовик или смлян доломит, калциев сулфат, магнезиев сулфат и кизерит.

(2) Неорганични добавки или инертни вещества, различни от тези по ал. 1, могат да се добавят в торовете, когато не увеличават чувствителността им към нагряване и не намаляват устойчивостта им на детонация.

Чл. 23. Еднокомпонентен амониево-нитратен тор с високо съдържание на азот се означава като "ЕС тор", когато отговаря на изискванията на приложение № 3, раздел I.

Чл. 24. Еднокомпонентните амониево-нитратни торове с високо съдържание на азот, предназначени за крайния потребител, трябва да са опаковани.

Глава трета.
КОНТРОЛ

Чл. 25. (1) Контрол върху торове за съответствието им с изискванията на наредбата се осъществява от Националната служба за растителна защита (НСРЗ).

(2) Контролът върху торовете се извършва в базите за съхраняване и в търговската мрежа.

(3) При осъществяване на контрола проверяваното лице предоставя за проверка: фактура, протокол за анализ от производителя и/или изпитвателен протокол от акредитирана лаборатория, ако продуктите са проверени за съответствие.

(4) За всяка взета проба се съставя протокол по образец съгласно приложение № 4 в присъствието на проверяваното лице или негов представител.

(5) Регионалната служба за растителна защита (РСРЗ) изпраща в акредитирана лаборатория взетите проби, придружени от искане за изпитване, протокол за вземане на проби и копие на протокола за анализ, издаден от производителя.

(6) В 5-дневен срок от получаване на пробата акредитираната лаборатория извършва анализа и издава изпитвателен протокол, който се изпраща в РСРЗ и на проверяваното лице.

(7) В случай на несъответствие по отношение на състава на изпитваната проба съгласно приложение № 1 с обявеното съдържание на хранителни елементи и след отчитане на допустимите отклонения съгласно приложение № 2 акредитираната лаборатория изпраща екземпляр от протокола и в НСРЗ.

(8) В случаите по ал. 7 НСРЗ може да разпореди да се приложи една от мерките по чл. 24д, ал. 3 от Закона за защита на растенията.

(9) При несъответствие разходите за анализ са за сметка на проверяваното лице, като в едномесечен срок проверяваното лице заплаща на НСРЗ разходите за анализа.

Чл. 26. Вземането на проби и извършването на анализи на торове се извършват в съответствие с методите, описани в приложение № 5, като резултатите се съобразят с допустимите отклонения съгласно приложение № 2.

Чл. 27. (1) Проверките, анализите и изпитванията на еднокомпонентни амониево-нитратни торове с високо съдържание на азот се извършват в съответствие с методите съгласно приложение № 3, раздели III и IV.

(2) Националната служба за растителна защита може да извършва допълнителни проверки на еднокомпонентни амониево-нитратни торове с високо съдържание на азот съгласно приложение № 3, раздел II.

Допълнителни разпоредби

§ 1. По смисъла на наредбата:

1. "Основен хранителен елемент" е всеки от елементите азот, фосфор и калий.

2. "Второстепенен хранителен елемент" е всеки от елементите калций, магнезий, натрий и сяра.

3. "Микроелементи" са елементите бор, кобалт, мед, желязо, манган, молибден и цинк, необходими за растежа на растенията в значително по-малки количества в сравнение с основните и второстепенните хранител ни елементи.

4. "Неорганичен тор" е тор, в който хранителните елементи са под формата на неорганични соли, получени чрез физични и/или химични промишлени процеси. Калциевият цианамид, карбамидът и продуктите, получени от него чрез кондензация и/или свързване, се класифицират като неорганични торове.

5. "Хелатиран микроелемент" е микроелемент, фиксиран върху една от органичните молекули, посочени в приложение № 1, раздел Д.3.

6. "Комплексен микроелемент" е микроелемент, фиксиран в съединение със сложен

състав, в което има централен атом и непосредствено свързани с него молекули или йони.

7. "Вид торове" са торове с общо наименование съгласно приложение № 1.

8. "Еднокомпонентен тор" е азотен, фосфорен или калиев тор, съдържащ само един от основните хранителни елементи.

9. "Сложен тор" е тор, съдържащ не по-малко от два основни хранителни елемента, получен по химичен път или чрез смесване или комбинация от двете.

10. "Комплексен тор" е сложен тор, получен чрез химична реакция, чрез разтваряне или чрез гранулация, съдържащ не по-малко от два основни хранителни елемента, като всяка гранула съдържа всички обявени в състава хранител ни елементи.

11. "Смесен тор" е тор, получен чрез сухо смесване на няколко торове без протичане на химична реакция.

12. "Еднокомпонентен амониево-нитратен тор с високо съдържание на азот" е продукт, получен по химичен път на базата на амониев нитрат, предназначен за използване като тор и съдържащ повече от 28 % азот.

13. "Тор за листно подхранване" е тор, който се прилага върху листата на културите и се поема чрез тях.

14. "Течен тор" е тор в суспензия или разтвор.

15. "Торов разтвор" е течен тор, който не съдържа твърди частици.

16. "Обявено съдържание" е съдържанието на хранителен елемент или негов оксид, включително неговите форми и разтворимости, което е гарантирано от лицето, пускащо тора на пазара, в рамките на допустимите отклонения.

17. "Допустимо отклонение" е разрешеното отклонение на измерената от обявената стойност на хранителния елемент.

18. "Насипен тор" е тор, който не е опакован.

19. "Пускане на пазара" е всяко доставяне срещу заплащане или безплатно или съхраняване за целите на доставянето. Вносът на торове се счита като пускане на пазара.

Заключителни разпоредби

§ 2. Наредбата се издава на основание чл. 24в, ал. 2 от Закона за защита на растенията.

§ 3. Контролът по прилагането на наредбата се възлага на Националната служба за растителна защита и на нейните регионални структури.

§ 4. Наредбата влиза в сила 3 месеца след обнародването й в "Държавен вестник".

Приложение № 1 към чл. 2, ал. 1

(Изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.)

СПИСЪК НА ВИДОВЕТЕ "ЕС ТОРОВЕ"

А. Неорганични еднокомпонентни торове с основни хранителни елементи

А.1. Азотни торове

№	Вид	Данни за метода на получаване и основни съставки	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата); изразяване на хранителните елементи;	Други данни за вида	Съдържание на хранителни елементи за обявяване; форми и разтворимости на хранителните

			други изисквания		елементи; други критерии
1	2	3	4	5	6
1(а)	Калциев нитрат	Продукт, получен по химичен път, съдържащ калциев нитрат като основна съставка. Възможно е да съдържа амониев нитрат.	15 % N Азот, изразен като общ азот или като нитратен и амонячен азот. Максимално съдържание на амонячен азот: 1,5 % N		Общ азот Допълнителни незадължителни данни: Нитратен азот Амонячен азот
1(б)	Калциево-магнезиев нитрат	Продукт, получен по химичен път, съдържащ калциев нитрат и магнезиев нитрат като основни съставки.	13 % N Азот, изразен като нитратен азот. Минимално съдържание на магнезий под формата на водоразтворими соли, изразено като магнезиев оксид: 5 % MgO		Нитратен азот Водоразтворим магнезиев оксид
1(в)	Магнезиев нитрат	Продукт, получен по химичен път, съдържащ като основна съставка магнезиев нитрат хексахидрат.	10 % N Азот, изразен като нитратен азот. 14 % MgO Магнезий, изразен като водоразтворим магнезиев оксид.	Когато се пуска на пазара в кристална форма, може да се добави изразът "в кристална форма".	Нитратен азот Водоразтворим магнезиев оксид
2(а)	Натриев нитрат	Продукт, получен по химичен път, съдържащ като основна съставка натриев нитрат.	15 % N Азот, изразен като нитратен азот.		Нитратен азот
2(б)	Чилска селитра	Продукт, получен от чилска селитра, съдържащ натриев нитрат като основна съставка.	15 % N Азот, изразен като нитратен азот		Нитратен азот
3(а)	Калциев цианамид	Продукт, получен по химичен път, съдържащ калциев цианамид като основна съставка, калциев оксид. Възможно е да съдържа и малки количества амониеви соли и карбамид.	18 % N Азот, изразен като общ азот, като най-малко 75 % от обявения азот е под формата на цианамид.		Общ азот
3(б)	Нитрифициран калциев цианамид	Продукт, получен по химичен път, съдържащ калциев цианамид като основна съставка, калциев оксид, малки количества амониеви соли и карбамид и добавен нитрат.	18 % N Азот, изразен като общ азот, като най-малко 75 % от обявения ненитратен азот е под формата на цианамид. Съдържание на нитратен азот: - минимум: 1 % N; - максимум: 3 % N		Общ азот Нитратен азот
4	Амониев	Продукт, получен по	20 % N		Амонячен азот

	сулфат	химичен път, съдържащ амониев сулфат като основна съставка.	Азот, изразен като амонячен азот.		
5	Амониев нитрат или калциево-амониев нитрат	Продукт, получен по химичен път, съдържащ амониев нитрат като основна съставка, който може да съдържа пълнители като смлян варовик, калциев сулфат, смлян доломит, магнезиев сулфат, кизерит.	20 % N Азот, изразен като нитратен и амонячен азот, като всяка от тези две форми на азот е около половината от азотното съдържание.	Означението "калциево-амониев нитрат" е запазено изключително за тор, съдържащ само калциев карбонат (варовик) и/или магнезиев карбонат и калциев карбонат (доломит) в добавка към амониевия нитрат. Минималното съдържание на тези карбонати трябва да е 20 %, а тяхната чистота - най-малко 90 %.	Общ азот Нитратен азот Амонячен азот
6	Амониев сулфат-нитрат	Продукт, получен по химичен път, съдържащ като основни съставки амониев нитрат и амониев сулфат.	25 % N Азот, изразен като амонячен и нитратен азот. Минимално съдържание на нитратен азот: 5 %.		Общ азот Амонячен азот Нитратен азот
7	Магнезиев сулфонитрат	Продукт, получен по химичен път, съдържащ амониев нитрат, амониев сулфат и магнезиев сулфат като основни съставки.	19 % N Азот, изразен като амонячен и нитратен азот. Минимално съдържание на нитратен азот: 6 % N 5 % MgO Магнезий под форма на водоразтворими соли, изразен като магнезиев оксид.		Общ азот Амонячен азот Нитратен азот Водоразтворим магнезиев оксид
8	Магнезиево-амониев нитрат	Продукт, получен по химичен път, съдържащ амониеви нитрати и магнезиеви соли (доломит, магнезиев карбонат и/или магнезиев сулфат) като основни съставки.	19 % N Азот, изразен като амонячен и нитратен азот. Минимално съдържание на нитратния азот: 6 % N 5 % MgO Магнезий, изразен като общ магнезиев оксид.		Общ азот Амонячен азот Нитратен азот Общ магнезиев оксид и по възможност водоразтворим магнезиев оксид
9	Карбамид	Продукт, получен по химичен път, съдържащ карбонил диамид като основна съставка.	44 % N Общ амиден азот (включително биурет). Максимално съдържание на биурет: 1,2 %.		Общ азот, изразен като амиден азот
10	Кротонилиден дикарбамид	Продукт, получен при реакция на карбамид с кротоналдехид.	28 % N Азот, изразен като общ азот.		Общ азот Амиден азот, когато е най-малко 1 % от масата

		Мономерно химическо съединение.	Най-малко 2 5 % N от кротонилиден дикарбамид. Максимално съдържание на амиден азот: 3 %.		Азот от кротонилиден дикарбамид
11	Изобутилиде н дикарбамид	Продукт, получен при реакция на карбамид с изобутиралдехид. Мономерно химическо съединение.	28 % N Азот, изразен като общ азот. Най-малко 25 % N от изобутилиден дикарбамид. Максимално съдържание на амиден азот: 3 %.		Общ азот Амиден азот, когато е най-малко 1 % от масата Азот от изобутилиден дикарбамид
12	Карбамид формалдехид	Продукт, получен при реакция на карбамид с формалдехид и съдържащ като основни съставки молекули от карбамид формалдехид. Полимерно химично съединение.	36 % N Азот, изразен като общ азот. Най-малко 3/5 от обявения общ азот трябва да е разтворим в гореща вода. Най-малко 31 % N от карбамид формалдехид. Максимално съдържание на амиден азот: 5 %.		Общ азот Амиден азот, когато е най-малко 1 % от масата Азот от карбамид формалдехид, който е разтворим в студена вода Азот от карбамид формалдехид, който е разтворим само в гореща вода
13	Азотен тор, съдържащ кротонилиде н дикарбамид	Продукт, получен по химичен път, съдържащ кротонилиден дикарбамид и еднокомпонентен азотен тор, посочен в раздел А.1 на това приложение, с изключение на видовете 3(а), 3(б) и 5.	18 % N Азот, изразен като общ азот. Най-малко 3 % N в амонячна и/или нитратна и/или амидна форма. Най-малко 1/3 от обявеното съдържание на общ азот трябва да е получено от кротонилиден дикарбамид. Максимално съдържание на биурет: (амиден N + кротонилиден дикарбамид N) x 0,026.		Общ азот За всяка форма със съдържание най-малко 1 %: - нитратен азот - амонячен азот - амиден азот Азот от кротонилиден дикарбамид
14	Азотен тор, съдържащ изобутилиде н дикарбамид	Продукт, получен по химичен път, съдържащ изобутилиден дикарбамид и еднокомпонентен азотен тор, посочен в Раздел А.1 на това Приложение, с изключение на видовете 3(а), 3(б) и 5.	18 % N Азот, изразен като общ азот. Най-малко 3 % N в амонячна и/или нитратна и/или амидна форма. Най-малко 1/3 от обявеното съдържание на общ азот трябва да е получено от изобутилиден дикарбамид. Максимално съдържание на биурет: (амиден N + изобутилиден дикарбамид N) x 0,026.		Общ азот За всяка форма със съдържание най-малко 1 %: - нитратен азот - амонячен азот - амиден азот Азот от изобутилиден дикарбамид
15	Азотен тор,	Продукт, получен по	18 % N		Общ азот

	съдържащ карбамид формалдехид	химичен път, съдържащ карбамид формалдехид и еднокомпонентен азотен тор, посочен в раздел А.1 на това приложение, с изключение на видовете 3(а), 3(б) и 5.	Азот, изразен като общ азот. Най-малко 3 % N в амонячна и/или нитратна и/или амидна форма. Най-малко 1/3 от обявеното съдържание на общ азот трябва да е получено от карбамид формалдехид. Азотът от карбамид формалдехида трябва да съдържа най-малко 3/5 азот, който е разтворим в гореща вода. Максимално съдържание на биурет: (амиден N + карбамид формалдехид N) x 0,026.		За всяка форма със съдържание най-малко 1 %: - нитратен азот - амонячен азот - амиден азот Азот от карбамид формалдехид Азот от карбамид формалдехид, който е разтворим в студена вода Азот от карбамид формалдехид, който е разтворим само в гореща вода
16	Амониев сулфат с инхибитор на нитрификацията (дициандиамид)	Продукт, получен по химичен път, съдържащ амониев сулфат и дициандиамид.	20 % N Азот, изразен като общ азот. Минимално съдържание на амонячен азот: 18 %. Минимално съдържание на азот от дициандиамид: 1,5 %.		Общ азот Амонячен азот Азот от дициандиамид Техническа информация(1)
17	Амониев сулфонитрат с инхибитор на нитрификацията (дициандиамид)	Продукт, получен по химичен път, съдържащ амониев сулфонитрат и дициандиамид	24 % N Азот, изразен като общ азот. Минимално съдържание на нитратен азот: 3 %. Минимално съдържание на азот от дициандиамид: 1,5 %.		Общ азот Нитратен азот Амонячен азот Азот от дициандиамид Техническа информация(1)
18	Карбамид амониев сулфат	Продукт, получен по химичен път от карбамид и амониев сулфат.	30 % N Азот, изразен като амонячен и амиден азот. Минимално съдържание на амонячен азот: 4 %. Минимално съдържание на сяра, изразена като серен триоксид: 12 %. Максимално съдържание на биурет: 0,9 %.		Общ азот Амонячен азот Амиден азот Водоразтворим серен триоксид

(1) Към всяка опаковка или насипна доставка трябва да се прилага възможно най-пълна техническа информация от лицето, отговорно за пускането на продукта на пазара. Тази информация трябва да дава възможност на потребителя да определя нормите и времето за торене в зависимост от отглежданата култура.

А.2. Фосфорни торове (*)

№	Вид	Данни за метода на получаване и основни	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от	Други данни	Съдържание на хранителни елементи за обявяване;

		съставки	масата); изразяване на хранителните елементи; други изисквания	за вида	форми и разтворимости на хранителните елементи; други критерии
1	2	3	4	5	6
1	Основна шлака: - Томасови фосфати - Томасова шлака	Продукт, получен при топене на желязо чрез третиране на фосфатни стопилки и съдържащ калциеви силикофосфати като основни съставки.	12 % P2O5 Фосфор, изразен като фосфорен пентаоксид, разтворим в неорганични киселини. Най-малко 75 % от обявеното съдържание на фосфорния пентаоксид да е разтворимо в 2 % лимонена киселина; или P2O5 Фосфор, изразен като фосфорен пентаоксид, разтворим в 2 % лимонена киселина. Размер на частиците: - най-малко 75 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm; - най-малко 96 % да преминава през сито с отвори 0,630 mm.		Общ фосфорен пентаоксид (разтворим в неорганични киселини), 75 % от който (да бъде отбелязано като % от масата) е разтворим в 2 % лимонена киселина.
2(а)	Обикновен суперфосфат	Продукт, получен чрез взаимодействие на смлян минерален фосфат със сярна киселина и съдържащ монокалциев фосфат като основна съставка, както и калциев сулфат.	16 % P2O5 Фосфор, изразен като P2O5, разтворим в неутрален амониев цитрат. Най-малко 93 % от обявеното съдържание на P2O5 да е водоразтворимо. Проба за изпитване: 1 g.		Фосфорен пентаоксид, разтворим в неутрален амониев цитрат Водоразтворим фосфорен пентаоксид
2(б)	Концентриран суперфосфат	Продукт, получен чрез взаимодействие на смлян минерален фосфат със сярна и фосфорна киселина и съдържащ монокалциев фосфат като основна съставка, както и калциев сулфат.	25 % P2O5 Фосфор, изразен като P2O5, разтворим в неутрален амониев цитрат. Най-малко 93 % от обявеното съдържание на P2O5 да е водоразтворимо. Проба за изпитване: 1 g.		Фосфорен пентаоксид, разтворим в неутрален амониев цитрат Водоразтворим фосфорен пентаоксид
2(в)	Троен суперфосфат	Продукт, получен чрез взаимодействие на смлян минерален фосфат с фосфорна киселина и съдържащ монокалциев фосфат като основна съставка.	38 % P2O5 Фосфор, изразен като P2O5, разтворим в неутрален амониев цитрат. Най-малко 85 % от обявеното съдържание на P2O5 да е водоразтворимо. Проба за изпитване: 3 g.		Фосфорен пентаоксид, разтворим в неутрален амониев цитрат. Водоразтворим фосфорен пентаоксид
3	Частично разтворим фосфорит	Продукт, получен чрез частично разтваряне на смлян минерален фосфат със сярна или фосфорна киселина и съдържащ като основна съставка монокалциев фосфат, трикалциев фосфат и калциев сулфат.	20 % P2O5 Фосфор, изразен като P2O5, разтворим в неорганични киселини. Най-малко 40 % от обявеното съдържание на P2O5 да е водоразтворимо. Размер на частиците: - най-малко 90 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm; - най-малко 98 % да		Общ фосфорен пентаоксид (разтворим в неорганични киселини) Фосфорен пентаоксид, разтворим във вода

			преминават през сито с отвори 0,630 mm.		
4	Дикалциев фосфат	Продукт, получен чрез утаяване на фосфорна киселина, получена от неорганични фосфати или кости, съдържащ дикалциев фосфат дихидрат като основна съставка.	38 % P2O5 Фосфор, изразен като P2O5, разтворим в алкален амониев цитрат (Петерман). Размер на частиците: - най-малко 90 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm; - най-малко 98 % да преминават през сито с отвори 0,630 mm.		Фосфорен пентаоксид, разтворим в алкален амониев цитрат
5	Калциниран фосфат	Продукт, получен чрез термична обработка на смлян минерален фосфат с алкални съединения и силициева киселина и съдържащ основен калциев фосфат и калциев силикат като основни съставки.	25 % P2O5 Фосфор, изразен като P2O5, разтворим в алкален амониев цитрат (Петерман). Размер на частиците: - най-малко 75 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm; - най-малко 96 % да преминават през сито с отвори 0,630 mm.		Фосфорен пентаоксид, разтворим в алкален амониев цитрат
6	Калциев алумофосфат	Продукт, получен в аморфна форма чрез термична обработка и смилане, съдържащ алумофосфати и калциеви фосфати като основни съставки.	30 % P2O5 Фосфор, изразен като P2O5, разтворим в неорганични киселини, най-малко 75 % от обявеното съдържание на P2O5, да е разтворимо в алкален амониев цитрат (Жули). Размер на частиците: - най-малко 90 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm; - най-малко 98 % да преминават през сито с отвори 0,630 mm.		Общ фосфорен пентаоксид (разтворим в неорганични киселини) Фосфорен пентаоксид, разтворим в алкален амониев цитрат
7	Мек смлян фосфорит	Продукт, получен чрез смилане на меки минерални фосфати и съдържащ трикалциев фосфат и калциев карбонат като основни съставки.	25 % P2O5 Фосфор, изразен като P2O5, разтворим в неорганични киселини. Най-малко 55 % от обявеното съдържание на P2O5, да е разтворимо в 2 % мравчена киселина. Размер на частиците: - най-малко 90 % да преминават през сито с отвори 0,063 mm; - най-малко 99 % да преминават през сито с отвори 0,125 mm.		Общ фосфорен пентаоксид (разтворим в неорганични киселини) Фосфорен пентаоксид, разтворим в 2 % мравчена киселина Процент от масата на материала, който преминава през сито с отвори 0,063 mm

(*)Размерът на частиците на основните съставки на торове в гранулиран вид (торовете от видове 1, 3, 4, 5, 6 и 7) се установява чрез подходящ аналитичен метод.

А.3. Калиеви торове

№	Вид	Данни за метода на получаване и основни	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от	Други данни за вида	Съдържание на хранителни елементи за

		съставки	масата); изразяване на хранителните елементи; други изисквания		обявяване; форми и разтворимости на хранителните елементи; други критерии
1	2	3	4	5	6
1	Каинит	Продукт, получен от необработени калиеви соли.	10 % K2O Калий, изразен като водоразтворим K2O. 5 % MgO Магнезий във форма на водоразтворими соли, изразен като MgO.	Могат да бъдат добавяни обичайни търговски наименования.	Водоразтворим калиев оксид Водоразтворим магнезиев оксид
2	Обогатена каинитова сол	Продукт, получен от необработени калиеви соли, обогатени чрез смесване с калиев хлорид.	18 % K2O Калий, изразен като водоразтворим K2O.	Могат да бъдат добавяни обичайни търговски наименования.	Водоразтворим калиев оксид Незадължително обявяване на водоразтворим магнезиев оксид, когато съдържанието надвишава 5 % MgO
3	Калиев хлорид	Продукт, получен от необработени калиеви соли и съдържащ калиев хлорид като основна съставка.	37 % K2O Калий, изразен като водоразтворим K2O.	Могат да бъдат добавяни обичайни търговски наименования.	Водоразтворим калиев оксид
4	Калиев хлорид, съдържащ магнезиеви соли	Продукт, получен от необработени калиеви соли с добавени магнезиеви соли и съдържащ калиев хлорид и магнезиеви соли като основни съставки.	37 % K2O Калий, изразен като водоразтворим K2O. 5 % MgO Магнезий във форма на водоразтворими соли, изразен като MgO		Водоразтворим калиев оксид Водоразтворим магнезиев оксид
5	Калиев сулфат	Продукт, получен по химичен път от калиеви соли и съдържащ калиев сулфат като основна съставка.	47 % K2O Калий, изразен като водоразтворим K2O. Максимално съдържание на хлор: 3 % Cl		Водоразтворим калиев оксид Не е задължително обявяване на съдържанието на хлор, когато е по-ниско от 3 %
6	Калиев сулфат, съдържащ магнезиева сол	Продукт, получен по химичен път от калиеви соли, възможно с добавка на магнезиеви соли, и съдържащ калиев сулфат и магнезиев сулфат като основни съставки.	22 % K2O Калий, изразен като водоразтворим K2O. 8 % MgO Магнезий във форма на водоразтворими соли, изразен като MgO Максимално съдържание на хлор: 3 % Cl	Могат да бъдат добавяни обичайни търговски наименования.	Водоразтворим калиев оксид Водоразтворим магнезиев оксид Не е задължително обявяване на съдържанието на хлор, когато е по-ниско от 3 %
7	Кизерит с калиев сулфат	Продукт, получен от кизерит с добавка на калиев сулфат.	8 % MgO Магнезий, изразен във форма на водоразтворим MgO 6 % K2O Калий, изразен като водоразтворим K2O. Общо MgO + K2O: 20 %.	Могат да бъдат добавяни обичайни търговски наименования.	Водоразтворим магнезиев оксид Водоразтворим калиев оксид Не е задължително обявяване на съдържанието на хлор,

			Максимално съдържание на хлор: 3 % Cl		когато е по-ниско от 3 %

Б. НЕОРГАНИЧНИ СЛОЖНИ ТОРОВЕ С ОСНОВНИ ХРАНИТЕЛНИ ЕЛЕМЕНТИ

Б.1. NPK торове

Б.1.1.	Вид		NPK тор		
	Данни за метода на производство		Продукт, получен по химичен път или чрез смесване без добавка на органични хранителни вещества от животински или растителен произход.		
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)		- Общо: 20 % (N + P2O5 + K2O) - За всеки хранителен елемент: 3 % N, 5 % P2O5, 5 % K2O		
Форми, разтворимости и съдържание на хранителни елементи, обявени в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P2O5	K2O	N	P2O5	K2O
1	2	3	4	5	6
(1) Общ азот (2) Нитратен азот (3) Амонячен азот (4) Амиден азот (5) Цианамиден азот	(1) Водоразтворим P2O5 (2) P2O5, разтворим в неутрален амониев цитрат (3) P2O5, разтворим в неутрален амониев цитрат и във вода (4) P2O5, разтворим само в неорганични киселини (5) P2O5, разтворим в алкален амониев цитрат (Петерман) (6а) P2O5, разтворим в неорганични киселини, като най-малко 75 % от обявеното съдържание на P2O5 е разтворимо в 2 % лимонена киселина (6б) P2O5, разтворим в 2 % лимонена киселина (7) P2O5, разтворим в неорганични киселини като най-малко 75 % от обявеното съдържание на P2O5 е разтворимо в алкален амониев	Водоразтворим K2O	(1) Общ азот (2) Ако някои от формите на азота от (2) до (5) са в количество най-малко 1 % от масата, те трябва да се обявят	1. NPK тор, несъдържащ Томасова шлака, калциниран фосфат, калциев алумофосфат, частично разтворим фосфорит и меки смлени фосфорити, трябва да бъде обявен в съответствие с разтворимости (1), (2) или (3): - когато водоразтворимия P2O5 е по-малко от 2 %, се обявява само разтворимост (2); - когато водоразтворимия P2O5 е най-малко 2 %, се обявява разтворимост (3) и неговото съдържание се обявява задължително (разтворимост (1)). Съдържанието на P2O5, разтворим само в неорганични киселини не трябва да превишава 2 %. Пробата за изпитване на разтворимости (2) и (3) е 1g. 2.(а) NPK тор, съдържащ меки смлени фосфорити или частично разтворим фосфорит не трябва да съдържа Томасова шлака, калциниран фосфат и калциев алумофосфат. Обявява се в съответствие с разтворимости (1), (3) и (4).	(1) Водоразтворим K2O (2) Указанието "С ниско съдържание на хлор" се посочва при максимално съдържание 2 % Cl (3) Съдържанието на Cl може да се обяви

	цитрат (Жули) (8) P_2O_5, разтворим в неорганични киселини, като най-малко 55 % от обявеното съдържание на P_2O_5 е разтворимо в 2 % мравчена киселина			Този вид тор трябва да съдържа: - най-малко 2 % P_2O_5, разтворим само в неорганични киселини (разтворимост (4)); - най-малко 5 % P_2O_5, разтворим във вода и неутрален амониев цитрат (разтворимост (3));	
Размери на частиците на основните фосфатни съставки: Томасова шлака: Най-малко 75 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm. Калциев алумофосфат: Най-малко 90 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm. Калциниран фосфат: Най-малко 75 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm. Мек смлян фосфорит: Най-малко 90 % да преминават през сито с отвори 0,063 mm. Частично разтворим фосфорит: Най-малко 90 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm.				- най-малко 2,5 % водоразтворим P_2O_5 (разтворимост (1)). Този вид тор се пуска на пазара с означение "NPK тор, съдържащ мек смлян фосфорит" или "NPK тор, съдържащ частично разтворим фосфорит". Пробата за изпитване на разтворимост (3) е 3g. 2.(б) NPK тор, съдържащ калциев алумофосфат не трябва да съдържа Томасова шлака, калцинирани фосфати, меки смлени фосфорити и частично разтворим фосфорит. Обявява се в съответствие с разтворимости (1) и (7), след приспападане на разтворимостта във вода.	
				Този вид тор трябва да съдържа: - най-малко 2 % водоразтворим P_2O_5 (разтворимост (1)); - най-малко 5 % P_2O_5, съответстващ на разтворимост (7). Този вид тор се пуска на пазара с означение "NPK тор, съдържащ калциев алумофосфат". 3. За NPK тор, съдържащ само един от следните видове фосфорни торове: Томасова шлака, калциниран фосфат, калциев алумофосфат, мек смлян фосфорит, означението на вида трябва да е последвано от индикация за фосфатната съставка. Обявяването на разтворимостта на P_2O_5 трябва да е в съответствие със следните разтворимости: - за торове на база Томасова шлака: разтворимост (6a); - за торове на база калциниран фосфат: разтворимост (5); - за торове на база калциев алумофосфат: разтворимост (7); - за торове на база мек смлян фосфорит: разтворимост (8)	

Б.1.2.	Вид	NPK тор, съдържащ кротонилиден дикарбамид или изобутилиден дикарбамид или карбамид формалдехид
	Данни за метода на	Продукт, получен по химичен път, без добавка на органични хранителни вещества

	получаване	от животински или растителен произход и съдържащ кротонилиден дикарбамид или изобутилиден дикарбамид или карбамид формалдехид.
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)	- Общо: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O) - За всеки хранителен елемент: - 5 % N. Най-малко 1/4 от обявеното съдържание на общ азот трябва да е от азотни форми (5), (6) или (7). Най-малко 3/5 от обявеното азотно съдържание (7) трябва да е разтворимо в гореща вода, - 5 % P_2O_5, - 5 % K_2O.

Форми, разтворимости и съдържание на хранителни елементи, обявено в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Общ азот (2) Нитратен азот (3) Амонячен азот (4) Амиден азот (5) Азот от кротонилиден дикарбамид (6) Азот от изобутилиден дикарбамид (7) Азот от карбамид формалдехид (8) Азот от карбамид формалдехид, който е разтворим само в гореща вода (9) Азот от карбамид формалдехид, който е разтворим в студена вода	(1) Водоразтворим P_2O_5 (2) P_2O_5, разтворим в неутрален амониев цитрат (3) P_2O_5, разтворим в неутрален амониев цитрат и във вода	Водоразтворим K_2O	(1) Общ азот (2) Ако някои от формите на азота от (2) до (4) са в количество най-малко 1 % от масата, те трябва да се обявят (3) Една от формите на азот от (5) до (7). Азотна форма (7) трябва да се обяви под формата на азот (8) и (9).	NPK тор, несъдържащ Томасова шлака, калциниран фосфат, калциев алумофосфат, частично разтворим фосфорит и меки смлени фосфорити, се обявява в съответствие с разтворимости (1), (2) или (3): - когато водоразтворимият P_2O_5 е по-малко от 2 %, се обявява само разтворимост (2), - когато водоразтворимият P_2O_5 е най-малко 2 %, се обявява разтворимост (3) и неговото съдържание се обявява задължително (разтворимост (1)). Съдържанието на P_2O_5, разтворим само в неорганични киселини не трябва да превишава 2 %. Пробата за изпитване на разтворимости (2) и (3) е 1g.	(1) Водоразтворим K_2O (2) Указанието "С ниско съдържание на хлор" се посочва при максимално съдържание 2 % Cl (3) Съдържанието на Cl може да се обяви

Б.2. NP торове

Б.2.1.	Вид	NP тор
	Данни за метода на получаване	Продукт, получен по химичен път или чрез смесване без добавка на органични хранителни вещества от животински или растителен произход.
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)	- Общо: 18 % (N + P_2O_5) - За всеки хранителен елемент: 3 % N, 5 % P_2O_5

Форми, разтворимости и съдържание на хранителни елементи, обявено както в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Общ азот	(1) Водоразтворим P_2O_5		(1) Общ азот	1. NP тор, несъдържащ Томасова шлака,	

(2) Нитратен азот (3) Амонячен азот (4) Амиден азот (5) Цианамиден азот	(2) P2O5, разтворим в неутрален амониев цитрат (3) P2O5, разтворим в неутрален амониев цитрат и във вода (4) P2O5, разтворим само в неорганични киселини (5) P2O5, разтворим в алкален амониев цитрат (Петерман) (6а) P2O5, разтворим в неорганични киселини, от които най-малко 75 % от обявеното съдържание на P2O5 е разтворимо в 2 % лимонена киселина (6б) P2O5, разтворим в 2 % лимонена киселина (7) P2O5, разтворим в неорганични киселини, от който най-малко 75 % от обявеното съдържание е разтворимо в алкален амониев цитрат (Жули) (8) P2O5, разтворим в неорганични киселини, от който най-малко 55 % от обявеното съдържание е разтворимо в 2 % мравчена киселина		(2) Ако някои от формите на азота от (2) до (5) са в количество най-малко 1 % от масата, те трябва да се обявят	калциниран фосфат, калциев алумофосфат, частично разтворим фосфорит и меки смлени фосфорити трябва да бъде обявен в съответствие с разтворимости (1), (2) или (3): - когато водоразтворимият P2O5 е по-малко от 2 %, се обявява само разтворимост (2), - когато водоразтворимият P2O5 е най-малко 2 %, се обявява разтворимост (3) и неговото съдържание се обявява задължително (разтворимост (1)). Съдържанието на P2O5, разтворим само в неорганични киселини не трябва да превишава 2 %. Проба за изпитване на разтворимости (2) и (3) е 1g. 2(а).NP тор, съдържащ меки смлени фосфорити или частично разтворим фосфорит не трябва да съдържа Томасова шлака, калциниран фосфат и калциев алумофосфат. Той се обявява в съответствие с разтворимости (1), (3) и (4). Този вид тор трябва да съдържа: - най-малко 2 % P2O5, разтворим в неорганични киселини (разтворимост 4) - най-малко 5 % P2O5, разтворим във вода и неутрален амониев цитрат (разтворимост 3) - най-малко 2,5 % водоразтворим P2O5 (разтворимост (1)) Този вид тор се пуска на пазара с означение "NP тор, съдържащ мек смлян фосфорит" или "NP тор, съдържащ частично разтворим фосфорит". Пробата за изпитване на разтворимост (3) е 3g.	
Размери на частиците на основните фосфатни съставки Томасова шлака: Най-малко 75 % да преминава през сито с отвори 0,160 mm. Калциев алумофосфат: Най-малко 90 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm. Калциниран фосфат Най-малко 75 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm. Мек смлян фосфорит Най-малко 90 % да преминават през сито с отвори 0,063 mm. Частично разтворим фосфорит Най-малко 90 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm.				2(б).NP тор, съдържащ калциев алумофосфат, не трябва да съдържа Томасова шлака, калцинирани фосфати, меки смлени фосфорити и частично разтворим фосфорит. Той се обявява в съответствие с разтворимости (1) и (7), след приспадане на разтворимостта във вода. Този вид тор трябва да съдържа: - най-малко 2 % водоразтворим P2O5 (разтворимост (1)); - най-малко 5 % P2O5, съответстващ на разтворимост (7). Този вид тор се пуска на пазара с означение "NP тор, съдържащ калциев алумофосфат". 3. За NP торове, съдържащи само един от следните видове фосфорни торове: Томасова шлака, калцинирани фосфати калциеви алумофосфати, меки смлени	

		фосфорити, означението трябва да е последвано от индикация за фосфатната съставка. Обявяването на разтворимостта на P2O5 трябва да бъде в съответствие със следните разтворимости: - за торове на база Томасова шлака: разтворимост (6а); - за торове на база калциниран фосфат: разтворимост (5); - за торове на база калциев алумофосфат: разтворимост (7) - за торове на база мек смлян фосфорит: разтворимост (8).	

Б.2.2.	Вид	NP тор, съдържащ кротонилиден дикарбамид или изобутилиден дикарбамид или карбамид формалдехид
	Данни за метода на получаване	Продукт, получен по химичен път без добавка на органични хранителни вещества от животински или растителен произход и съдържащ кротонилиден дикарбамид или изобутилиден дикарбамид или карбамид формалдехид.
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)	- Общо: 18 % (N + P2O5) - За всеки хранителен елемент: - 5 % N, Най-малко 1/4 от обявеното съдържание на общ азот трябва да е от азотни форми (5), (6) или (7), най-малко 3/5 от обявеното азотно съдържание (7) е разтворимо в гореща вода, - 5 % P2O5 .

Форми, разтворимости и съдържание на хранителни елементи, обявено в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P2O5	K2O	N	P2O5	K2O
1	2	3	4	5	6
(1) Общ азот (2) Нитратен азот (3) Амонячен азот (4) Амиден азот (5) Азот от кротонилиден дикарбамид (6) Азот от изобутилиден дикарбамид (7) Азот от карбамид формалдехид (8) Азот от карбамид формалдехид, който е разтворим само в гореща вода (9) Азот от карбамид формалдехид, който е разтворим в студена вода	(1) Водоразтворим P2O5 (2) P2O5, разтворим в неутрален амониев цитрат (3) P2O5, разтворим в неутрален амониев цитрат и във вода		(1) Общ азот (2) Ако някои от формите на азота от (2) до (4) са в количество най-малко 1 % от масата, те трябва да се обявят (3) Една от формите на азот от (5) до (7). Азотната форма (7) трябва да се декларира под формата на азот (8) и (9)	NP тор, несъдържащ Томасова шлака, калциниран фосфат, калциев алумофосфат, частично разтворим фосфорит и мек смлян фосфорит, трябва да бъде обявен в съответствие с разтворимости (1), (2) или (3): - когато водоразтворимият P2O5 е по-малко от 2 %, се обявява само разтворимост (2), - когато водоразтворимият P2O5 е най-малко 2 %, се обявява разтворимост (3) и неговото съдържание се обявява задължително (разтворимост (1)). Съдържанието на P2O5, разтворим само в неорганични киселини не трябва да превишава 2 %. Пробата за изпитване на разтворимости (2) и (3) е 1g.	

Б.3. NK торове

Б.3.1.	Вид	NK тор
	Данни за метода на получаване	Продукт, получен по химичен път или чрез смесване без добавка на

		органични хранителни вещества от животински или растителен произход.
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)	- Общо: 8 % (N+ K_2O) - За всеки хранителен елемент: 3 % N, 5 % K_2O

Форми, разтворимости и съдържание на хранителни елементи, обявено в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Общ азот (2) Нитратен азот (3) Амонячен азот (4) Амиден азот (5) Цианамиден азот		Водоразтворим K_2O	(1) Общ азот (2) Ако някои от формите на азота от (2) до (5) са в количество най-малко 1 % от масата, те трябва да се обявят		(1) Водоразтворим калиев оксид (2) Указанието "С ниско съдържание на хлор" се посочва при максимално съдържание 2 % Cl (3) Съдържанието на Cl може да се обяви

Б.3.2.	Вид	NK тор, съдържащ кротонилиден дикарбамид или изобутилиден дикарбамид или карбамид формалдехид
	Данни за метода на получаване	Продукт, получен по химичен път без добавка на органични хранителни вещества от животински или растителен произход и съдържащ кротонилиден дикарбамид или изобутилиден дикарбамид или карбамид формалдехид.
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)	- Общо: 18 % (N + K_2O) - За всеки хранителен елемент: - 5 % N, Най-малко 1/4 от обявеното съдържание на общ азот трябва да е от азотни форми (5), (6) или (7). Най-малко 3/5 от обявеното азотно съдържание (7) трябва да бъде разтворимо в гореща вода - 5 % K_2O

Форми, разтворимости и съдържание на хранителни елементи, обявено в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Общ азот (2) Нитратен азот (3) Амонячен азот (4) Амиден азот (5) Азот от кротонилиден дикарбамид (6) Азот от изобутилиден дикарбамид (7) Азот от карбамид формалдехид (8) Азот от карбамид формалдехид, който е разтворим само в гореща вода (9) Азот от карбамид формалдехид, който е разтворим в студена вода		Водоразтворим K_2O	(1) Общ азот (2) Ако някои от формите на азота от (2) до (4) са в количество най-малко 1 % от масата, те трябва да се обявят (3) Една от формите на азот от (5) до (7). Азотната форма (7) трябва да се обяви под формата на азот (8) и (9)		(1) Водоразтворим калиев оксид (2) Указанието "С ниско съдържание на хлор" се поставя при максимално съдържание 2 % Cl (3) Съдържанието на Cl може да се обяви

Б.4. PK торове

Б.4.	Вид	PK тор
	Данни за метода на получаване	Продукт, получен по химичен път или чрез смесване без добавка на органични хранителни вещества от животински или растителен произход.
	Минимално съдържание на хранителни	- Общо: 18 % (P_2O_5+ K_2O)

	елементи (% от масата)		- За всеки хранителен елемент: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O		
Форми, разтворимости и съдържание на хранителни елементи, обявено в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Водоразтворим P_2O_5 (2) P_2O_5, разтворим в неутрален амониев цитрат (3) P_2O_5, разтворим в неутрален амониев цитрат и във вода (4) P_2O_5, разтворим само в неорганични киселини (5) P_2O_5, разтворим в алкален амониев цитрат (Петерман) (6а) P_2O_5, разтворим в неорганични киселини, от който най-малко 75 % от обявеното съдържание на P_2O_5 е разтворим в 2 % лимонена киселина (6б) P_2O_5, разтворим в 2 % лимонена киселина (7) P_2O_5, разтворим в неорганични киселини, от който най-малко 75 % от обявеното съдържание е разтворимо в алкален амониев цитрат (Жули) (8) P_2O_5, разтворим в неорганични киселини, от които най-малко 55 % от обявеното съдържание е разтворимо в 2 % мравчена киселина	Водоразтворим K_2O		1. PK тор, несъдържащ Томасова шлака, калциниран фосфат, калциев алумофосфат, частично разтворим фосфорит и мек смлян фосфорит, трябва да бъде обявен в съответствие с разтворимости (1), (2) или (3): - когато водоразтворимият P_2O_5 е по-малко от 2 %, се обявява само разтворимост (2); - когато водоразтворимият P_2O_5 е най-малко 2 %, се обявява разтворимост (3) и неговото съдържание се обявява задължително (разтворимост (1)). Съдържанието на P_2O_5, разтворим само в неорганични киселини не трябва да превишава 2 %. Проба за изпитване на разтворимости (2) и (3) е 1g. 2(а).PK тор, съдържащ мек смлян фосфорит или частично разтворим фосфорит, не трябва да съдържа Томасова шлака, калциниран фосфат и калциев алумофосфат. Той се обявява в съответствие с разтворимости (1), (3) и (4). Този вид тор трябва да съдържа: - най-малко 2 % P_2O_5, разтворим само в неорганични киселини (разтворимост (4)); - най-малко 5 % P_2O_5, разтвоFрим във вода и неутрален амониев цитрат (разтворимост (3)); - най-малко 2,5 % водоразтворим P_2O_5 (разтворимост (1)). Този вид тор се пуска на пазара с означение "PK тор, съдържащ мек смлян фосфорит" или "PK тор, съдържащ частично разтворим фосфорит". Пробата за изпитване на разтворимост (3) е 3g.	(1) Водоразтворим калиев оксид (2) Указанието "С ниско съдържание на хлор" се поставя при максимално съдържание 2 % Cl (3) Съдържанието на Cl може да се обяви
Размери на частиците на основните фосфатни съставки Томасова шлака: Най-малко 75 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm. Калциев алумофосфат: Най-малко 90 %да преминават през сито с отвори 0,160 mm. Калциниран фосфат Най-малко 75 % да преминават през сито с отвори 0,160 mm. Мек смлян фосфорит Най-малко 90 % да преминават през сито с отвори 0,063 mm. Частично разтворим фосфорит Най-малко 90 % да преминават през сито с				2(б).PK тор, съдържащ калциев алумофосфат, не трябва да съдържа Томасова шлака, калцинирани фосфати и частично разтворим фосфорит. Той се обявява в съответствие с разтворимост (1) и (7), след приспадане на разтворимостта във вода. Този вид тор трябва да съдържа: - най-малко 2 % водоразтворим P_2O_5 (разтворимост (1)) - най-малко 5 % P_2O_5 съответстващ на разтворимост (7). Този вид тор се пуска на пазара с означение "PK тор, съдържащ калциев алумофосфат" 3. За PK торове, съдържащи само един от следните видове фосфорни торове: Томасова	

отвори 0,160 mm.		шлака, калцинирани фосфати калциеви алумофосфати, мек смлян фосфорит, означението трябва да е последвано от индикация за фосфатната съставка. Обявяването на разтворимостта на P_2O_5 трябва да е в съответствие със следните разтворимости: - за торове на база Томасова шлака: разтворимост (6а); - за торове на база калциниран фосфат: разтворимост (5); - за торове на база калциев алумофосфат: разтворимост (7); - за торове на база мек смлян фосфорит: разтворимост (8).	

В. НЕОРГАНИЧНИ ТЕЧНИ ТОРОВЕ

В.1. Еднокомпонентни течни торове

№	Вид	Данни за метода на получаване и основни съставки	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата), изразяване на хранителните елементи; други изисквания	Други данни за вида	Съдържание на хранителни елементи за обявяване; форми и разтворимост на хранителни елементи; други критерии
1	2	3	4	5	6
1.	Разтвор на азотен тор	Продукт, получен по химичен път и чрез разтваряне във вода във форма, устойчива на атмосферно налягане, без добавка на органични хранителни вещества от животински или растителен произход.	15 % N; Азот, изразен като общ азот или ако има само една форма - нитратен азот или амонячен азот или амиден азот. Максимално съдържание на биурет: амиден N x 0,026.		Общ азот и ако за някоя от формите, количеството е най-малко 1 %, нитратен, амонячен и/или амиден азот. Ако съдържанието на биурет е по-малко от 0,2 %, може да се добави "С ниско съдържание на биурет"
2.	Разтвор на карбамид и амониев нитрат	Продукт, получен по химичен път и чрез разтваряне във вода, съдържащ амониев нитрат и карбамид.	26 % N, Азот, изразен като общ азот, където амидният азот е около 1/2 от азота. Максимално съдържание на биурет: 0,5 %.		Общ азот. Нитратен азот, амонячен азот и амиден азот. Ако съдържанието на биурет е по-малко от 0,2 %, може да се добави " С ниско съдържание на биурет"
3.	Разтвор на калциев нитрат	Продукт, получен чрез разтваряне на калциев нитрат във вода.	8 % N Азот, изразен като нитратна форма с максимално съдържание 1 % амонячен азот. Калций, изразен като водоразтворим CaO.	След видът се поставя по подходящ начин едно от следните указания: - за листно подхранване - за приготвяне на хранителни разтвори - за торене чрез напояване	Общ азот Водоразтворим калциев оксид, предназначен за използване при условията посочени в колона 5 Незадължителни: - нитратен азот - амонячен азот
4.	Разтвор на магнезиев	Продукт, получен по химичен път чрез	6 % N Азот, изразен като нитратен		Нитратен азот Водоразтворим магнезиев

	нитрат	разтваряне на магнезиев нитрат във вода.	азот. 9 % MgO Магнезий, изразен като водоразтворим магнезиев оксид. Минимално pH: 4.		оксид
5.	Суспензия на калциев нитрат	Продукт, получен чрез суспендиране на калциев нитрат във вода.	8 % N Азот, изразен като общ азот или нитратен и амонячен азот. Максимално съдържание на амонячен азот: 1.0 %. 14 % CaO Калцият, изразен като водоразтворим CaO.	След вида се поставя по подходящ начин едно от следните указания: - за листно подхранване - за приготвяне на хранителни разтвори - за торене чрез напояване	Общ азот Нитратен азот Водоразтворим калциев оксид, предназначен за използване при условията посочени в колона 5
6.	Разтвор на азотен тор с карбамид формалдехид	Продукт, получен по химичен път или чрез разтваряне във вода на карбамид формалдехид и азотен тор от Раздел А.1 на това Приложение, с изключение на видовете 3(а), 3(б) и 5.	18 % N Азот, изразен като общ азот, най-малко 1/3 от обявеното съдържание на общ азот трябва да бъде от карбамид формалдехид. Максимално съдържание на биурет: (амиден N + N от карбамид формалдехид) x 0,026.		Общ азот За всяка форма в количество най-малко 1 %: - Нитратен азот; - Амонячен азот; - Амиден азот. Азот от карбамид формалдехид
7.	Суспензия от азотен тор с карбамид формалдехид	Продукт, получен по химичен път или чрез суспендиране на карбамид формалдехид във вода и азотен тор от Раздел А.1 на това Приложение, с изключение на видовете 3(а), 3(б) и 5.	18 % N Азот, изразен като общ азот, най-малко 1/3 от обявеното съдържание на общ азот трябва да бъде от карбамид формалдехид, от който най-малко 3/5 да се разтварят в гореща вода. Максимално съдържание на биурет: (амиден N+ N от карбамид формалдехид) x 0,026.		Общ азот За всяка форма в количество най-малко 1 %: - Нитратен азот; - Амонячен азот; - Амиден азот. Азот от карбамид формалдехид. Азот от карбамид формалдехид, който се разтваря в студена вода. Азот от карбамид формалдехид, който се разтваря само в гореща вода.

В.2. Сложни течни торове

В.2.1.	Вид		NPK тор - разтвор		
	Данни за метода на получаване		Продукт, получен по химичен път и чрез разтваряне във вода и във форма, устойчива на атмосферно налягане, без добавка на органични хранителни вещества от животински или растителен произход.		
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)		- Общо: 15 % (N + P2O5+ K2O) - За всеки хранителен елемент: 2 % N, 3 % P2O5, 3 % K2O - Максимално съдържание на биурет: амиден азот x 0,026.		
Форми, разтворимост и съдържание на хранителни елементи, обявено в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P2O5	K2O	N	P2O5	K2O
1	2	3	4	5	6
(1) Общ азот (2) Нитратен азот	Водоразтворим P2O5	Водоразтворим K2O	(1) Общ азот (2) Ако някои от формите на азота от (2) до (4) са в количество не	Водоразтворим P2O5	(1) Водоразтворим K2O (2) Указанието "С ниско съдържание на хлор"

(3) Амонячен азот (4) Амиден азот			по-малко от 1 % от масата, те трябва да се обявят (3) Ако съдържанието на биурет е по-малко от 0,2 %, може да се добави "С ниско съдържание на биурет"		се посочва при максимално съдържание 2 % Cl (3) Съдържанието на Cl може да се обяви

B.2.2.	Вид	NPK тор - суспензия
	Данни за метода на получаване	Продукт в течна форма, чийто хранителни елементи са получени от субстанции, както суспендирани във вода така и разтворени, без добавки на органични хранителни вещества от животински или растителен произход.
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)	- Общо: 20 % (N + P2O5 + K2O) - За всеки хранителен елемент: 3 % N, 4 % P2O5, 4 % K2O - Максимално съдържани на биурет: амиден азот х 0,026.

Форми, разтворимост и съдържание на хранителни елементи, обявено в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P2O5	K2O	N	P2O5	K2O
1	2	3	4	5	6
(1) Общ азот (2) Нитратен азот (3) Амонячен азот (4) Амиден азот	(1) Водоразтворим P2O5 (2) P2O5, разтворим в неутрален амониев цитрат (3) P2O5, разтворим в неутрален амониев цитрат и вода	Водоразтворим K2O	(1) Общ азот (2) Ако някои от формите на азота от (2) до (4) са в количество не по-малко от 1 % от масата, те трябва да се обявят (3) Ако съдържанието на биурет е по-малко от 0,2 % може да се добави "С ниско съдържание на биурет"	Торовете не трябва да съдържат Томасова шлака, калциев алумофосфат, калциниран фосфат, частично разтворим фосфорит или мек смлян фосфорит. (1) Ако водоразтворимият P2O5 е по-малко от 2 %, се обявява само разтворимост 2. (2) Ако водоразтворимият P2O5 е най-малко 2 %, се обявява разтворимост 3 и съдържанието на водоразтворим P2O5.	(1) Водоразтворим K2O (2) Указанието "С ниско съдържание на хлор" се посочва при максимално съдържание 2 % Cl (3) Съдържанието на Cl може да се обяви

B.2.3.	Вид	NP тор - разтвор
	Данни за метода на	Продукт, получен по химичен път и чрез разтваряне във вода, във форма устойчива

	получаване	на атмосферно налягане, без добавка на органични хранителни вещества от животински или растителен произход.
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)	- Общо: 18 % (N + P2O5) - За всеки хранителен елемент: 3 % N, 5 % P2O5 - Максимално съдържание на биурет: амиден азот x 0,026.

Форми, разтворимост и съдържание на хранителни елементи, обявено в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P2O5	K2O	N	P2O5	K2O
1	2	3	4	5	6
(1) Общ азот (2) Нитратен азот (3) Амонячен азот (4) Амиден азот	Водоразтворим P2O5		(1) Общ азот (2) Ако някои от формите на азота от (2) до (4) са в количество не по-малко от 1 % от масата, те трябва да се обявят (3) Ако съдържанието на биурет е по-малко от 0,2 % може да се добави "С ниско съдържание на биурет"	Водоразтворим P2O5	

B.2.4.	Вид	NP тор - суспензия
	Данни за метода на получаване	Продукт в течна форма, чиито хранителни елементи са получени от субстанции, както суспендирани във вода така и разтворени, без добавки на органични хранителни вещества от животински или растителен произход.
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)	- Общо: 18 % (N + P2O5) - За всеки хранителен елемент: 3 % N, 5 % P2O5 - Максимално съдържание на биурет: амиден азот x 0,026.

Форми, разтворимост и съдържание на хранителни елементи, обявено в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P2O5	K2O	N	P2O5	K2O
1	2	3	4	5	6
(1) Общ азот (2) Нитратен азот (3) Амонячен азот (4) Амиден азот	(1) Водоразтворим P2O5 (2) P2O5, разтворим в неутрален амониев цитрат (3) P2O5, разтворим в неутрален амониев цитрат и вода		(1) Общ азот (2) Ако някои от формите на азота от (2) до (4) са в количество не по-малко от 1 % от масата, те трябва да се обявят (3) Ако съдържанието на биурет е по-малко от 0,2 % може да се добави "С ниско съдържание на биурет"	(1) Ако водоразтворимият P2O5 е по-малко от 2 % се обявява само разтворимост (2) (2) Ако водоразтворимият P2O5 е над 2 % трябва да се обявят разтворимост (3) и съдържанието на водоразтворимия P2O5 Торовете могат да не съдържат Томасова шлака, калциев алумофосфат, калциниран фосфат, частично разтворим фосфорит или природни фосфати	

B.2.5.	Вид	NK тор - разтвор
	Данни за метода на получаване	Продукт, получен по химичен път и чрез разтваряне във вода във форма устойчива на атмосферно налягане, без добавка на органични хранителни вещества от животински или растителен произход.
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)	- Общо: 15 % (N + K2O) - За всеки хранителен елемент: 3 % N, 5 % K2O - Максимално съдържание на биурет: амиден азот x 0,026.

Форми, разтворимост и съдържание на хранителни елементи, обявено в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P2O5	K2O	N	P2O5	K2O
1	2	3	4	5	6
(1) Общ азот (2) Нитратен азот (3) Амонячен азот		Водоразтворим K2O	(1) Общ азот (2) Ако някои от формите на азота от (2) до (4) са в количество не		(1) Водоразтворим K2O (2) Указанието "С ниско съдържание на хлор" се посочва

(4) Амиден азот			по-малко от 1 % от масата, те трябва да се обявят (3) Ако съдържанието на биурет е по-малко от 0,2 %, може да се добави "С ниско съдържание на биурет"		при максимално съдържание 2 % Cl (3) Съдържанието на Cl може да се обяви

В.2.6.	Вид	NK тор - суспензия
	Данни за метода на получаване	Продукт в течна форма, чиито хранителни елементи са получени от субстанции, както суспендирани във вода така и разтворени, без добавки на органични хранителни вещества от животински или растителен произход.
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)	- Общо: 18 % (N + K2O) - За всеки хранителен елемент: 3 % N, 5 % K2O - Максимално съдържание на биурет: амиден азот х 0,026.

Форми, разтворимост и съдържание на хранителни елементи, обявено в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P2O5	K2O	N	P2O5	K2O
1	2	3	4	5	6
(1) Общ азот (2) Нитратен азот (3) Амонячен азот (4) Амиден азот		Водоразтворим K2O	(1) Общ азот (2) Ако някои от формите на азота от (2) до (4) са в количество не по-малко от 1 % от масата, те трябва да се обявят (3) Ако съдържанието на биурет е по-малко от 0,2 % може да се добави "С ниско съдържание на биурет"		(1) Водоразтворим K2O (2) Указанието "С ниско съдържание на хлор" се посочва при максимално съдържание 2 % Cl (3) Съдържанието на Cl може да се обяви

В.2.7.	Вид	PK тор - разтвор
	Данни за метода на получаване	Продукт, получен по химичен път и чрез разтваряне във вода без добавка на органични хранителни вещества от животински или растителен произход.
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)	- Общо: 18 % (P2O5 + K2O) - За всеки хранителен елемент: 5 % P2O5, 5 % K2O

Форми, разтворимост и съдържание на хранителни елементи, обявено в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P2O5	K2O	N	P2O5	K2O
1	2	3	4	5	6
	Водоразтворим P2O5	Водоразтворим K2O		Водоразтворим P2O5	(1) Водоразтворим K2O (2) Указанието "С ниско съдържание на хлор" се посочва при максимално съдържание 2 % Cl (3) Съдържанието на Cl може да се обяви

В.2.8.	Вид	PK тор - суспензия
	Данни за метода на получаване	Продукт в течна форма, чиито хранителни елементи са получени от субстанции, както суспендирани във вода така и разтворени без добавки на органични хранителни вещества от животински или растителен произход.
	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата)	- Общо: 18 % (P2O5 + K2O) - За всеки хранителен елемент: 5 % P2O5, 5 % K2O

Форми, разтворимост и съдържание на хранителни елементи, обявено в колони 4, 5 и 6; размер на частиците			Данни за идентификация на торовете; други изисквания		
N	P2O5	K2O	N	P2O5	K2O

1	2	3	4	5	6
	(1) Водоразтворим P_2O_5 (2) P_2O_5, разтворим в неутрален амониев цитрат (3) P_2O_5, разтворим в неутрален амониев цитрат и вода	Водоразтворим K_2O		(1) Ако водоразтворимият P_2O_5 е по-малко от 2 % се обявява само разтворимост 2 (2) Ако водоразтворимият P_2O_5 е над 2 % се обявява разтворимост 3 и съдържанието на водоразтворимия P_2O_5 Торовете не трябва да съдържат Томасова шлака, калциев алумофосфат, калциниран фосфат, частично разтворим фосфат или природни фосфати	(1) Водоразтворим K_2O (2) Указанието "С ниско съдържание на хлор" се посочва при максимално съдържание 2 % Cl (3) Съдържанието на Cl може да се обяви

Г. НЕОРГАНИЧНИ ТОРОВЕ С ВТОРОСТЕПЕННИ ХРАНИТЕЛНИ ЕЛЕМЕНТИ

№	Вид	Данни за метода на получаване и основни съставки	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата), изразяване на хранителните елементи; други изисквания	Други данни за вида	Съдържание на хранителни елементи; форми и разтворимост на хранителните елементи; други критерии
1	2	3	4	5	6
1.	Калциев сулфат	Продукт с естествен или промишлен произход, съдържащ калциев сулфат с различна степен на хидратиране.	25 % CaO 35 % SO_3 Калций и сяра, изразени като общо съдържание на CaO и SO_3. Степен на смилане: - най-малко 80 % да преминават през сито с размер на отворите 2 mm; - най-малко 99 % да преминават през сито с размер на отворите 10 mm	Може да се добавят обичайните търговски наименования	Общ серен триоксид. Незадължително: общ CaO
2.	Разтвор на калциев хлорид	Разтвор на калциев хлорид с промишлен произход.	12 % CaO Калцият се изразява като водоразтворим CaO		Калциев оксид. Незадължително: за листно подхранване
3.	Елементарна сяра	Относително пречистен продукт с естествен или промишлен произход.	98 % S (245 % SO_3) Сярата се изразява като общ SO_3.		Общ серен триоксид
4.	Кизерит.	Продукт, с минерален произход, съдържащ като основна съставка магнезиев сулфат монохидрат.	24 % MgO 45 % SO_3 Магнезият и сярата се изразяват като водоразтворим магнезиев оксид и серен триоксид	Може да се добавят обичайните търговски наименования	Водоразтворим магнезиев оксид. Незадължително: водоразтворим серен триоксид
5.	Магнезиев сулфат	Продукт, съдържащ като основна съставка магнезиев сулфат хептахидрат	15 % MgO 28 % SO_3 Магнезият и сярата се изразяват като водоразтворим магнезиев оксид и серен триоксид	Може да се добавят обичайните търговски наименования	Водоразтворим магнезиев оксид. Незадължително: водоразтворим серен триоксид

5.1.	Разтвор на магнезиев сулфат	Продукт, получен чрез разтваряне на магнезиев сулфат с промишлен произход.	5 % MgO 10 % SO3 Магнезият и сярата се изразяват като водоразтворим магнезиев оксид и водоразтворим серен анхидрид.	Може да се добавят обичайните търговски наименования	Водоразтворим магнезиев оксид. Незадължително: водоразтворим серен анхидрид
5.2.	Магнезиев хидроксид	Продукт, получен по химичен път и съдържащ като основна съставка магнезиев хидроксид.	60 % MgO Размер на частици: най-малко 99 % да преминават през сито с размер на отворите 0,063 mm		Общ магнезиев оксид
5.3.	Суспензия на магнезиев хидроксид	Продукт, получен чрез суспендиране на тор от вида 5.2.	24 % MgO		Общ магнезиев оксид
6.	Разтвор на магнезиев хлорид	Продукт, получен чрез разтваряне на магнезиев хлорид с промишлен произход.	13 % MgO Магнезият се изразява като магнезиев оксид. Максимално съдържание на калций: 3 % CaO.		Магнезиев оксид

Д. НЕОРГАНИЧНИ ТОРОВЕ С МИКРОЕЛЕМЕНТИ

Д.1. Торове, съдържащи само един микроелемент

Д.1.1. Бор

№	Вид	Данни за метода на получаване и основни съставки	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата), изразяване на хранителните елементи; други изисквания	Други данни за вида	Съдържание на хранителни елементи; форми и разтворимости на хранителните елементи; други критерии
1	2	3	4	5	6
1а	Борна киселина	Продукт, получен чрез взаимодействие на киселина с борат.	14 % водоразтворим B	Може да се добавят обичайните търговски наименования	Водоразтворим бор (B)
1б	Натриев борат	Продукт, получен по химичен път, съдържащ като основна съставка натриев борат.	10 % водоразтворим B	Може да се добавят обичайните търговски наименования	Водоразтворим бор (B)
1в	Калциев борат	Продукт, получен от колеманит или пандермит, съдържащ като основна съставка калциеви борати	7 % общ B Размер на частиците: най-малко 98 % да преминават през сито с размер на отворите 0,063 mm	Може да се добавят обичайните търговски наименования	Общ бор (B)
1г	Бор етанол амин	Продукт, получен при реакция на борна киселина с етанол амин.	8 % водоразтворим B		Водоразтворим бор (B)
1д	Разтвор на тор, съдържащ бор	Продукт, получен при разтваряне на видове 1а и/или 1б и/или 1г.	2 % водоразтворим B	Означението трябва да включва наименованието на бор съдържащите	Водоразтворим бор (B)

				съставки	
1е	Тор, съдържащ бор в суспензия	Продукт, получен при суспендиране на видове 1а и/или 1б и/или 1г. във вода	2 % водоразтворим B	Означението трябва да включва наименованието на бор съдържащите съставки	Водоразтворим бор (B)

Д.1.2. Кобалт

№	Вид	Данни за метода на получаване и основни съставки	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата), изразяване на хранителните елементи; други изисквания	Други данни за вида	Съдържание на хранителни елементи; форми и разтворимости на хранителните елементи; други критерии
1	2	3	4	5	6
2а	Кобалтова сол	Продукт, получен по химичен път и съдържащ неорганична кобалтова сол като основна съставка.	19 % водоразтворим Co	Означението трябва да включва наименованието на неорганичния анион	Водоразтворим кобалт (Co)
2б	Кобалтов хелат	Водоразтворим продукт, получен чрез химично свързване на кобалт с хелатиращ агент.	2 % водоразтворим Co, най-малко 8/10 от обявената стойност да е хелатирана.	Наименование на хелатиращия агент	Водоразтворим кобалт (Co) Хелатиран кобалт (Co)
2в	Разтвор на тор, съдържащ кобалт	Продукт, получен при разтваряне във вода на видове 2а и/или 2б.	2 % водоразтворим Co	Означението трябва да включва: - наименованието на неорганичния анион; - видът на всеки хелатиращ агент, ако присъства	Водоразтворим кобалт (Co) Хелатиран кобалт (Co), ако присъства

Д.1.3. Мед

№	Вид	Данни за метода на получаване и основни съставки	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата), изразяване на хранителните елементи; други изисквания	Други данни за вида	Съдържание на хранителни елементи; форми и разтворимости на хранителните елементи; други критерии
1	2	3	4	5	6
3а	Медна сол	Продукт, получен по химичен път, съдържащ медна неорганична сол като основна съставка.	20 % водоразтворима Cu	Означението трябва да включва наименованието на неорганичния анион	Водоразтворима мед (Cu)
3б	Меден оксид	Продукт, получен по химичен път, съдържащ меден оксид като основна съставка.	70 % обща Cu Размер на частиците: най-малко 98 % да преминават през сито с размер 0,063 mm.		Обща мед (Cu)
3в	Меден хидроксид	Продукт, получен по химичен път, съдържащ меден хидроксид като основна съставка.	45 % обща Cu Размер на частиците: най-малко 98 % да преминават през сито с размер 0,063 mm.		Обща мед (Cu)

3г	Меден хелат	Водоразтворим продукт, получен при химично свързване на мед с хелатиращ агент.	9 % водоразтворима Cu, най-малко 8/10 от обявеното количество е хелатирано.	Наименование на хелатиращия агент	Водоразтворима мед (Cu) Хелатирана мед (Cu)
3д	Тор, съдържащ мед	Продукт, получен чрез смесване на видове 3а и/или 3б и/или 3в и/или 3г и пълнител, който не е хранителна съставка, и не е токсичен.	5 % обща Cu	Означението трябва да съдържа: - наименованието на медните компоненти; - наименованието на всеки хелатиращ агент, ако присъства	Обща мед (Cu) Водоразтворима мед (Cu) ако представлява най-малко 1/4 от общата мед. Хелатирана мед (Cu), ако присъства
3е	Разтвор на тор, съдържащ мед	Продукт, получен чрез разтваряне на видове 3а и/или 3г във вода.	3 % водоразтворима Cu	Означението трябва да съдържа: - наименованието на неорганичните аниони; - наименованието на всеки хелатиращ агент, ако присъства	Водоразтворима мед (Cu) Хелатирана мед (Cu), ако присъства
3ж	Меден оксихлорид	Продукт, получен по химичен път, съдържащ меден оксихлорид [$Cu_2Cl(OH)_3$] като основна съставка.	50 % обща Cu Размер на частиците: най-малко 98 % да преминават през сито с размер 0,063 mm.		Обща мед (Cu)
3з	Суспензия на меден оксихлорид	Продукт, получен чрез суспендиране на вид 3ж.	17 % обща Cu		Обща мед (Cu)

Д.1.4. Желязо

№	Вид	Данни за метода на получаване и основни съставки	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата), изразяване на хранителните елементи; други изисквания	Други данни за вида	Съдържание на хранителни елементи; форми и разтворимости на хранителните елементи; други критерии
1	2	3	4	5	6
4а	Желязна сол	Продукт, получен по химичен път, съдържащ желязна сол като основна съставка	12 % водоразтворимо желязо	Означението трябва да включва наименованието на неорганичния анион	Водоразтворимо желязо (Fe)
4б	Железен хелат	Водоразтворим продукт, получен при химично свързване на желязо с хелатиращ агент, посочен в раздел Д.3 на приложение № 1	5 % водоразтворимо желязо Най-малко 80 % от обявеното съдържание да е хелатирано.	Наименование на хелатиращия агент	Водоразтворимо желязо (Fe) Хелатирано желязо (Fe) Желязо, хелатирано от всеки хелатообразуващ агент така, че всяка фракция да превишава 2 %
4в	Разтвор на тор, съдържащ желязо	Продукт, получен при разтваряне на видове 4а и/или 4б във вода	2 % водоразтворимо желязо	Означението трябва да съдържа: - наименованието на неорганичните аниони; - наименование на всеки	Водоразтворимо желязо (Fe) Хелатирано желязо (Fe), ако присъства

				хелатиращ агент, ако присъства	

Д.1.5. Манган

№	Вид	Данни за метода на получаване и основни съставки	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата), изразяване на хранителните елементи; други изисквания	Други данни за вида	Съдържание на хранителни елементи; форми и разтворимости на хранителните елементи; други критерии
1	2	3	4	5	6
5а	Манганова сол	Продукт, получен по химичен път, съдържащ неорганична сол на мангана като основна съставка	17 % водоразтворим Mn	Означението трябва да включва наименованието на свързания анион	Водоразтворим манган (Mn)
5б	Манганов хелат	Водоразтворим продукт, получен чрез химично свързване на манган с хелатиращ агент	5 % водоразтворим Mn Най-малко 8/10 от обявеното съдържание да е хелатирано	Наименование на хелатиращия агент	Водоразтворим манган (Mn) Хелатиран манган (Mn)
5в	Манганов оксид	Продукт, получен по химичен път, съдържащ манганови оксиди като основни съставки	40 % общ Mn Размер на частиците: най-малко 80 % да преминават през сито с размер 0,063 mm		Общ манган (Mn)
5г	Тор, съдържащ манган	Продукт, получен при смесване на видове 5а и 5в	17 % общ Mn	Означението трябва да включва наименованието на манган съдържащите съставки	Общ манган (Mn) Водоразтворим манган (Mn), ако е най-малко 1/4 от общия манган
5д	Разтвор на тор, съдържащ манган	Продукт, получен чрез разтваряне на видове 5а и/или 5б във вода	3 % водоразтворим Mn	Означението трябва да съдържа: - наименованието на неорганичните аниони - наименованието на всеки хелатиращ агент, ако присъства	Водоразтворим манган (Mn) Хелатиран манган (Mn), ако присъства

Д.1.6. Молибден

№	Вид	Данни за метода на получаване и основни съставки	Минимално съдържание на хранителни елементи (%от масата), изразяване на хранителните елементи; други изисквания	Други данни за вида	Съдържание на хранителни елементи; форми и разтворимости на хранителните елементи; други критерии
1	2	3	4	5	6
6а	Натриев молибдат	Продукт, получен по химичен път, съдържащ натриев молибдат като основна съставка	35 % водоразтворим Mo		Водоразтворим молибден (Mo)
6б	Амониев	Продукт, получен по	50 % водоразтворим Mo		Водоразтворим молибден

	молибдат	химичен път, съдържащ амониев молибдат като основна съставка			(Mo)
6в	Тор, съдържащ молибден	Продукт, получен при смесване на видове 6а и 6б	35 % водоразтворим Mo	Означението трябва да съдържа наименованията на молибденовите компоненти	Водоразтворим молибден (Mo)
6г	Разтвор на тор, съдържащ молибден	Продукт, получен чрез разтваряне на видове 6а и/или 6б във вода	3 % водоразтворим Mo	Означението трябва да съдържа наименованията на молибденовите компоненти	Водоразтворим молибден (Mo)

Д.1.7. Цинк

№	Вид	Данни за метода на получаване и основни съставки	Минимално съдържание на хранителни елементи (% от масата), изразяване на хранителните елементи; други изисквания	Други данни за вида	Съдържание на хранителни елементи; форми и разтворимости на хранителните елементи; други критерии
1	2	3	4	5	6
7а	Цинкова сол	Продукт, получен по химичен път, съдържащ неорганична сол на цинк като основна съставка	15 % водоразтворим Zn	Означението трябва да включва наименованието на неорганичния анион	Водоразтворим цинк (Zn)
7б	Цинков хелат	Водоразтворим продукт, получен чрез химично свързване на цинк с хелатиращ агент	5 % водоразтворим Zn Най-малко 8/10 от обявеното съдържание да е хелатирано	Наименование на хелатиращия агент	Водоразтворим цинк (Zn) Хелатиран цинк (Zn)
7в	Цинков оксид	Продукт, получен по химичен път съдържащ цинков оксид като основна съставка	70 % общ Zn Размер на частиците: най-малко 80 % да преминават през сито с размер 0,063 mm.		Общ цинк (Zn)
7г	Тор, съдържащ цинк	Продукт, получен при смесване на видове 7а и 7в	30 % общ Zn	Наименованието трябва да включва наименованието на наличните цинкови компоненти	Общ цинк (Zn) Водоразтворим цинк ако е най-малко 1/4 от общия цинк
7д	Разтвор на тор, съдържащ цинк	Продукт, получен чрез разтваряне на видове 7а и/или 7б във вода	3 % водоразтворим Zn	Означението трябва да съдържа: - наименованието на неорганичните аниони; - наименованието на всеки хелатиращ агент, ако присъства	Водоразтворим цинк (Zn) Хелатиран цинк (Zn), ако присъства

Д.2. МИНИМАЛНО СЪДЪРЖАНИЕ НА МИКРОЕЛЕМЕНТИ

Д.2.1. Твърди и течни смеси на микроелементи

Микроелемент	Изцяло в неорганична форма (% от масата)	Като хелат или комплексно съединение (% от масата)
Бор (B)	0,20	0,20
Кобалт (Co)	0,02	0,02
Мед (Cu)	0,50	0,10
Желязо (Fe)	2,00	0,30
Манган (Mn)	0,50	0,10
Молибден (Mo)	0,02	-
Цинк (Zn)	0,50	0,10

Минимално общо съдържание на микроелементи в твърда смес: 5 % от масата на торовете.

Минимално общо съдържание на микроелементи в течна смес: 2 % от масата на торовете.

Д.2.2. Торове, съдържащи основни и/или второстепенни хранителни елементи с микроелементи за почвено торене

Микроелемент	За посеви и тревни култури (% от масата)	За градинарски цели (% от масата)
Бор (B)	0,010	0,010
Кобалт (Co)	0,002	-
Мед (Cu)	0,010	0,002
Желязо (Fe)	0,500	0,020
Манган (Mn)	0,100	0,010
Молибден (Mo)	0,001	0,001
Цинк (Zn)	0,010	0,002

Д.2.3. Торове, съдържащи основни и/или второстепенни хранителни елементи с микроелементи за листно подхранване

Микроелемент	% от масата
Бор (B)	0,010
Кобалт (Co)	0,002
Мед (Cu)	0,002
Желязо (Fe)	0,020
Манган (Mn)	0,010
Молибден (Mo)	0,001
Цинк (Zn)	0,002

Д.3. Разрешени хелатообразуващи агенти за микроелементи

Натриеви, калиеви или амониеви киселини или соли на:

Етилен диамин тетраоцетна киселина	EDTA	C10H16O8N2
Диетилен триамин пентаоцетна киселина	DTPA	C14H23O10N3
Етилен диамин-ди (о-хидроксифенил оцетна) киселина	EDDHA	C18H20O6N2
Хидрокси-2 етилетилен диамин триоцетна киселина	HEEDTA	C10H18O7N2
Етилдиамин-ди (о-хидрокси р-метил фенил) оцетна киселина	EDDHMA	C20H24O6N2
Етилен диамин ди (5-карбокси 2-хидроксифенил) оцетна киселина	EDDCHA	C20H20O10N2
Етилен диамин ди- (2-хидрокси 5 сулфофенил) оцетна киселина и конден- зационните й продукти	EDDHSA	C18H20O12N2 S2 n*(C12H14O8 N2S)'

Приложение № 2 към чл. 12, ал. 1

Допустими отклонения

1. Неорганични еднокомпонентни торове с основни хранителни елементи (Абсолютни стойности в проценти от масата, представени като N, P2O5, K2O, MgO, Cl)

1.1. Азотни торове

Калциев нитрат	0,4
Калциево-магнезиев нитрат	0,4
Натриев нитрат	0,4
Чилска селитра	0,4
Калциев цианамид	1,0
Нитрифициран калциев цианамид	1,0
Амониев сулфат	0,3
Амониев нитрат или калциево-амониев нитрат:	
- не повече от 32 %	0,8
- повече от 32 %	0,6
Амониев сулфат-нитрат	0,8
Магнезиев сулфонитрат	0,8
Магнезиево-амониев нитрат	0,8
Карбамид	0,4
Суспензия на калциев нитрат	0,4
Разтвор на азотен тор с карбамид формалдехид	0,4
Суспензия от азотен тор с карбамид формалдехид	0,4
Карбамид-амониев сулфат	0,5
Разтвор на азотен тор	0,6
Разтвор на карбамид и амониев нитрат	0,6

1.2. Фосфорни торове

Томасова шлака:
- обявеното е изразено в граници
до 2 % от масата 0
- обявеното е изразено като просто число 1,0
Други фосфорни торове:
P2O5 разтворим във:

-неорганични киселини (за торовете от видове 3, 6 и 7 от приложение № 1)	0,8
- мравчена киселина (за торовете от вид 7 от приложение № 1)	0,8
- неутрален амониев цитрат (за торовете от видове 2а, 2б и 2в от приложение № 1)	0,8
- алкален амониев цитрат (за торовете от видове 4, 5 и 6 от приложение № 1)	0,8
- вода (за торовете от видове 2а, 2б и 3 от приложение № 1)	0,9

- вода (за торовете от вид 2в от приложение № 1)	1,3

1.3. Калиеви торове

Каинит	1,5
Обогатена каинитова сол	1,0
Калиев хлорид:	
- не повече от 55 %	1,0
- повече от 55 %	0,5
Калиев хлорид, съдържащ магнезиева сол	1,5
Калиев сулфат	0,5
Калиев сулфат, съдържащ магнезиева сол	1,5

1.4. Други съставки

Магнезиев оксид	0,9
Хлор	0,2

2. Неорганични сложни торове с основни хранителни елементи (Абсолютни стойности в проценти от масата, представени като N, P2O5, K2O, MgO, Cl)

2.1. Хранителни елементи

N	1,1
P2O5	1,1
K2O	1,1

2.2. Общо отрицателно отклонение от обявената стойност

Двойни торове	1,5
Тройни торове	1,9

Допустимите отклонения по отношение на обявеното съдържание за различните форми на азота или обявените разтворимости на фосфорния пентаоксид е 1/10 от общото съдържание на хранителния елемент или най-много 2 % от масата, при условие че общото съдържание на този елемент остава в границите, посочени в приложение № 1, и в допустимите отклонения, посочени в т. 1 и 2.

3. Второстепенни хранителни елементи в торовете

Допустимите отклонения по отношение на обявеното съдържание на калций, магнезий, натрий и сяра са 1/4 от обявеното съдържание на тези елементи, но не повече от 0,9 % в абсолютни стойности за CaO, MgO, Na2O и SO3, съответно 0,64 % за Ca, 0,55 % за Mg, 0,67 % за Na и 0,36 % за S.

4. Микроелементи в торовете

Допустимите отклонения по отношение на обявените микроелементи са:
- 0,4 % в абсолютни стойности за съдържание, повече
от 2 %;
- 1/5 от обявената стойност за съдържание не повече
от 2 %.

Приложение № 3 към чл. 23 и 27

(Изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.)

Технически изисквания за амониево-нитратни торове с високо съдържание на азот (Загл. изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.)

Раздел I
Характеристики и пределно допустими концентрации за еднокомпонентни амониево-нитратни торове с високо съдържание на азот

1.1. Порьозност (маслопоглъщаемост)
Маслопоглъщаемостта на тор, който трябва предварително да е преминал през два термични цикъла в температурния интервал от 25 градуса по Целзий до 50 градуса по Целзий, не трябва да надвишава 4 % от масата.
1.2. Горими съставки
Съдържанието на горимите съставки в % от масата, изразено като въглерод, не трябва да надвишава 0,2 % за торове със съдържание на азот най-малко 31,5 % и не трябва да надвишава 0,4 % за торове със съдържание на азот най-малко 28 %, но не повече от 31,5 %.
1.3. pH
Разтворът на 10 g тор в 100 ml вода трябва да има pH най-малко 4,5.
1.4. Анализ на размера на частиците
Не повече от 5 % от масата на тора трябва да преминават през сито с отвор 1 mm и не повече от
3 % трябва да преминават през сито с отвор 0,5 mm.
1.5. Хлор
Максималното съдържание на хлор трябва да бъде 0,02 % от масата.
1.6. Тежки метали
Не трябва да се добавят тежки метали.
Следи от мед, попаднали инцидентно по време на производствения процес, не бива да превишават 10 mg/kg. За други тежки метали не са определени пределно допустими стойности.

Раздел II
Описание на изпитването за устойчивост на детонация на амониево-нитратни торове с високо съдържание на азот

Изпитването трябва да се провежда с представител на проба тор. Преди да се изпита за устойчивост на детонация, цялата маса на пробата трябва да бъде подложена на 5 термични цикъла.
Торът трябва да се подложи на изпитване за устойчивост на детонация в хоризонтална стоманена тръба при следните условия:
1. Стоманена безшевна тръба:
- дължина най-малко 1000 mm,
- номинален външен диаметър най-малко 114 mm,
- номинална дебелина на стената най-малко 5mm.

2. Възпламенител: типът и масата на подбрания възпламенител трябва да бъдат такива, че максимално да увеличават детонационното налягане, приложено към пробата, за да може да се определи нейната чувствителност за предаване на детонацията.

3. Температура на изпитването: 15 градуса по Целзий-25 градуса по Целзий.

4. Оловни цилиндри за индикиране на детонацията с диаметър 50 mm и височина 100 mm.

Оловните цилиндри се поставят на разстояние от 150 mm, като поддържат стоманената тръба в хоризонтално положение. Изпитването трябва да се проведе два пъти и се счита за завършено, ако при двете изпитвания един или повече от поддържащите оловни цилиндри е разрушен по-малко от 5 %.

Раздел III

Методи за проверка на съответствието с границите, определени в раздели I и II на това приложение

М е т о д 1

Методи за прилагане на термични цикли

1. (изм. и доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Обект и област на приложение

Този метод определя процедурите за прилагане на термични цикли непосредствено преди изпитванията за маслопоглъщаемост и за устойчивост на детонация на еднокомпонентни и сложни амониево-нитратни торове с високо съдържание на азот. Методите на затворените термични цикли, описани в този раздел, възпроизвеждат по подходящ начин условията, предвидени в обхвата на действие на т. 2, но не непременно условията, възникнали при транспорт и съхранение.

2. Термични цикли

2.1. Област на приложение

Тази процедура се отнася за термични цикли, проведени непосредствено преди определянето на маслопоглъщаемостта на тора.

2.2. Принцип и определения

Нагряване на пробата за изпитване от стайна температура до 50 градуса по Целзий и задържане при тази температура в продължение на 2 часа (фаза при 50 градуса по Целзий). Охлаждане на пробата до температура 25 градуса по Целзий и задържане при тази температура 2 часа (фаза при 25 градуса по Целзий).

Двете последователни фази при 50 и 25 градуса по Целзий образуват един термичен цикъл.

След подлагане на два термични цикъла пробата се поддържа при 20 (± 3) градуса по Целзий за определяне на маслопоглъщането.

2.3. Апаратура

Обичайна лабораторна апаратура и по-специално:

- водни бани, термостатирани при 25 (± 1) и при 50 (± 1) градуса по Целзий съответно,

- Ерленмайерови колби с обем 150 ml.

2.4. Процедура

Всяка проба за изпитване от 70 (± 5) g се поставя в отделна Ерленмайерова колба, която след това се затваря със запушалка.

Всяка колба се премества през 2 часа от банята с 50 градуса по Целзий в банята с 25 градуса по Целзий и обратно.

Водата във всяка баня се поддържа при постоянна температура и в движение чрез разбъркване, като водата покрива изцяло пробата. Запушалката се предпазва от кондензация с калпаче от порест каучук.

3. Термични цикли, които трябва да се използват за т. 2 на това приложение

3.1. Област на приложение

Тази процедура се отнася за термични цикли, провеждани непосредствено преди извършване на изпитването за детонация.

3.2. Принцип и определения

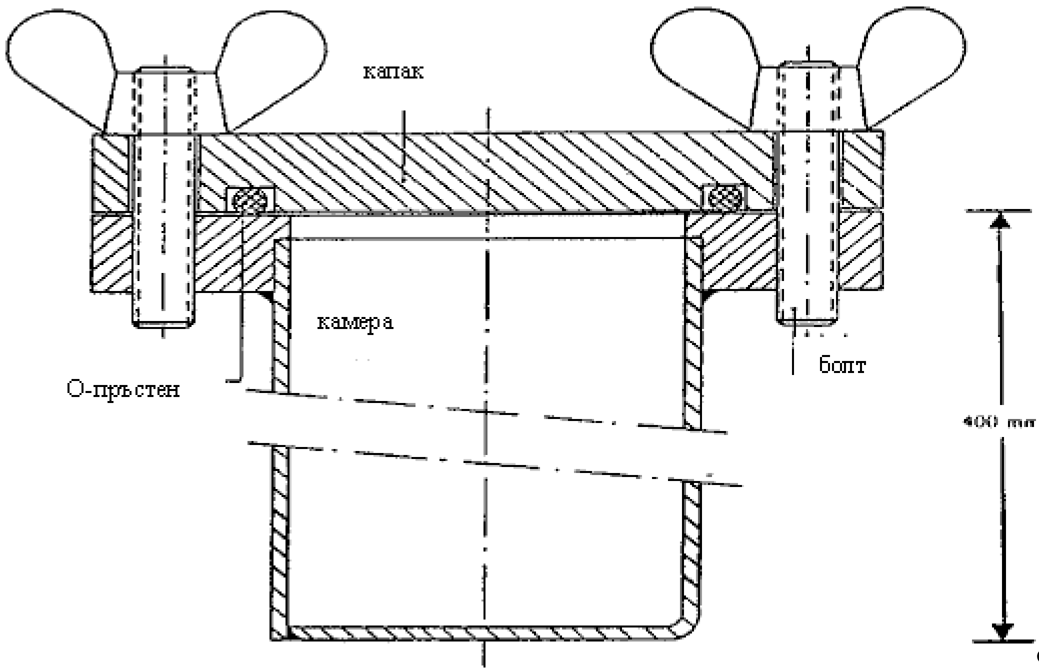
Пробата се нагрява в херметизирана камера от стайна температура до 50 градуса по Целзий и се поддържа при тази температура в продължение на един час (фаза при 50 градуса по

Целзий). След това пробата се охлажда до температура 25 градуса по Целзий и се поддържа при тази температура един час (фаза при 25 градуса по Целзий). Комбинацията от последователните фази при 50 и 25 градуса по Целзий образуват един термичен цикъл. След като е била подложена на необходимия брой цикли, пробата се поддържа при температура от 20 (± 3) градуса по Целзий, докато се извършва изпитването за детонация.

3.3. Апаратура:

- водна баня, термостатирана в температурния интервал от 20 до 51 градуса по Целзий с минимална скорост на нагряване и охлаждане от 10 градуса по Целзий/ час, или две водни бани, едната термостатирана при 20 градуса по Целзий, а другата - при 51 градуса по Целзий; водата в банята (баните) се разбърква непрекъснато; обемът на банята трябва да гарантира достатъчна циркулация на водата;

- камера от неръждаема стомана, изцяло херметизирана и снабдена с термодвойка в центъра; външната широчина на камера е 45 (± 2) mm, а дебелината на стената - 1,5 mm (виж фиг. 1); височината и дължината на камерата може да се подберат така, че да подхождат на размерите на водната баня, например дължина 600 mm, височина - 400 mm.



Фиг. 1

3.4. Процедура

В камерата се поставя тор в количество, достатъчно за единична детонация, и се затваря капакът. Камерата се поставя във водната баня. Водата се нагрява до 51 градуса по Целзий и се измерва температурата в центъра на пробата. Един час след като температурата в центъра достигне 50 градуса по Целзий водата се охлажда; един час след като температурата в центъра достигне 25 градуса по Целзий водата се нагрява, за да започне вторият цикъл.

М е т о д 2

Определяне на маслопоглъщаемостта

1. Обект и област на приложение

Този метод дефинира начина на работа за определяне на маслопоглъщаемостта на еднокомпонентен амониево-нитратен тор с високо съдържание на азот.

Методът се прилага за гранулирани торове, които не съдържат маслоразтворими съставки.

2. Определение

Маслопоглъщаемост от тор: количеството масло, задържано от тора, установено при определените условия на работа и изразено като процент от масата.

3. Принцип

Пълно потапяне на изпитваната проба в газьол, последвано от отцеждане на излишъка на газьола при определени условия. Измерване на увеличението на масата на изпитваната проба.

4. Реактив

Газьол;

Вискозитет - максимум 5 mPa . s при 40 градуса по Целзий;

Плътност - 0,8 до 0,85 g/ml при 20 градуса по Целзий;

Съдържание на сяра - не повече от 1 % (от масата);

Съдържание на пепел - не повече от 0,1 % (от масата).

5. Апаратура

Обичайна лабораторна апаратура:

5.1. Везна с точност 0,01 g.

5.2. Чаши с обем 500 ml.

5.3. Пластмасова фуния, за предпочитане с цилиндрична форма в горния край и диаметър около 200 mm.

5.4. Лабораторно сито с отвори 0,5 mm, съответстващо на фунията (5.3).

Забележка. Размерът на фунията и ситото е такъв, че да осигури натрупване само на няколко слоя гранули един върху друг и маслото да се отцежда лесно.

5.5. Филтърна хартия, клас за бързо филтруване, нагъната, мека, маса 150 g/m2.

5.6. Абсорбираща тъкан (лабораторно качество).

6. Процедура

6.1. Провеждат се две самостоятелни определяния с бърза последователност с 2 отделни порции на една и съща проба за изпитване.

6.2. Отстраняват се частици, по-малки от 0,5 mm, като се използва сито за изпитване (5.4).

Претеглят се приблизително 50 g от пробата с точност 0,01 g в чаша (5.2). Добавя се достатъчно количество газьол (4), за да се покрият напълно частиците, като се разбърква внимателно и се осигури пълно омокряне на повърхността им. Чашата се покрива с часовниково стъкло и се оставя да престои 1 час при 25 (± 2) градуса по Целзий.

6.3. Филтрува се цялото съдържание през фунията (5.3) със ситото (5.4). Задържаната върху ситото част се оставя да престои за около 1 час, така че по-голямата част от останалия газьол да се отцеди.

6.4. Два листа филтърна хартия (5.5) (около 500 х 500 mm) се поставят един върху друг на гладка повърхност. Сгъват се четирите края на двете филтърни хартии нагоре до широчина около 40 mm, за да се предотврати изпадането на гранулите. Два пласта абсорбираща тъкан (5.6) се поставят в центъра на филтърните хартии. Цялото съдържание на ситото (5.4) се изсипва върху абсорбиращата тъкан, като гранулите се разпределят равномерно с мека плоска четка. След 2 минути едната страна на тъканите се повдига, за да се прехвърлят гранулите върху филтърните хартии, намиращи се под тези тъкани, като се разпределят равномерно с помощта на четка. Още един лист филтърна хартия се поставя върху пробата по подобен начин с прегънати краища нагоре, като гранулите се търкалят между филтърните хартии чрез кръгови движения с прилагане на леко притискане. След всеки 8 кръгови движения се спира, повдигат се противоположните краища на филтърните хартии, за да могат гранулите, които са се търкулнали към периферията, да се върнат към центъра. Съблюдава се следната процедура на работа: правят се четири пълни кръгови движения, най-напред по посока на часовниковата стрелка и след това обратно. След това частиците се търкулват към центъра, както е описано по-горе. Тази процедура се провежда три пъти (24 кръгови движения, краищата се повдигат два пъти). Нов лист филтърна хартия се поставя внимателно между долния лист и листа над него, като се оставят гранулите да се прехвърлят върху новия лист чрез повдигане краищата на горния лист. Гранулите се покриват с нов лист филтърна хартия, като се повтаря същата процедура, както е описана по-горе. Незабавно след прехвърлянето гранулите се изсипват върху претеглено блюдо и отново се претеглят с точност 0,01 g, за да се определи масата на задържания газьол.

6.5. Повтаряне на процедурата на прехвърляне и повторно претегляне.

Ако количеството на задържания газьол в изследваната проба е повече от 2,00 g, тя се поставя върху нов комплект филтърни хартии, като процедурата на прехвърляне се повтаря, повдигайки ъглите съгласно 6.4 (два пъти по осем кръгови движения, повдигане веднъж). След това пробата се претегля отново.

7. Изразяване на резултатите

7.1. Метод на изчисляване и формула

Маслопоглъщането от всяко определяне (6.1), изразено в проценти от масата на пресятата проба за изпитване, се дава с уравнението:

$$\text{Маслопоглъщане} = \frac{(m2 - m1)}{m1} \cdot 100,$$

където:

m1 е масата от пробата за изпитване, в грамове, на пресятата част от пробата за изпитване (6.2);

m2 е масата от пробата за изпитване, в грамове, на пробата за изпитване съгласно 6.4 или 6.5 съответно от последното теглене.

Като резултат се взема средноаритметичното от двете отделни определяния.

М е т о д 3

Определяне на горими съставки

1. Обект и област на приложение

Този текст дефинира процедурата за определяне на горимите съставки на еднокомпонентен амониево-нитратен тор с високо съдържание на азот.

2. Принцип

Въглеродният диоксид, получен от неорганичните пълнители, се отстранява предварително с помощта на киселина. Органичните съединения се окисляват със смес от хромена и сярна киселина. Образуваният въглероден диоксид се абсорбира с разтвор на бариев хидроксид. Утайката се разтваря в разтвор на солна киселина и се измерва чрез остатъчно титруване с разтвор на натриев хидроксид.

3. Реактиви

3.1. Хромен триоксид, с аналитично качество, Cr2O3;

3.2. Сярна киселина с плътност при 20 градуса по Целзий 1,83 g/ml; 60 обемни %;

Наливат се 360 ml вода в еднолитрова чаша и внимателно се добавят 640 ml сярна киселина;

3.3. Сребърен нитрат : 0,1 М разтвор;

3.4. Бариев хидроксид: 15 g бариев хидроксид [Ba(OH)2. 8 H2O] се претеглят и се разтварят напълно в гореща вода. Разтворът се оставя да изстине и се прехвърля в еднолитрова мерителна колба. Допълва се до марката с вода и се хомогенизира. Филтрува се през нагъната филтърна хартия;

3.5. Солна киселина : 0,1 М стандартен разтвор;

3.6. Натриев хидроксид : 0,1 М стандартен разтвор;

3.7. Бромфенолово синьо : разтвор от 0,4 g/l във вода;

3.8. Фенолфталейн : разтвор от 2 g/l в 60 обемни % етанол;

3.9. Натронкалк: размер на частиците - около 1,0 до 1,5 mm;

3.10. Деминерализирана вода, прясно прекипяна, за отстраняване на въглеродния диоксид.

4. Апаратура

4.1. Обичайно лабораторно оборудване:

- стъклен шотов тигел с обем от 15 ml; диаметър на плочката: 20 mm; обща височина: 50 mm; порьозност 4 (диаметър на порите от 5 до 15 mm);

- чаша от 600 ml;

4.2. Подаване на азот под налягане;

4.3. Апаратура, изработена от следните части, и съединена, по възможност, с помощта на сферични шлифове (виж фиг. 2):

4.3.1. Абсорбционна колонка А, около 200 mm дълга и с диаметър 30 mm, запълнена с натронкалк (3.9), задържан в тръбата със стъклена вата;

4.3.2. 500 ml облодънна реакционна колба В със страничен отвор;

4.3.3. Фракционна колона на Вигрьо, дълга около 150 mm(C');

4.3.4. Обратен хладник (C), дълъг 200 mm;

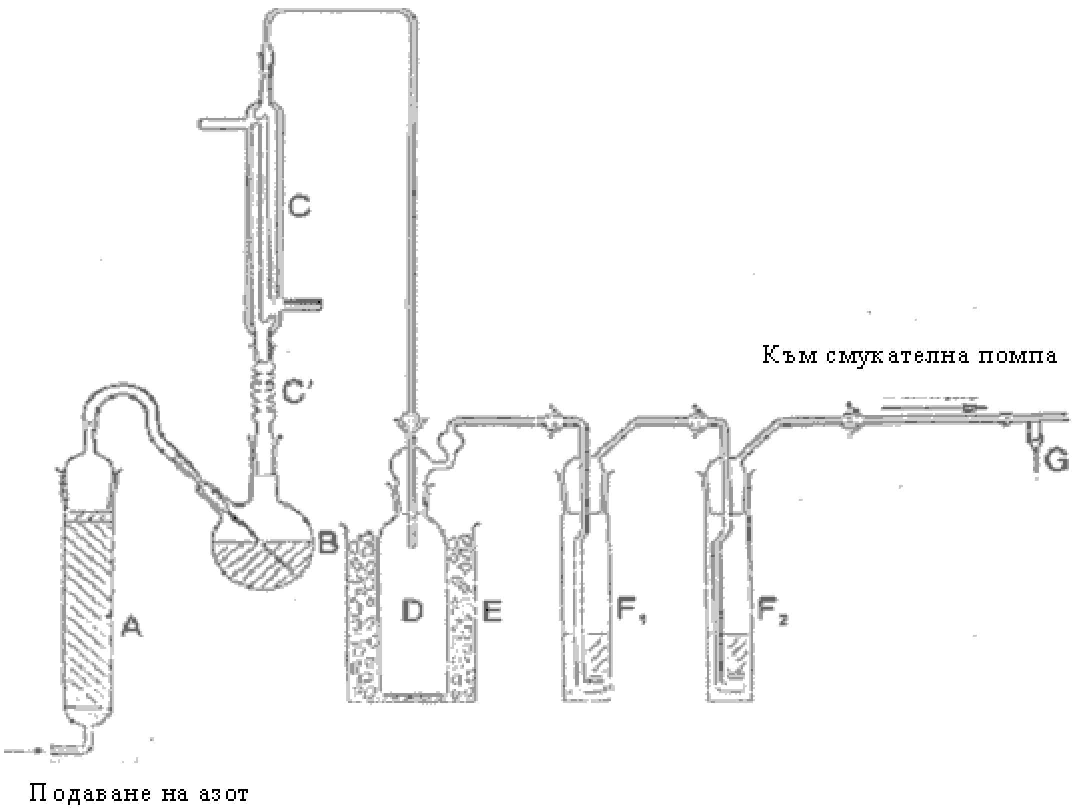
4.3.5. Дрексел (D), действащ като уловител за излишъка киселина, който би се отдестилирал;

4.3.6. Ледена баня (E) за охлаждане на дрексела;

4.3.7. Два абсорбционни съда (F1, F2) с диаметър 32 до 35 mm, като газовите разпределители в тях представляват 10 mm дискове от слабопорьозно синтеровано стъкло;

4.3.8. Вакуумпомпа и устройство (G), регулиращо засмукването и представляващо T-образна стъклена тръбичка, свързана с апаратурата, като свободният край е съединен с фина капилярна тръбичка чрез къс каучуков маркуч и щипка.

Внимание: Използването на разтвор от кипяща хромена киселина в апаратурата, намираща се под вакуум, е опасна операция и изисква подходящи предпазни мерки.



Фиг. 2

A - абсорбционна колонка
B - реакционна колба
C'- фракционна колона на Вигрьо
C - обратен хладник
D - дрексел
E - ледена баня
F1 и F2 - абсорбционни съдове
G - вентил, регулиращ вакуума

5. Процедура:

5.1. Проба за изпитване:

Претеглят се около 10 g амониев нитрат с точност 0,001 g;

5.2. Отстраняване на карбонатите:

Пробата за изпитване се поставя в реакционната колба (B). Добавят се 100 ml сярна киселина (3.2). Гранулите се разтварят около 10 минути при стайна температура. Апаратурата се монтира, както е показано на фигура 2: единият край на абсорбционната колонка (A) се свързва с източника за азот (4.2) през обратен клапан, съдържащ 5-6 mm живак, а другият край - към захранващата тръбичка, която влиза в реакционната колба. Фракционната колона на Вигрьо (С') и обратният хладник (С) се поставят на местата си и се подава охлаждаща вода. Азотът се нагласява така, че потокът му да е умерен; разтворът се нагрява до кипене и се задържа при тази температура в течение на 2 минути. В края на този период не трябва да се наблюдава никакво отделяне на мехури; ако се виждат мехурчета, нагряването продължава още 30 минути. Разтворът се оставя да се охлади в продължение най-малко на 20 минути, като азотът продължава да се пропуска през него.

Монтирането на апаратурата се довършва съгласно фигура 2 чрез свързване на тръбата на обратния хладник с дрексела (D), а последният-с абсорбционните съдове (F1, F2). Азотът трябва да продължи да се пропуска през разтвора през време на монтирането на апаратурата. Във всеки един от абсорбционните съдове (F1, F2) се добавят бързо 50 ml разтвор от бариев хидроксид (3.4).

През системата се пропуска поток от азотни мехурчета за около 10 минути. Разтворът в абсорбционните съдове трябва да остане бистър. Ако това не се получи, процесът за отстраняване на карбонатите трябва да се повтори.

5.3. Окисляване и абсорбция:

След изваждане на тръбата, подаваща азот, през страничния отвор на реакционната колба (В) се вкарват бързо 20 g хромен триоксид (3.1) и 6 ml разтвор на сребърен нитрат (3.3). Апаратурата се свързва с вакуумпомпата и подаването на азота се регулира така, че през абсорберите със синтеровано стъкло (F1, F2) да преминава постоянен поток от газови мехурчета.

Реакционната колба (В) се нагрява, докато течност та закипи, и кипенето се поддържа в течение на един и половина часа (Реакционно време от един и половина часа е достатъчно за повечето органични вещества в присъствието на катализатор сребърен нитрат.).

Възможно е утаилият се по време на изпитването бариев карбонат да запуши дисковете от синтеровано стъкло, поради което може да е необходимо да се пренастрои регулиращият вакуума вентил (G) за контрол на азотния поток. Изпитването се приема за сполучливо, ако разтворът на бариев хидроксид в абсорбера (F2) остане бистър. В противен случай изпитването се повтаря. След успешно изпитване нагряването се спира и апаратурата се разглобява. Всеки един от разпредели телите в абсорберите се промива отвън и отвътре, за да се отстрани бариевият хидроксид, като промивните води се събират в съответния абсорбер. Разпределителите се поставят един след друг в 600 ml чаша, която след това ще се използва при определянето.

Бързо се филтрува под вакуум най-напред съдържанието на абсорбер (F2) и след това-на абсорбер (F1), като се използва стъкленият шотов тигел. Утайката се събира чрез смиване на абсорберите с вода (3.10) и тигелът се промива с 50 ml от същата вода. Поставя се тигелът в 600 ml чаша и се добавят 100 ml вода (3.10). Вкарват се по 50 ml преварена вода във всеки един от абсорберите и през разпределителите се пропуска азот в продължение на 5 минути. Водата се събира с тази от чашата. Операцията се повтаря още веднъж, за да се осигури доброто промиване на разпределителите.

5.4. Измерване на карбонатите с органичен произход :

Добавят се 5 капки фенолфталейн (3.8) към съдържанието на чашата. Разтворът става червен на цвят. Титрува се със солна киселина (3.5), докато розовият цвят почти изчезне. Разтворът в тигела се разбърква добре, за да се провери дали розовият цвят няма да се появи отново. Добавят се 5 капки бромфенолово синьо (3.7) и се титрува със солна киселина, докато разтворът стане жълт. Добавят се още 10 ml солна киселина.

Разтворът се нагрява до кипене и се оставя да кипи още най-много 1 минута. Внимателно се проверява да не остане утайка в течността. Оставя се да се охлади и се титрува остатъчно с разтвор на натриев хидроксид (3.6).

6. Празна проба

Празната проба се провежда по същата процедура, като се използват същите количества от всички реактиви.

7. Изразяване на резултатите

Съдържанието на горими съставки (С), изразено като въглерод в проценти от масата на пробата, се дава с формулата:

V1 - V2

$$C\ \% = 0{,}06\ .\ \frac{\qquad}{E},$$

където:

E е масата на порцията за изпитване в грамове;

V1 е общият обем в ml на 0,1 М солна киселина, добавена след промяната на цвета на фенолфталейна;

V2 е обемът в ml на 0,1 М разтвор на натриев хидроксид, използван за обратно титруване.

М е т о д 4

Определяне на стойността на pH

1. Обект и област на приложение

Този текст определя процедурата за измерване на стойността на pH на разтвор от еднокомпонентен амониево-нитратен тор с високо съдържание на азот.

2. Принцип

Измерване на pH на разтвор от амониев нитрат с помощта на pH-метър.

3. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода, несъдържаща въглероден диоксид.

3.1. Буферен разтвор, pH 6,88 при 20 градуса по Целзий;

Разтварят се 3,40 ± 0,01 g калиев дихидроген ортофосфат (KH2PO4) в приблизително 400 ml вода. След това се разтварят 3,55 ± 0,01 g динатриев хидроген ортофосфат (Na2HPO4) в приблизително 400 ml вода. Двата разтвора се прехвърлят количествено в 1000 ml мерителна колба, допълват се до марката и се хомогенизират. Този разтвор се държи в добре затворен съд.

3.2. Буферен разтвор, pH 4,00 при 20 градуса по Целзий;

Разтварят се 10,21 ± 0,01 g калиев хидроген фталат (KHC8O4H4) във вода, прехвърлят се количествено в 1000 ml мерителна колба, допълва се до марката и се хомогенизира.

Този разтвор се съхранява в добре затворен съд.

3.3. Може да се използват и pH стандартни разтвори.

4. Апаратура

pH-метър, оборудван със стъклен и каломелов електрод или еквивалентни на тях, с чувствителност 0,05 pH единици.

5. Процедура

5.1. Калибриране на pH-метъра

Калибрира се pH-метърът (4) при температура от 20 (±1) градуса по Целзий, като се използват буферни разтвори (3.1), (3.2) или (3.3). Пропуска се бавен поток азот върху повърхността на разтвора и се поддържа през време на изпитването.

5.2. Определение

Добавят се 100,0 ml вода върху 10 (± 0,01) g проба в 250 ml чаша. Неразтворените частици се отстраня ват чрез филтруване, декантиране или центрофугиране на течността. Измерва се стойността на pH на бистрия разтвор при температура от 20 (±1) градуса по Целзий според същата процедура, както при калибрирането на pH-метъра.

6. Представяне на резултатите:

Резултатите се изразяват в pH единици, с точност 0,1 единици, и се посочва температурата.

М е т о д 5

Определяне на размера на частиците

1. Обект и област на приложение

Този метод дефинира процедурата за определяне на размера на частиците на еднокомпонентен амониево-нитратен тор с високо съдържание на азот.

2. Принцип

Пробата за изпитване се пресява през комплект от 3 сита ръчно или с механични средства. Масата, задържана на всяко едно сито, се отчита и се изчислява процентът на материала, преминаващ през съответните сита.

3. Апаратура

3.1. Ситата за изпитванията са от телена тъкан с диаметър 200 mm и отвори съответно 2,0, 1,0 и 0,5 mm. Ситата са снабдени с капак и дъно.

3.1.1. Везна с точност до 0,1 g.

3.1.2. Механично вибрационно сито (ако е налично), в състояние да осигури вертикално и хоризонтално движение на пробата за изпитване.

4. Процедура

4.1. Пробата се разделя на представителни порции от около 100 g.

4.2. Една от тези проби се претегля с точност 0,1 g.

4.3. Комплектът сита се подрежда във възходящ ред: сборник, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm, като претеглената проба за изпитване се поставя на горното сито. Поставя се плътно капакът върху комплекта сита.

4.4. Разклаща се ръчно или с машина, като се придава както вертикално, така и хоризонтално движение и ако се работи ръчно, се почуква от време на време; Този процес продължава в течение на 10 минути или докато количеството, преминаващо през всяко едно сито за 1 минута, е по-малко от 0,1 g;

4.5. Ситата се отделят от комплекта по ред и се събира задържаният материал, като се изчетква внимателно обратната страна на ситата.

4.6. Претегля се задържаният материал на всяко сито и този, събран в дъното, с точност 0,1 g.

5. Оценка на резултатите

5.1. Масата на отделните фракции се изчислява като процент от общата маса на фракциите (а не от начално то количество на пробата).

Изчислява се процентът в сборника (т.е. по-малко от 0,5 mm) - A %.

Изчислява се процентът, задържан в ситото 0,5 mm - B %.

Изчислява се процентът, преминаващ през сито 1,0 mm, т.е. - (A+B) %.

Сумата от масите на фракциите трябва да бъде до 2 % от първоначално взетата маса.

5.2. Трябва да се проведат най-малко два отделни анализа, като отделните резултати за A не трябва да се различават с повече от 1,0 % абсолютни и за B - с повече от 1,5 % абсолютни. Ако това не е така, изпитването се повтаря.

6. Изразяване на резултатите:

Взема се средноаритметичната стойност от A и A+B.

М е т о д 6

Определяне на съдържанието на хлор (като хлориден йон)

1. Обект и област на приложение

Този метод дефинира процедурата за определяне на съдържанието на хлор (като хлориден йон) в еднокомпонентен амониево-нитратен тор с високо съдържание на азот.

2. Принцип

Хлоридните йони във воден разтвор се определят чрез потенциометрично титруване със сребърен нитрат в кисела среда.

3. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода, несъдържаща хлоридни йони.

3.1. Ацетон

3.2. Концентрирана азотна киселина (плътност при 20 градуса по Целзий = 1,40 g/ml)

3.3. Сребърен нитрат 0,1 M стандартен разтвор. Този разтвор се съхранява в кафява стъклена бутилка.

3.4. Сребърен нитрат 0,004 M стандартен разтвор - този разтвор се приготвя по време на употреба.

3.5. Калиев хлорид, 0,1 M стандартен сравнителен разтвор, 3,7276 g калиев хлорид с аналитично качество, предварително изсушен в продължение на 1 час при 130 градуса по Целзий и охладен в ексикатор до стайна температура, се претегля с точност 0,1 mg. Разтваря се в малко количество вода, разтворът се прехвърля без загуба в 500 ml мерителна колба, разрежда се до марката и се хомогенизира.

3.6. Калиев хлорид, 0,004 M стандартен сравнителен разтвор - този разтвор се приготвя по време на употреба.

4. Апаратура:

4.1. Потенциометър със сребърен индикаторен електрод и каломелов сравнителен електрод, чувствителност 2 mV, с обхват - 500 до +500 mV.

4.2. Мост, съдържащ наситен разтвор от калиев нитрат, свързан към каломеловия електрод (4.1), с поставени в краищата му порьозни запушалки.

Забележка. Този мост не е необходим, ако се използват електроди от сребърен и живачен сулфат.

4.3. Магнитна бъркалка с разбъркващ елемент с тефлоново покритие.

4.4. Микробюрета, градуирана с деления 0,01 ml.

5. Процедура:

5.1. Стандартизиране на разтвора от сребърен нитрат

Вземат се 5,00 ml и 10,00 ml от стандартния сравнителен разтвор от калиев хлорид (3.6) и се поставят в две ниски чаши с подходящ обем (например 250 ml). Провежда се следното титруване на съдържанието на всяка чаша:

Добавят се 5 ml разтвор на азотна киселина (3.2), 120 ml ацетон (3.1) и достатъчно вода, за да се достигне общ обем около 150 ml. Разбъркващият елемент на магнитната бъркалка (4.3) се поставя в чашата и бъркалка та се включва. В разтвора се потопяват сребърният електрод (4.1) и свободният край на моста (4.2). Електродите се свързват към потенциометъра (4.1) и след проверка на нулата на апарата се отбелязва стойността на началния потенциал.

Титрува се с микробюретата (4.4), като се добавят в началото съответно 4 или 9 ml от разтвора на сребърен нитрат, отговарящ на използвания стандартен сравнителен разтвор на калиев хлорид. Продължава се добавянето на порции от 0,1 ml за 0,004 M разтвори и на порции от 0,05 ml за 0,1 M разтвори. След всяко добавяне се изчаква стабилизиране на потенциала.

Добавените обеми се записват заедно със съответните стойности на потенциала в първите две колони на таблицата.

В третата колона на таблицата се записват последователните нараствания (D1E) на потенциала E. В четвъртата колона се записват разликите (D2E), положителни или отрицателни, между нарастванията на потенциала (D1E). Краят на титруването отговаря на добавянето на порция от 0,1 или 0,05 ml. (V1) от разтвора на сребърен нитрат, която дава максималната стойност на D1E.

За да се изчисли точният обем (Veq) на разтвора от сребърен нитрат, в края на реакцията се използва формулата:

$$Veq = Vo + V1 \quad \frac{b}{B},$$

където:

Vo е общият обем в ml на разтвора от сребърен нитрат, непосредствено под обема, даващ максималното увеличение на D1E;

V1 - обемът в ml от последната порция добавен разтвор на сребърен нитрат (0,1 или 0,05 ml);

b - последната положителна стойност на D2E;

B - сборът от абсолютните стойности на последни те положителни стойности на D2E и първите отрицател ни стойности на D2E (вижте примера в таблица 1).

5.2. Празна проба

Провежда се празна проба и тя се взема предвид при изчисляване на крайния резултат.

Резултатът V4 от празната проба на реактивите се дава в ml с формулата:

$$V4 = 2\ V3 - V2,$$

където:

V2 е стойността в ml на точния обем (Veq) на разтвора на сребърен нитрат, отговарящ на титруването на 10 ml от използвания стандартен сравнителен разтвор на калиев хлорид;

V3 -стойността в ml, на точния обем (Veq) на разтвора на сребърен нитрат за титруване на 5 ml от използвания стандартен сравнителен разтвор на калиев хлорид.

5.3. Изпитване за проверка

Празната проба може да служи едновременно като проверка за задоволителното функциониране на апаратурата и за точното прилагане на процедурата на изпитването.

5.4. Определяне

Взема се част от пробата в границите от 10 до 20 g и се претегля с точност 0,01g. Прехвърля се количествено в 250 ml чаша. Добавят се 20 ml вода, 5 ml разтвор на азотна киселина (3.2), 120 ml ацетон (3.1) и достатъчно количество вода, за да се доведе общият обем до около 150 ml.

Разбъркващият елемент на магнитната бъркалка (4.3) се поставя в чашата, чашата се поставя върху магнитната бъркалка и тя се пуска в действие. В разтвора се потапят сребърният електрод (4.1) и свободният край на моста (4.2), електродите се съединяват с потенциометъра (4.1) и след проверка на нулата на апарата се отчита стойността на началния потенциал.

Титрува се с разтвор на сребърен нитрат чрез добавянето му от микробюрета (4.4) на порции от 0,1 ml. След всяко добавяне се изчаква до стабилизирането на потенциала.

Титруването продължава, както е дадено в 5.1, започвайки от четвъртия параграф: "записват се добавените обеми и съответните стойности на потенциала в първите две колони на таблицата ....".

6. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултатите

Резултатите от анализа се изразяват като % хлор, съдържащ се в пробата, представена за анализ.

Съдържанието на хлор в проценти се изчислява по уравнението:

$$Cl\ (\%) = \frac{0{,}3545 \cdot T \cdot (V5 - V4) \cdot 100}{m},$$

където:

T е моларността на използвания разтвор от сребърен нитрат;

V4 - резултатът в ml на празната проба (5.2);

V5 - стойността в ml на Veq, отговаряща на определението (5.4);

m - масата в g на пробата за изпитване.

Таблица 1 (пример)

Обем на разтвора на сребърен нитрат V (ml)	Потенциал E (mV)	D1E	D2E
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	- 49
5,10	306	23	- 10
5,20	319	13	

$$Veq = 4{,}9 + 0{,}1 \left(\frac{37}{37 + 49}\right) = 4{,}943$$

М е т о д 7

Определяне на съдържанието на мед

1. Обект и област на приложение

Този метод дефинира процедурата за определяне на съдържанието на мед в еднокомпонентни амониево нитратни торове с високо съдържание на азот.

2. Принцип

Пробата се разтваря в разредена солна киселина и съдържанието на мед се определя чрез атомно абсорбционна спектрофотометрия.

3. Реактиви

3.1. Солна киселина (плътност при 20 градуса по Целзий = 1,18 g/ml);

3.2. Солна киселина, 6 М разтвор;

3.3. Солна киселина, 0,5 М разтвор;

3.4. Амониев нитрат;

3.5. Водороден пероксид, 30 %;

3.6. Изходен разтвор на мед (може да се използва стандартен разтвор на мед): претегля се 1 g чиста мед с точност 0,001 g, разтваря се в 25 ml 6 М разтвор на солна киселина (3.2), добавят се на порции 5 ml водороден пероксид (3.5) и се разрежда до 1 l с вода. 1 ml от този разтвор съдържа 1000 mg мед.

3.6.1. Разтвор на мед (разреден): разреждат се 10 ml от изходния разтвор (3.6) до 100 ml с вода, а след това 10 ml от получения разтвор се разреждат до 100 ml с вода; 1 ml от последното разреждане съдържа 10 mg мед.

Този разтвор се приготвя непосредствено преди употреба.

4. Апаратура

Атомно абсорбционен спектрофотометър с лампа за определяне на мед (324,8 nm).

5. Процедура

5.1. Приготвяне на разтвора за анализ

25 g от пробата се претеглят с точност 0,001 g, поставят се в 400 ml чаша, внимателно се добавят 20 ml солна киселина (3.1) (може да се наблюдава бурна реакция поради отделянето на въглероден диоксид). Ако е необходимо, се прибавя още солна киселина. Когато спре бурното кипене, пробата се изпарява на парна баня до сухо, като се разбърква периодично със стъклена пръчка. Добавят се 15 ml 6 М разтвор на солна киселина (3.2) и 120 ml вода. Разбърква се със стъклена пръчка, която трябва да се остави в чашата. Чашата се покрива с часовниково стъкло. Разтворът се нагрява до кипене внимателно, докато завърши напълно разтварянето, и след това се охлажда.

Разтворът се прехвърля количествено в 250 ml мерителна колба чрез промиване на чашата с 5 ml 6 М солна киселина (3.2) и 2 пъти с по 5 ml кипяща вода. Допълва се до марката с 0,5 М солна киселина (3.3) и се разбърква внимателно.

Филтрува се през филтърна хартия (Whatman 541 или еквивалентна на нея), несъдържаща мед. Първите 50 ml се изхвърлят.

5.2. Разтвор на празна проба:

Приготвя се разтвор на празна проба, в който не е включена само пробата, и това се има предвид при изчисляване на крайните резултати.

5.3. Определяне:

5.3.1. Приготвяне на разтвори от пробата и празна проба:

Разтворът на пробата (5.1) и разтворът на празната проба (5.2) се разреждат с 0,5 М разтвор на солна киселина (3.3) до концентрация на мед в оптималния обхват на измерване на спектрофотометъра. Обикновено не е необходимо разреждане.

5.3.2. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Приготвяне на стандартни разтвори:

Чрез разреждане на изходния разтвор (3.6) с 0,5 М разтвор на солна киселина (3.3) се приготвят най-малко 5 стандартни разтвора, съответстващи на оптималния обхват на измерване на спектрофотометъра (от 0 до 5,0 mg/l мед). Преди да се допълнят до марката, към всеки разтвор се прибавя амониев нитрат (3.4), за да се получи концентрация от 100 mg/ml.

5.4. Измерване

Спектрофотометърът се настройва на дължина на вълната 324,8 nm, като се използва окислителен въздушно-ацетиленов пламък. Стандартните разтвори (5.3.2), разтворът на пробата и разтворът на празната проба (5.3.1) се впръскват последователно, като устройството се промива внимателно с дестилирана вода след всяко впръскване. Построява се стандартна крива, като на ординатната ос се нанасят средните стойности на абсорбцията на всеки изпитан стандартен разтвор, а на абсцисната ос - съответните концентрации на мед в mg/ml.

Концентрацията на мед в крайния разтвор на пробата и в разтвора на празната проба се отчита по стандартна крива.

6. Изразяване на резултатите

Съдържанието на мед в пробата се изчислява, като се взема предвид масата на пробата за изпитване, проведените в течение на анализа разреждания и стойността на празната проба. Резултатът се изразява като mg мед/kg.

Раздел IV

Определяне устойчивостта на детонация

1. Обект и област на приложение

Този метод дефинира процедурата на работа при определяне устойчивостта към детонация на еднокомпонентни амониево-нитратни торове с високо съдържание на азот.

2. Принцип

Пробата се затваря в стоманена тръба и се подлага на детонационен удар от възпламенителен заряд на експлозив. Разпространението на детонацията се определя от степента на деформация при свиване на оловни цилиндри, върху които тръбата лежи хоризонтално по време на изпитанието.

3. Материали

3.1. Пластичен експлозив, съдържащ 83 до 86 % пентрит.

Плътност: 1500 до 1600 kg/m3;

Скорост на детонация: 7300 до 7700 m/s;

Тегло: 500 +/-1 g.

3.2. Седем дължини на гъвкав детонационен шнур с неметално покритие (кожух)

Тегло на пълнен: 11 до 13 g/m;

Дължина на всеки шнур: 400 +/-2 mm.

3.3. Пресована гранула от вторичен експлозив с жлеб за поставяне на детонатор

Експлозив: хексоген/восък 95/5 или тетрил, или подобен вторичен експлозив със или без добавен графит;

Плътност: 1500 до 1600 kg/m3;

Диаметър: 19 до 21 mm;

Височина: 19 до 23 mm.

Централен жлеб за поставяне на детонатора с диаметър 7 до 7,3 mm и с дълбочина 12 mm.

3.4. Безшевна стоманена тръба, както е специфицирана в ISO 65-1981-тежки серии с номинални размери DN 100 (4 mm);

Външен диаметър: 113,1 до 115,0 mm;

Дебелина на стената: 5,0 до 6,5 mm;

Дължина: 1005 (+/-2) mm.

3.5. Дънна плоча

Материал: стомана с добри заваряващи свойства;

Размери: 160 x 160 mm;

Дебелина: 5 до 6 mm.

3.6. Шест оловни цилиндри

Диаметър: 50 (+/-1) mm;

Височина: 100 до 101 mm;

Материал: рафинирано (пречистено) олово с чистота най-малко 99,5 %.

3.7. Стоманен блок

Дължина: най-малко 1000 mm;

Широчина: най-малко 150 mm;

Височина: най-малко 150 mm.

Тегло: най-малко 300 kg, ако за този блок няма твърда основа.

3.8. Пластмасов или картонен цилиндър за заряда на възпламенителя

Дебелина на стената: 1,5 до 2,5 mm;

Диаметър: 92 до 96 mm;

Височина: 64 до 67 mm.

3.9. Детонатор (електрически или неелектрически) със сила на иницииране 8 до 10.

3.10. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Дървен диск

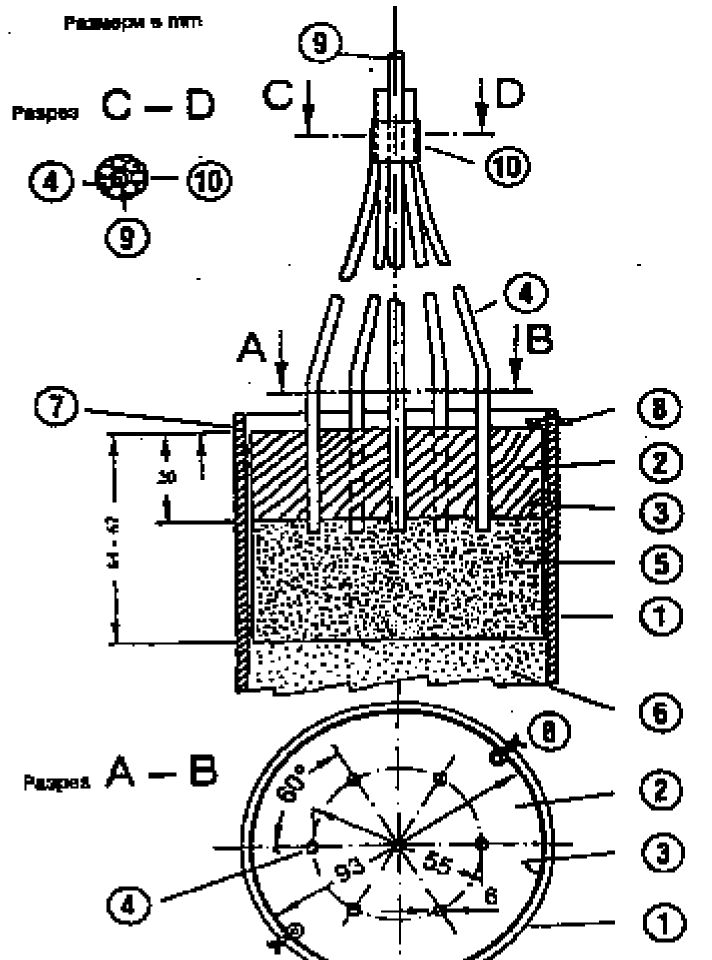
Диаметър: 92 до 96 mm. Диаметърът трябва да отговаря (пасва) на вътрешния диаметър на на пластмасовия или картонения цилиндър (3.8);

Дебелина: 20 mm.

3.11. Дървена пръчка със същия размер като детонатора (3.9).

3.12. Шивашки топлийки (максимална дължина 20 mm) и съшиващо устройство (телбод)

4. Процедура (начин на работа):



Фиг. 3

Заряд на възпламенителя със седемточково иницииране

1. Стоманена тръба
2. Дървен диск със седем отвора
3. Пластмасов или картонен цилиндър
4. Детонационни шнурове
5. Пластичен експлозив
6. Проба за изпитване
7. Отвор с диаметър 4 mm, пробит за вкарване на шплент
8. Шплент
9. Дървена пръчка, заобиколена с шнуровете (4)
10. Лепяща лента (лепенка) за задържане на (4) около (9)

4.1. Приготвяне на заряда на възпламенителя за поставяне (вкарване) в стоманената тръба.

Съществуват два метода за иницииране (възбуждане) на експлозива в заряда на възпламенителя в зависимост от наличността на оборудването.

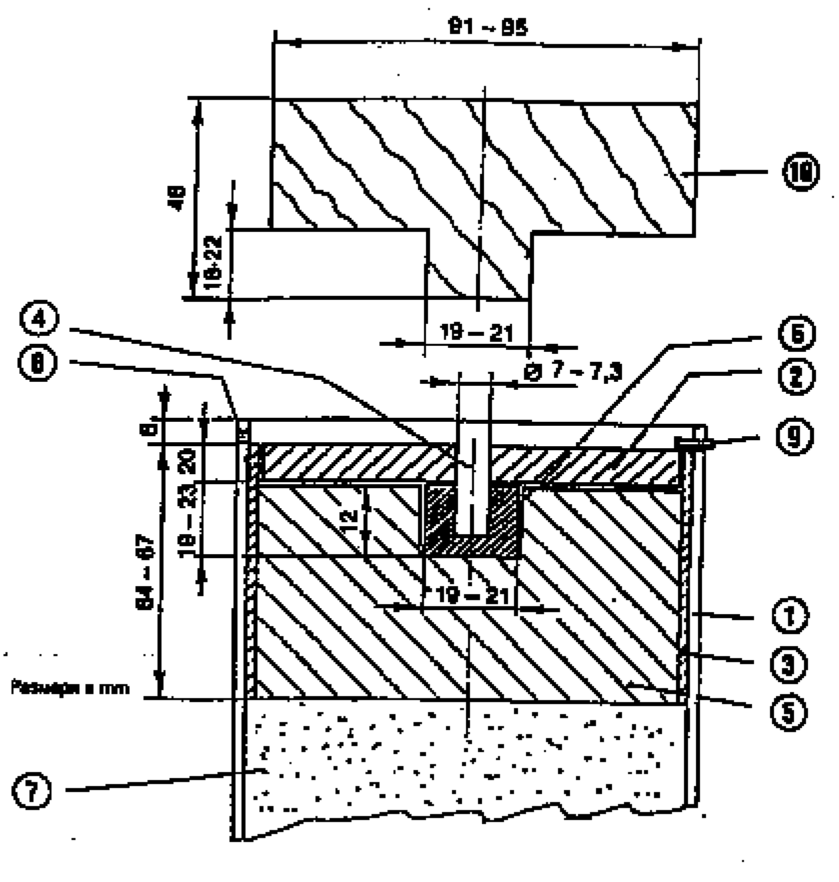
4.1.1. Седемточково едновременно иницииране:

Зарядът на възпламенителя, подготвен за употреба, е показан на фиг. 3, размерите са посочени в mm.

4.1.1.1. Пробиват се отвори в дървения диск (3.10), успоредни на оста на диска, през центъра и през шест точки, симетрично разпределени около концентричен кръг с диаметър 55 mm; диаметърът на отворите трябва да бъде 6 до 7 mm (виж сечение A-B на фиг. 3) в зависимост от диаметъра на използвания детонационен шнур (3.2).

4.1.1.2. Отрязват се седем дължини от гъвкавия детонационен шнур (3.2), всяка една дълга по 400 mm, като се избягват загуби на експлозив в краищата чрез точен разрез и незабавно уплътняване на отрязаните краища с лепенка. Всяка една от седемте дължини се поставя (напъхва) през седемте отвора на дървения диск (3.10), докато краищата им се подадат на няколко с m от другата страна на диска. Тогава се вкарва наклонено малка шивашка топлийка (3.12) в текстилната обвивка (кожух) на отрязъците шнур на 5-6 mm от техните краища, като се поставя лепенка около външната страна на отрязъците шнур под формата на лента, широка 2 cm, непосредствено прилягаща до топлийката. Накрая се изтегля по-дълга част от шнура, за да може топлийката да допре до дървения диск.

4.1.1.3. Пластичният експлозив се оформя като цилиндър с диаметър 92 до 96 mm в зависимост от диаметъра на цилиндъра (3.8). Този цилиндър се поставя изправен върху равна повърхност и се вкарва оформеният експлозив.



Фиг. 4

Заряд на възпламенителя с централно иницииране

1. Стоманена тръба
2. Дървен диск
3. Пластмасов или картонен цилиндър
4. Дървена пръчка
5. Пластичен експлозив
6. Пресована гранула
7. Проба за изпитване
8. Отвор с диаметър 4 mm, за вкарване на шплент
9. Шплент

10. Дървен пуансон (щанца)

След това в горната част на цилиндъра се вкарва дървеният диск (Диаметърът на диска трябва да съответства на вътрешния диаметър на цилиндъра.), носещ седемте отрязъка детонационен шнур, и се натиска надолу върху експлозива. Височината на цилиндъра (64-67 mm) се нагласява така, че неговият горен ръб да не надминава равнището на дървото. Най-накрая цилиндърът се закрепва към дървения диск с телбод по цялата обиколка.

4.1.1.4. Свободните краища на седемте отрязъка детонационен шнур се групират около обиколката на дървената пръчка (3.11) така, че техните краища да бъдат наравно с равнината, перпендикулярна на пръчката. Те се задържат като сноп около пръчката с помощта на лепенка (Когато шестите периферни отрязъка шнур са стегнати след монтиране, централният шнур трябва да остане леко хлабав.).

4.1.2. Централно иницииране с пресована гранула:

Зарядът на възпламенителя, подготвен за използване, е показан на фигура 4, размерите са посочени в mm.

4.1.2.1. Приготвяне на пресована гранула:

10 g вторичен експлозив (3.3) се поставят, вземайки необходимите предпазни мерки, в матрица с вътрешен диаметър от 19 до 21 mm и се пресоват до точните размери и плътност.

(Съотношението диаметър : височина трябва да бъде грубо 1:1).

В центъра на дъното на матрицата се намира издатина с височина 12 mm и с диаметър от 7,0 mm до 7,3 mm (в зависимост от диаметъра на използвания детонатор), който образува в пресованата гранула цилиндрично гнездо.

4.1.2.2. Приготвяне на заряда за възпламенителя:

Пластичният експлозив се поставя в цилиндъра (3.8), стоящ изправен върху равна повърхност, след това се притиска надолу с дървената щанца, за да се придаде цилиндрична форма на експлозива с централен улей (жлеб). Вкарва се пресованата гранула в този жлеб. Цилиндрично оформеният експлозив, съдържащ пресованата гранула, се покрива с дървен диск, имащ централен отвор с диаметър 7,0 до 7,3 mm за вкарване на детонатора. Дървеният диск се свързва с цилиндъра по диагонал с лепяща лента (лепенка). Осигурява се коаксиалност (съосност) на пробития в диска отвор и жлеба в пресованата гранула чрез вкарване на дървена пръчка.

Диаметърът на диска винаги трябва да съответства на вътрешния диаметър на цилиндъра.

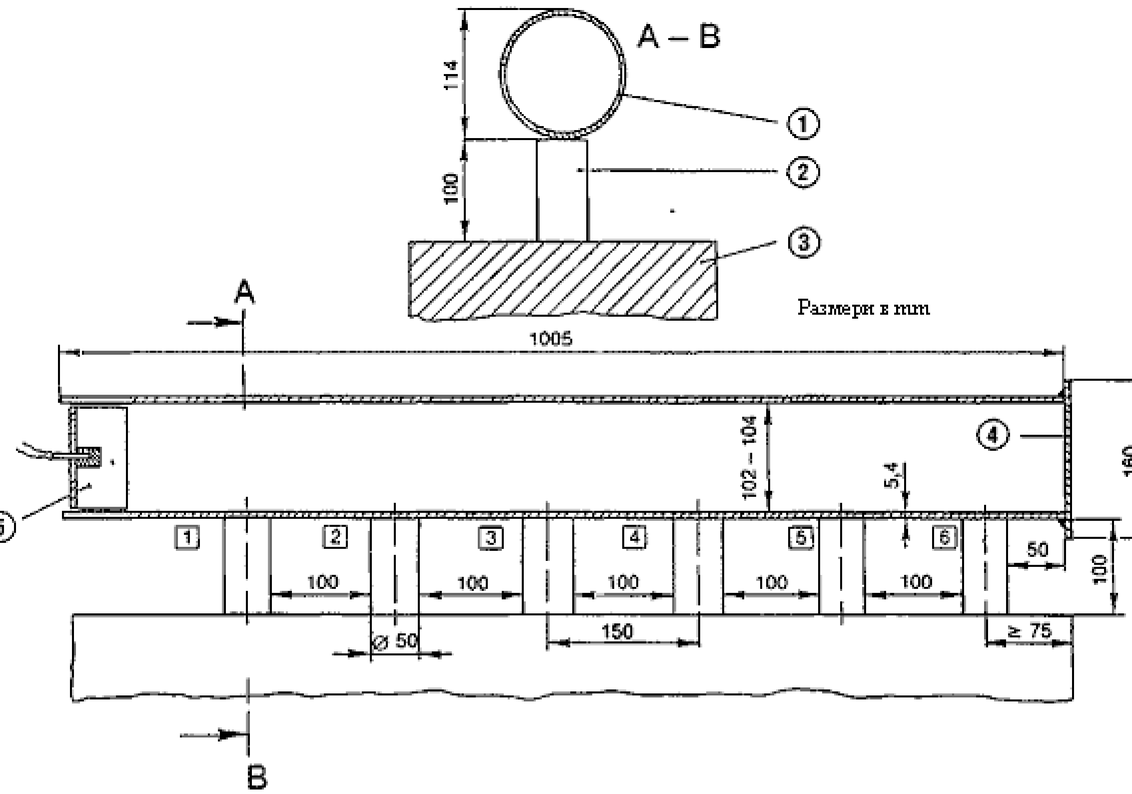
Забележка. Когато шестте периферни шнура се изпънат след монтирането им, централният шнур трябва да остане леко хлабав (отпуснат).

4.2. Подготовка на стоманените тръби за детонационни изпитания:

В единия край на стоманената тръба (3.4) се пробиват два диаметрално противоположни отвора с диаметър 4 mm, перпендикулярно през страничните страни на разстояние 4 mm от края.

Долната (дънната) плоча (3.5) се заварява челно към противоположния край на тръбата, спазвайки напълно прав ъгъл между дънната плоча и стената на тръбата, със заваръчен метал около цялата обиколка на тръбата.

4.3. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Пълнене и зареждане на тръбата (виж фигури 3 и 4)



Фиг. 5
Поставяне на стоманената тръба на полигона за изпитание

1 - Стоманена тръба
2 - Оловни цилиндри
3 - Стоманен блок
4 - Дънна (долна) плоча
5 - Заряд на възпламенителя
1-6 - номера на оловните цилиндри

4.3.1. Пробата за изпитване, стоманената тръба и зарядът на възпламенителя трябва да се кондиционират до температура от 20 (+/-5) градуса по Целзий. За две детонационни изпитвания са необходими 16 до 18 kg от пробата за изпитание.

4.3.2. Тръбата се поставя изправена, като квадратната дънна плоча почива на твърда плоска повърхност, за предпочитане бетон. Тръбата се запълва до около 1/3 от височината си с проба и пет пъти се пуска вертикално от 10 cm върху пода, за да се уплътнят частиците или гранулите колкото може по-плътно в тръбата. За да се ускори уплътняването, тръбата се подлага и на вибриране чрез удряне на страничните стени с чук 750 до 1000 g между отделните пускания - общо 10 пъти. Този метод на запълване се повтаря с още едно завъртане на пробата. Накрая трябва да се направи допълнително прибавяне, така че след уплътняване чрез повдигане и изпускане на пробата 10 пъти и общо 20 ритмични удара с чук зарядът да запълни тръбата на разстояние 70 cm от отвора.

Височината на запълване с проба трябва да се регулира в стоманената тръба така, че зарядът на възпламенителя (4.1.1 или 4.1.2), който ще бъде вкаран по-късно, да бъде в непосредствен контакт с пробата по цялата й повърхност.

4.3.3. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Вкарва се зарядът на възпламенителя в тръбата така, че да бъде в допир с пробата. Горната повърхност на дървения диск трябва да бъде на 6 mm под края на тръбата. Осигурява се сигурен плътен контакт между експлозива и пробата чрез добавяне или отстранява не на малко количество от пробата. Както е показано на фигури 3 и 4, през отворите близо до отворения край на тръбата трябва да се вкарат шплентове и техните краища да се разтворят върху тръбата.

4.4. (доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Поставяне на стоманената тръба и оловните цилиндри, (фигура 5).

4.4.1. Основите на оловните цилиндри (3.6) се номерират от 1 до 6. Правят се 6 белега (знака) на 150 mm от централната линия на стоманения блок (3.7), лежащ върху хоризонтална основа (база), като първият знак е най-малко на 75 mm от края на блока. Върху всеки знак се поставя изправен оловен блок, като основата на всеки цилиндър е центрирана върху нейния знак.

4.4.2. Стоманената тръба, подготвена съгласно 4.3, се поставя хоризонтално върху оловните цилиндри така, че оста на тръбата да бъде успоредна на централната линия на стоманения блок, като завареният край на тръбата продължава (се издава) на 50 mm след оловен цилиндър № 6. За да се предотврати претъркалянето на тръбата, се вкарват малки дървени клинчета между върховете на оловните цилиндри и стената на тръбата (по един от всяка страна) или се поставя дървена кръстачка между тръбата и стоманения блок.

Забележка. Трябва да се провери дали тръбата се е допряла до всичките 6 оловни цилиндъра; леко изкривяване на повърхността на тръбата може да бъде компенсирано чрез завъртяване на тръбата около нейната надлъжна ос; ако някой от оловните цилиндри е твърде висок (100 mm), той се почуква внимателно с чук, докато достигне изискваната височина.

4.5. Подготовка за детонация

4.5.1. Апаратурата съгласно 4.4 се поставя в бункер или в подходящо подготвено подземно място (укритие) (например мина или тунел). Трябва да се гарантира, че температурата на стоманената тръба се поддържа при 20 (+/-5) градуса по Целзий преди детонацията.

Забележка. Ако няма подобни места за възпламеняване, работата може, при необходимост, да се извърши в циментова шахта, покрита отгоре с дървени греди. Детонацията може да причини изхвърляне на стоманени фрагменти с висока кинетична енергия, следователно възпламеняването трябва да се провежда на подходящо разстояние от жилища и улични магистрали.

4.5.2. Ако се използва заряд на възпламенител със седемточково иницииране, трябва да се гарантира, че детонационните шнурове са изпънати, както е дадено в забележката към 4.1.1.4, и са подредени, доколкото е възможно, по-хоризонтално.

4.5.3. Накрая се отстранява дървената пръчка и се заменя с детонатора. Тя не се възпламенява, докато зоната за безопасност не е евакуирана и персоналът за изпитването не се е прикрил.

4.5.4. Експлозивът се детонира.

4.6. Оставя се достатъчно време димовете (газообразни и понякога отровни разпадни продукти като нитрозни газове) да се разсеят, след това се събират оловните цилиндри и се измерва височината им с шублер с нониус.

За всеки от маркираните оловни цилиндри се записва степента на сплескване (свиване), изразена като процент от първоначалната височина от 100 mm. Ако цилиндрите са смачкани (сплеснати) наклонено, се записват най-високата и най-ниската стойност и се изчислява средноаритметичната стойност.

4.7. Ако е необходимо, може да се използва проба за непрекъснато измерване на скоростта; пробата трябва да се вкара по дължината на оста на тръбата или по дължината на нейната странична стена.

4.8. За всяка проба трябва да се проведат по две детонационни изпитвания.

5. Протокол от изпитването.

В отчета за изпитването за всяко детонационно изпитване трябва да бъдат дадени стойностите на следните параметри:

- фактически измерените стойности за външния диаметър на стоманената тръба и за дебелината на стената;
- твърдостта на стоманената тръба по Бринел;
- температурите на тръбата и на пробата малко преди възпламеняването;
- плътност (kg/ m3) на пробата в стоманената тръба;
- височината на всеки оловен цилиндър след възпламеняване, отбелязвайки номера на съответния цилиндър;
- използвания метод на иницииране на заряда на възпламенителя.

5.1. Оценка на резултатите от изпитванията

Ако при всяко възпламеняване сплескването поне на един оловен цилиндър не надминава 5 %, изпитване то трябва да се счита за завършено и пробата съответства на изискванията.

Приложение № 4 към чл. 25, ал. 4

МИНИСТЕРСТВО НА ЗЕМЕДЕЛИЕТО И ГОРИТЕ
НАЦИОНАЛНА СЛУЖБА ЗА РАСТИТЕЛНА ЗАЩИТА

РЕГИОНАЛНА СЛУЖБА ЗА РАСТИТЕЛНА ЗАЩИТА

ИЗПИСВАТ СЕ АДРЕСЪТ И ТЕЛЕФОНИТЕ НА РСРЗ

П Р О Т О К О Л
за вземане на проби от торове

Днес, ...
(място, дата и час на вземане на пробите)
подписаният ....
(трите имена и длъжността на служителя от РСРЗ, взел пробата)
в присъствието на ....
(трите имена на представителя на фирмата)
собственик на тора ....
(име и точен адрес на фирмата, телефон за контакти)
Наименование на тора ....
насипен опакован
Партидата, от която е взета пробата, е с № ...., произведена на ....,
внесена на ....; количество .... тона.
Информацията, посочена върху опаковките, съответства с документацията:
Да Не
Брой на взетите единични проби ....
Брой на проверените единици продукция ....
Количество на обединената проба (сума от единични проби) .... кг.
Получени крайни проби .... бр., запечатани, подписани и подпечатани с печата
на ....
Крайните проби се разпределиха: 2 броя проби за изследване в ....
.... и 1 проба за собственика на тора.
(лаборатория за анализ)
Пробата е необходима за установяване на съответствие с изискванията на Наредбата за специалните изисквания за състав, опаковане, етикетиране, методи за вземане на проби и анализ на торове.
Настоящият протокол се състави в.............. еднакви екземпляра.
Взел пробата .... Присъствал: ....
(име, подпис и печат) (име и подпис)

Приложение № 5 към чл. 26

(Изм. и доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.)

Методи за вземане на проби и анализ на торове

Раздел I
Метод за вземане на проби за контрол на торове

Правилното вземане на проба е трудна операция, изискваща изключително внимание. Следователно трябва да се наблегне на необходимостта от получаването на достатъчно представителна проба.

Методът за вземане на проби трябва да се прилага стриктно и точно от специалисти с опит в конвенционалната процедура за вземане на проба.

1. Цел и обхват

1.1. (нова - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Пробите трябва да се вземат от длъжностни лица, които са упълномощени за тази цел

1.2. (предишна т. 1.1. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Пробите, предназначени за контрол на торове по отношение на качество и състав, трябва да се вземат в съответствие с описаните по-долу методи. Получените по този начин проби се считат за представителни на изследваните партиди.

2. Термини и определения

2.1. Изследвана партида: количество от продукта, съставляващо единица и имащо характеристики, за които се предполага, че са еднородни.

2.2. Единична (точкова) проба: количество, взето от една точка в изследваната партида.

2.3. Обединена проба: съвкупност от единични проби, взети от една и съща изследвана партида.

2.4. Съкратена проба: представителна част от обединената проба, получена чрез съкращаване.

2.5. Крайна проба: представителна част от съкратената проба.

3. Апаратура

3.1. Инструментът за вземане на проби трябва да е направен от материали, които да не могат да повлияят на характеристиките на продуктите, от които се взема проба.

3.2. Препоръчван инструмент за вземане на проби от твърди торове.

3.2.1. Ръчно вземане на проби

3.2.1.1. Лопатка с плоско дъно и вертикални страни.

3.2.1.2. Сонда с дълъг прорез или отделения. Размерите на сондата трябва да съответстват на характеристиките на изследваната партида (дълбочина на контейнера, размери на торбата и др.) и на размера на частиците на тора.

3.2.2. Механично вземане на проби

Може да се използва механичен инструмент за вземане на проби от торове в поток.

3.2.3. Делител

За вземане на единични (точкови) проби и за подготовката на съкратената и крайна проба се използва инструмент, проектиран за разделяне на пробата на равни части.

3.3. Препоръчван прибор за вземане на проби от течни торове.

3.3.1 Ръчно вземане на проби

Отворена тръба, сонда, бутилка или друго подходящо приспособление за вземане на проба от изследвана та партида.

3.3.2. Механично вземане на проби

Може да се използва механичен прибор за вземане на проби от течни торове в поток.

4. Количество на пробите

4.1. Изследвана партида

Размерът на изследваната партида трябва да дава възможност за вземане на проба от всяка от съставните й части.

4.2. Единични проби.

4.2.1. Насипни твърди торове или течни торове в контейнери над 100 kg	Минимален брой единични проби
4.2.1.1. Изследвани партиди, ненадвишаващи 2,5 t	седем
4.2.1.2. Изследвани партиди от 2,5 t до 80 t	V-20 пъти броя на тоновете в изследваната партида (Когато полученото число е дроб, тя трябва да се закръгли до най-близкото цяло число.)
4.2.1.3 Изследвани партиди, надвишаващи 80 t	40
4.2.2. Опаковани твърди торове или течни торове в контейнери (всяка една опаковка да не превишава 100 kg)	Минимален брой на опаковките, от които се взема проба (За опа-

	ковки, чието съдържание не превишава 1 kg, единичната проба трябва да бъде съдържанието на една оригинална опаковка.)
4.2.2.1. Опаковки над 1 kg	
4.2.2.1.1. Изследвани партиди, състоящи се от по-малко от 5 опаковки	всички опаковки
4.2.2.1.2. Изследвани партиди, състоящи се от 5 до 16 опаковки	четири
4.2.2.1.3. Изследвани партиди, състоящи се от 17 до 400 опаковки	V-броя на опаковките в партидата (Когато полученото число е дроб, тя трябва да се закръгли до най-близкото цяло число.)
4.2.2.1.4. Изследвани партиди, състоящи се от повече от 400 опаковки	20
4.2.2.2. Опаковки под 1 kg	четири

4.3. Обединена проба

Изисква се една обединена проба за изследвана партида. Общата маса на единичните проби, съставляващи обединената проба, не трябва да е по-малка от следната:

4.3.1. Насипни твърди торове или течни торове в контейнери над 100 kg	4 kg
4.3.2. Опаковани твърди или течни торове (всяка една от опаковките да не превишава 100 kg)	
4.3.2.1. Опаковки над 1 kg	4 kg
4.3.2.2. Опаковки под 1 kg	Масата на съдържанието на четири оригинални опаковки
4.3.3. Проби от амониев нитрат съгласно т. 2 от приложение № 3	75 kg

4.4. Крайни проби

4.4.1. Твърди и течни торове

Когато е необходимо, от обединената проба чрез съкращаване се получават крайни проби. Изисква се анализ поне на една крайна проба. Масата на пробата за анализ не трябва да е под 500 g.

4.4.2. Проби от амониев нитрат за извършване на анализи съгласно приложение № 3.

При необходимост обединената проба се съкращава до крайна проба.

4.4.2.1. Минимално маса на крайната проба за анализ по т. 1 от приложение № 3-1 kg

4.4.2.2. Минимално маса на крайната проба за анализ по т. 2 от приложение № 3-25 kg

5. Инструкции за вземане, подготовка и опаковане на пробите

5.1. Общо

Пробите трябва да се вземат и подготвят възможно най-бързо, като се вземат предпазни мерки, необходими за запазването им като представителни за тора, който се изследва. Инструментите, както и повърхностите и съдовете, в които ще се поставят пробите, трябва да са чисти и сухи.

При течен тор изследваната партида трябва да се разбърка преди вземането на пробата.

5.2. Единични проби

Единичните проби трябва да се вземат произволно от различни точки на цялата партида и да са с приблизително еднакво количество.

5.2.1. Насипни твърди или течни торове в съдове над 100 kg

Изследваната партида трябва въображаемо да се раздели на няколко приблизително еднакви части. Броят на частите, съответстващ на броя на единичните проби съгласно 4.2, трябва да се избере произволно и от всяка част да се вземе най-малко една проба. Когато не е възможно да се спазят изискванията на 4.1 при вземане на проби от насипни твърди или течни торове в контейнери над 100 kg, вземането на проби трябва да се извърши при преместването на изследваната партида (товарене или разтоварване). В този случай пробите трябва да се вземат от произволно избрани въображаеми части, както е описано по-горе, при преместването им(товарене или разтоварване).

5.2.2. Пакетирани твърди или течни торове в контейнери (опаковки), непревишаващи 100 kg

След подбора на необходимия брой опаковки за вземане на проби, както е посочено в 4.2, част от съдържанието на всяка опаковка трябва да се отстрани. Където е необходимо, пробите се вземат след изпразва не на опаковките поотделно.

5.3. Изготвяне на обединена проба

Единичните проби се смесват, за да се получи обединена проба.

5.4. Приготвяне на крайна проба. Обединената проба се хомогенизира внимателно (Бучките трябва да се раздробят (ако е необходимо, чрез отделянето им от пробата и връщане обратно на наситнения материал).).

Ако е необходимо, обединената проба трябва първо да се съкрати до най-малко 2 kg (съкратена проба) чрез използването на механичен делител или чрез квартуване.

За извършване на анализи съгласно приложение № 3 крайната проба трябва да се съхранява при температура между 0-25 градуса по Целзий.

След това трябва да се подготвят най-малко три крайни проби с приблизително еднакво количество и в съответствие с изискванията на 4.4. Всяка проба трябва да се постави в добре затворен контейнер. Трябва да се вземат всички необходими мерки за избягване на промяна в характеристиките на пробата.

6. Опаковане на крайните проби

Контейнерите или опаковките трябва да са запечатани и етикетирани (целият етикет трябва да е включен в печата) по такъв начин, че да не могат да се отворят, без да се повреди печатът.

7. Регистриране на вземането на проби

Трябва да се води регистър за всяко вземане на проби, който да позволява безпогрешно идентифициране на всяка изследвана партида.

8. Предназначение на пробите

От всяка изследвана партида най-малко една крайна проба се изпраща възможно най-бързо на акредитирана аналитична лаборатория заедно с необходимата информация.

Раздел II

Методи за анализи на торове

Общи забележки

1. Лабораторно оборудване

В описанията на методите не е прецизно дефинира но общото лабораторно оборудване, с изключение на това, че са дадени размерите на колбите и пипетите. Във всички случаи лабораторното оборудване трябва да е добре почистено, особено когато се налага определянето на малки количества.

2. Контролни изпитвания

Преди анализ е необходимо да се осигури добро функциониране на всички апарати и правилно провеждане на аналитичните методи чрез използването на химични съединения с познат състав, когато това се налага (напр. амониев сулфат, монокалиев фосфат и др.). Въпреки това резултатите от анализираните торове могат да показват погрешен химичен състав, ако не се следва строго аналитичният метод. От друга страна, известен брой определяния са емпирични и се отнасят за продукти със сложен химичен състав. Препоръчва се лабораториите да използват за сравнение стандартни торове с точно определен състав.

Общи условия, свързани с методите за химически анализ на торове

1. Реактиви

Ако в метода за химически анализ не е посочено друго, всички реактиви следва да са с аналитична чистота. Когато ще се анализират химически елементи в следи, чистотата на реактивите трябва да бъде проверена чрез празна проба. В зависимост от получения резултат би могло да се наложи извършване на допълнително пречистване.

2. Вода

Операциите по разтваряне, разреждане, изплакване или промиване, описани в методите за химически анализ, без да се посочва точно какъв да бъде разтворителят или разреждащият агент, предполагат използването на вода. Естествено е водата да бъде деминерализирана или дестилирана. При някои специфични условия, посочени в метода за анализ, водата трябва да бъде подложена на специален пречистващ процес.

3. Лабораторно оборудване

Като се има предвид обичайното оборудване, използвано в контролните лаборатории, описаната апаратура в методите за анализ включва специални уреди и апарати или такива, които са предмет на някои специфични изисквания. Тези уреди трябва да бъдат идеално чисти, особено в случаите, когато ще се определя съдържанието на много малки количества. Лабораторията трябва да осигури точността на всички използвани мерителни стъклени съдове, като ги съобрази със съответните стандарти.

М е т о д 1

Подготовка на пробата за анализ

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за подготовка на пробата за анализ, взета от крайната проба.

2. Принцип

Подготвянето на крайна проба, получена в лабораторията, представлява серия операции, обичайно включващи пресяване, смилане и смесване, извършени така, че от една страна, най-малкото претеглено количество според методите за анализ да е представително за лабораторната проба, а от друга страна, размерът на частиците да не се е променил в резултат на подготовката до степен, че да повлияе значително на разтворимостта им в различните екстрахиращи реагенти.

3. Апарати

- Делител на пробата (по избор)
- Сита с отвори 0,2 и 0,5 mm
- 250 ml колби със запушалки
- Порцеланов хаван и пестик или лабораторна мелница

4. Избор на обработката, която ще се използва

Предварителна забележка

Ако продуктът е подходящ, трябва да се запази само представителна част от крайната проба.

4.1. Крайни проби, които не трябва да се смилат

Калциев нитрат, калциево-магнезиев нитрат, натриев нитрат, калиев нитрат, калциев цианамид, калциево-азотен цианамид, амониев сулфат, амониеви нитрати с повече от 30 % азот, карбамид, основна шлака, природен фосфат, направен частично разтворим, утаен дикалциев фосфат, калциниран фосфат, калциев алумофосфат, мек смлян фосфорит.

4.2. Крайни проби, които трябва да се разделят и част от които трябва да се смели

Това са продукти, при които се провеждат определяния без предварително смилане (например степента на смилането) и други определяния - след смилане. В тях се включват всички сложни торове, съдържащи следните фосфатни съставки: основна шлака, калциев алумофосфат, калциниран фосфат, мек смлян фосфорит и частично разтворим природен фосфат. За тази цел крайната проба се дели на две идентични части, доколкото е възможно с делител или чрез квартуване.

4.3. Крайни проби, за които всички определяния се извършват в смляно състояние

Необходимо е да се смели само представителна част от крайната проба. Това са всички други торове в списъка, които не са дадени в т. 4.1 и 4.2.

5. Метод

Частта от крайната проба съгласно т. 4.2 и 4.3 се пресява бързо през сито с отвори 0,5 mm. Остатъкът се смила грубо, за да се получи продукт, в който има минимум фини частици, и след това се пресява. Смилане то трябва да се прави при такива условия, че веществото да не се загрява много. Операцията се повтаря толкова пъти, колкото е необходимо, докато върху ситото няма остатък, а също и колкото е възможно по-бързо, за да се избегне приемането или загубата на съставки (вода, амоняк). Цялото количество смлян и пресят продукт се поставя в чиста колба със запушалка.

Преди да се извърши каквото и да било претегляне за анализ, цялата проба трябва да се смеси много добре.

6. Специални случаи

(а) Торове, представляващи смес от няколко категории кристали

В този случай често се получава разделяне. Следователно безусловно важно е пробата да се начупи и пресее през сито с отвори 0,200 mm. Например: смеси на амониев фосфат и калиев нитрат. За тези продукти се препоръчва смилането на цялото количество крайна проба.

(б) Остатък, който е труден за смилане и не съдържа торови вещества

Претеглете остатъка и го вземете под внимание при изчисляване на крайния резултат.

(в) Продукти, които се разлагат при загряване

Смилането трябва да се извърши така, че да се избегне всякакво загряване.

За предпочитане е в този случай да се използва хаван. Например: сложни торове, съдържащи калциев цианамид и карбамид.

(г) Продукти, които са необичайно влажни или чрез смилането са добили пастообразна форма.

За осигуряване на хомогенност трябва да се избере сито, което има най-малките отвори, позволяващи раздробяване на бучките ръчно или с пестика. Това може да се наложи при смеси, някои от съставките на които съдържат кристализационна вода.

М е т о д и 2
Азот

Метод 2.1
Определяне на амонячен азот

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на амонячен азот.

2. Област на приложение

Всички азотни торове, в т.ч. и сложните, в които азотът се среща изключително във формата на амониеви соли или във формата на амониеви соли заедно с нитрати.

Не се прилага за торове, съдържащи карбамид, цианамид или други органични азотни съединения.

3. Принцип

Отделяне на амоняк чрез прибавяне на излишък от натриев хидроксид, дестилация; поглъщане на образувания амоняк в даден обем стандартна сярна киселина и титруване на излишъка от киселината със стандартен разтвор на натриев или калиев хидроксид.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода, несъдържаща въглероден диоксид и всякакви азотни съединения.

4.1. Разредена солна киселина, един обем HCl (d = 1,18) и един обем вода

За Вариант а:

4.2. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Сярна киселина: 0,1 mol/l

4.3. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,1 mol/l

За Вариант б (Виж забележка 2):

4.4. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Сярна киселина: 0,2 mol/l

4.5. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,2 mol/l

За Вариант в (Виж забележка 2):

4.6. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Сярна киселина: 0,5 mol/l

4.7. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,5 mol/l

4.8. Разтвор на натриев хидроксид, приблизително 30 % NaOH (d = 1,33), несъдържащ амоняк.

4.9. Индикаторни разтвори

4.9.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Смесен индикатор.

Разтвор А: Разтваря се 1 g метилово червено в 37 ml 0,1 mol/l разтвор на натриев хидроксид и се долива вода до един литър.

Разтвор Б: Разтваря се 1 g метиленово синьо във вода и се долива до един литър.

Смесва се един обем разтвор А с два обема разтвор Б.

Този индикатор е виолетов в кисел разтвор, сив в неутрален разтвор и зелен в алкален разтвор. Използват се 0,5 ml (10 капки) от него.

4.9.2. Разтвор на метилово червено

Разтваря се 0,1 g метилово червено в 50 ml 95 %-ен етанол. Долива се до 100 ml с вода и се филтрува, ако е необходимо. Този индикатор може да се използва (4 до 5 капки) вместо предишния.

4.10. Пемза на гранули, промита със солна киселина и накалена

4.11. Амониев сулфат за анализ

5. Апаратура

5.1. Дестилационен апарат, състоящ се от облодънна колба с достатъчна вместимост, свързана към хладник чрез капкоуловител.

Забележка 1. Различните видове оборудване, одобрено и препоръчвано за този анализ, са показани с всичките им конструкционни особености на фигури 1, 2, 3 и 4.

5.2. Пипети от 10, 20, 25, 50, 100 и 200 ml

5.3. Мерителна колба от 500 ml

5.4. Ротационна клатачна машина (35 до 40 оборота в минута)

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Метод за анализ

7.1. Приготвяне на разтвора

Пробата се изпитва за разтворимост във вода при стайна температура и в съотношения 2 % (W/V). От подготвената проба се претеглят с точност до 0,001 g посочените в таблица 1 количества - 5 g или 7g, или 10 g. Претегленото количество се прехвърля в мерителна колба от 500 ml. В зависимост от получения резултат от изпитването за разтворимост се продължава, както следва:

(а) Продукти, напълно разтворими във вода

В колбата се добавя необходимото количество вода за разтваряне на пробата, разклаща се и когато напълно се разтвори, се допълва до марката и се хомогенизира много добре.

(б) Продукти, които не са напълно разтворими във вода

В колбата се добавят 50 ml вода и след това 20 ml солна киселина (4.1). Разклаща се. Оставя се в покой, докато не спре отделянето на въглероден диоксид. Добавят се 400 ml вода и се клати половин час на ротационната клатачна машина (5.4). Обемът се допълва с вода, смесва се и се филтрира през сух филтър в сух приемен съд.

7.2. Анализ на разтвора

В съответствие с избрания вариант в приемната колба се поставя отмерено количество стандартна сярна киселина, както е посочено в таблица 1. Добавя се подходящо количество от избрания индикаторен разтвор (4.9.1 или 4.9.2) и ако е необходимо, вода, за да се получи минимум

50 ml обем. Краят на наставката на хладника трябва да е под повърхността на разтвора.

В съответствие с данните, дадени в таблицата, с прецизна пипета се пренася аликвотна част (Количеството амонячен азот, съдържащо се в аликвотна та част, взета съгласно таблица 1, е приблизително: 0,05 g за вариант а), 0,10 g за вариант б), 0,20 g за вариант в)) от бистрия разтвор в дестилационната колба на апарата. Добавя се вода, за да се получи общ обем около 350 ml, и няколко зърна пемза за регулиране на кипенето.

Сглобява се дестилационният апарат. Към съдържани ето на дестилационната колба се добавят 10 ml концентриран разтвор на натриев хидроксид (4.8) или 20 ml реактив в случаите, когато е използвана 20 ml солна киселина (4.1) за разтваряне на изследваната проба, като се внимава да се избегне всякаква загуба на амоняк.

Колбата се загрява постепенно, за да се избегне силното кипене. Когато кипенето започне, се дестилира със скорост 100 ml за 10 до 15 минути, като общият обем на дестилата трябва да е около 250 ml (Хладникът трябва да бъде регулиран така, че да осигурява непрекъснат поток от кондензата. Дестилацията трябва да завърши за 30-40 минути.). Когато вече няма амоняк за отделяне, приемната колба се снижава така, че наставката на хладника да е над повърхността на течността.

Полученият дестилат се проверява с подходящ реактив, за да е сигурно, че цялото количество амоняк се е дестилирало докрай.

Наставката на хладника се промива с малко вода и излишната киселина се титрува със стандартния разтвор на натриев или калиев хидроксид, посочен за възприетия вариант.

(Виж забележка 2)

Забележка 2. За обратно титруване могат да се използват стандартни разтвори с различна концентрация, при условие че обемите, използвани за титруване, не превишават от 40 ml до 45 ml, доколкото това е възможно.

7.3. Празна проба

Празна проба се прави при същите условия и се използва при изчисляване на крайния резултат.

7.4. Контролно изпитване

Преди извършване на анализите трябва да се провери дали апаратурата работи добре и дали се прилага правилно методът, като се вземе аликвотна част от прясно приготвен разтвор на амониев сулфат (4.11), съдържащ максималното количество азот според предписанията за избрания вариант.

8. Изразяване на резултата

Резултатът от анализа се изразява като процент амонячен азот в тора.

9. Приложения

Както е дадено в забележка 1 в т. 5.1. Апаратура, фигури 1, 2, 3 и 4 се отнасят до конструкционните особености на различните видове оборудване, използвано в този метод

Таблица 1

Определяне на амонячен азот и на амонячен
и нитратен азот в торове
Таблица за претегляне, разреждане и изчисляване,
които трябва да се извършат за всеки от
вариантите а, б и в на метода

Вариант а

Приблизително максимално количество азот за дестилация	50 mg
Сярна киселина 0,1 N, която се поставя в приемната колба	50 ml
Обратно титруване с NaOH или KOH 0,1 N	

Обявен (% N)	Количество за претег-ляне (g)	Разреж-дане (ml)	Разтвор на пробата за дестила-	Изразяване на резултата (2) (% N = (50-A) F)

			ция (ml)	
0-5	10	500	50	(50-A) • 0,14
5-10	10	500	25	(50-A) • 0,28
10-15	7	500	25	(50-A) • 0,40
15-20	5	500	25	(50-A) • 0,56
20-40	7	500	10	(50-A) • 1,00

(2) За формулата при изразяване на резултата:

50 или 35 милилитра стандартен разтвор на сярна киселина, който се поставя в приемната колба;

A - милилитри натриев или калиев хидроксид, използвани за обратно титруване;

F - коефициент, включващ претегленото количество, разреждането, аликвотната част от разтвора на пробата за дестилация и обемния еквивалент.

Вариант б

Приблизително максимално количество за дестилация	100 mg
Сярна киселина 0,2 N, която се поставя в приемната колба	50 ml
Обратно титруване с NaOH или KOH 0,2 N	

Обявен (% N)	Количество за претег-ляне (g)	Разреж-дане (ml)	Разтвор на пробата за дестила-ция (ml)	Изразяване на резултата (2) (% N = (50-A) F)
0-5	10	500	100	(50-A) • 0,14
5-10	10	500	50	(50-A) • 0,28
10-15	7	500	50	(50-A) • 0,40
15-20	5	500	50	(50-A) • 0,56
20-40	7	500	20	(50-A) • 1,00

(2) За формулата при изразяване на резултата:

50 или 35 милилитра стандартен разтвор на сярна киселина, който се поставя в приемната колба;

A - милилитри натриев или калиев хидроксид, използвани за обратно титруване;

F - коефициент, включващ претегленото количество, разреждането, аликвотната част от разтвора на пробата за дестилация и обемния еквивалент.

(изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.)

Вариант в

Приблизително максимално количество за дестилация	200 mg
Сярна киселина 0,5 N, която се поставя в приемната колба	50 ml
Обратно титруване с NaOH или KOH 0,5 N	

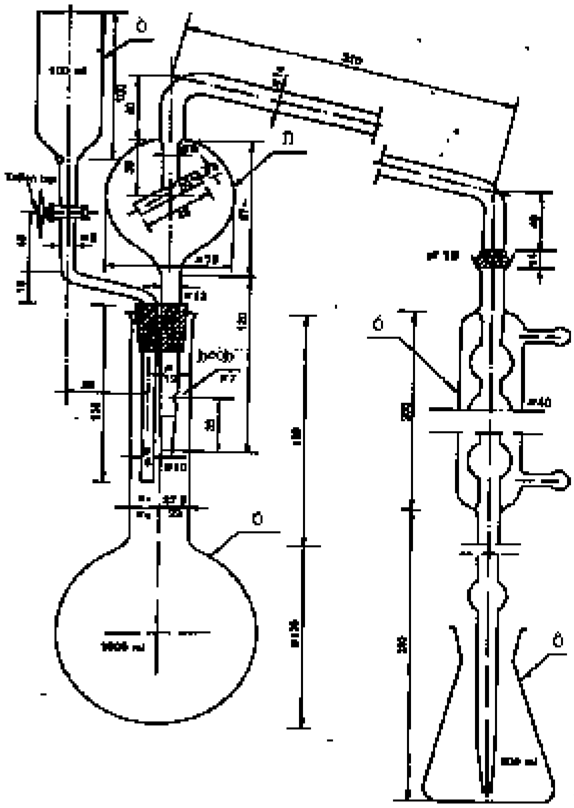
Обявен (% N)	Количество за претег-ляне (g)	Разреж-дане (ml)	Разтвор на пробата за дестила-ция (ml)	Изразяване на резултата (2) (% N = (35 - A)F)
0-5	10	500	200	(35-A) • 0,175
5-10	10	500	100	(35-A) • 0,350
10-15	7	500	100	(35-A) • 0,500
15-20	5	500	100	(35-A) • 0,700
20-40	5	500	50	(35-A) • 1,400

(2) За формулата при изразяване на резултата:

50 или 35 милилитра стандартен разтвор на сярна киселина, който се поставя в приемната колба;

А - милилитри натриев или калиев хидроксид, използвани за обратно титруване;

F - коефициент, включващ претегленото количество, разреждането, аликвотната част от разтвора на пробата за дестилация и обемния еквивалент.



Фиг. 1

(а) Облодънна колба с дълго гърло и обем 1000 ml

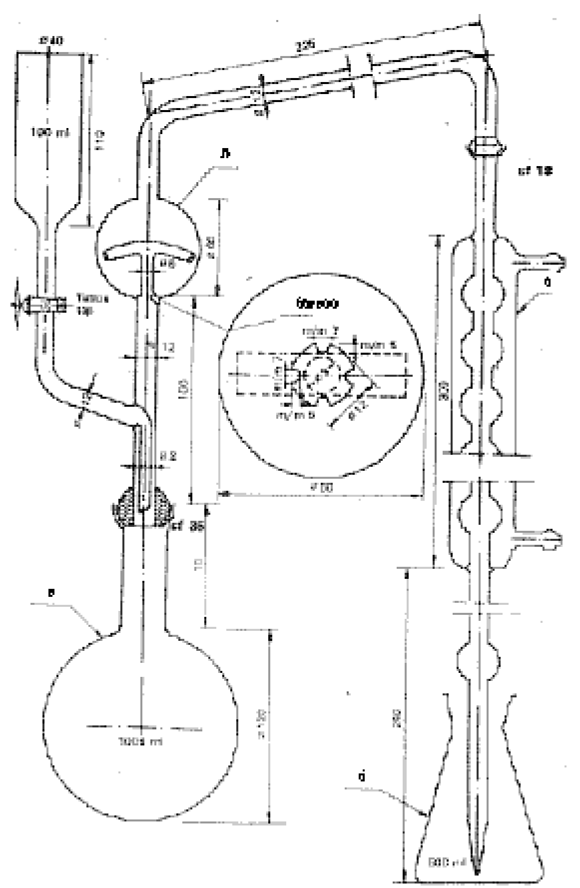
(б) Дестилационна тръба с капкоуловител, свързана към хладник чрез сферичен шлиф (№ 18) (сферичният шлиф към хладника може да се замести от подходяща каучукова връзка)

(в) Фуния с тефлоново кранче за добавяне на натриев хидроксид (по същия начин кранчето може да се замести с каучукова връзка с щипка)

(г) Хладник с шест сфери и сферичен шлиф (№ 18) на входа, а на изхода е свързан към стъклена наставка с къса каучукова връзка (когато връзката към дестилационната тръба е каучукова, сферичният шлиф може да се замени с подходяща каучукова втулка)

(д) Колба от 500 ml, в която се събира дестилатът

Оборудването е от боросиликатно стъкло.



Фиг. 2

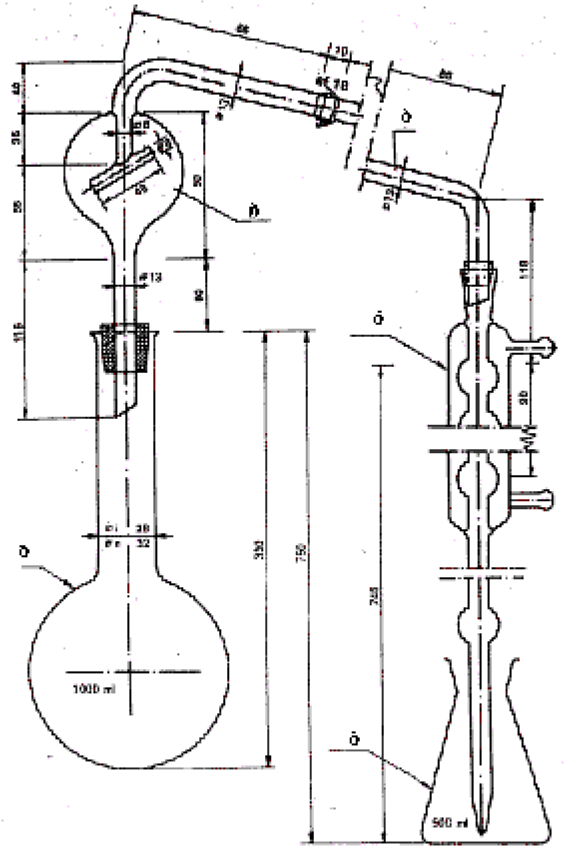
(а) Облодънна колба с късо гърло, обем 1000 ml и сферичен шлиф (№ 35)

(б) Дестилационна тръба с капкоуловител, оборудвана със сферичен шлиф (№ 35) на входа и сферичен шлиф (№ 18) на изхода, а отстрани свързана към фуния с тефлоново кранче за добавяне на натриев хидроксид

(в) Хладник с шест сфери и сферичен шлиф (№ 18) на входа, а на изхода е свързан към стъклена наставка с къса каучукова връзка

(г) 500 ml колба, в която се събира дестилатът

Оборудването е от боросиликатно стъкло.



Фиг. 3

(а) Облодънна колба с дълго гърло, обем 750 или 1000 ml и разширен отвор

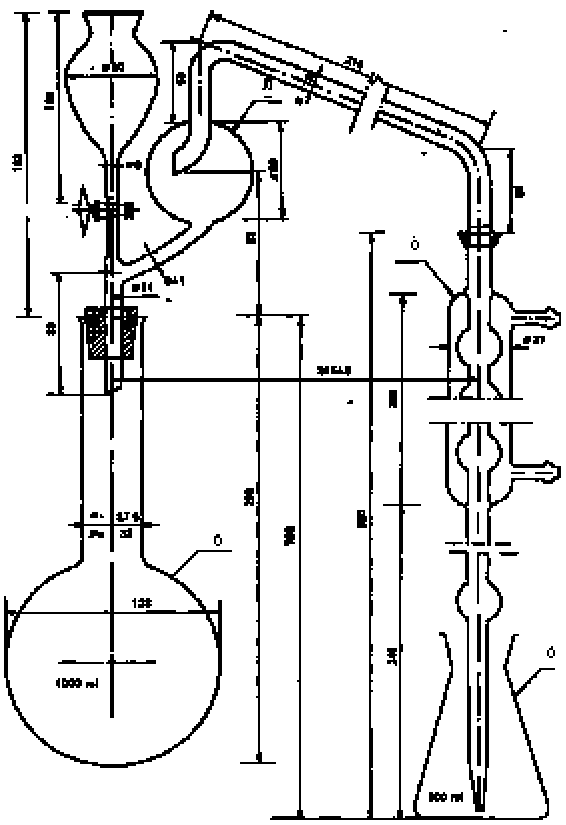
(б) Дестилационна тръба с капкоуловител и сферичен шлиф (№ 18) на изхода

(в) Тръбно коляно със сферичен шлиф (№ 18) на входа и конусовиден на изхода (връзката към дестилационната тръба може да се осъществи с каучукова връзка вместо сферичен шлиф)

(г) Хладник с шест сфери, свързан на изхода към стъклена наставка с къса каучукова връзка

(д) 500 ml колба, в която се събира дестилатът

Оборудването е от боросиликатно стъкло.



Фиг. 4

(а) Облодънна колба с дълго гърло, обем 1000 ml и разширен отвор

(б) Дестилационна тръба с капкоуловител и сферичен шлиф (№ 18) на изхода, свързана отстрани към фуния с тефлоново кранче за добавяне на натриев хидроксид (подходяща каучукова запушалка би могла да се използва вместо сферичния шлиф, а кранчето може да се замени с каучукова връзка с подходяща щипка)

(в) Хладник с шест сфери и сферичен шлиф (№ 18) на входа, а на изхода свързан към стъклена наставка с каучукова връзка (когато връзката към дестилационната тръба е каучукова, сферичната връзка би могла да се замени с подходяща каучукова втулка)

(г) 500 ml колба, в която се събира дестилатът

Оборудването е от боросиликатно стъкло.

Методи 2.2

Определяне на нитратен и амонячен азот

Метод 2.2.1

Определяне на нитратен и амонячен азот по метода на Улш (Ulsch)

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на нитратен и амонячен азот по метода на Улш (Ulsch).

2. Област на приложение

Всички азотни торове, в т.ч. сложни торове, в които азотът присъства изключително в нитратна форма или в амонячна и нитратна форма.

3. Принцип

Редуциране на нитрати и нитрити до амоняк чрез желязо на прах в кисела среда и отделяне на така образувания амоняк чрез добавяне на излишък от натриев хидроксид: дестилация на амоняка и поглъщане на амоняка в определен обем на разтвор на стандартна сярна киселина. Титруване на излишната сярна киселина със стандартен разтвор на натриев или калиев хидроксид.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода, несъдържаща въглероден диоксид и азотни съединения.

4.1. Разредена солна киселина: един обем HCl (d = 1,18) и един обем вода.

4.2. Сярна киселина: 0,1 N.

4.3. Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонат: 0,1 N.

4.4. Разтвор на сярна киселина, приблизително 30 % H_2SO_4 (W/V), несъдържащ амоняк.

4.5. Желязо на прах, редуцирано във водород (предписаното количество желязо трябва да може да редуцира минимум 0,05 g нитратен азот).

4.6. Разтвор на натриев хидроксид, приблизително 30 % NaOH (d = 1,33), несъдържащ амоняк.

4.7. Индикаторни разтвори.

4.7.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Смесен индикатор

Разтвор А: Разтваря се 1 g метилово червено в 37 ml на 0,1 mol/l разтвор на натриев хидроксид и се допълва с вода до един литър.

Разтвор Б: Разтваря се 1 g метиленово синьо във вода и се долива до един литър.

Смесва се един обем от разтвор А с два обема от разтвор Б.

Този индикатор е виолетов в кисел разтвор, сив в неутрален разтвор и зелен в алкален разтвор. Използва се 0,5 ml (10 капки).

4.7.2. Разтвор на метилово червено

Разтваря се 0,1 g метилово червено в 50 ml 95 %-ен етанол. Долива се до 100 ml с вода и се филтрува, ако е необходимо.

Този индикатор може да се използва (4 до 5 капки) вместо предишния.

4.8. Пемза на гранули, промити в солна киселина и накалени.

4.9. Натриев нитрат за анализ

5. Апаратура

Виж метод 2.1 "Определяне на амонячен азот".

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1 "Подготовка на пробата".

7. Метод за анализ

7.1. Приготвяне на разтвора.

Виж метод 2.1 "Определяне на амонячен азот".

7.2. Процедура.

В приемната колба се поставя точно отмерено количество стандартна сярна киселина, както е дадено в таблица 1 на метод 2.1 (вариант "а") и се добавя подходящо количество индикаторен разтвор 4.7.1 или 4.7.2. Краят на наставката на хладника трябва да е под повърхността на стандартната киселина в приемната колба.

С прецизна пипета се прехвърля аликвотна част от бистрия разтвор, както е дадено в таблица 1 на метод 2.1 (вариант "а"), и се поставя в дестилационната колба на апарата. Добавят се 350 ml вода, 20 ml 30 %-ен разтвор на сярна киселина (4.4), разбърква се и се добавят 5 g редуцирано желязо (4.5). Промива се гърлото на колбата с няколко милилитра вода и в нея се поставя малка фуния с дълга опашка. Загрява се в кипяща водна баня около час, след което опашката на фунията се промива с няколко милилитра вода.

Като се внимава да не се причини загуба на амоняк, към съдържанието на дестилационната колба се добавят 50 ml концентриран разтвор на натриев хидроксид (4.6) или 60 ml концентриран разтвор на натриев хидроксид (4.6), когато се използва 20 ml солна киселина (1+1) (4.1) за разтваряне на пробата. Дестилационният апарат се сглобява. Амонякът се дестилира по процедурата, дадена в метод 2.1.

7.3. Празна проба

Празна проба се прави при същите условия и се използва при изчисляване на крайния резултат.

7.4. Контролно изпитване

Преди извършване на анализите, трябва да се провери дали апаратурата работи добре и дали се прилага правилно методът, като се вземе аликвотна част от прясно приготвен разтвор на натриев нитрат (4.9), съдържащ от 0,045 g до 0,050 g азот.

8. Изразяване на резултата

Резултатът от анализа се изразява като процент нитратен азот или комбинация от амонячен и нитратен азот, съдържащ се в тора.

Метод 2.2.2

Определяне на нитратен и амонячен азот по метода на Арнд (Arnd)

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на нитратен и амонячен азот чрез редукция по метода на Арнд (Arnd) (модифициран за всеки от вариантите "а", "б" и "в").

2. Област на приложение

Виж метод 2.2.1.

3. Принцип

Редуциране на нитрати и нитрити до амоняк в неутрален воден разтвор с метална сплав, състояща се от 60 % мед и 40 % магнезий (сплав на Арнд) в присъствието на магнезиев хлорид.

Дестилация на амоняк и определяне поглъщането му в определен обем разтвор на стандартна сярна киселина. Титруване на излишната киселина със стандартен разтвор на натриев или калиев хидроксид.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода, несъдържаща въглероден диоксид и всякакви азотни съединения.

4.1. Разредена солна киселина : един обем HCl (d = 1,18) и един обем вода.

За вариант "а":

4.2. Сярна киселина : 0,1 N.

4.3. Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,1 N.

За вариант "б" (виж забележка 2, метод 2.1):

4.4. Сярна киселина: 0,2 N.

4.5. Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,2 N.

За вариант "в" (виж забележка 2, метод 2.1):

4.6. Сярна киселина: 0,5 N.

4.7. Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,5 N.

4.8. Разтвор на натриев хидроксид: приблизително 2 N.

4.9. Сплав на Арнд за анализ: стрита на прах така, че да може да минава през сито с квадратни отвори, по-малки от 1 mm.

4.10. 20 %-ен разтвор на магнезиев хлорид.

Разтварят се 200 g магнезиев хлорид (MgCl2.6H2O) в около 600 до 700 ml вода в еднолитрова плоскодънна колба. За да се избегне образуването на пяна, се добавят 15 g магнезиев сулфат (MgSO4.7H2O).

След разтварянето се добавят 2 g магнезиев оксид и няколко гранули пемза и суспензията се концентрира до 200 ml чрез кипене, като по този начин се отстранява всякакъв остатък от амоняк. Охлажда се, обемът се допълва до един литър и се филтрира.

4.11. Индикаторни разтвори.

4.11.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Смесен индикатор

Разтвор А. Разтваря се 1 g метилово червено в 37 ml разтвор на 0,1 mol/l натриев хидроксид и се долива вода до един литър.

Разтвор Б : Разтваря се 1 g метиленово синьо във вода и се долива до един литър.

Смесва се един обем от разтвор А с два обема от разтвор Б.

Този индикатор е виолетов в кисел разтвор, сив-в неутрален разтвор, и зелен-в алкален разтвор. Използват се 0,5 ml (10 капки).

4.11.2. Разтвор на метилово червено

Разтваря се 0,1 g метилово червено в 50 ml 95 %-ен етанол. Допълва се до 100 ml с вода и се филтрува, ако е необходимо. Този индикатор може да се използва (4 до 5 капки) вместо предишния.

4.11.3. Разтвор на конгочервено

Разтварят се 3 g конгочервено в един литър топла вода и се филтрува, ако е необходимо. Този индикатор може да се използва вместо двата, описани по-горе, при неутрализацията на киселинни екстракти преди дестилация, като се използват 0,5 ml на 100 ml течност за неутрализиране.

4.12. Пемза на гранули, промита със солна киселина и накалена.

4.13. Натриев нитрат за анализ.

5. Апаратура

Виж метод 2.1 "Определяне на амонячен азот".

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Метод за анализ

7.1. Приготвяне на разтвора за анализ

Виж метод 2.1 "Определяне на амонячен азот".

7.2. Анализ на разтвора

В съответствие с избрания вариант в приемната колба се поставя точно отмерено количество стандарт на сярна киселина, както е посочено в таблица 1 на метод 2.1. Добавя се необходимото количество избран индикаторен разтвор (4.11.1 или 4.11.2) и накрая достатъчно вода, за да се получи минимум 50 ml разтвор. Краят на наставката на хладника трябва да бъде под повърхността на разтвора.

Както е дадено в таблица 1, с прецизна пипета се взема аликвотна част от бистрия разтвор и се поставя в дестилационната колба.

Добавя се достатъчно вода, за да се получи общ обем от около 350 ml (виж забележка 1), 10 g от сплавта на Арнд (4.9), 50 ml разтвор на магнезиев хлорид (4.10) и няколко парчета пемза (4.12). Колбата бързо се свързва към дестилационната апаратура. Нагрява се внимателно около 30 минути. След това нагряване то се увеличава, за да се дестилира амонякът. Дестилацията продължава около час. След това остатъкът в колбата би трябвало да има сироповидна консистенция. След приключване на дестилацията количество то излишна киселина в приемника се титрува по процедурата от метод 2.1.

Забележка 1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.)

Когато разтворът на пробата е кисел (добавяне на 20 ml HCl (1 + 1) (4.1), за да се разтвори пробата), аликвотната част, взета за анализ, се неутрализира по следния начин: към дестилационната колба, съдържаща взетата аликвотна част, се добавят около 250 ml вода, необходимото количество от един от индикаторите (4.11.1, 4.11.2, 4.11.3) и внимателно се разклаща.

Неутрализира се с 2 mol/l разтвор на натриев хидроксид (4.8) и отново се подкиселява с капка солна киселина (1 + 1) (4.1). След това се процедира, както е посочено в 7.2 (втори ред).

7.3. Празна проба.

Празна проба се прави при същите условия и се използва при изчисляване на крайния резултат.

7.4. (доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Контролно изпитване

Преди извършване на анализите трябва да се провери дали апаратурата работи добре и дали се прилага правилно методът, като се вземе аликвотна част от прясно приготвен разтвор на натриев нитрат (4.13), съдържащ от 0,050 g до 0,150 g азот в зависимост от избрания вариант.

8. Изразяване на резултата

Виж метод 2.2.1.

Метод 2.2.3

Определяне на нитратен и амонячен азот по метода на Деварда (Devarda)

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на нитратен и амонячен азот чрез редукция по метода на Деварда (Devarda) (модифициран за всеки от варианти те "а", "б" и "в").

2. Област на приложение

Виж метод 2.2.1.

3. Принцип

Редуциране на нитрати и нитрити до амоняк в силно алкален разтвор чрез метална сплав, състояща се от 45 % Al, 5 % Zn и 50 % Cu (Сплав на Деварда). Дестилация на амоняк и поглъщане на образувания амоняк в даден обем стандартна сярна киселина, титруване на излишната сярна киселина със стандартен разтвор на натриев или калиев хидроксид.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода, несъдържаща въглероден диоксид и всякакви азотни съединения.

4.1. Разредена солна киселина : един обем HCl (d = 1,18) и един обем вода.

За вариант "а":

4.2. Сярна киселина : 0,1 N.

4.3. Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,1 N.

За вариант "б" (виж забележка 2, метод 2.1):

4.4. Сярна киселина : 0,2 N.

4.5. Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,2 N.

За вариант "в" (виж забележка 2, метод 2.1):

4.6. Сярна киселина: 0,5 N.

4.7. Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,5 N.

4.8. Сплав на Деварда за анализ.

Стрива се на прах, така че от 90 до 100 % да минат през сито с квадратни отвори, по-малки от 0,25 mm, от 50 до75 % да минават през сито с отвори, по-малки от 0,075 mm.

Препоръчва се използване на готова сплав на Деварда в опаковки максимум 100 g.

4.9. Разтвор на натриев хидроксид, приблизително 30 % NaOH (d = 1,33), несъдържащ амоняк.

4.10. Индикаторни разтвори.

4.10.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Смесен индикатор.

Разтвор А. Разтваря се 1 g метилово червено в 37 ml разтвор на 0,1 mol/l натриев хидроксид и се долива вода до един литър.

Разтвор Б : Разтваря се 1 g метиленово синьо във вода и се долива до един литър.

Смесва се един обем от разтвор А с два обема разтвор Б.

Този индикатор е виолетов в кисел разтвор, сив - в неутрален разтвор, и зелен - в алкален разтвор. Използват се 0,5 ml (10 капки).

4.10.2. Разтвор на метилово червено.

Разтваря се 0,1 g метилово червено в 50 ml 95 %-ен етанол. Долива се до 100 ml с вода и се филтрува, ако е необходимо.

Този индикатор може да се използва (4 до 5 капки) вместо предишния.

4.11. Етанол, 95 до 96 %.

4.12. Натриев нитрат за анализ.

5. Апаратура

Виж метод 2.1.

5.1. Дестилационен апарат, състоящ се от облодънна колба с подходяща вместимост, свързана към хладник посредством дестилационна тръба с капкоуловител, и в допълнение оборудван с уловител на мехури в приемната колба, за да се избегне всякаква загуба на амоняк.

Този тип апарат, одобрен за това определение, е показан с всичките си конструкционни особености на фигура 5.

5.2. Пипети от 10, 20, 25, 50, 100 и 200 ml.

5.3. 500 ml мерителна колба.

5.4. Ротационна клатачна машина (35 до 40 оборота на минута).

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Приготвяне на разтвора за анализ.

Виж метод 2.1 "Определяне на амонячен азот".

7.2. Анализ на разтвора.

Количеството нитратен азот, съдържащ се в аликвотна част на разтвора, не трябва да превишава максималното количество, дадено в таблица 1.

В съответствие с избрания вариант в приемната колба се поставя точно отмерено количество стандартна сярна киселина, както е показано в таблица 1. Добавя се необходимото количество от избрания индикаторен разтвор (4.10.1 или 4.10.2) и накрая достатъчно вода, за да се получи обем 50 ml. Краят на наставката на хладника трябва да е под повърхността на разтвора. Уловителят на мехури се пълни с дестилирана вода.

С прецизна пипета се взема аликвотна част, както е дадено в таблица 1 на метод 2.1. Поставя се в дестилационната колба.В дестилационната колба се добавя достатъчно вода, за да се получи обем от 250 до 300 ml, 5 ml етанол (4.11) и 4 g от сплавта на Деварда (4.8) (виж забележка 2).

Като се внимава да не се причини загуба на амоняк, към колбата се добавят около 30 ml 30 %-ен разтвор на натриев хидроксид (4.9) и накрая, ако пробите са кисело разтворими, допълнително количество, достатъчно за неутрализиране на солната киселина (4.1) в аликвотната част, взета за анализ. Дестилационната колба се свързва към апаратурата, като се осигурява плътност на връзките. Колбата се разклаща внимателно, за да се смеси съдържанието.

Загрява се внимателно, за да може значително да се намали отделянето на водород, около половин час до кипване на течността. Дестилирането продължава с увеличаване на топлината, така че минимум 200 ml да се дестилират за около 30 минути (дестилацията не трябва да продължава повече от 45 минути).

След приключване на дестилацията приемната колба се демонтира от апаратурата, внимателно се измиват наставката и уловителят на мехури, като промивните течности се събират в титрационната колба. Излишната киселина се титрува по процедурата в метод 2.1.

Забележка 2.

В присъствието на калциеви соли като калциев нитрат и калциево амониев нитрат преди дестилацията е необходимо да се добави на всеки грам проба в аликвота 0,700 g натриев фосфат ($Na_2HPO_4.2H_2O$), за да се попречи на образуването на $Ca(OH)_2$.

7.3. Празна проба

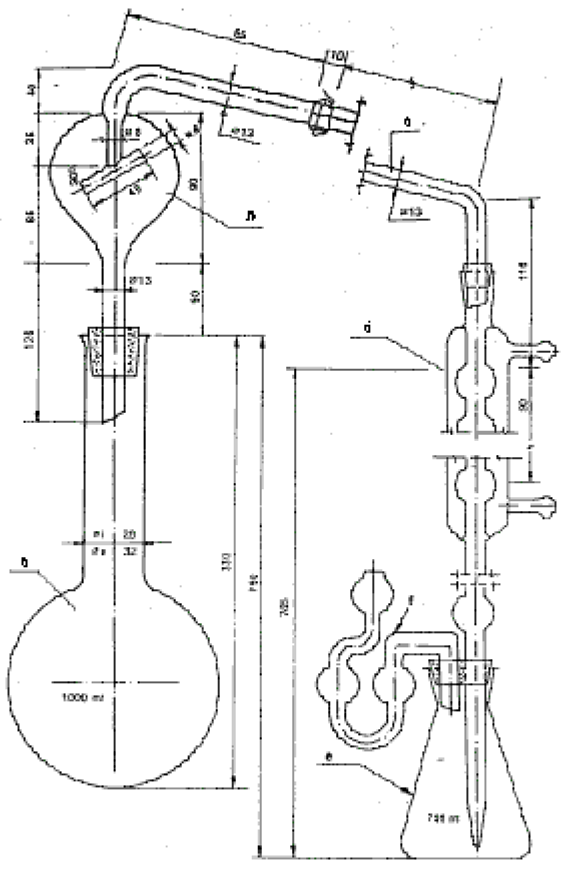
Празна проба се прави при същите условия и се използва при изчисляване на крайния резултат.

7.4. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Контролно изпитване

Преди извършване на анализите трябва да се провери дали апаратурата работи добре и дали се прилага правилно методът, като се вземе аликвотна част от прясно приготвен разтвор на натриев нитрат (4.12), съдържащ от 0,050 g до 0,150 g азот в зависимост от избрания вариант.

8. Изразяване на резултата

Виж метод 2.2.1.



Фиг. 5

(а) Облодънна колба с дълго гърло, вместимост 750 ml (1000 ml) и разширен отвор

(б) Дестилационна тръба с капкоуловител и сферичен шлиф (№ 18) на изхода

(в) Коляно със сферичен шлиф № 18 на входа и конусовиден на изхода (сферичният шлиф би могъл да се замени от подходяща каучукова връзка)

(г) Хладник с шест сфери и тръбна наставка, монтирана върху каучукова втулка, държаща уловителя на мехурите

(д) 750 ml приемна колба

(е) Уловител на мехурите, за предотвратяване загубата на амоняк

Оборудването е от боросиликатно стъкло.

Методи 2.3

Определяне на общ азот

Метод 2.3.1

Определяне на общия азот в калциев цианамид, несъдържащ нитрат

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на общ азот в калциев цианамид, несъдържащ нитрат.

2. Област на приложение

Изключително за калциев цианамид (несъдържащ нитрат)

3. Принцип

След Келдалово разлагане образуваният амонячен азот се измества от натриев хидроксид, който се събира и определя в стандартен разтвор на сярна киселина.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода, несъдържаща въглероден диоксид и всички азотни съединения.

4.1. Разредена сярна киселина (d = 1,54): един обем сярна киселина (d = 1,84) и един обем вода.

4.2. Калиев сулфат за анализ.

4.3. Меден оксид (CuO): 0,3 до 0,4 g за всяко определение или еквивалентно количество меден сулфат пентахидрат от 0,95 до 1,25 g за всяко определение.

4.4. Разтвор на натриев хидроксид, приблизително 30 % NaOH (d = 1,33), несъдържащ амоняк.

За вариант "а" (виж метод 2.1) :

4.5. Сярна киселина: 0,1 N.

4.6. Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,1 N.

За вариант "б" (виж забележка 2, метод 2.1):

4.7. Сярна киселина: 0,2 N.

4.8. Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,2 N.

За вариант "в" (виж забележка 2, метод 2.1):

4.9. Сярна киселина: 0,5 N.

4.10. Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,5 N.

4.11. Индикаторни разтвори

4.11.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Смесен индикатор

Разтвор А: Разтваря се 1 g метилово червено в 37 ml 0,1 mol/l разтвор на натриев хидроксид и се долива вода до един литър.

Разтвор Б: Разтваря се 1 g метиленово синьо във вода и се долива до един литър.

Смесва се един обем от разтвор А с два обема от разтвор Б.

Този индикатор е виолетов в кисел разтвор, сив-в неутрален разтвор, и зелен - в алкален разтвор. Използват се 0,5 ml (10 капки) от него.

4.11.2. Разтвор на метилово червено

Разтваря се 0,1 g метилово червено в 50 ml 95 %-ен етанол. Долива се до 100 ml с вода и се филтрира, ако се наложи.

Този индикатор може да се използва (4 до 5 капки) вместо предишния.

4.12. Пемза на гранули, промита със солна киселина и накалена.
4.13. Калиев тиоцианат за анализ.
5. Апаратура
5.1. Дестилационен апарат, виж метод 2.1 "Определяне на амонячен азот".
5.2. Келдалова колба с дълго гърло и подходяща вместимост.
5.3. Пипети от 50, 100 и 200 ml.
5.4. 250 ml мерителна колба.
6. Подготовка на пробата
Виж метод 1.
7. Процедура
7.1. Приготвяне на разтвора.

Претегля се с точност до 0,001 g 1 g от пробата и се поставя в Келдалова колба. Добавя се 50 ml разредена сярна киселина (4.1), от 10 g до 15 g калиев сулфат (4.2) и предписаният катализатор (4.3). Загрява се бавно, за да се отдели водата, кипи се слабо в продължение на два часа, оставя се да се охлади и се разрежда с 100 ml вода до 150 ml. Отново се охлажда, суспензията се пренася количествено в мерителна 250 ml колба, долива се до марката с вода, разклаща се и се филтрува през сух филтър в суха колба.

7.2. Анализ на разтвора.

В съответствие с избрания вариант (виж метод 2.1) с пипета се пренасят 50, 100 или 200 ml от така получения разтвор, след което се дестилира амонякът, както е описано в метод 2.1, като се добавя достатъчно разтвор на натриев хидроксид NaOH (4.4), за да се осигури значителен излишък.

7.3. Празна проба.

Празна проба се прави при същите условия и се използва при изчисляването на крайния резултат.

7.4. Контролно изпитване.

Преди извършване на анализите трябва да се провери дали апаратурата работи добре и дали се прилага правилно методът, като се вземе аликвотна част от стандартен разтвор на калиев тиоцианат (4.13), съответстваща на концентрацията на азот в пробата.

8. Изразяване на резултата
Резултатът се изразява като процент азот (N), съдържащ се в тора.
Вариант "а": % N = (50-A) . 0,7
Вариант "б": % N = (50-A) . 0,7
Вариант "в": % N = (35-A) . 0,875

Метод 2.3.2
Определяне на общ азот в калциев цианамид, съдържащ нитрати

1. Обхват
Този метод дефинира процедурата за определяне на общ азот в калциев цианамид.
2. Област на приложение
Този метод е приложим за калциев цианамид, съдържащ нитрати.
3. Принцип

Директното прилагане на метод на Келдал не може да се осъществи за калциеви цианамиди, съдържащи нитрати. Поради тази причина нитратният азот се редуцира до амоняк с желязо на прах и калаен хлорид преди Келдаловото разлагане.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода, несъдържаща въглероден диоксид и всички азотни съединения.

4.1. Сярна киселина (d = 1,84).
4.2. Желязо на прах, редуцирано във водород.
4.3. Калиев сулфат за анализ, фино пулверизиран.

За вариант "а" (метод 2.1):

4.4. Стандартен разтвор на сярна киселина: 0,1 N.

4.5. Стандартен разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,1N.

За вариант "б" (виж забележка 2, метод 2.1):

4.6. Стандартен разтвор на сярна киселина: 0,2 N.

4.7. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Стандартен разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,2 N.

За вариант "в" (виж забележка 2, метод 2.1):

4.8. Стандартен разтвор на сярна киселина: 0,5 N.

4.9. Стандартен разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,5 N.

4.10. Индикаторни разтвори.

4.10.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Смесен индикатор

Разтвор А: Разтваря се 1 g метилово червено в 37 ml 0,1 mol/l разтвор на натриев хидроксид и се долива вода до един литър.

Разтвор Б: Разтваря се 1 g метиленово синьо във вода и се долива до един литър.

Смесва се един обем от разтвор А с два обема от разтвор Б.

Този индикатор е виолетов в кисел разтвор, сив-в неутрален разтвор, и зелен - в алкален разтвор. Използват се 0,5 ml (10 капки) от него.

4.10.2. Разтвор на метилово червено

Разтваря се 0,1 g метилово червено в 50 ml 95 %-ен етанол. Долива се до 100 ml с вода и се филтрува, ако се наложи.

Този индикатор може да се използва (4 до 5 капки) вместо предишния.

4.11. Разтвор на калаен хлорид.

Разтварят се 120 g $SnCl2.2H2O$ в 400 ml концентрира на солна киселина (d = 1,18) и се долива вода до един литър. Разтворът трябва да е напълно бистър и приготвен непосредствено преди употреба. Много е важно да се провери редукционната способност на калаения хлорид.

Забележка. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.)

Разтварят се 0,5 g $SnCl2.2H2O$ в 2 ml концентрирана солна киселина (d = 1,18) и се долива вода до 50 ml. След това се добавят 5 g Сегнетова сол (калиево-натриев тартарат) и достатъчно количество натриев бикарбонат за алкална реакция при тест с лакмусова хартия.

Титрува се с 0,1 mol/l йоден разтвор в присъствието на разтвор от скорбяла в качеството на индикатор.

1 ml от 0,1 mol/l йоден разтвор съответства на 0,01128 g $SnCl2.2H2O$.

Най-малко 80 % от общия калай, намиращ се в така приготвения разтвор, трябва да е в двувалентна форма. За титруване би трябвало да се използват най-малко 35 ml 0,1 mol/l йоден разтвор.

4.12. Разтвор на натриев хидроксид, съдържащ около 30 % $NaOH$ (d = 1,33), несъдържащ амоняк.

4.13. Стандартен нитратно-амонячен разтвор.

Претеглят се 2,5 g калиев нитрат за анализ и 10,16 g амониев сулфат за анализ и се поставят в 250 ml мерителна колба. Разтварят се във вода и се долива до 250 ml. 1 ml от този разтвор съдържа 0,01 g азот.

4.14. Пемза на гранули, промити в солна киселина и накалени.

5. Апаратура

Виж метод 2.3.1.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Приготвяне на разтвора.

Претегля се с точност до 0,001 g 1 g от пробата и се поставя в Келдалова колба. Добавят се 0,5 g желязо на прах (4.2) и 50 ml разтвор на калаен хлорид (4.11), разбърква се и колбата се оставя изправена за половин час. Докато колбата е в изправено положение, отново съдържанието ѝ се разбърква след 10-ата и 20-ата минута. След това се добавят 10 g калиев сулфат (4.3) и 30 ml сярна киселина (4.1). Кипва се и процесът продължава един час след появата на бели пари. Оставя се да се охлади и се разрежда с 100 до 150 ml вода. Суспензията се пренася количествено в 250 ml мерителна колба, охлажда се и се допълва до марката с вода, разбърква се и се филтрува през сух филтър в сух съд. Вместо след това суспензията да се прекара през сифон с цел прилагане на вариант "а", "б" или "в", както се прави в метод 2.1, амонячният азот в този разтвор директно се дестилира след добавяне на достатъчно натриев хидроксид (4.12), за да се осигури голям излишък.

7.2. Анализ на разтвора.

В съответствие с вариантите "а", "б" и "в" , използвани в метод 2.1, с пипета се пренасят 50, 100 или 200 ml от така получения разтвор. Амонякът се дестилира по процедурата, дадена в метод 2.1, като в дестилационната колба трябва да се добави достатъчно разтвор на натриев хидроксид (4.12), за да се осигури голям излишък.

7.3. Празна проба.

Празна проба се прави при същите условия и се използва при изчисляването на крайния резултат.

7.4. (доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Контролно изпитване.

Преди извършване на анализите трябва да се провери дали апаратурата работи добре и дали се прилага правилно методът със стандартен разтвор (4.13), съдържащ амонячен и нитратен азот в количества, съответстващи на количествата цианамид и нитратен азот в нитриран калциев цианамид.

За тази цел в Келдаловата колба се поставят 20 ml стандартен разтвор (4.13).

Анализът се извършва по метода, описан в 7.1 и 7.2.

8. (доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултата

Резултатът се изразява като процент общ азот (N), съдържащ се в тора.

Вариант "а": % N = (50-A) . 0,7

Вариант "б": % N = (50-A) . 0,7

Вариант "в": % N = (35-A) . 0,875

Метод 2.3.3

Определяне на общ азот в карбамид

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на общ азот в карбамид.

2. Област на приложение

Този метод се прилага изключително за торове, които не съдържат нитрати.

3. Принцип

Карбамидът се превръща количествено в амоняк чрез кипене в присъствието на сярна киселина. Така полученият амоняк се дестилира от алкална среда, дестилатът се събира в излишък на стандартна сярна киселина. Излишната киселина се титрува със стандартен алкален разтвор.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода, несъдържаща въглероден диоксид и всички азотни съединения.

4.1. Сярна киселина (d = 1,84).

4.2. Разтвор на натриев хидроксид, приблизително 30 % NaOH (d = 1,33), несъдържащ амоняк.

За вариант "а" (виж метод 2.1):

4.3. Сярна киселина: 0,1 N.

4.4. Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,1 N.

За вариант "б" (виж забележка 2, метод 2.1):

4.5. Сярна киселина: 0,2 N.

4.6. Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,2 N.

За вариант "в" (виж забележка 2, метод 2.1):

4.7. Сярна киселина: 0,5 N.

4.8. Разтвор на натриев или калиев хидроксид, несъдържащ карбонати: 0,5 N.

4.9. Индикаторни разтвори.

4.9.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Смесен индикатор

Разтвор А: Разтваря се 1 g метилово червено в 37 ml 0,1 mol/l разтвор на натриев хидроксид и се долива вода до един литър.

Разтвор Б: Разтваря се 1 g метиленово синьо във вода и се долива до един литър.

Смесва се един обем от разтвор А с два обема от разтвор Б.

Този индикатор е виолетов в кисел разтвор, сив - в неутрален разтвор, и зелен - в алкален разтвор. Използват се 0,5 ml (10 капки) от него.

4.9.2. Разтвор на метилово червено

Разтваря се 0,1 g метилово червено в 50 ml 95 %-ен етанол. Долива се до 100 ml с вода и се филтрира, ако се наложи. Този индикатор може да се използва (4 до 5 капки) вместо предшестващия.

4.10. Пемза на гранули, промита със солна киселина и накалена.

4.11. Карбамид за анализ.

5. Апаратура

5.1. Дестилационен апарат, виж метод 2.1 "Определяне на амонячен азот".

5.2. 500 ml мерителна колба.

5.3. Пипети от 25, 50 и 100 ml.

6. Подготовяне на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Приготвяне на разтвора.

Претеглят се с точност до 0,001 g 2,5 g от приготвената проба, поставят се в 300 ml Келдалова колба и се овлажняват с 20 ml вода. При разбъркване се добавят 20 ml концентрирана сярна киселина (4.1) и няколко стъклени перли, за да се предотврати изпръскването при кипенето. За да се избегне изпръскването, в гърлото на колбата се поставя стъклена фуния с дълга опашка. В началото се загрява бавно, след това се увеличава температурата, докато не се появят бели пари (30 до 40 минути).

Охлажда се и се разрежда със 100 до 150 ml вода. Количествено се прехвърля в 500 ml обемна колба, като утайката се изхвърля. Оставя се да се охлади до стайна температура, допълва се с вода, разбърква се и ако е необходимо, се филтрува през сух филтър в сух приемник.

7.2. Анализ на разтвора.

С прецизна пипета се пренасят 25, 50 или 100 ml от така получения разтвор в дестилационната колба в съответствие с избрания вариант (виж метод 2.1). Амонякът се дестилира, както е описано в метод 2.1, като се добавя достатъчно NaOH (d = 1,33) (4.2) в дестилационната колба, за да се осигури значителен излишък.

7.3. Празна проба.

Празна проба се прави при същите условия и се използва при изчисляването на крайния резултат.

7.4. Контролно изпитване.

Преди извършване на анализите трябва да се провери дали апаратурата работи добре и дали се прилага правилно методът, като се вземе аликвотна част от прясно приготвения разтвор на карбамид (4.11).

8. Изразяване на резултата

Резултатът се изразява като процент азот (N), съдържащ се в тора.

Вариант "а": % N = (50-A) . 1,12

Вариант "б": % N = (50-A) . 1,12

Вариант "в": % N = (35-A) . 1,40

Метод 2.4

Определяне на цианамиден азот

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на цианамиден азот.

2. Област на приложение

Калциев цианамид и смеси от калциев цианамид и нитрати.

3. Принцип

Цианамидният азот се утаява като сребърен комплекс и се определя в утайка по метода на Келдал.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода, несъдържаща въглероден диоксид и всички азотни съединения.

4.1. Ледена оцетна киселина.

4.2. Разтвор на амоняк, съдържащ 10 тегловни % амонячен газ (d = 0,96).

4.3. Амонячен разтвор на сребро по Толенс.

Смесват се 500 ml 10 %-ен разтвор на сребърен нитрат (AgNO3) във вода с 500 ml 10 %-ен амоняк (4.2).

Разтворът не се излага на въздействието на светлина, топлина или въздух. Този разтвор трае нормално години. Докато разтворът е бистър, реактивът е с добро качество.

4.4. Концентрирана сярна киселина (d = 1,84).

4.5. Калиев сулфат за анализ.

4.6. (доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Меден оксид (CuO) от 0,3 до 0,4 g за всяко определение или еквивалентно количество меден сулфат пентахидрат (CuSO4.5H2O) от 0,95 до 1,25 g за всяко определение.

4.7. Разтвор на натриев хидроксид, приблизително 30 % NaOH (d = 1,33) несъдържащ амоняк.

4.8. Сярна киселина: 0,1 N.

4.9. Разтвор на натриев или калиев хидроксид: 0,1 N.

4.10. Индикаторни разтвори.

4.10.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Комбиниран индикатор.

Разтвор А: Разтваря се 1 g метилово червено в 37 ml 0,1 mol/l разтвор на натриев хидроксид и се долива вода до един литър.

Разтвор Б: Разтваря се 1 g метиленово синьо във вода и се долива до един литър.

Смесва се един обем от разтвор А с два обема от разтвор Б.

Този индикатор е виолетов в кисел разтвор, сив - в неутрален разтвор, и зелен - в алкален разтвор. Използват се 0,5 ml (10 капки) от него.

4.10.2. Разтвор на метилово червено

Разтваря се 0,1 g метилово червено в 50 ml 95 %-ен етанол. Долива се до 100 ml с вода и се филтрува, ако се наложи.Този индикатор може да се използва (4 до 5 капки) вместо предишния.

4.11. Пемза на гранули, промита със солна киселина и накалена

4.12. Калиев тиоцианат за анализ

5. Апаратура

5.1. Дестилационен апарат, виж метод 2.1 "Определяне на амонячен азот".

5.2. 500 ml мерителна колба (напр. Стохман)

5.3. Келдалова колба с дълго гърло и подходяща вместимост (300 до 500 ml).

5.4. Пипета 50 ml.

5.5. Ротационна клатачна машина (35 до 40 оборота/минута).

6. Подготовяне на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Предпазна мярка.

Когато се използва какъвто и да е разтвор на амонячно сребро, трябва да се носят предпазни очила. Веднага щом на повърхността на течността се образува тънка мембрана, може да възникне експлозия от разбъркване и поради това най-важното е да се работи много внимателно.

7.2. Приготвяне на разтвора за анализ.

Претеглят се с точност до 0,001 g 2,5 g от пробата и се поставят в малък стъклен хаван. Пробата се смила три пъти с вода, като след всяко смилане се отлива водата в 500 ml мерителна колба Стохман. Пробата се прехвърля количествено в 500 ml мерителна колба Стохман, като хаванът, пестикът и фунията се промиват с вода. Долива се вода до около 400 ml. Добавят се 15 ml оцетна киселина (4.1) и се клати на ротационна клатачка (5.5) в продължение на два часа.

Допълва се до 500 ml с вода, хомогенизира се и се филтрува.

Анализът трябва да се проведе колкото е възможно по-бързо.

7.3. Анализ на разтвора.

Пренасят се 50 ml от филтрата в 250 ml чаша.

Добавя се амонячен разтвор (4.2), докато не стане леко алкален, и след това се добавят 30 ml топъл амонячен сребърен нитрат (4.3), за да се утаи жълтият сребърен комплекс на цианамида.

Оставя се една нощ, след което се филтрува, а утайката се промива със студена вода, докато изцяло се освободи от амоняка.

Филтърът и утайката, все още влажни, се поставят е Келдалова колба, добавят се 10 до 15 g калиев сулфат (4.5), катализаторът (4.6) в предписаната пропорция, след това 50 ml вода и 25 ml концентрирана сярна киселина (4.4).

Колбата се загрява бавно с леко разклащане, докато не започне да кипи. Топлината се увеличава и се кипи, докато съдържанието на колбата не стане безцветно или бледозелено.

Кипенето продължава един час, след което се оставя да изстине.

Течността се прехвърля количествено от Келдаловата колба в дестилационната колба, добавят се няколко гранули пемза (4.11) и се допълва с вода до общ обем приблизително 350 ml. Разбърква се и се охлажда.

Амонякът се дестилира по метод 2.1, вариант "а", като се добавя достатъчно разтвор на NaOH (4.7), за да се осигури наличието на значителен излишък.

7.4. Празна проба

Празна проба се прави при същите условия и се използва при изчисляването на крайния резултат.

7.5. Контролно изпитване

Преди извършване на анализите трябва да се провери дали апаратурата работи добре и дали се прилага правилно методът, като се вземе аликвотна част от стандартен разтвор на калиев тиоцианат (4.12), съответстващ на 0,05 g азот.

8. Изразяване на резултата

Резултатът се изразява като процент цианамиден азот (N), съдържащ се в тора.

% N = (50-A) . 0,56

Метод 2.5

Спектрофотометрично определяне на биурет в карбамид

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на биурет в карбамид.

2. Област на приложение

Методът се прилага изключително за карбамид.

3. Принцип

В алкална среда, при наличието на калиево-натриев тартарат, биуретът и двувалентната мед образуват виолетово куприсъединение. Оптичната плътност на разтвора се измерва при дължина на вълната около 546 nm.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода без съдържание на въглероден диоксид и амоняк. Качеството на тази вода е особено важно за това определение.

4.1. Метанол.

4.2. Разтвор на сярна киселина, около 0,1 N.

4.3. Разтвор на натриев хидроксид, около 0,1 N.

4.4. Алкален разтвор на калиево-натриев тартарат.

В мерителна еднолитрова колба се разтварят 40 g натриев хидроксид в 500 ml вода и се оставя да изстине. Добавят се 50 g калиево-натриев тартарат (NaKC4H4O6.4H 2O). Допълва се до марката. Оставя се да престои 24 часа преди употреба.

4.5. Разтвор на меден сулфат.

В мерителна еднолитрова колба се разтварят 15 g меден сулфат (CuSO4.5H2O) в 500 ml вода. Долива се до марката.

4.6. Прясно приготвен стандартен разтвор на биурет

В 250 ml мерителна колба се разтварят 0,250 g чист биурет (Биуретът може да се пречисти предварително, като се промие с 10 % амонячен разтвор, след което с ацетон и се изсуши.) във вода. Долива се до 250 ml. 1 ml от този разтвор съдържа 0,001 g биурет.

4.7. Индикаторен разтвор

В мерителна 100 ml колба се разтваря 0,1 g метилово червено в 50 ml 95 %-ен етанол, долива се вода до 100 ml. Филтрува се, ако са останали неразтворими частици.

5. Апаратура

5.1. Спектрофотометър или фотометър с филтри, имащи такава чувствителност и точност, че да позволяват възпроизводимост (Виж т. 9 "Приложение".) на измерванията под 0,5 % Т.

5.2. Мерителни колби от 100, 250 и 1000 ml.

5.3. Градуирани пипети от 2, 5, 10, 20, 25 и 50 ml или 25 ml бюрета, градуирана с точност до 0,05 ml.

5.4. Чаша 250 ml.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Подготовка на стандартна крива.

Пренасят се 0, 2, 5, 10, 20, 25 и 50 ml аликвотни части от стандартния разтвор на биурет (4.6) в серия от седем мерителни 100 ml колби. Обемите се допълват до около 50 ml с вода. Добавя се една капка индикатор (4.7) и ако е необходимо, се неутрализира с 0,1 mol/l сярна киселина (4.2). При разбъркване се добавят 20 ml алкален тартаратен разтвор (4.4), след това 20 ml разтвор на меден сулфат (4.5).

Бележка (доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.)

Тези разтвори (4.4 и 4.5) трябва да се дозират с две прецизни бюрети или още по-добре с пипети.

Довежда се обемът до 100 ml с дестилирана вода, разбърква се и се оставя да престои за 15 минути при температура 30 ± 2 градуса по Целзий.

С "О" разтвор на биурет се измерва оптичната плътност на всеки разтвор при дължина на вълната около 546 nm, използвайки кювета с подходяща дебелина.

Начертава се калибрационната крива, като оптичните плътности са ординатите, а съответните количества биурет в милиграми (mg) са на абсцисите.

7.2. Приготвяне на разтвора, който ще се анализира.

Претеглят се с точност до 0,001 g 10 g от подготвената проба, разтварят се в около 150 ml вода, в 250 ml мерителна колба и се допълва до марката. Филтрува се, ако е необходимо.

Забележка 1

Ако пробата за анализ съдържа повече от 0,015 g амонячен азот, тя се разтваря в 250 ml чаша в 50 ml метанол (4.1). Обемът се намалява до около 25 ml чрез изпаряване. Пренася се количествено в 250 ml мерителна колба. До марката се долива с вода. Ако е необходимо, се филтрува през сух рифелован филтър в сух съд.

Забележка 2 (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.)

Отстраняване на опалесценция: Ако има колоидно вещество, при филтруването могат да възникнат трудности. В този случай разтворът за анализ се приготвя по следния начин: пробата се разтваря в 150 ml вода, добавят се 2 ml 1 mol/l солна киселина и разтворът се филтрува през два плоски много фини филтъра в мерителна 250 ml колба. Промиват се филтрите с вода и се допълва до марката. Процесът продължава, както е описано в 7.3 "Определяне".

7.3. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Определяне

В съответствие с очакваното съдържание на биурет 25 или 50 ml от разтвора (7.2) се пренасят с пипета и се поставят в 100 ml мерителна колба, неутрализира се с реактив 0,1 mol/l (4.2 или 4.3), ако е необходимо, като за индикатор се използва метилово червено и със същата точност, с която е построена стандартната крива, се добавят 20 ml алкален разтвор на калиево-натриев тартарат (4.4) и 20 ml меден разтвор (4.5). Долива се до марката, разбърква се много добре и се оставя да престои за 15 минути при 30 ± 2 градуса по Целзий.

След това се извършват фотометричните измервания и се изчислява количеството биурет, намиращо се в карбамида.

8. Изразяване на резултата

Ако "C" е масата на биурета в милиграми, отчетени от стандартната графика, "V" е обемът на аликвотната част.

$C \,.\, 2{,}5$

% биурет = $\dfrac{\quad}{V}$.

9. Приложение

Ако "Jo" е интензитетът на снопа на монохроматични лъчи (с определена дължина на вълната), преди да премине през прозрачно тяло, а "J" е интензитетът на лъча след преминаването, тогава:

- коефициент на пропускане : $T = \dfrac{J}{Jo}$;

- коефициент на непрозрачност: $O = \dfrac{Jo}{J}$;

- оптична плътност : $E = \log O$;

- оптична плътност на единица оптичен цикъл:

$k = \dfrac{E}{s}$;

- коефициент на специфична оптична плътност:

$K = \dfrac{E}{c.s}$,

където:

s е дебелината на слоя в сантиметри;

c - концентрацията в милиграми на литър;

k - специфичният коефициент за всяко вещество в закона на Ламбер-Беър.

Методи 2.6

Определяне на различни форми азот в една проба

Метод 2.6.1

Определяне на различни форми азот в една проба от торове, съдържащи нитратен, амонячен, амиден и цианамиден азот

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определянето на всяка една от формите на азот в присъствието на друга форма.

2. Област на приложение

Всеки тор, даден в приложение и съдържащ азот в различни форми.

3. Принцип

3.1. Общ разтворим и неразтворим азот

Съгласно списъка на торовете (приложение № 1) това определение е приложимо за продукти, съдържащи калциев цианамид.

3.1.1. Когато няма наличие на нитрати, определяна та проба се минерализира чрез директно Келдалово разлагане.

3.1.2. Когато има нитрати, определяната проба се минерализира чрез Келдалово разлагане след редукция с помощта на желязо на прах и калаен хлорид.

И в двата случая амонякът се определя по метод 2.1.

Забележка.

Ако анализът показва, че има съдържание на неразтворим азот повече от 0,5, заключението е, че торът съдържа други форми на неразтворим азот, които не са включени в списъка на приложение № 1.

3.2. Форми на разтворим азот.

Следните форми се определят от различни аликвоти взети от един и същи разтвор на пробата:

3.2.1. Общ разтворим азот

3.2.1.1. В отсъствието на нитрати - чрез директно Келдалово разлагане

3.2.1.2. В присъствието на нитрати - чрез Келдалово разлагане на аликвотна част, взета от разтвора след редукция по Улш, като и в двата случая амонякът се определя, както е описано в метод 2.1;

3.2.2. Общ разтворим азот с изключение на нитратния азот - чрез Келдалово разлагане след отстраняване в кисела среда на нитратния азот с феросулфат, а амонякът се определя, както е описано в метод 2.1;

3.2.3. Нитратен азот чрез разлика:

3.2.3.1. В отсъствието на калциев цианамид - между 3.2.1.2 и 3.2.2 или между общо разтворимия азот (3.2.1.2) и сумата на амонячен азот и амиден органичен азот (3.2.4 + 3.2.5);

3.2.3.2. В присъствието на калциев цианамид - между 3.2.1.2 и 3.2.2 или между 3.2.1.2 и сумата на 3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6;

3.2.4. Амонячен азот:

3.2.4.1. Единствено при наличието на амонячен азот и амонячен и нитратен азот-чрез прилагането на метод 1,

3.2.4.2. при наличието на амиден азот и/или цианамиден азот - чрез студена дестилация: след слабо алкализиране амонякът се абсорбира в стандартен разтвор на сярна киселина и се определя, както е описано в метод 2.1;

3.2.5. Амиден азот:

3.2.5.1. Чрез преобразуване с уреаза в амоняк, който се титрува със стандартен разтвор на солна киселина, или

3.2.5.2. Чрез гравиметрично определяне с ксантхидрол: утаеният биурет може да се отчете с амидния азот без голяма грешка, съдържанието му остава по принцип ниско в абсолютна стойност в сложни торове, или

3.2.5.3. Чрез разлика съгласно следната таблица:

Слу-чай	Нитратен азот	Амонячен азот	Цианамиден азот	Разлика
1	Отсъствие	Наличие	Наличие	(3.2.1.1)- (3.2.4.2 + 3.2.6)
2	Наличие	Наличие	Наличие	(3.2.2) (3.2.4.2 + 3.2.6)
3	Отсъствие	Наличие	Отсъствие	(3.2.1.1)-(3.2.4.2)
4	Наличие	Наличие	Отсъствие	(3.2.2)-(3.2.4.2)

3.2.6. Цианамиден азот - чрез утаяване като сребърно съединение, като азотът в утайката се определя по метода на Келдал.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода.

4.1. Калиев сулфат за анализ.

4.2. Желязо на прах, редуцирано с водород (предписаното количество желязо трябва да може да редуцира минимум 50 mg нитратен азот).

4.3. Калиев тиоцианат за анализ.

4.4. Калиев нитрат за анализ.

4.5. Амониев сулфат за анализ.

4.6. Карбамид за анализ.

4.7. (доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Разредена сярна киселина 1 : 1 обемни: един обем сярна киселина (d20 = 1,84 g/ml) в един обем вода.

4.8. Стандартен разтвор на сярна киселина: 0,2 N.

4.9. Концентриран разтвор на натриев хидроксид с около 30 % (W/V) воден разтвор на NaOH, несъдържащ амоняк.

4.10. Стандартен разтвор на натриев или калиев хидроксид: 0,2 N, несъдържащ карбонати.

4.11. Разтвор на калаен хлорид

Разтварят се 120 g $SnCl_2.2H_2O$ в 400 ml концентрира на солна киселина (d = 1,18) и се долива до един литър вода. Разтворът трябва да е идеално бистър и приготвен непосредствено преди употреба.

Забележка. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.)

От първостепенна важност е да се провери редукционната способност на калаения хлорид: разтварят се 0,5 g $SnCl2.2H2O$ в 2 ml концентрирана солна киселина (d = 1,18) и се допълва с вода до 50 ml. След това се добавят 5 g Сегнетова сол (калиево-натриев тартарат), после достатъчно количество натриев бикарбонат, за да може разтворът да е алкален спрямо лакмусова хартия. Титрува се с 0,1 mol/l йоден разтвор в присъствието на разтвор на скорбяла като индикатор.

1 ml от 0,1 mol/l йоден разтвор съответства на 0,01128 g $SnCl2.2H2O$.

Най-малко 80 % от общия калай, наличен в така приготвения разтвор, трябва да е в двувалентна форма. За титруването трябва да се използват минимум 35 ml 0,1 mol/l йоден разтвор.

4.12. Сярна киселина (d = 1,84).

4.13. (доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Разредена солна киселина: 1 : 1 обемни: един обем солна киселина (d20 = 1,18 g/ml) в един обем вода.

4.14. Оцетна киселина : 96 до 100 %.

4.15. Разтвор на сярна киселина, съдържащ около 30 % $H2SO4$ (W/V).

4.16. Феросулфат: кристален $FeSO4.7H2O$.

4.17. Стандартен разтвор на сярна киселина: 0,1 N.

4.18. Октилов алкохол.

4.19. Наситен разтвор на калиев карбонат.

4.20. Стандартен разтвор на натриев или калиев хидроксид: 0,1 mol/l (несъдържащ карбонати).

4.21. Наситен разтвор на бариев хидроксид.

4.22. Разтвор на натриев карбонат: 10 % (W/V).

4.23. Солна киселина: 2 N.

4.24. Стандартен разтвор на солна киселина: 0,1 N.

4.25. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Разтвор на уреаза.

Суспендират се 0,5 g активна уреаза в 100 ml дестилирана вода. Като се използва 0,1 mol/l солна киселина (4.24), pH се довежда до 5,4, измерено с pH-метър.

4.26. Ксантхидрол.

5 % разтвор в етанол или метанол (4.31) (не се използват продукти, които дават високо съдържание на неразтворимо вещество). Разтворът може да се съхранява три месеца в добре затворена бутилка без достъп на светлина.

4.27. (доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Меден оксид (CuO): 0,3 до 0,4 g на определяне или еквивалентно количество меден сулфат пентахидрат ($CuSO4.5H2O$) от 0,95 до 1,25 g на определяне.

4.28. Пемза на гранули, промита със солна киселина и накалена.

4.29. Индикаторни разтвори.

4.29.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Смесен индикаторен разтвор

Разтвор А : Разтваря се 1 g метилово червено в 37 ml 0,1 mol/l разтвор на натриев хидроксид и се долива вода до един литър.

Разтвор Б : Разтваря се 1 g метиленово синьо във вода и се долива до един литър.

Смесва се един обем от разтвор А с два обема от разтвор Б.

Този индикатор е виолетов в кисел разтвор, сив в неутрален разтвор и зелен в алкален разтвор. Използват се 0,5 ml (10 капки) от него.

4.29.2. Разтвор на метилово червено

Разтваря се 0,1 g метилово червено в 50 ml 95 %-ен етанол. Долива се до 100 ml с вода и се филтрува, ако се наложи. Този индикатор може да се използва (4 до 5 капки) вместо предишния.

4.30. Индикаторни хартии.

Лакмус, бромтимолово синьо (или други хартии, чувствителни към pH от 6 до 8).

4.31. Етанол или метанол: разтвор 95 %.

5. Апаратура

5.1. Дестилационен апарат.

Виж метод 2.1.

5.2. Апарати за определянето на амонячен азот по аналитичен метод 7.2.5.3 (виж фиг. 6).

Апаратът се състои от приемник със специална форма, имащ гърло от шлифовано стъкло, странично гърло, свързваща тръба с капкоуловител и перпендикулярна тръба за вкарване на въздух. Тръбите могат да се свържат към приемника посредством обикновена перфорирана каучукова втулка. Важно е на краищата на тръбите, вкарващи въздух, да се придаде подходяща форма, тъй като газовите мехури трябва да са разпреде лени идеално в разтвора, съдържащ се в приемника и абсорбера. Най-доброто приспособление се състои от малки парчета с формата на гъба с външен диаметър 20 mm и шест отвора по 1 mm по периферията му.

5.3. Апарат за определяне на амиден азот по уреазния способ (7.2.6.1).

Състои се от 300 ml Ерленмайерова колба с делителна фуния и малък абсорбер (виж фиг. 7).

5.4. Ротационна клатачна машина (35 до 40 оборота/минута).

5.5. pH-метър.

5.6. Сушилня.

5.7. Лабораторна стъклария:

- пипети от 2, 5, 10, 20, 25, 50 и 100 ml,
- Келдалови колби с дълги гърла от 300 и 500 ml,
- мерителни колби от 100, 250, 500 и 1000 ml,
- стъклени филтри - тигли с диаметър на порите от 5 mm до 15 mm,
- хавани.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Аналитичен метод

7.1. Общ разтворим и неразтворим азот.

7.1.1. При отсъствието на нитрати

7.1.1.1. Разлагане

Отмерва се с точност до 0,001 g такова количество от пробата, което да съдържа максимум 100 mg азот. Поставя се в колбата на дестилационния апарат (5.1). Добавят се от 10 до 15 g калиев сулфат (4.1), катализа торът (4.27) и няколко гранули пемза за контрол на кипенето (4.28). След това се добавят 50 ml разредена сярна киселина (4.7) и се смесва много добре. Първо се загрява леко, като от време на време се бърка, докато не спре образуването на пяна. След това се загрява така, че течността да кипи равномерно, и се оставя да кипи един час след като разтворът е станал бистър, предотвратявайки залепването на органични вещества към стените на колбата. Оставя се да изстине. Внимателно се добавят около 350 ml вода с разбъркване. Трябва да се осигури колкото е възможно по-пълно разтваряне. Оставя се да се охлади и колбата се свързва към дестилационния апарат (5.1).

7.1.1.2. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Дестилация на амоняк

С прецизна пипета в приемника на апарата се пренасят 50 ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l сярна киселина (4.8). Добавя се индикаторът (4.29.1 или 4.29.2). Върхът на хладника трябва да е поне 1 cm под нивото на разтвора.

Като се вземат необходимите предпазни мерки срещу загуби на амоняк, в дестилационната колба внимателно се добавя достатъчно разтвор на концентриран натриев хидроксид (4.9), за да стане течността силно алкална (по принцип 120 ml са достатъчни, проверява се чрез добавяне на няколко капки фенолфталеин; към края на дестилацията разтворът в колбата трябва все още да е алкален). Регулира се загряването на колбата, така че за половин час да се дестилират 150 ml. Проверява се дали е завършена дестилацията с индикаторна хартия (4.30). Ако не е, дестилират се още 50 ml и проверката се повтаря, докато допълнителният дестилат не реагира неутрално спрямо индикаторната хартия (4.30). След това приемникът се издърпва надолу, дестилират се още няколко милилитра и връхчето на хладника се изплаква. Излишната киселина се титрува със стандартен разтвор на калиев или натриев хидроксид 0,2 mol/l (4.10), докато индикаторът смени цвета си.

7.1.1.3. Празна проба

Празна проба се прави при същите условия и се използва при изчисляването на крайния резултат.

7.1.1.4. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултата

$$\% N = \frac{(a-A) \cdot 0,28}{M},$$

където:

а е ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за празната проба, която се извършва, като в приемника на апарат (5.1) се поставя с пипета 50 ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l сярна киселина (4.8);

А - ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за анализа,

М - маса на изпитваната проба в грамове.

7.1.2. В присъствието на нитрат

7.1.2.1. Изпитвана проба

Претегля се до точност 0,001 g количество от пробата, съдържащо не повече от 40 mg нитратен азот.

7.1.2.2. Редуциране на нитрата

Смесва се изпитваната проба в малък хаван с 50 ml вода. Пренася се с минимално количество дестилирана вода в 500 ml Келдалова колба. Добавят се 5 g редуцирано желязо (4.2) и 50 ml разтвор на калаен хлорид (4.11). Разклаща се и се оставя в изправено положение за половин час, като се бърка след 10 и 20 минути.

7.1.2.3. Келдалово разлагане

Добавят се 30 ml сярна киселина (4.12), 5 g калиев сулфат (4.1), предписаното количество катализатор (4.27) и няколко гранули пемза (4.28). Загрява се слабо, като колбата е леко наклонена. Бавно се увеличава температурата и разтворът се разклаща често, за да се поддържа сместа в суспендирано положение: течност та потъмнява и след това се избистря с образуването на жълтозелена суспензия на безводен железен сулфат. Нагряването продължава още един час след получава нето на бистър разтвор, като се поддържа слабо кипене. Оставя се да се охлади. Внимателно съдържанието на колбата се смива с малко вода и постепенно бавно на порции се добавят 100 ml вода. Смесва се и се прехвърля съдържанието на колбата в 500 ml мерителна колба. Долива се вода до марката. Хомогенизира се и се филтрува през сух филтър в сух приемник.

7.1.2.4. Анализ на разтвора

С пипета се пренася в колбата на дестилационния апарат (5.1) аликвотна част, съдържаща максимум 100 mg азот. Разрежда се до около 350 ml с дестилирана вода, добавят се няколко гранули пемза (4.28), свързва се колбата към дестилационния апарат и определянето продължава, както е описано в 7.1.1.2.

7.1.2.5. Празна проба

Виж 7.1.1.3.

7.1.2.6. Изразяване на резултата

$$\% N = \frac{(a-A) \cdot 0,28}{M},$$

където:

а е ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за празната проба, която се извършва, като в приемника на апарат (5.1) се поставя с пипета 50 ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l сярна киселина (4.8);

А - ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за анализа;

М - маса на пробата в грамове, съдържаща се в аликвотната част, взета в 7.1.2.4.

7.2. Форми на разтворим азот.

7.2.1. Приготвяне на разтвор за анализ

Претегля се с точност до 1 mg 10 g от пробата и се поставят в 500 ml мерителна колба

7.2.1.1. Когато торовете не съдържат цианамиден азот:

В колбата се добавят 50 ml вода и след това 20 ml разредена солна киселина (4.13). Разклаща се и се оставя в изправено положение, докато не спре отделянето на въглероден диоксид.

След това се добавят 400 ml вода и се клати половин час на ротационна клатачка (5.4). Долива се вода до марката, смесва се и се филтрува през сух филтър в сух приемник.

7.2.1.2. Когато торовете съдържат цианамиден азот:

Към колбата се добавят 400 ml вода и няколко капки метилово червено (4.29.2). Ако е необходимо, разтворът се подкиселява, като се използва оцетна киселина (4.14). Добавят се 15 ml оцетна киселина (4.14). Клати се на ротационна клатачка (5.4) два часа. Ако е необходимо, разтворът се подкиселява отново по време на тази операция с оцетна киселина (4.14). Долива се с вода до марката, смесва се и се филтрува незабавно през сух филтър в сух приемник и веднага се определя цианамидният азот.

И в двата случая двете разтворими форми азот се определят в деня, когато е приготвен разтворът, започвайки с цианамидния азот и амидния азот, ако те са налични.

7.2.2. Общ разтворим азот

7.2.2.1. При отсъствие на нитрат

В 300 ml Келдалова колба с пипета се поставя аликвотна част от филтрата (7.2.1.1 или 7.2.1.2), съдържаща максимум 100 mg азот. Добавят се 15 ml концентрирана сярна киселина (4.12), 0,4 g меден оксид или 1,25 g меден сулфат (4.27) и няколко гранули пемза (4.28). Първоначално се загрява леко, за да започне разлагането, след това при по-висока температура, докато течността не стане безцветна или леко зеленикава и се появят бели пари. След охлаждане разтворът се пренася количествено в дестилационната колба, разрежда се до около 500 ml с вода и се добавят гранули пемза (4.28). Колбата се свързва към дестилационния апарат (5.1) и определението продължава, както е описано в 7.1.1.2.

7.2.2.2. При наличие на нитрат

С прецизна пипета в 500 ml Ерленмайерова колба се прехвърля аликвотна част от филтрата (7.2.1.1 или 7.2.1.2), съдържащ не повече от 40 mg нитратен азот. На този етап от анализа общото количество азот не е важно. Добавят се 10 ml 30 % сярна киселина (4.15), 5 g редуцирано желязо (4.2) и веднага Ерленмайеровата колба се покрива с часовниково стъкло. Загрява се леко до устойчива, но не бурна реакция. В този момент нагряването се спира и колбата се оставя в изправено положение най-малко три часа при стайна температура. Течността се прехвърля количествено с вода в 250 ml мерителна колба, без неразтвореното желязо, и до марката се долива с вода. Смесва се много добре и с прецизна пипета се пренася аликвотна част, съдържаща най-много 100 mg азот , в 300 ml Келдалова колба. Добавят се 15 ml концентрирана сярна киселина (4.12), 0,4 g меден оксид или 1,25 g меден сулфат (4.27) и няколко гранули (4.28). Първоначално се загрява леко, за да започне разлагането, след това при по-висока температура, докато течността стане безцветна или леко зеленикава и се появят бели пари. След охлаждане разтворът се пренася количествено в дестилационната колба, разрежда се до около 500 ml с вода и се добавят гранули пемза (4.28). Колбата се свързва към дестилационния апарат (5.1) и определянето продължава, както е описано в 7.1.1.2.

7.2.2.3. Празна проба

Виж 7.1.1.3.

7.2.2.4. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултата

$$\% N = \frac{(a-A) \cdot 0{,}28}{M},$$

където:

а е ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за празната проба, която се извършва, като в приемника на апарат (5.1) се поставя с пипета 50 ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l сярна киселина (4.8);

А - ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за анализа;

М - маса на пробата, изразена в грамове, налична в аликвотната част, взета в 7.2.2.1 или 7.2.2.2.

7.2.3. Общ разтворим азот, с изключение на нитратен азот

С прецизна пипета се пренася в 300 ml Келдалова колба аликвотна проба от филтрата

(7.2.1.1 или 7.2.1.2), съдържаща не повече от 50 mg азот. Разрежда се до 100 ml с вода, добавят се 5 g феросулфат (4.16), 20 ml концентрирана сярна киселина (4.1) и няколко гранули (4.28). Първо се нагрява слабо, а след това се загрява, докато се появят бели пари. Разлагането продължава 15 минути. Спира се нагряването, поставя се меден оксид (4.27) като катализатор и се поддържа такава температура, че отделянето на бели пари да продължи още 10 до 15 минути. След охлаждане съдържанието на Келдаловата колба се прехвърля количествено в дестилационната колба на апарата (5.1). Разрежда се до приблизително 500 ml с вода и се добавят няколко гранули пемза (4.28). Колбата се свързва към дестилационния апарат (5.1) и определението продължава, както е описано в 7.1.1.2.

7.2.3.1. Празна проба

Виж 7.1.1.3.

7.2.3.2. (доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултата

$$\% N = \frac{(a-A) \cdot 0{,}28}{M},$$

където:

a е ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за празната проба, която се извършва, като в приемника на апарат (5.1) се поставя с пипета 50 ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l сярна киселина (4.8);

A - ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за анализа;

M - маса на пробата, изразена в грамове, налична в аликвотната част, взета за определяне.

7.2.4. Нитратен азот

7.2.4.1. При отсъствие на калциев цианамид

Определя се като разлика между резултатите, получени в 7.2.2.4 и 7.2.3.2, и/или резултата, получен в 7.2.2.4, и сумата на резултатите, получени в (7.2.5.2 или 7.2.5.5) и (7.2.6.3 или 7.2.6.5, или 7.2.6.6).

7.2.4.2. При наличие на калциев цианамид

Получава се като разлика между резултатите, получени в 7.2.2.4 и 7.2.3.2, и между резултата, получен в 7.2.2.4, и сумата на резултатите, получени в (7.2.5.5), (7.2.6.3 или 7.2.6.5, или 7.2.6.6) и (7.2.7).

7.2.5. Амонячен азот

7.2.5.1. Единствено в присъствие само на амонячен азот и амонячен и нитратен азот

С прецизна пипета в колбата на дестилационния апарат (5.1) се пренася аликвотна част от филтрата (7.2.1.1), съдържащ най-много 100 mg амонячен азот. Добавя се вода, за да се получи общ обем около 350 ml, и няколко гранули (4.28), за да се улесни кипенето. Колбата се свързва към дестилационния апарат, добавят се 20 ml разтвор на натриев хидроксид (4.9) и се дестилира, както е описано в 7.1.1.2.

7.2.5.2. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултата

$$\% N = \frac{(a-A) \cdot 0{,}28}{M},$$

където:

a е ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за празната проба,която се извършва, като в приемника на апарат (5.1) се поставя с пипета 50 ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l сярна киселина (4.8);

A - ml стандартен разтвор на 0,2 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за анализа;

M - маса на пробата, изразена в грамове, налична в аликвотната част, взета за определяне.

7.2.5.3. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) В присъствието на амиден и/или цианамиден азот

С прецизна пипета в сухата колба на апарата (5.2) се пренася аликвотна част от филтрата

(7.2.1.1 или 7.2.1.2), съдържаща най-много 20 mg амонячен азот. След това апаратът се сглобява. С пипета в 300 ml Ерленмайерова колба се поставят 50 ml стандартен разтвор на 0,1 mol/l сярна киселина (4.17) и достатъчно дестилирана вода, за да може нивото на течността да е приблизително 5 cm над отвора на захранващата тръба. През страничното гърло на реакционната колба се подава дестилирана вода, за да се допълни обемът до около 50 ml. Смесва се. За да се избегне образуването на пяна по време на аерирането, се добавят няколко капки октилов алкохол (4.18). След това разтворът се алкализира с 50 ml наситен разтвор на калиев карбонат (4.19) и незабавно се започва отстранява нето на амоняка, който се отделя от студената суспензия. Силният поток въздух, необходим за тази цел (около 3 l/min), предварително се пречиства, като се пуска да премине през промивни колби, съдържащи разредена сярна киселина и разреден натриев хидроксид. Вместо да се използва въздух под налягане, е възможно да се работи във вакуум (водна помпа), при условие че тръбата за подаване на въздух е свързана херметично към приемника, използван за улавяне на амоняка. Отстраняването на амоняка обикновено приключва след 3 часа. Въпреки това много уместно е това да се провери, като се смени приемната колба. Когато операцията е завършила, колбата се отделя от апарата, изплакват се върхът на тръбата и стените на колбата с малко дестилирана вода. Излишъкът от киселина се титрува със стандартен разтвор на 0,1 mol/l натриев хидроксид (4.20), докато индикаторът не стане сив (4.29.1).

7.2.5.4. Празна проба

Виж 7.1.1.3.

7.2.5.5. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултата

$$\% \text{ N (амониев)} = \frac{(a - A) \cdot 0{,}14}{M},$$

където:

а е ml стандартен разтвор на 0,1 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за празната проба, която се извършва, като в приемника на апарат (5.2) се поставя с пипета 50 ml стандартен разтвор на 0,1 mol/l сярна киселина (4.17);

А - ml стандартен разтвор на 0,1 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за анализа;

М - масата на пробата, изразена в грамове, налична в аликвотната част, взета за анализ.

7.2.6. Амиден азот

7.2.6.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Уреазен метод

С прецизна пипета се прехвърля в 500-ml мерителна колба аликвотна част от филтрата (7.2.1.1 или 7.2.1.2), съдържаща не повече от 250 mg амиден азот. За утаяване на фосфатите се добавя известно количество от наситен разтвор на бариев хидроксид (4.21), докато не се преустанови утаяването. След това се отстранява излишъкът от бариеви йони (и всякакви разтворени калциеви йони) с помощта на 10 % разтвор на натриев карбонат (4.22).

Оставя се да се утаи и се проверява за пълно утаяване. Долива се до марката, смесва се и се филтрува през нагънат филтър. 50 ml от филтрата се пренася в 300 ml Ерленмайерова колба на апарата (5.3). Филтратът се подкиселява с 2 mol/l солна киселина (4.23), докато се получи pH 3, измерено с pH-метър (5.5). След това pH се повишава до 5,4 с 0,1 mol/l натриев хидроксид (4.20).

За да се избегнат загубите на амоняк по време на разлагането с уреаза, Ерленмайеровата колба се затваря със запушалка, имаща разделителна фуния и малък уловител на мехури, съдържащ точно 2 ml стандартен разтвор на 0,1 mol/l солна киселина (4.24). От делителна фуния се долива 20 ml уреазен разтвор (4.25) и се оставя един час при температура от 20 до 25 градуса по Целзий. След това с пипета в разделителната фуния се капят 25 ml стандартен разтвор на 0,1 mol/l солна киселина (4.24), след което се изплаква с малко вода. По същия начин се пренася количествено съдържанието на защитната приемна колба в разтвора, съдържащ се в Ерленмайеровата колба. Излишната киселина се титрува със стандартен разтвор на 0,1 mol/l натриев хидроксид (4.20), докато не се получи pH 5,4 , измерено с pH-метър.

7.2.6.2. Празна проба

Виж 7.1.1.3.

7.2.6.3. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултата

$$\% \text{ mol/l (амиден)} = \frac{(a - A) \cdot 0{,}14}{M},$$

където:

а е ml стандартен разтвор на 0,1 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за празната проба, която се извършва при същите условия като анализа;

А - ml стандартен разтвор на 0,1 mol/l натриев или калиев хидроксид, използван за анализа;

М - масата на пробата, изразена в грамове, налична в аликвотната част, взета за анализ.

Забележки:

1. След утаяване чрез разтвори на бариев хидроксид и натриев карбонат се долива до марката, филтрува се и се неутрализира възможно най-бързо.

2. Титруването може да се извърши също с индикатора (4.29.2), но в този случай е по-трудно да се наблюдава крайната точка.

7.2.6.4. Гравиметричен метод с ксантхидрол

С прецизна пипета в 250 ml чаша се пренася аликвотна част от филтрата (7.2.1.1 или 7.2.1.2), съдържаща не повече от 20 mg амид. Добавят се 40 ml оцетна киселина (4.14). Бърка се със стъклена пръчка една минута, оставя се 5 минути, за да се утаи утайката. Филтрува се в тънък слой в 100 ml чаша, промива се с няколко милилитра оцетна киселина (4.14), след което към филтрата капка по капка се добавят 10 ml ксантхидрол (4.26) при непрекъснато бъркане със стъклена пръчка. Оставя се да се утаи, докато се образува утайка, и отново се бърка една-две минути. Оставя се да престои час и половина. Филтрува се през стъклен филтър - тигел, който предварително е изсушен и претеглен, промива се три пъти с 5 ml етанол (4.31), без да се правят опити за отстраняване на цялото количество оцетна киселина. Поставя се в сушилня и се оставя един час при температура 130 градуса по Целзий (не трябва да се превишават 145 градуса по Целзий). Оставя се да се охлади в ексикатор и се претегля.

7.2.6.5. Изразяване на резултата

$$\% \text{ амиден mol/l + биурет} = \frac{6{,}67 \cdot m1}{M2},$$

където:

m1 е маса на получената утайка, в грамове;

М2 - маса на пробата, изразена в грамове, налична в аликвотната част, взета за определянето.

Прави се корекция за празната проба. По принцип биуретът би могъл да се измери с амидния азот без голяма грешка, тъй като съдържанието му остава малко по абсолютна стойност в сложните торове.

7.2.6.6. Метод чрез разлика

Амидният азот може да се изчисли съгласно следната таблица:

Случай	Нитратен азот	Амонячен азот	Цианамиден азот	Разлика
1	Отсъствие	Наличие	Наличие	(7.2.2.4)- (7.2.5.5 + 7.2.7)
2	Наличие	Наличие	Наличие	(7.2.3.2) (7.2.5.5 + 7.2.7)
3	Отсъствие	Наличие	Отсъствие	(7.2.2.4)-(7.2.5.5)
4	Наличие	Наличие	Отсъствие	(7.2.3.2)-(7.2.5.5)

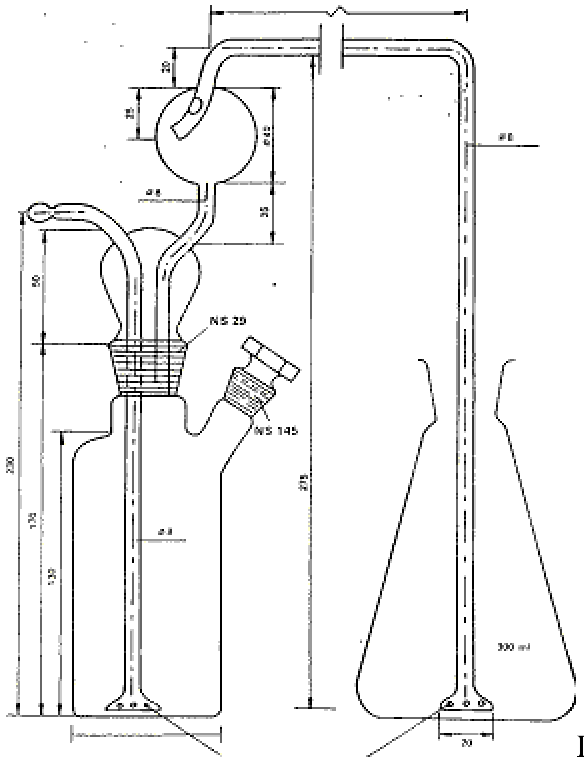
7.2.7. Цианамиден азот

Взема се аликвотна част от филтрата (7.2.1.2), съдържаща от 10 до 30 mg цианамиден азот, и се поставя в 250 ml чаша. Анализът продължава по метод 2.4.

8. Проверка на резултатите

8.1. В някои случаи може да има разлика между общия азот, получен директно от претеглена проба (7.1), и общ разтворим азот (7.2.2). Въпреки това разликата не би трябвало да е по-голяма от 0,5 %. Ако не се получи това, торът съдържа форми на неразтворим азот, които не са дадени в списъка на приложение № 1.

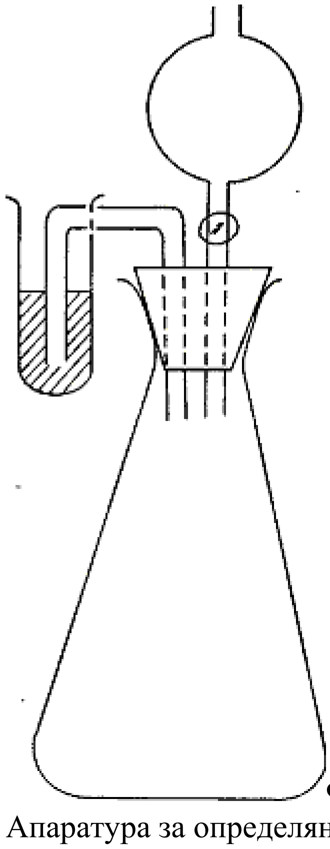
8.2. Преди всеки анализ се проверява дали апаратът работи както трябва и дали се използват подходящият метод и стандартен разтвор, съдържащ различните форми азот в съотношения, подобни на тези в изпитваната проба. Този стандартен разтвор се приготвя от стандартни разтвори на калиев тиоцианат (4.3), калиев нитрат (4.4), амониев сулфат (4.5) и карбамид (4.6).



Шест отвора с диаметър 1 mm

Фиг. 6

Апаратура за определянето на амонячен азот



Фиг. 7

Апаратура за определянето на амиден азот

Метод 2.6.2

Определяне на различни форми азот в торове, съдържащи азот само под формата на нитратен, амонячен и амиден азот

1. Цел

Целта на този текст е да представи опростен метод за определяне на различни форми азот в торове, съдържащи азот само като нитратен, амонячен и амиден азот.

2. Област на приложение

Този метод може да се използва за всички торове, дадени в приложение № 1, съдържащи изключително нитратен, амонячен или амиден азот.

3. Принцип

Следните определяния се извършват върху различни части от разтвор на една проба:

3.1. Общ разтворим азот:

3.1.1. При отсъствие на нитрати - чрез директно Келдалово разлагане на разтвора;

3.1.2. При наличие на нитрати - чрез Келдалово разлагане на част от разтвора след редукция по метода на Улш; амонякът и в двата случая се определя, както е описано в метод 2.1;

3.2. Общ разтворим азот, с изключение на нитратен азот - чрез Келдалово разлагане след отстраняване на нитратния азот в кисела среда с феросулфат; амонякът се определя, както е описано в метод 2.1;

3.3. Нитратен азот - чрез разликата между 3.1.2 и 3.2 или между общ разтворим азот (3.1.2) и сумата на амонячен и амиден азот (3.4 + 3.5);

3.4. Амонячен азот - чрез нискотемпературна дестилация след леко алкализиране; амонякът се получава в разтвор на сярна киселина и се определя, както е описано в метод 2.1;

3.5. Амиден азот, или:

3.5.1. чрез превръщане с уреаза в амоняк, който се определя чрез титруване със стандартен разтвор на солна киселина,

3.5.2. гравиметрично, като се използва ксантхидрол: съутаеният биурет може да се определи с амидния азот с малка грешка, нивото му обикновено е с ниска абсолютна стойност в сложните торове,

3.5.3. чрез разлика съгласно таблицата:

Случай	Нитратен азот	Амонячен азот	Разлика
1	Отсъствие	Наличие	(3.1.1)-(3.4)
2	Наличие	Наличие	(3.2)-(3.4)

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода

4.1. Калиев сулфат за анализ.

4.2. Желязо за анализ, редуцирано с водород (посоченото количество желязо трябва да може да редуцира минимум 50 mg нитратен азот).

4.3. Калиев нитрат за анализ.

4.4. Амониев сулфат за анализ.

4.5. Карбамид за анализ.

4.6. Разтвор на сярна киселина: 0,2 mol/l .

4.7. Концентриран разтвор на натриев хидроксид: приблизително 30 % (W/V) воден разтвор на mol/l aOH, несъдържащ амоняк.

4.8. Разтвор натриев или калиев хидроксид: 0,2 mol/l , несъдържащ карбонати.

4.9. Сярна киселина, плътност (d_{20} = 1,84).

4.10. Разредена солна киселина: 1 : 1 обемни.

4.11. Оцетна киселина: от 96 до 100 %.

4.12. Разтвор на сярна киселина, съдържащ приблизително 30 % H_2SO_4 (W/V), несъдържащ амоняк.

4.13. Феросулфат: на кристали $FeSO_4.7H_2O$.

4.14. Разтвор на сярна киселина: 0,1 mol/l .

4.15. Октилов алкохол.

4.16. Наситен разтвор на калиев карбонат.

4.17. Разтвор на натриев или калиев хидроксид: 0,1 mol/l .

4.18. Наситен разтвор на бариев хидроксид.

4.19. Разтвор на натриев карбонат: 10 % (W/V).

4.20. Солна киселина: 2 mol/l .

4.21. Разтвор на солна киселина: 0,1 mol/l .

4.22. Разтвор на уреаза.

Прави се суспензия от 0,5 g активна уреаза в 100 ml дестилирана вода. С 0,1 mol/l солна киселина (4.21) pH се довежда до 5,4, измерено с pH-метър.

4.23. Ксантхидрол.

5 %-ен разтвор в етанол или метанол (4.28) (не се използват продукти с високо съдържание на неразтво рими вещества); разтворът може да се съхранява на тъмно три месеца в добре затворена бутилка.

4.24. Катализатор.

Меден оксид (CuO): 0,3 до 0,4 g на определяне или еквивалентно количество на $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ от 0,95 до 1,25 g на определяне.

4.25. Гранули пемза, промити със солна киселина и накалени.

4.26. Индикаторни разтвори.

4.26.1. Смесен индикатор.

Разтвор А. Разтваря се 1 g метилово червено в 37 ml 0,1 mol/l разтвор на натриев хидроксид и се долива вода до един литър.

Разтвор Б : Разтваря се 1 g метиленово синьо във вода и се долива до един литър.

Смесва се един обем от разтвор А с два обема от разтвор Б.

Този индикатор е виолетов в кисел разтвор, сив-в неутрален разтвор, и зелен-в алкален разтвор. Използват се 0,5 ml (10 капки).

4.26.2. Разтвор на метилово червено

Разтваря се 0,1 g метилово червено в 50 ml 95 %-ен етанол. Долива се до 100 ml с вода и се филтрува, ако е необходимо. Този индикатор може да се използва (4 до 5 капки) вместо предишния.

4.27. Индикаторни хартии

Лакмусова хартия, бромтимолово синьо (или други хартии, чувствителни при pH от 6 до 8).

4.28. Етанол или метанол: 95 % (W/V).

5. Апаратура

5.1. Дестилационен апарат

Виж метод 2.1.

5.2. Апарат за определяне на амонячен азот (7.5.1).Виж метод 2.6.1 и фиг. 6.

5.3. Апарат за определяне на амиден азот по уреазния метод (7.6.1). Виж метод 2.6.1 и фиг. 7.

5.4. Ротационна клатачна машина (35 до 40 оборота/минута).

5.5. pH-метър.

5.6. Лабораторна стъклария: прецизни пипети от 2, 5, 10, 25, 50 и 100 ml,

- Келдалови колби с дълго гърло от 300 и 500 ml,
- мерителни колби от 100, 250, 500 и 1000 ml,
- стъклени филтри-тигли с диаметър на отворите от 5 до 15 mm,
- хаван.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Методи

7.1. Подготовка на разтвор за анализ

Претеглят се с точност до 1 mg 10 g от пробата и се пренасят в 500 ml мерителна колба. Добавят се 50 ml вода и след това 20 ml разредена солна киселина (4.10). Разклаща се. Оставя се в покой, докато не спре отделянето на въглероден диоксид. Добавят се 400 ml вода, клати се половин час, долива се до марката с вода, хомогенизира се и се филтрува през сух филтър в сух приемник.

7.2. Общ азот.

7.2.1. При отсъствие на нитрати

В 300 ml Келдалова колба с пипета се пренася част от филтрата (7.1), съдържаща най-много 100 mg азот. Добавят се 15 ml концентрирана сярна киселина (4.9), 0,4 g меден оксид или 1,25 g меден сулфат (4.24) и няколко стъклени перли за регулиране на кипенето. В началото се нагрява умерено, за да започне реакцията, а след това по-интензивно, докато течността стане без цветна или леко зеленикава и се появяват бели пари. След охлаждане разтворът се прехвърля в дестилационна колба, разрежда се до около 500 ml с вода и се добавят няколко гранули пемза (4.25). Колбата се свързва към дестилационния апарат (5.1) и определянето се извършва, както е описано в 7.1.1.2, метод 2.6.1.

7.2.2. При наличие на нитрати

В 500 ml Ерленмайерова колба с пипета се пренася част от филтрата (7.1), съдържаща не повече от 40 mg нитратен mol/l . На този етап на анализа общото количество азот не е важно. Добавят се 10 ml 30 %-на сярна киселина (4.12), 5 g редуцирано желязо (4.2) и незабавно Ерленмайеровата колба се покрива с часовниково стъкло. Нагрява се внимателно, докато реакцията стане силна, но не бурна. Спира се нагряването и се оставя поне три часа при стайна температура. Течността без разтвореното желязо се пренася количествено в 250 ml мерителна колба. До марката се долива вода. Внимателно се хомогенизира. С пипета се пренася част, съдържаща най-много 100 mg азот, в 300 ml Келдалова колба. Добавят се 15 ml концентрирана сярна киселина (4.9), 0,4 g меден оксид или 1,25 g меден сулфат (4.24), няколко стъклени перли за регулиране на кипенето. В началото се нагрява умерено, за да започне реакцията, а след това по-интензивно, докато течността стане безцветна или леко зеленикава и се появят бели пари. След охлаждане разтворът се прехвърля количествено в дестилационна колба, разрежда се до около 500 ml с вода и се добавят няколко гранули пемза (4.25). Колбата се свързва към дестилационния апарат (5.1) и определянето продължава, както е описано в 7.1.1.2, метод 2.6.1.

7.2.3. Празна проба

Празна проба се прави при същите условия и се използва при изчисляване на крайния резултат.

7.2.4. Изразяване на резултата

$$\% \text{ mol/l (общ)} = \frac{(a-A) \cdot 0{,}28}{M},$$

където:

а е ml 0,2 mol/l разтвор на натриев или калиев хидроксид (4.8), използван за празната проба, извършена чрез поставянето на 50 ml 0,2 mol/l разтвор на сярна киселина в приемника на апарата (4.6);

А - ml 0,2 mol/l разтвор на натриев или калиев хидроксид (4.8), използван за анализ;

М - маса на изпитваната проба в грамове, налична в аликвотната част (7.2.1 или 7.2.2).

7.3. Общ азот, с изключение на нитратен азот

7.3.1. Анализ

В 300 ml Келдалова колба с пипета се пренася аликвотна част от филтрата (7.1), съдържаща не повече от 50 mg азот за определяне. Разрежда се до 100 ml с вода, добавят се 5 g феросулфат (4.13), 20 ml концентрирана сярна киселина (4.9) и няколко стъклени перли за регулиране на кипенето. Първоначално се нагрява умерено, след това по-интензивно, докато се появят бели пари. Реакцията се поддържа 15 минути. Спира се нагряване то, добавят се 0,4 g меден оксид или 1,25 g меден сулфат (4.24) в качеството на катализатор. Възобновява се нагряването и се поддържа отделянето на бели пари от 10 до 15 минути. След охлаждане съдържанието на Келдаловата колба се пренася количествено в дестилационна колба (5.1). Разрежда се до около 500 ml с вода и се добавят няколко гранули пемза (4.2). Колбата се свързва към дестилационния апарат и определянето продължава както в 7.1.1.2, метод 2.6.1.

7.3.2. Празна проба

Виж 7.2.3.

7.3.3. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултата

$$\text{Общ - \% mol/l} = \frac{(a\text{-}A)\ .\ 0{,}28}{M},$$

където:

а е ml 0,2 mol/l разтвор на натриев или калиев хидроксид (4.8), използван за празната проба, извършен чрез поставянето на 50 ml титруван 0,2 mol/l разтвор на сярна киселина (4.6) в приемника на апарата (4.8);

А - ml 0,2 mol/l разтвор на натриев или калиев хидроксид (4.8), използван за анализ;

М - маса на изпитваната проба в грамове, налична в аликвотната част, използвана за определянето.

7.4. Нитратен азот

Получава се чрез разлика между:

7.2.4 - (7.5.3 +7.6.3),

или

7.2.4 - (7.5.3 +7.6.5),

или

7.2.4 - (7.5.3 +7.6.6).

7.5. Амонячен азот

7.5.1. Анализ

В суха колба на апарата (5.2) с пипета се пренася част от филтрата (7.1), съдържаща най-много 20 mg амонячен азот. Апаратът се сглобява. В 300 ml Ерленмайерова колба с пипета се отмерват точно 50 ml 0,1 mol/l разтвор на сярна киселина (4.14) и такова количество дестилирана вода, че нивото на течността да е около 5 cm над отвора на смукателната тръба. През страничното гърло на реакционната колба се въвежда дестилирана вода, за да се доведе обемът приблизително до 50 ml. Разклаща се. За да се избегне образуването на пяна при въвеждането на газовия поток, се добавят няколко капки октилов алкохол (4.15). Добавят се 50 ml наситен разтвор на калиев карбонат (4.16) и незабавно започва отстраняването на освободения от студената суспензия амоняк. Интензивният въздушен поток, необходим за тази цел (дебит-приблизително три литра на минута), предварително се пречиства, като се пуска да премине през промивните колби, съдържащи разредена сярна киселина и разреден натриев хидроксид. Вместо въздух под налягане може да се използва вакуум (водна смукателна помпа), при условие че връзките между апаратите са херметични.

Отстраняването на амоняка обикновено се извършва за три часа.

Желателно е това да се провери, като се смени Ерленмайеровата колба. Когато процесът приключи, Ерленмайеровата колба се отделя от апарата, стените ѝ и краят на смукателната тръба се изплакват с малко дестилирана вода, титрува се излишната киселина със стандартен 0,1 mol/l разтвор на натриев хидроксид (4.17).

7.5.2. Празна проба

Виж 7.2.3.

7.5.3. Изразяване на резултата

$$\text{\% mol/l (амонячен)} = \frac{a(a\text{-}A)\ .\ 0{,}14}{M},$$

където:

а е ml 0,1 mol/l разтвор на натриев или калиев хидроксид (4.17), използван за празната проба, извършена чрез поставянето с пипета на 50 ml 0,1 mol/l разтвор на сярна киселина (4.14) в 300 ml Ерленмайерова колба на апарата (5.2);

А - ml 0,1 mol/l разтвор на натриев или калиев хидроксид, използван за анализ (4.17);

М - маса на изпитваната проба в грамове, налична в аликвотната част, използвана за анализа.

7.6. Амиден азот

7.6.1. Уреазен метод

В 500 ml мерителна колба с пипета се пренася част от филтрата (7.1), съдържаща не повече от 250 mg амиден азот. За да се утаят фосфатите, се добавя подходящо количество наситен разтвор на бариев хидроксид (4.18), докато по-нататъшното добавяне не води до образува не на утайка. Излишъкът от бариеви йони се отстранява (и разтворените калциеви йони) с 10 %-ен разтвор на натриев карбонат (4.19). Оставя се да се утаи и се проверява дали утаяването е пълно. Допълва се до марката, хомогенизира се и се филтрува през нагънат филтър. 50 ml от филтрата се пренасят с пипета в 300 ml Ерленмайерова колба на апарата (5.3), подкиселява се с 2 mol/l солна киселина (4.20) до pH 3, измерено с pH-метър. pH се повишава до 5,4 с 0,1 mol/l натриев хидроксид (4.17). За да се избегнат загубите на амоняк, когато се извършва хидролиза с уреаза, Ерленмайеровата колба се затваря със запушалка, с капкова фуния и малък капкоулови тел, съдържащ точно 2 ml 0,1 mol/l разтвор на солна киселина (4.21). С капковата фуния се въвеждат 20 ml разтвор на уреаза (4.22). Оставя се един час при температура от 20 до 25 градуса по Целзий. С пипета в капковата фуния се въвеждат 25 ml стандартен разтвор на 0,1 mol/l солна киселина (4.2), оставя се да изтече в разтвора, след което се изплаква с малко вода. Съдържанието на капкоулови теля се прехвърля количествено към разтвора в Ерленмайеровата колба. Излишната киселина се титрува със стандартен разтвор на 0,1 mol/l натриев хидроксид (4.17), докато не се получи pH 5,4 , измерено с pH-метър.

Забележки:

1. След утаяване с разтворите на бариевия хидроксид и натриевия карбонат се допълва до марката, филтрира се и се неутрализира колкото е възможно по-бързо.

2. Титруването може също да се проведе при използването на индикатор (4.26), въпреки че по-трудно се наблюдава промяната на цвета.

7.6.2. Празна проба

Виж 7.2.3.

7.6.3. Изразяване на резултата

$$\% \text{ mol/l (амиден)} = \frac{(a-A) \cdot 0{,}14}{M},$$

където:

а е ml 0,1 mol/l разтвор на натриев или калиев хидроксид (4.17), използван в празната проба, извършена при същите условия както анализа;

А - ml 0,1 mol/l разтвор на натриев или калиев хидроксид (4.17), използван в анализа;

М - маса на изпитваната проба в грамове, налична в аликвотната част, използвана за анализа.

7.6.4. Гравиметричен метод с ксантхидрол

В 100 ml чаша с пипета се поставя част от филтрата (7.1), съдържаща не повече от 20 mg амид. Добавят се 40 ml оцетна киселина (4.11). Разбърква се със стъклена пръчка една минута. Оставя се пет минути за пълно утаяване. Филтрува се, промива се с няколко милилитра оцетна киселина (4.11). Към филтрата се добавят на капки 10 ml ксантхидрол (4.23), като непрекъснато се бърка със стъклена пръчка. Оставя се да се утаи, докато се появи утайка, и в този момент отново се бърка в продължение на една до две минути. Оставя се в покой час и половина. Филтрува се през стъклен филтър - тигел, предварително изсушен и претеглен. Промива се три пъти с 5 ml метанол (4.28), без да се отстранява всичката оцетна киселина. Поставя се в сушилня и се поддържат 130 градуса по Целзий един час (да не се превишават 145 градуса по Целзий). Оставя се да се охлади в ексикатор и се претегля.

7.6.5. Изразяване на резултата

$$\% \text{ mol/l (амиден)} = \frac{6{,}67 \cdot m}{M},$$

където:

m е маса на получената утайка в грамове;

М - маса на пробата в грамове, съдържаща се в аликвотната част, използвана в определянето.

За празната проба се правят корекции. По принцип биуретът може да се определи с амидния азот без голяма грешка, тъй като съдържанието му е с малка абсолютна стойност в сложните торове.

7.6.6. Метод чрез разлика

Амидният азот може да се пресметне чрез разлика, както е дадено в таблицата по-долу:

Случай	Нитратен азот	Амонячен азот	Амиден азот
1	Отсъствие	Наличие	(7.2.4)-(7.5.3)
2	Наличие	Наличие	(7.3.3)-(7.5.3)

8. Проверка на резултата

Преди всеки анализ трябва да се провери функционирането на апаратите и дали се прилагат правилно методите със стандартен разтвор, съдържащ различни форми на азот в съотношения, подобни на тези в пробата. Този стандартен разтвор се приготвя от титрувани разтвори на калиев нитрат (4.3), амониев сулфат (4.4) и карбамид (4.5).

М е т о д и 3

Фосфор

Методи 3.1
Екстракции

Метод 3.1.1
Екстракция на фосфор, разтворим в минерални киселини

1. Обхват

Този метод описва процедурата за определянето на фосфор, разтворим в неорганични киселини.

2. Област на приложение

Приложим изключително за фосфорни торове, дадени в приложение № 1.

3. Принцип

Екстракция на фосфор от тор със смес от азотна и сярна киселина.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода.

4.1. Сярна киселина ($d20 = 1,84$).

4.2. Азотна киселина ($d20 = 1,40$).

5. Апаратура

Обичайна лабораторна апаратура.

5.1. Келдалова колба с вместимост най-малко 500 ml или 250 ml облодънна колба с обратен хладник.

5.2. 500 ml мерителна колба.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Проба

Претеглят се 2,5 g от подготвената проба с точност до 0,001 g и се поставят в суха Келдалова колба.

7.2. Екстракция

Прибавят се 15 ml вода и се разбърква така, че веществото да се суспендира. Прибавя се 20 ml азотна киселина (4.2), след което много внимателно и 30 ml сярна киселина (4.1).

Когато първоначалната бурна реакция спре, съдържанието на колбата се довежда бавно до кипене и се кипи 30 минути. Оставя се да се охлади и след това внимателно при разбъркване се добавят около 150 ml вода. Кипенето продължава още 15 минути.

Охлажда се напълно и течността се прехвърля количествено в 500-ml мерителна колба. Допълва се обемът, смесва се и се филтрува през сух нагънат филтър, несъдържащ фосфати, като първата част от филтрата се изхвърля.

7.3. Определяне

Определянето на фосфор се извършва по метод 3.2 в аликвотна част от така получения разтвор.

Метод 3.1.2

Екстракция на фосфор, разтворим в 2 %-на мравчена киселина (20 g на литър)

1. Обхват

Този метод обхваща процедурата за определяне на фосфор, разтворим в 2 %-на мравчена киселина (20 g на литър).

2. Област на приложение

Изключително за меки природни фосфати.

3. Принцип

За да се разграничат твърдите природни фосфати от меките природни фосфати, фосфорът, разтворим в мравчена киселина, се екстрахира при специални условия.

4. Реактиви

4.1. Мравчена киселина, 2 % (20 g на литър)

Забележка. 82 ml мравчена киселина (концентрация от 98 до 100 %; d20 = 1,22) се разреждат до пет литра с дестилирана вода.

5. Апаратура

Обичайна лабораторна апаратура.

5.1. 500 ml мерителна колба [например Стохман (Stohmann)].

5.2. Ротационна клатачна машина (35 до 40 оборота/минута).

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Проба

Премерват се 5 g от приготвената проба с точност до 0,001 g и се поставят в суха 500 ml мерителна колба Стохман (5.1) с широко гърло.

7.2. Екстракция

При непрекъснато разклащане на колбата с ръка се добавя мравчената киселина (4.1) при 20 ± 1 градуса по Целзий, докато се стигне приблизително 1 cm под марката, след което обемът се допълва. Колбата се затваря с каучукова запушалка и се поставя на ротационната клатачна машина (5.2) 30 минути при 20 ± 2 градуса по Целзий.

Разтворът се филтрува през сух нагънат филтър без фосфати в сух стъклен приемник. Първата част от филтрата се изхвърля.

7.3. Определяне

Фосфорът се определя по метод 3.2 в аликвотна част на бистрия филтрат.

Метод 3.1.3

Екстракция на фосфор, разтворим в 2 %-на лимонена киселина (20 g на литър)

1. Обхват

Този метод описва процедурата за определяне на фосфор, разтворим в 2 % лимонена киселина (20 g на литър).

2. Област на приложение

Прилага се само за видове основна шлака (виж приложение № 1).

3. Принцип

Екстракция на фосфор от тор с 2 %-ен разтвор на лимонена киселина (20 g на литър) при определени условия.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода.

4.1. 2 %-ен разтвор на лимонена киселина (20 g на литър), приготвен от кристална лимонена киселина ($C6H8O7.H2\ O$).

Забележка.

Концентрацията на разтвора на лимонената киселина се проверява чрез титруване на 10 ml от последния с 0,1 mol/l стандартен разтвор на натриев хидроксид при индикатор фенолфталеин. Ако разтворът е точен, трябва да се използват 28,55 ml от стандартния разтвор.

5. Апаратура

5.1. Ротационна клатачна машина (35 до 40 оборота/минута).

6. Подготовка на пробата

Анализът се извършва върху продукта, получен след внимателно хомогенизиране на началната проба. Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Проба

Претеглят се 5 g от приготвената проба с точност до 0,001 g и се поставя в суха колба с достатъчно широко гърло и вместимост 600 ml, като течността се разклаща добре.

7.2. Екстракция

Добавят се 500 ± 1 ml от разтвора на лимонената киселина при 20 ± 1 градуса по Целзий. Когато се добавят първите милилитри от реактива, се разклаща енергично с ръка, за да се спре образуването на бучки и да се предотврати полепването по страните на колбата. Колбата се затваря с каучукова запушалка и се поставя на ротационната клатачна машина в продължение на 30 минути при температура 20 ± 2 градуса по Целзий.

Незабавно се филтрува през сух нагънат филтър, без фосфати, в сух стъклен приемник, като първите 20 ml от филтрата се изхвърлят. Филтруването продължава до получаване на достатъчно количество филтрат за извършване на определянето на фосфора.

7.3. Определяне

Определянето на фосфорния екстракт се извършва по метод 3.2 в аликвотна част от така получения разтвор.

Метод 3.1.4

Екстракция на фосфор, разтворим в неутрален амониев цитрат

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на фосфор, разтворим в неутрален амониев цитрат.

2. Област на приложение

Всички торове, за които е посочена разтворимост в неутрален амониев цитрат (виж приложение № 1).

3. Принцип

Екстракция на фосфор при температура 65 градуса по Целзий, като се използва разтвор на неутрален амониев цитрат (pH 7) при определени условия.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода.

4.1. Разтвор на неутрален амониев цитрат (pH 7).

Този разтвор трябва да съдържа 185 g кристална лимонена киселина на един литър и да има специфично тегло 1,09 при 20 градуса по Целзий и pH 7.

Реактивът се приготвя, както следва:

Разтварят се 370 g кристална лимонена киселина ($C6H8O7.H2\ O$) в около 1,5 l вода и се прави почти неутрален разтвор чрез добавянето на 345 ml разтвор на амониев хидроксид (28 до 29 % mol/l H3). Ако концентрация та на mol/l H3 е по-ниска от 28 %, прибавя се по-голямо количество разтвор на амониев хидроксид и се разрежда лимонената киселина в по-малко количество вода.

Разтворът се охлажда и се прави точно неутрален при използване на pH-метъра. Добавя се амонякът с концентрация от 28 до 29 % на mol/l H3 на капка при непрекъснато бъркане (с механична бъркалка) до получава не точно pH 7 при температура 20 градуса по Целзий. Допълва се обемът до 2 литра и pH се измерва отново.

Реактивът се съхранява в затворен съд и pH се проверява през равномерни интервали.

5. Апаратура

5.1. Двулитрова чаша.

5.2. pH-метър.

5.3. Ерленмайерова колба от 200 или 250 ml.

5.4. Мерителни колби от 500 ml и 2000 ml.

5.5. Водна баня, която може да се настройва с термостат на 65 градуса по Целзий, оборудвана с подходяща бъркалка (виж фиг. 8).

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Проба

Пренасят се 1 или 3 g от тора за анализ (виж приложение № 1) в 200 ml или 250 ml Ерленмайерова колба, съдържаща 100 ml разтвор на амониев цитрат, предварително загрят до 65 градуса по Целзий.

7.2. Анализ на разтвора

Ерленмайеровата колба се затваря и се разклаща, за да се суспендира торът без образуване на бучки. Запушалката се отстранява, за да се балансира налягането. Колбата се затваря отново. Поставя се във водна баня, настроена така, че температурата на съдържанието на колбата да се поддържа точно на 65 градуса по Целзий, и се пуска бъркалката (виж фиг. 8). По време на бъркането нивото на суспензията на колбата трябва да е постоянно под нивото на водата във водната баня (Ако няма механична бъркалка, колбата може да се разклаща ръчно на всеки пет минути). Механичното бъркане се регулира, за да се поддържа пълно суспендиране.

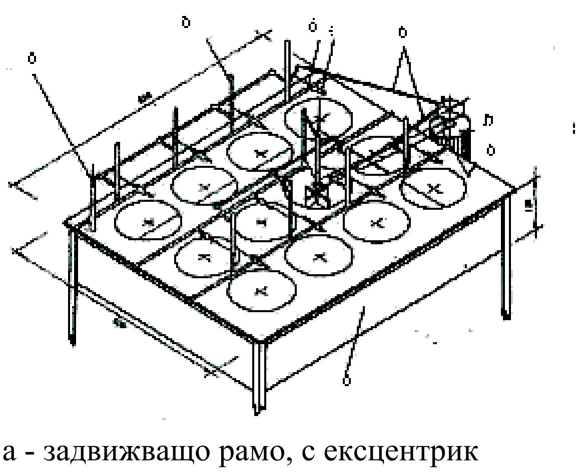
След разбъркване в продължение на един час Ерленмайеровата колба се изважда от водната баня.

Незабавно се охлажда под течаща вода до температурата на околната среда и веднага съдържанието се пренася количествено от Ерленмайеровата колба в мерителна 500 ml колба чрез промиване с пръскалка. Обемът се допълва с вода. Смесва се много добре. Филтрува се през сух нагънат филтър (средна скорост, без фосфати), като първата част от филтрата (около 50 ml) се изхвърля.

След това се събират около 100 ml бистър филтрат.

7.3. Определяне

Фосфорът в така получения екстракт се определя по метод 3.2.



Фиг. 8

а - задвижващо рамо, с ексцентрик

б - двигател с редукционен механизъм

в - задвижващ ремък

г - медна вана

д - контактен термометър

е - държател за щипките
ж - държател
з - щипка

Методи 3.1.5
Екстракция с алкален амониев цитрат

Метод 3.1.5.1
Екстракция на разтворим фосфор по Петерман (Petermann) при 65 градуса по Целзий

1. Обхват
Този метод дефинира процедурата за определяне на фосфор, разтворим в алкален амониев цитрат.
2. Област на приложение
Изключително за утаен калциев хидроген фосфат дихидрат ($CaHPO_4.2H_2O$).
3. Принцип
Екстракция на фосфор при температура 65 градуса по Целзий с алкален разтвор на амониев цитрат (Петерман) при определени условия.
4. Реактиви
Дестилирана вода или деминерализирана вода, имаща характеристиките на дестилирана вода.
4.1. Разтвор на Петерман.
4.2. Характеристики
Лимонена киселина ($C_6H_8O_7.H_2O$) : 173 g на литър.
Амоняк: 42 g амонячен азот на литър.
pH между 9,4 и 9,7.
Приготвяне от диамониев цитрат:
Разтварят се 931 g диамониев цитрат (молекулно тегло 226,19) в около 3500 ml вода в петлитрова мерителна колба. Разтворът в колбата се охлажда на течаща вода, разбърква се и се прибавят малки количества амоняк. Например за d_4^{20} = 0,906, съответстващо на 20,81 масови % амонячен азот, е необходимо да се прибавят 502 ml амонячен разтвор. Температурата се регулира на 20 градуса по Целзий, долива се до марката с дестилирана вода и се хомогенизира.
Приготвяне от лимонена киселина и амоняк:
Разтварят се 865 g лимонена киселина монохидрат в около 2500 ml дестилирана вода в съд с вместимост около пет литра. Съдът се поставя в ледена баня и при непрекъснато разбъркване на малки порции се добавя амонячен разтвор, като се използва фуния, чиято опашка е потопена в разтвора на лимонената киселина. Например за d_4^{20} = 0,906, съответстващо на 20,81 масови % амонячен азот, е необходимо да се добавят 1114 ml амонячен разтвор. Температурата се регулира на 20 градуса по Целзий, пренася се в петлитрова мерителна колба, долива се до марката с дестилирана вода и се хомогенизира.
Съдържанието на амонячен азот се проверява, както следва:
Пренасят се 25 ml от разтвора в 250 ml мерителна колба и обемът се допълва с дестилирана вода. Смесва се. Определя се съдържанието на амонячен азот в 25 ml от този разтвор по метод 2.1. Ако разтворът е точен, трябва да се използват 15 ml 0,5 mol/l сярна киселина.
Ако концентрацията на амонячния азот е по-висока от 42 g/l, амонякът може да се отстрани със струя инертен газ или чрез загряване, за да се върне pH до 9,7. Извършва се второ определяне.
Ако концентрацията на амонячния азот е по-ниска от 42 g/l, е необходимо да се добави една тегловна единица амонячен разтвор.

$$P = (42 - n \cdot 2{,}8) \cdot \frac{500}{20{,}81} \text{ g}$$

или обем $V = \frac{M}{0{,}906}$ при 20 градуса по Целзий.

Ако обемът е по-малък от 25 ml, се добавя директно към петлитровата колба с една тегловна единица лимонена киселина на прах V 0,173 g.

Ако обемът е по-голям от 25 ml, ще бъде по-удобно да се направи нов литър реактив по следния начин:

Претеглят се 173 g лимонена киселина. Разтварят се в 500 ml вода и като се вземат споменатите предпазни мерки, се добавят не повече от 225 + V . 1206 ml амонячен разтвор, който е бил използван за приготвянето на 5 литра реактив. Обемът се допълва с вода. Смесва се.

Този литър се смесва с 4975 ml, приготвени преди това.

5. Апаратура

5.1. Водна баня, която може да поддържа температура 65 ± 1 градуса по Целзий.

5.2. 500 ml мерителна колба (напр. Стохман).

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Проба

Претегля се 1 g от подготвената проба с точност до 0,001 g и се пренася в 500 ml мерителна колба (5.2).

7.2. Екстракция

Прибавят се 200 ml разтвор на алкален амониев цитрат (4.1). Колбата се затваря и енергично се разклаща с ръка, за да се избегне образуването на бучки и полепване на веществото по стените на колбата.

Колбата се поставя във водна баня, настроена на 65 градуса по Целзий, и се разклаща всеки пет минути през първия половин час на престой. След всяко разклащане запушалката се повдига за изравняване на налягането. Нивото на водата във водната баня трябва да е над нивото на разтвора в колбата. Колбата се оставя във водната баня още един час при 65 градуса по Целзий, като се разклаща на всеки 10 минути. След изваждането ѝ колбата се охлажда до около 20 градуса по Целзий. Обемът се допълва до 500 ml с вода. Смесва се и се филтрува през суха нагъната филтърна хартия, несъдържаща фосфати, като първата част от филтрата се изхвърля.

7.3. Определяне

Определянето на екстрахирания фосфор се извършва по метод 3.2 в аликвотна част от така получения разтвор.

Метод 3.1.5.2

Екстракция на разтворим фосфор по метода

на Петерман (Petermann) при стайна температура

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на фосфор, разтворим в студен алкален амониев цитрат.

2. Област на приложение

Само за смлени фосфорити.

3. Принцип

Екстракция на фосфор при температура около 20 градуса по Целзий с алкален разтвор на амониев цитрат (разтвор на Петерман) при определени условия.

4. Реактиви

Виж метод 3.1.5.1.

5. Апаратура

5.1. Обичайно лабораторна апаратура и 250 ml градуирана колба (напр. Стохман).

5.2.Ротационна клатачна машина (35 до 40 оборота/минута).

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Проба

Претеглят се 2,5 g от приготвената проба с точност до 0,001 g и се поставят в 250 ml мерителна колба (5.1).

7.2. Екстракция

Прибавя се малко количество от разтвора на Петерман при 20 градуса по Целзий, разклаща се енергично, за да се спре образуването на бучки и да се предотврати полепването по стените на колбата. Допълва се до марката с разтвора на Петерман и колбата се затваря с каучукова запушалка.

Клати се два часа на ротационна клатачна машина (5.2). Филтрува се незабавно през сух нагънат филтър, несъдържащ фосфати, в сух съд, като първата част от филтрата се изхвърля.

7.3. Определяне

Определянето на фосфора се извършва по метод 3.2 в аликвотна част от така получения разтвор.

Метод 3.1.5.3

Екстракция на фосфор, разтворим в алкален амониев цитрат на Жоли (Jolie)

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на фосфор, разтворим в алкален амониев цитрат на Жоли.

2. Област на приложение

Всички еднокомпонентни и сложни фосфорни торове, в които фосфорът се среща в калциева алумофосфатна форма.

3. Принцип

Екстракция чрез енергично разклащане с алкален разтвор на амониев цитрат с определени параметри (и където е необходимо-в присъствието на оксин) при около 20 градуса по Целзий.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода.

4.1. Алкален разтвор на амониев цитрат на Жоли.

Този разтвор съдържа 400 g лимонена киселина и 153 g mol/l H3 на литър. Съдържанието на свободен амоняк в него е приблизително 55 g на литър. Може да се приготви по един от методите, описани по-долу.

4.1.1. В еднолитрова мерителна колба се разтварят 400 g лимонена киселина (C6H8O7.H2 O) в приблизително 600 ml амоняк (d20 = 0,925, т.е. 200 g амоняк на литър). Лимонената киселина се добавя последовател но в количества от 50 до 80 g, като температурата се поддържа под 50 градуса по Целзий. Обемът се допълва до един литър с амоняк.

4.1.2. В еднолитрова мерителна колба се разтварят 432 g двуосновен амониев цитрат (C6H14N2O7) в 300 ml вода. Прибавят се 440 ml амоняк (d20 = 0,925). Обемът се допълва до един литър с вода.

Забележка.

Проверка на съдържанието на общ амоняк.

Взема се 10 ml проба от цитратния разтвор и се поставя в 250 ml колба. Обемът се допълва с дестилирана вода. Определя се съдържанието на амонячния азот в 25 ml от този разтвор по метод 2.1.

1 ml 0,5 mol/l H2SO4 = 0,008516 g mol/l H3.

При тези условия реактивът се счита за точен, ако милилитрите, установени при титруване, са между 17,7 и 18 ml.

Ако това не се получи, се добавя 4,25 ml амоняк (d20 = 0,925) на всеки 0,1 ml под 18-те милилитра, посочени по-горе.

4.2. 8-хидроксихинолин (оксин) на прах.

5. Апаратура

5.1. Обичайна лабораторна апаратура и малък хаван от стъкло или порцелан с пестик.

5.2. 500 ml мерителна колба.

5.3. 1000 ml мерителна колба.

5.4. Ротационна клатачна машина (35 до 40 оборота/минута).

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Проба

Претегля се 1 g от приготвената проба с точност до 0,0005 g и се поставя в малък хаван. Прибавят се около 10 капки цитрат (4.1) за овлажняване и се стрива внимателно с пестика.

7.2. Екстракция

Прибавят се 20 ml амониев цитрат (4.1) и се смесва до получаване на паста, която се оставя да се втвърди за около една минута.

Течността се отдекантира в 500 ml мерителна колба, като се внимава частичките да не преминат в колбата. Прибавят се 20 ml цитратен разтвор (4.1) към остатъка, смила се, както е дадено по-горе, и се отлива течността в мерителната колба. Този процес се повтаря 4 пъти, така че в края на петия път в колбата да може да се прехвърли целият стрит продукт. Общото количество цитрат, използван за тези процедури, трябва да е приблизително 100 ml.

Пестикът и хаванът се промиват над мерителна колба с 40 ml дестилирана вода.

Затворената колба се клати три часа на ротационна клатачна машина (5.4).

Колбата се оставя изправена от 15 до 16 часа, клати се отново при същите условия три часа. Температурата по време на целия процес се поддържа 20 ± 2 градуса по Целзий.

Допълва се до марката с дестилирана вода. Филтрува се през сух филтър, първата част от филтрата се изхвърля, а бистрият филтрат се събира в суха колба.

7.3. Определяне

Определянето на ектрахирания фосфор се извършва по метод 3.2 в аликвотна част от така получения разтвор.

8. Приложение

Използването на оксин прави възможно прилагането на този метод за торове, съдържащи магнезий. Тази употреба се препоръчва, когато съотношението на магнезий и фосфорен анхидрид е по-високо от 0,03 ($Mg/P2O5 > 0,03$). В този случай към навлажнената проба за анализ се прибавят 3 g оксин. Използването на оксин в отсъствието на магнезий няма да попречи на определянето. Ако се знае, че магнезият отсъства, възможно е да не се използва оксин.

Метод 3.1.6

Екстракция на водоразтворим фосфор

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на водоразтворим фосфор.

2. Област на приложение

Всички торове, включително сложните, в които трябва да се определи водоразтворимият фосфор.

3. Принцип

Екстракция във вода чрез клатене при определени условия.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода.

5. Апаратура

5.1. 500 ml мерителна колба (напр. Стохман).

5.2. Ротационна клатачна машина (35 до 40 оборота/минута).

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Проба

Претеглят се 5 g от подготвената проба с точност до 0,001 g и се поставят в 500 ml мерителна колба (5.1).

7.2. Екстракция

Към колбата се добавят 450 ml вода, чиято температура трябва да е между 20 и 25 градуса по Целзий.

Клати се в ротационна клатачна машина (5.2) 30 минути.

След това се долива с вода до марката, смесва се много добре чрез разклащане и се филтрира през сух нагънат филтър без фосфат в сух съд.

7.3. Определяне

Определението на фосфор се извършва в аликвотна част от така получения разтвор по метод 3.2.

Метод 3.2

Определяне на екстрахиран фосфор

(Гравиметричен метод с използване на хинолин фосфомолибдат)

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на фосфор в екстракти от торове.

2. Област на приложение

Методът е приложим за всички екстракти от торове /Фосфор, разтворим в неорганични киселини; водоразтворим фосфор; фосфор, разтворим в разтвори на амониев цитрат; фосфор, разтворим в 2 %-на лимонена киселина, и фосфор, разтворим в 2 %-на мравчена киселина/ за определяне на различни форми фосфор.

3. Принцип

След евентуална хидролиза фосфорът се утаява в киселинна среда под формата на хинолин фосфомолибдат.

След филтруване и измиване утайката се изсушава при температура 250 градуса по Целзий и се претегля. При посочените условия няма странично влияние, причинено от съединенията, които могат да преминат в разтвора (неорганични и органични киселини, амониеви йони, разтворими силикати и др.), ако при утаяването се използва реактив на базата на натриев молибдат или амониев молибдат.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода.

4.1. Концентрирана азотна киселина ($d20 = 1,40$).

4.2. Приготвяне на реактивите.

4.2.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Приготвяне на реактиви на базата на натриев молибдат.

Разтвор А: Разтварят се 70 g натриев молибдат дихидрат в 100 ml дестилирана вода.

Разтвор Б: Разтварят се 60 g монохидрат на лимонена киселина в 100 ml дестилирана вода и се добавят 85 ml концентрирана азотна киселина (4.1).

Разтвор В: Смесва се разтвор А в разтвор Б, за да се получи разтвор В.

Разтвор Г: Към 50 ml дестилирана вода се прибавят 35 ml концентрирана азотна киселина (4.1), след това 5 ml прясно дестилиран хинолин. Този разтвор се прибавя към разтвор В, смесва се много добре и се оставя да престои на тъмно за едно денонощие. След това се допълва до 500 ml с дестилирана вода, разбърква се отново и се филтрува през стъклен филтър-тигел (5.6).

4.2.2. Приготвяне на реактив на базата на амониев молибдат.

Разтвор А: В 300 ml дестилирана вода се разтварят 100 g амониев молибдат при слабо нагряване и периодично разбъркване.

Разтвор Б: Разтварят се 120 g на лимонена киселина монохидрат в 200 ml дестилирана вода, прибавят се 170 ml концентрирана азотна киселина (4.1).

Разтвор В: Добавят се 10 ml прясно дестилиран хинолин към 70 ml концентрирана азотна киселина (4.1).

Разтвор Г: Налива се бавно при разбъркване разтвор А в разтвор Б. След цялостно смесване към тази смес се добавя разтвор В и се допълва до един литър. Оставя се да престои на тъмно два дни и се филтрува през стъклен филтър-тигел (5.6).

Могат да се използват реактивите 4.2.1 и 4.2.2, но и двата трябва да се държат на тъмно в затворени полиетиленови бутилки.

5. Апаратура

5.1. Обичайна лабораторна апаратура и 500 ml Ерленмайерова колба с широко гърло.

5.2. Градуирани пипети от 10, 25 и 50 ml.

5.3. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Филтър-тигел с порьозност 5 до 20 mm.

5.4. Бухнерова колба.

5.5. Сушилня, регулирана на 250 ± 10 градуса по Целзий.

5.6. Стъклен филтър-тигел с порьозност 5mm до 20 mm.

6. Процедура

6.1. Обработка на разтвора

С пипета се взема аликвотна част от торовия екстракт (виж таблица 2), съдържаща около 0,01 g P2O5, и се поставя в 500 ml Ерленмайерова колба. Добавят се 15 ml концентрирана азотна киселина /Прибавят се 21 ml, когато разтворът за утаяване съдържа повече от 15 ml цитратен разтвор неутрален цитрат, алкален цитрат на Петерман или Жоли/ (4.1) и се разрежда с вода до около 100 ml.

Таблица 2

Определяне на аликвотни части от фосфатни разтвори

% P2O5 втора	% P втора	Проба за анализ (g)	Разреж-дане (до ml)	Проба (ml)	Разреж-дане (до ml)	Проба за утаяване (ml)	Фактор за преобра-зуване на хинолин фосфомолибдат (F), в % P2O5	Фактор за преобра-зуване на хинолин фосфомолибдат (F), в % P
5-10	2,2-	1	500			50	32,074	13,984
	4,4	5	500			10	32,074	13,984
10-25	4,4-	1	500			25	64,148	27,968
	11,0	5	500	50	500	50	64,148	27,968
над 25	над 11	1	500			10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

6.2. Хидролиза

Ако се предполага, че в разтвора има метафосфати, пирофосфати или полифосфати, хидролизата се провежда, както следва:

Съдържанието на Ерленмайеровата колба се довежда до слабо кипене и се поддържа при тази температура, докато не завърши хидролизата (обикновено отнема един час). Внимава се да не се причинят загуби от изпръскване и превишено изпаряване, което би намалило началния обем повече от половината. Монтира се обратен хладник. След хидролизата се долива дестилирана вода до началния обем.

6.3. Претегляне на тигела

Стъкленият филтър-тигел (5.3) се суши най-малко 15 минути в сушилня при температура 250 ± 10 градуса по Целзий. След охлаждане в ексикатор се претегля.

6.4. Утаяване

Киселинният разтвор, съдържащ се в Ерленмайеровата колба, се нагрява до кипене, след което се утаява хинолин фосфомолибдатът чрез прибавянето на капки 40 ml утаяващ реактив (4.2.1 или 4.2.2) /За утаяване на фосфатни разтвори, съдържащи повече от 15 ml цитратен разтвор (неутрален, на Петерман или Жоли), които са били подкиселени с 21 ml концентрирана азотна киселина (виж забележка под черта към 6.1), се използват 80 ml утаяващ реактив/ при непрекъснато бъркане.

Ерленмайеровата колба се поставя в кипяща водна баня, престоява там 15 минути, като от време на време се разклаща. Разтворът може да се филтрува веднага след охлаждане.

6.5. Филтруване и промиване

Разтворът се филтрува под вакуум чрез декантиране. Утайката се промива в Ерленмайеровата колба с 30 ml вода. Разтворът се отдекантира и филтрува. Този процес се повтаря пет пъти. Остатъкът от утайката се прехвърля количествено в тигела, като се промива с вода. Промива се 4 пъти с 20 ml вода, като течността се оставя да се изтече от тигела преди всяка добавка. Утайката се изсушава напълно.

6.6. Изсушаване и претегляне

Външната страна на тигела се избърсва с филтърна хартия. Този тигел се поставя в сушилня и се суши до постоянна маса при температура 250 градуса по Целзий (5.5) (обикновено 15 минути); поставя се в ексикатор да се охлади до стайна температура и бързо се претегля.

6.7. Празна проба

За всяка серия от определяния се прави празна проба, като се използват само реактиви и разтворители в количества, използвани при екстракцията (цитратен разтвор и др.), и се взема предвид при изчисляването на крайния резултат.

6.8. Проверка

Извършва се определяне, като се използва аликвот на част от разтвор на калиев дихидрогенфосфат, съдържащ 0,01 g P_2O_5.

7. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултата

Ако се използват пробите за анализ и разреждане, посочени в таблица 2, прилага се следната формула:

% P в тора = (A-a) . Fx

или

% P_2O_5 в тора = (A-a) . F,

където:

A е масата на хинолин фосфомолибдата в грамове;

a - масата на хинолин фосфомолибдата в грамове, получена в празната проба;

F и Fx-фактори, дадени в последните две колони на таблица 2.

За проби за анализ и разреждания, различни от дадените в таблица 2, важи следната формула:

$$\% \text{ P в тора} = \frac{(A-a) \,.\, fx \,.\, D \,.100}{M}$$

или

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ в тора} = \frac{(A-a) \,.\, f \,.\, D \,.100}{M},$$

където:

f и fx са фактори на преобразуване на хинолин фосфомолибдат в P_2O_5 = 0,032074 (f) или в P = 0,013984 (fx);

D е коефициент на разреждане;

M - масата на анализираната проба в грамове.

М е т о д 4

Калий

Метод 4.1

Определяне на съдържанието на водоразтворим калий

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на водоразтворим калий.

2. Област на приложение

Всички калиеви торове, дадени в приложение № 1.

3. Принцип

Калият в пробата за анализ се разтваря във вода. След отстраняване или фиксиране на веществата, които биха могли да попречат на количественото определяне, калият се утаява в слабоалкална среда под формата на калиев тетрафенилборат.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода.

4.1. Формалдехид.

Бистър разтвор на формалдехид от 25 до 35 %.

4.2. Калиев хлорид за анализ.

4.3. Разтвор на натриев хидроксид: 10 mol/l .

Трябва да се вземат мерки за използването на натриев хидроксид, несъдържащ калий.

4.4. Индикаторен разтвор.

Разтварят се 0,5 g фенолфталеин в етанол с концентрация 90 % и обемът се допълва до 100 ml.

4.5. Разтвор на EDTA.

Разтварят се 4 g динатриева сол дихидрат на етилендиаминтетраоцетна киселина във вода в 100 ml мерителна колба. Допълва се обемът и се смесва.

Този реактив се съхранява в пластмасов съд.

4.6. Разтвор на STPB.

Разтварят се 32,5 g натриев тетрафенилборат в 480 ml вода, добавят се 2 ml разтвор на натриев хидроксид (4.3) и 20 ml разтвор на магнезиев хлорид (100 g $MgCl2.6H2O$ на литър).

Разбърка се 15 минути и се филтрува през фин безпепелен филтър.

Този реактив се съхранява в пластмасов съд.

4.7. Течност за промиване.

Разтварят се 20 ml разтвор на STPB (4.6) до 1000 ml с вода.

4.8. Бромна вода.

Наситен бромен разтвор във вода.

5. Апаратура

5.1. 1000 ml мерителна колба.

5.2. 250 ml чаша.

5.3. Филтър-тигел с порьозност от 5 до 20 m.

5.4. Сушилня, регулирана на 120 ± 10 градуса по Целзий.

5.5. Ексикатор.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

Когато се анализират калиеви соли, пробата трябва да е достатъчно фино смляна, за да се получи представителна проба за анализ. За тези продукти се използва метод 1 (6) (а).

7. Процедура

7.1. Проба

Претеглят се 10 g от приготвената проба с точност до 0,001 g (5 g за калиеви соли, съдържащи повече от 50 % калиев оксид). Поставят се в 600 ml чаша с приблизително 400 ml вода.

Довежда се до кипене и се оставя да кипи 30 минути. Охлажда се и се прехвърля количествено в мерителна колба от 1000 ml, долива се до марката с дестилирана вода, разбърква се и се филтрира в сух приемник. Първите 50 ml от филтрата се изхвърлят (виж 7.6, забележка по процедура).

7.2. Приготвяне на аликвотна част за утаяване

С пипета се пренася аликвотна част от филтрата, съдържащ от 25 до 50 mg калий (виж таблица 3) и се поставя в 250 ml чаша. Ако е необходимо, се допълва до 50 ml с вода.

За да се отстранят всякакви пречки, се добавят 10 ml от разтвор на EDTA (4.5), няколко капки разтвор на фенолфталеин (4.4) и сместа се разбърква, след което на капки се добавя разтвор на натриев хидроксид (4.3) до почервеняване. Накрая се добавят още няколко капки натриев хидроксид, за да се осигури излишък (обикновено 1 ml натриев хидроксид е достатъчен да неутрализира пробата и да осигури излишък).

За да се отстрани по-голямата част от амоняка (виж 7.6 (б), забележка по процедурата), се кипи внимателно 15 минути.

Ако е необходимо, се добавя вода, за да се доведе обемът до 60 ml. Разтворът се кипва, чашата се отстранява от нагревателя и се добавят 10 ml формалдехид (4.1). Добавят се няколко капки фенолфталеин и ако е необходимо, още малко натриев хидроксид, докато се получи определено червен цвят. Чашата се покрива с часовниково стъкло и се поставя на парна баня за 15 минути.

7.3. Претегляне на тигела

Филтърният тигел се суши (виж 5 "Апаратура") до запазване на постоянно тегло (около 15 минути) в сушилня (5.4) при 120 градуса по Целзий.

Поставя се в ексикатор за охлаждане и след това се претегля.

7.4. (доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Утаяване

Чашата се отстранява от парната баня и при разбъркване се добавя на капки 10 ml разтвор на STPB (4.6). Добавянето отнема около 2 минути. Изчаква се най-малко 10 минути, преди да се филтрува.

7.5. Филтруване и промиване

Филтрува се под вакуум в претегления тигел, чашата се изплаква с течност за промиване (4.7), утайката се промива три пъти с течността за промиване (цялата течност за промиване е 60 ml) и два пъти с 5 до 10 ml вода.

Утайката се изсушава цялостно.

7.6. Изсушаване и претегляне

Външната част на тигела се избърсва с филтърна хартия. Тигелът заедно със съдържанието му се поставя в сушилнята за час и половина при температура 120 градуса С. Тигелът се оставя в ексикатора, за да се охлади до стайна температура, и бързо се претегля.

Забележки по процедурата.

(а) Ако филтратът е тъмен на цвят, с пипета се прехвърля аликвотна част от него, съдържаща най-много 100 mg K2O в 100 ml мерителна колба. Добавя се бромна вода и се довежда до кипене, за да се отстрани излишният бром. След охлаждане обемът се допълва, филтрува се и калият се определя количествено в аликвотна част от филтрата.

(б) Когато има малко количество или няма амонячен азот, не се налага да се кипи 15 минути.

7.7. Аликвотни части, вземани като проби, и фактори на преобразуване

Таблица 3

За метод 4

% K2O втора	% K втора	Проба за анализ (g)	Проба от екстрактния разтвор за разреждане (ml)	Разреж-дане (до ml)	Аликвотна част, която се взема като проба за утаяване (ml)	Фактори на преобразуване (F) % K2O / g TPBK	Фактори на преобразуване (F) % K / g TPBK
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	или -		10	131,400	109,060
			или 50	250	50	131,400	109,060
повече	повече	5	или -	-	10	262,800	218,120
от 50	от 41,5		или 50	250	50	262,800	218,120

7.8. Празна проба

За всяка серия определяния се извършва празна проба, като се използват само реактивите в количества, използвани за анализ, и се взема предвид при пресмятането на крайния резултат.

7.9. Контролно изпитване

За да се получи контрол на метода за анализ, трябва да се извърши определяне в аликвотна част от воден разтвор на калиев хлорид, съдържащ максимум 40 mg K2O.

8. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултата

Ако се използват пробите за анализ и разрежданията та, показани в таблица 3, се прилага следната формула:

% K2O в тора = (A-a) . F

или

% K в тора = (A-a) . Fx,

където:

A е маса на утайката от пробата в грамове;

a - маса на утайката от празната проба в грамове;

F и Fx са фактори (вж. таблица 3).

За проби и разреждане, различни от показаните в таблица 3, се използва следната формула:

$$K_2O \text{ в тора} = \frac{(A - a) \cdot f \cdot D \cdot 100}{M},$$

или

$$K \text{ в тора} = \frac{(A - a) \cdot f' \cdot D \cdot 100}{M}$$

където:

f е фактор на преобразуване на КТРВ в K_2O = 0,1314;

fx - фактор на преобразуване на КТРВ в K = 0,109;

D - коефициент на разреждане;

M - маса в грамове на проба за анализ.

М е т о д 5

Хлор

Определяне на хлориди при отсъствие на органични вещества

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне на хлорид при отсъствие на органични вещества.

2. Област на приложение

Всички торове, които не съдържат органични вещества.

3. Принцип

Хлоридите, разтворени във вода, се утаяват в кисела среда с излишък от стандартен разтвор на сребърен нитрат. Излишъкът се титрува с разтвор на амониев тиоцианат в присъствието на фериамониев сулфат (метод на Фолхард).

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализирана вода, несъдържаща хлорид.

4.1. Нитробензол или диетилетер.

4.2. Азотна киселина: 10 mol/l .

4.3. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Индикаторен разтвор.

Разтварят се 40 g фериамониев сулфат $FeNH_4(SO_4)_2.12H_2O$ във вода и се допълва до един литър.

4.4. Стандартен разтвор на сребърен нитрат: 0,1 mol/l .

4.5. Стандартен разтвор на амониев тиоцианат: 0,1 mol/l .

Приготвяне

Тъй като тази сол е хигроскопична и не може да се изсуши без риск от разлагане, се препоръчва претегляне на приблизително 9 g, разтваряне във вода и допълване на обема до един литър. Довежда се до 0,1 mol/l концентрация на разтвора чрез титруване с 0,1 mol/l сребърен нитрат.

5. Апаратура

5.1. Ротационна клатачна машина (35 до 40 оборота/минута).

5.2. Бюрети.

5.3. 500-ml мерителна колба.

5.4. Конична (Ерленмайерова) колба от 250 ml.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Проба и приготвяне на разтвора

5 g от пробата, претеглена с точност до 0,001 g, се поставят в 500-ml мерителна колба и се добавят 450 ml вода. Разклаща се на ротационна клатачна машина (5.1) половин час; допълва се до 500 ml с дестилирана вода; хомогенизира се и се филтрува в чаша.

7.2. Определяне

Взема се аликвотна част от филтрата, съдържащ не повече от 0,150 g хлорид. Например 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) или 100 ml (1 g). Ако взетата проба е по-малка от 50 ml, е необходимо да се допълни обемът до 50 ml с дестилирана вода.

Добавят се 5 ml 10 mol/l азотна киселина (4.2), 20 ml индикаторен разтвор (4.3) и две капки стандартен разтвор на амониев тиоцианат (проба от последния реактив се взема с бюрета).

След това с бюрета се добавя стандартен разтвор на сребърен нитрат (4.4), докато не се получи излишък от 2 до 5 ml. Добавят се 5 ml нитробензол или 5 ml диетилетер (4.1) и се разклаща добре, за да се агломерира утайката. Излишният сребърен нитрат се титрува с 0,1 mol/l амониев тиоцианат (4.5), докато се получи червенокафяв цвят, който остава след леко разклащане на колбата.

Забележка

Нитробензолът или диетилетерът (преди всичко нитробензолът) предотвратяват реакцията на сребърния хлорид с тиоцианатните йони, в резултат на което се получава ясна промяна на цвета.

7.3. Празна проба

Празна проба се прави при същите условия и се взема предвид при изчисляване на крайния резултат.

7.4. Контролно изпитване

Преди провеждане на определянията трябва да се провери точността на метода, като се използва аликвотна част от прясно приготвен разтвор на калиев хлорид, съдържаща познато количество от порядъка на 100 mg хлорид.

8. Изразяване на резултата

Резултатът от анализа се изразява като процент хлорид, съдържащ се в пробата, така както е получена за анализ.

Процентното съдържание на хлорид (Cl) се изчислява с формулата:

$$\% \text{ хлорид} = 0{,}003546 \quad \frac{(Vz-Vcz)-(Va-Vca)\,.\,100}{M},$$

където:

Vz е милилитра 0,1 mol/l сребърен нитрат;

Vcz - милилитра 0,1 mol/l сребърен нитрат, използван в празната проба;

Va - милилитра 0,1 mol/l амониев тиоцианат;

Vca - милилитра 0,1 mol/l амониев тиоцианат, използван в празната проба;

M - маса на взетата проба (7.2) в грамове.

М е т о д и 6

Степен на смилане

Метод 6.1

Определяне степента на смилане (суха процедура)

1. Обхват

Този метод дефинира сухата процедура за определяне степента на смилане.

2. Област на приложение

Всички видове торове, за които са дадени изисквания за степен на смилане при използване на сита 0,63 mm и 0,160 mm.

3. Принцип

Чрез механичен апарат за ситов анализ се определят количествата от продукта с размер на гранулите над 0,63 mm и тези с размер на гранулите между 0,16 mm и 0,63 mm, а процентът на финото смилане се изчислява.

4. Апаратура

4.1. Клатачна машина

4.2. Сита с отвори съответно 0,16 и 0,63 mm и стандартни размери (20 cm диаметър и 5 cm височина).

5. Процедура

Претеглят се 50 g от веществото с точност до 0,05 g. Монтират се две сита и дъно на клатачна машина (4.1), като ситото с по-големите отвори се поставя отгоре. Пробата за анализ се поставя на горното сито. Пресява се 10 минути и частта, събрана на дъното, се отстранява. Апаратът се пуска отново и след една минута се проверява дали количеството, събрано на дъното през това време, не е повече от 250 mg. Повторя се процедурата (всеки път по една минута), докато събраното количество е под 250 mg. Остатъкът върху двете сита се претегля поотделно.

6. Изразяване на резултата

% частици със ситото с отвори 0,63 mm = (50-M1) . 2

% частици със ситото с отвори 0,16 mm = [50-(M1 + M2)] . 2,

където:

M1 е маса на остатъка върху ситото с отвори 0,63 mm в грамове;

M2 - маса на остатъка върху ситото с отвори 0,16 mm в грамове.

Резултатът от тези изчисления се закръглява до най-близката единица.

Метод 6.2

Определяне степента на смилане на меки природни фосфати

1. Обхват

Този метод е за определяне степента на смилане на меки природни фосфати.

2. Област на приложение

Меки природни фосфати

3. Принцип

При проби с фини частици може да се получи агломерация, която прави трудно сухото пресяване. Поради тази причина обикновено се използва мокро сеене.

4. Реактиви

Разтвор на натриев хексаметафосфат: 1 %.

5. Апаратура

5.1. Сита с отвори съответно 0,063 mm и 0,125 mm със стандартни размери (диаметър 20 cm и височина 5 cm); дъно.

5.2. Стъклена фуния с диаметър 20 cm, монтирана върху статив.

5.3. 250 ml чаши.

5.4. Сушилня.

6. Метод за анализ

6.1. Вземане на проба

Претеглят се 50 g от веществото с точност до 0,05 g. Двете страни на ситото се измиват с вода и ситото с отвори 0,125 mm се поставя над ситото с отвори 0,063 mm.

6.2. Процедура

Пробата за анализ се поставя на горното сито. Пресява се под слаба струя студена вода (може да се използва вода от чешмата), докато водата практически стане бистра при преминаването си през ситото. Трябва да се внимава водният поток да е такъв, че долното сито никога да не се пълни с вода.

Когато остатъкът на горното сито започне да изглежда постоянен, ситото се отстранява и се поставя върху приемен съд.

Мокрото пресяване продължава през долното сито няколко минути, докато водата, минаваща през него, стане бистра.

Ситото с размер 0,125 mm отново се поставя над ситото 0,063 mm. Утайката от приемния съд се прехвърля в горното сито и пресяването започва отново под слаба струя вода, докато водата стане бистра още веднъж.

Всеки остатък се прехвърля с фуния количествено в отделна чаша. Всеки остатък се суспендира, като чашите се пълнят с вода. Оставят се в покой около една минута, отдекантира се колкото е възможно повече вода.

Чашите се поставят два часа в сушилня при 150 градуса С.

Оставят се да се охладят, отлепват се остатъците с четка и се претеглят.

7. Изразяване на резултата

Резултатите от изчисленията се закръгляват до най-близката единица.

% частици, получен от остатъка върху сито 0,125 mm = (50-M1) . 2

% частици, получен от остатъка върху сито 0,063 mm = [50-(M1 + M2)] . 2,

където:

M1 е маса на остатъка върху сито 0,125 mm в грамове;

M2 - маса на остатъка върху сито 0,063 mm в грамове.

8. Забележка

Ако се забелязва наличие на бучки след пресяване то, анализът трябва да се извърши отново по следния начин:

Бавно се наливат 50 g от пробата в еднолитрова колба, съдържаща 500 ml разтвор на натриев хексаметафосфат, при непрекъснато бъркане. Колбата се затваря и се разклаща силно с ръка, за да се разчупят бучките. Цялата суспензия се поставя в горното сито и колбата се измива много добре. Анализът продължава, както е описано в 6.2.

М е т о д и 7

Второстепенни хранителни елементи

Метод 7.1

Екстрахиране на общото съдържание на калций, магнезий, натрий и сяра под формата на сулфати

1. Обхват

Този метод определя процедурата за екстрахиране на общото съдържание на калций, магнезий, натрий и сяра под формата на сулфати, така че един и същ екстракт да може да се използва за определяне съдържанието на всеки отделен хранителен елемент.

2. Област на приложение

Този метод се прилага за торове, за които се изисква обявяване на общото съдържание на калций, магнезий, натрий и сяра под формата на сулфати.

3. Принцип

Разтваряне чрез кипене в разредена солна киселина.

4. Реактиви

Разредена солна киселина: 1 обем солна киселина (d = 1,18) и 1 обем вода.

5. Апаратура

Електрически котлон с регулируема температура.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1 в приложение № 4.

7. Процедура

7.1. Проба за анализ

Калций, магнезий, натрий и сяра под формата на сулфати се екстрахират от анализираната проба с маса 5 грама, претеглена с точност до 1 mg.

Когато торът съдържа над 15 % сяра (S), т.е. 37,5 % SO_3, и над 18,8 % калций (Ca), т.е. 26,3 % CaO, екстракцията на калций и сяра се извършва от проба с маса 1 грам, претеглена с точност до 1 mg. Пробата се поставя в 600 милилитрова Бехерова чаша.

7.2. Приготвяне на разтвора:

Наливат се около 400 ml вода и 50 ml разредена солна киселина (4.1). Когато пробата съдържа значително количество карбонати, киселината се прибавя на малки порции. Загрява се до кипене и се вари в продължение на 30 минути. Оставя се да изстине и се разбърква от време на време. Отдекантирва се и се прелива количествено в 500 милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката и се хомогенизира. През сух филтър се пренася в сух съд, изхвърляйки началната порция. Екстрактът трябва да бъде напълно прозрачен. Колбата се затваря, ако филтратът няма да се използва веднага.

Метод 7.2

Екстрахиране на общото количество сяра, съдържаща се под различни форми

1. Обхват

Този метод определя процедурата за екстрахиране на общото количество сяра, съдържаща се в торове като елементарна сяра и/или в други химически съединения.

2. Област на приложение

Този метод се прилага за торове, за които се изисква обявяване на общото количество сяра под различни форми (елементарна сяра, тиосулфат, сулфит, сулфат).

3. Принцип

Елементарната сяра в алкална среда се превръща в полисулфиди и тиосулфат; те заедно с някои налични сулфити се окисляват с водороден пероксид. Така различните форми на сяра се превръщат в сулфат, който се определя чрез утаяване като бариев сулфат (метод 7.9).

4. Реагенти

4.1. Разредена солна киселина 1 обем солна киселина (d = 1,18) и 1 обем вода.

4.2. Разтвор на натриев хидроксид, mol/l aOH, най-малко 30 % (d = 1,33).

4.3. Разтвор на водороден пероксид, 30 % w/w.

4.4. Воден разтвор на бариев хлорид $BaCl2.2H2O$, 122 g/l.

5. Апаратура

Електрически котлон с регулируема температура.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Проба за анализ:

Претегля се с точност до 1 mg такова количество от тора, което съдържа между 80 и 350 mg сяра (S) или между 200 и 875 mg SO3.

Като правило, когато S е < 15 %, се претеглят 2,5 грама. Пробата се поставя в 400 милилитрова Бехерова чаша.

7.2. Окисляване

Прибавят се 20 ml разтвор на натриев хидроксид (4.2) и 20 ml вода. Покриват се с часовниково стъкло. Загряват се до кипене в продължение на 5 минути на котлон (5.1). Свалят се от котлона. Използвайки струя гореща вода, се отмива сярата, полепена по стените на Бехеровата чаша, и кипи в продължение на 20 минути. Оставя се да изстине.

Добавя се на порции 2 ml водороден пероксид (4.3) до спиране на реакцията. Ще са необходими между 6 и 8 ml водороден пероксид. Окисляването продължава около 1 час, след което разтворът се загрява до кипене половин час. Оставя се да изстине.

7.3. Приготвяне на разтвора за анализ

Прибавят се приблизително 50 ml вода и 50 ml разтвор на солна киселина (4.1):

- ако съдържанието на сяра е под 5 %, разтворът се филтрува в 600 милилитрова Бехерова чаша; утайката се промива върху филтъра няколко пъти със студена вода; след промиването последните капки от филтрата се проверяват за отсъствие на сулфати с разтвор на бариев хлорид (4.4); филтратът трябва да бъде идеално бистър; сулфатът се определя в цялото количество от филтрата в съответствие с метод 7.9;

- ако съдържанието на сяра е над 5 %, разтворът се прехвърля количествено в 250 милилитрова мерителна колба, долива се вода до марката и се хомогенизира ; филтрува се през сух филтър в сух съд, тъй като филтратът трябва да бъде напълно бистър; запушва се, ако разтворът няма да се използва веднага ; сулфатите се определят в аликвотна порция от този разтвор чрез утаяване под формата на бариев сулфат (метод 7.9).

Метод 7.3

Екстрахиране на водоразтворими калций, магнезий, натрий и сяра под формата на сулфати

1. Обхват

Този метод определя процедурата за екстрахиране на водоразтворими количества калций, магнезий, натрий и сяра (под формата на сулфати), така че един и същ екстракт да може да се използва за определяне съдържанието на всеки отделен хранителен елемент.

2. Област на приложение

Този метод се прилага само за торове, за които се изисква обявяване на водоразтворимото съдържание на калций, магнезий, натрий и сяра под формата на сулфати.

3. Принцип

Хранителните вещества се разтварят в кипяща вода.

4. Реактиви

Дестилирана или деминерализана вода с еквивалентно качество.

5. Апаратура

Електрически котлон с регулируема температура.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Проба за анализ:

а) Когато торовете не съдържат сяра или съдържат не повече от 3 % сяра (S), т.е. 7,5 % SO3, и не повече от 4 % калций (Са), т.е. 5,6 % CaO, се претеглят 5 грама от тора с точност до 1 mg;

б) Когато торовете съдържат над 3 % сяра (S) и над 4 % калций (Са), се претегля 1 грам от тора с точност до 1 mg.

Анализираната проба се поставя в 600 мililитрова Бехерова чаша.

7.2. Приготвяне на разтвора

Добавят се приблизително 400 ml вода и се загрява до кипене в продължение на 30 минути. Оставя се да изстине, като се разбърква от време на време. Прехвърля се количествено в 500 милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката и се хомогенизира.

Филтрува се през сух филтър в сух съд. Изхвърлят се първите порции от филтрата. Филтратът трябва да бъде напълно прозрачен. Запушва се, ако разтворът няма да се използва веднага.

Метод 7.4

Екстрахиране на водоразтворима сяра, когато сярата е под различни форми

1. Обхват

Този метод определя процедурата за екстрахиране на водоразтворима сяра, съдържаща се в торове под различни форми.

2. Област на приложение

Този метод се прилага за торове, за които се изисква обявяване на водоразтворимото съдържание на серен триоксид.

3. Принцип

Сярата се разтваря в студена вода и чрез окисляване с водороден пероксид в алкална среда се превръща в сулфат.

4. Реактиви

4.1. Разредена солна киселина 1 обем солна киселина (d = 1,18) и 1 обем вода.

4.2. Разтвор на натриев хидроксид, съдържащ най-малко 30 % mol/l аOH (d = 1,33).

4.3. Разтвор на водороден пероксид, 30 % w/w.

5. Апаратура

5.1. 500 милилитрова градуирана Стохманова колба.

5.2. Ротационна клатачна машина, 30-40 оборота/минута

5.3. Електрически котлон с регулируема температура.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Проба за анализ:

а) Когато торовете съдържат най-много 3 % сяра (S), т.е. 7,5 % SO3, едновременно с най-много 4 % калций (Са), т.е. 5,6 % CaO, се претеглят 5 грама от тора с точност до 1 mg;

б) Когато торовете съдържат над 3 % сяра (S) едновременно с над 4 % калций (Са), се претегля 1 грам от тора с точност до 1 mg.

Пробата се поставя в 500 милилитрова колба (5.1).

7.2. Приготвяне на разтвора

Добавят се приблизително 400 ml вода. Запушва се. Разклаща се (5.2) в продължение на 30 минути. Долива се вода до марката и се разбърква. Прехвърля се през сух филтър в сух съд. Запушва се, ако разтворът няма да се използва веднага.

7.3. Окисляване на аликвотната част за анализ

Взема се аликвотна част от екстракта, ненадвишаваща 50 ml, и при възможност, съдържаща между 20 и 100 mg сяра (S).

Долива се вода до марката 50 ml, ако е необходимо. Добавят се 3 ml разтвор на натриев хидроксид (4.2) и 2 ml разтвор на водороден пероксид (4.3). Покрива се с часовниково стъкло и се вари на умерена температура върху котлон (5.3) в продължение на 1 час. Докато реакцията продължава, постепенно се прибавя по 1 ml от разтвора на водороден пероксид (максимално количество 5 ml).

Оставя се да изстине. Отстранява се часовниковото стъкло, а неговата долна част се промива в Бехеровата чаша. Добавят се приблизително 20 ml разредена солна киселина (4.1). Долива се вода до марката 300 ml.

Съдържанието на сулфати в целия окислен разтвор се определя в съответствие с метод 7.9.

Метод 7.5

Екстрахиране и определяне съдържанието на елементарна сяра

ВНИМАНИЕ!

Този аналитичен метод включва използването на въглероден дисулфид (CS2). Ето защо трябва да се предприемат специални мерки за безопасност по отношение на:

- съхраняването на CS2 ;
- защитна екипировка за персонала;
- професионална хигиена;

- предотвратяване на пожари и експлозии;
- местоположението на реактива.

Този метод налага да се извършва от висококвалифициран персонал и в подходящо оборудвана лаборатория.

1. Обхват

Този метод определя процедурата за екстрахиране и определяне съдържанието на елементарна сяра в торове.

2. Област на приложение

Този метод се прилага за торове, за които се изисква обявяване на общото количество сяра в елементарна форма.

3. Принцип

След отстраняване на разтворимите съединения елементарната сяра се екстрахира чрез използване на въглероден дисулфид и се определя тегловно.

4. Реактиви

Въглероден дисулфид.

5. Апаратура

5.1. 100 милилитрова екстракционна колба със стъклена запушалка на дъното.

5.2. Сокслетов апарат с подходящи филтърни елементи.

5.3. Вакуумно-ротационен изпарител.

5.4. Електрическа сушилня с вентилатор, поддържаща температура 90 ± 2 градуса по Целзий.

5.5. Порцеланови петрита - от 5 до 7 cm в диаметър, ненадвишаващи 5 cm на височина.

5.6. Електрически котлон с регулируема температура.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1.

7. Процедура

7.1. Проба за анализ

Претеглят се от 5 до 10 грама от пробата с точност до 1 mg и се поставят в екстракционната гилза на Сокслетовия апарат (5.2).

7.2. Екстрахиране на сярата

Съдържанието внимателно се промива с гореща вода с цел отстраняване на разтворимите съединения. Подсушава се в сушилня при 90 градуса по Целзий (5.4) в продължение най-малко на 1 час. Филтърът се поставя в Сокслетовия апарат (5.2).

Слагат се няколко стъклени перли в колбата на апарата (5.1) и се претеглят (P0), а след това се добавят 50 ml въглероден дисулфид (4.1).

Апаратът се сглобява и се оставя елементарната сяра да бъде екстрахирана в продължение на 6 часа. Прекъсва се нагряването и след като разтворът изстине, колбата се сваля и се свързва с ротационния изпарител (5.3). Изпаряването продължава, докато съдържание то в колбата се втвърди до гъбеста маса.

Колбата се изсушава в сушилня при 90 градуса по Целзий (5.4). Обикновено процесът продължава около 1 час до получава не на постоянно тегло. (P1).

7.3. Определяне чистотата на елементарната сяра

Едновременно с елементарната сяра е възможно да бъдат екстрахирани чрез въглеродния дисулфид и някои други вещества. Чистота на елементарната сяра се определя, както следва: съдържанието на колбата се хомогенизира по възможно най-старателен начин, отделят се 2-3 грама, претеглят се с точност до 1 mg (n).

Поставят се в петри (5.5). Претегля се петрито заедно със съдържанието (P2). Слага се на котлон (5.6), регулиран да не надвишава 220 градуса по Целзий, за да не се предизвика изгаряне на сярата. Сублимацията продължава 3-4 часа, докато се получи постоянно тегло (P3).

Забележка. При някои от торовете може да не е необходимо да се определя чистотата на сярата. В този случай се пропуска етап 7.2.

8. (изм. и доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултатите

Процентното съдържание на елементарна сяра (S) в тора се изчислява, както следва:

$$\text{Непречистена сяра S (\%) в тора} = \frac{P1-P0}{m} \,.\, 100$$

$$\text{Чистота на екстрахираната сяра S (\%)} = \frac{P2-P3}{n} \,.\, 100$$

$$\text{Елементарна сяра S (\%) в тора} = \frac{(P1-P0)\,.\,(P2-P3)}{m\,.\,n} \,.\, 100,$$

където:

m е масата на анализираната проба от тора в грамове;

P0 - масата на Сокслетовата колба в грамове;

P1 - масата на Сокслетовата колба и непречистена та сяра след изсушаването;

n - масата на непречистената сяра в грамове;

P2 - масата на петрито с количеството непречистена сяра (n);

P3 - масата на петрито след сублимацията на сярата в грамове.

Метод 7.6

Манганометрично определяне съдържанието на екстрахирания калций след утаявяне под формата на оксалат

1. Обхват

Този метод формулира процедурата за определяне съдържанието на калций в торови екстракти.

2. Област на приложение

Този метод се прилага за торове, за които се изисква обявяване на общото и/или водоразтворимото количество калций.

3. Принцип

Утаяване на калция, съдържащ се в аликвотна част от екстрахирания разтвор, под формата на оксалат, който се определя чрез титруване с калиев перманганат.

4. Реактиви

4.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Разредена солна киселина.

1 обем солна киселина (d = 1,18) и 1 обем вода.

4.2. Разредена сярна киселина 1:10:

1 обем сярна киселина (d = 1,84) в 10 обема вода.

4.3. Разреден амонячен разтвор 1:1:

1 обем амоняк (d = 0,88) и 1 обем вода.

4.4. Наситен разтвор на амониев оксалат [$(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$] при стайна температура (приблизително 40 g/l).

4.5. Разтвор на лимонена киселина, 30 % (m/v).

4.6. Разтвор на амониев хлорид, 5 % (m/v).

4.7. Разтвор на бромтимолово синьо в 95 % -ен етанол, 0,1 % (m/v).

4.8. Разтвор на бромкрезолово зелено в 95 %-ен етанол, 0,04 % (m/v).

4.9. Стандартен разтвор на калиев перманганат, 0,02 М.

5. Апаратура

5.1. Синтерован стъклен филтър-тигел с порьозност от 5 mm до 20 mm.

5.2. Водна баня.

6. Подготовка на аликвотна част за анализ

Използвайки пипета, се взема аликвотна част от екстрахирания разтвор, получен чрез метод 7.1 или 7.3, съдържащ между 15 и 50 mg калций - Ca (от 21 до 70 mg CaO). Обемът на тази аликвотна част е v2. Излива се в 400 милилитрова Бехерова чаша. При необходимост се неутрализира с няколко капки амонячен разтвор (4.3) до преход на индикатора (4.7) от зелено в синьо.

Добавя се 1 ml разтвор на лимонена киселина (4.5) и 5 ml разтвор на амониев хлорид (4.6).

7. Утаяване на калциев оксалат

Добавят се приблизително 100 ml вода. Загрява се до кипене, прибавят се 8-10 капки от индикаторния разтвор (4.8) и, бавно, 50 ml горещ разтвор на амониев оксалат (4.4). Ако се образува утайка, разтваря се чрез няколко капки солна киселина (4.1).

Неутрализира се много бавно с амонячен разтвор (4.3) при непрекъснато разбъркване, докато pH достигне 4,4-4,6 (преход на индикатора (4.8) от зелено в синьо). Поставя се Бехеровата чаша в кипяща водна баня (5.2) около 30 минути.

Изважда се Бехеровата чаша от банята, оставя се настрана около час и се филтрува през филтър-тигела (5.1).

8. Титруване на оксалатната утайка

Чашата и филтърът се промиват до пълно отстраняване на излишния амониев оксалат (това може да се установи по отсъствието на хлориди в промивната вода). Слага се филтърът в 400 милилитрова Бехерова чаша и утайката се разтваря с 50 ml гореща сярна киселина (4.2). В Бехеровата чаша се долива вода до достигане на приблизително 100-милилитра обем. Нагрява се до 70-80 градуса по Целзий и се титрува капка по капка с перманганатния разтвор (4.9), докато розовият цвят се задържи за една минута. Този обем е n.

9. Изразяване на резултатите

Съдържанието на калций (Ca) в тора се изчислява, както следва:

$$Ca\ (\%) = n \cdot 0{,}2004 \cdot \frac{t}{0{,}02} \cdot \frac{n1}{n2 \cdot m},$$

където:

n е използваните милилитри перманганат;

m - масата на анализираната проба в грамове;

n2 - аликвотната част обем в ml;

nl - обемът на екстрахирания разтвор в ml;

t - моларността на перманганатния разтвор в mol/l

$$CaO\ (\%) = Ca\ (\%) \cdot 1{,}400.$$

Метод 7.7

Определяне съдържанието на магнезий чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия

1. Обхват

Чрез този метод се определя процедурата за определяне съдържанието на магнезий в торови екстракти.

2. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Област на приложение

Този метод се прилага за торови екстракти, получени по методи 7.1 и 7.3, за които се изисква обявяване на общото и/или водоразтворимото количество магнезий, с изключение на следните торове от списъка в приложение № 1, раздел Г: вид 4 (кизерит), вид 5 (магнезиев сулфат) и вид 5.1 (разтвор на магнезиев сулфат) и с изключение на вид 7 (кизерит с калиев сулфат) от приложение № 1, раздел А. 3., за които се прилага метод 7.8.

3. Принцип

Съдържанието на магнезий се определя чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия след подходящо разреждане на екстракта.

4. Реактиви

4.1. Солна киселина, 1 M разтвор.

4.2. Солна киселина, 0,5 M разтвор.

4.3. Стандартен разтвор на магнезий, 1,00 mg/ml.

4.3.1. Разтварят се 1,013 грама магнезиев сулфат ($MgSO_4.7H_2O$) в 0,5 M разтвор на солна киселина (4.2).

4.3.2. Претеглят се 1,658 грама магнезиев оксид (MgO), предварително калциниран, за да се премахнат всички следи от карбонизацията. Слага се в Бехерова чаша заедно със 100 ml вода и 120 ml 1 M солна киселина (4.1). След пълното разтваряне съдържанието се прелива количествено в 1000 милилитрова мерителна колба. Допълва се до марката и се хомогенизира, или

4.3.3. Търговски стандартен разтвор

4.4. Разтвор на стронциев хлорид

Разтварят се 75 грама стронциев хлорид ($SrCl_2.6H_2O$) в разтвор на солна киселина (4.2) и се долива до марката 500 ml от същия разтвор солна киселина.

5. Апаратура

Спектрофотометър за атомна абсорбция с лампа за магнезий при 285,2 nm.

Ацетиленова горелка.

6. Подготовка на пробата

Виж методи 7.1 и 7.3.

7. Процедура

7.1. При обявено съдържание на магнезий (Mg) над 6 %, т.е. 10 % MgO, се вземат 25 ml (V_1) от екстрахирания разтвор (6). Прехвърлят се в 100 милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката и се хомогенизира. Факторът на разреждане е $D_1 = 100/V_1$.

7.2. Използвайки пипета, се вземат 10 ml от екстрахирания разтвор или от разтвора (7.1). Прехвърлят се в 200 милилитрова мерителна колба. Добавя се до марката от 0,5 M разтвор на солна киселина (4.2) и се хомогенизира. Факторът на разреждане е 200/10.

7.3. Разрежда се разтворът (7.2) с 0,5 M разтвор на солна киселина така, че да се получи оптималната концентрация за работния обхват на спектрофотометъра (5.1). V_2 е обемът на пробата в 100 ml. Факторът на разреждане е $D_2 = 100/V_2$. Крайният разтвор трябва да съдържа 10 % v/v от разтвора на стронциев хлорид (4.4).

7.4. Приготвяне на празна проба

Празната проба се приготвя чрез повторение на цялата екстракционна процедура (метод 7.1 или 7.3), като се пропуска само пробата за анализ от тора.

7.5. Приготвяне на разтвори за калибриране

Чрез разреждане на стандартния разтвор (4.3) с 0,5 M солна киселина се приготвят най-малко 5 разтвора за калибриране с нарастваща концентрация в рамките на оптималния мерителен обхват на апарата (5.1). Тези разтвори трябва да съдържат 10 % v/v от разтвора на стронциев хлорид (4.4).

7.6. Измерване

Спектрофотометърът (5.1) се настройва на дължина на вълната 285,2 nm.

Впръскват се последователно разтворите за калибриране (7.5), разтворът на пробата (7.3) и празната проба (7.4). Устройството се промива с разтвора, който предстои да се измери. Операцията се повтаря 3 пъти. Построява се калибрационна крива, като по ординатата се нанасят средните стойности на абсорбцията на всеки от калибрираните разтвори (7.5), а по абсцисата- съответстващата концентрация на магнезия в mg/ml. Концентрацията на магнезия в пробата (7.3) - Xs, и в празната проба (7.4) - Xb, се определя по калибрационната крива.

8. Изразяване на резултатите

Количеството на магнезия (Mg) или на магнезиевия оксид (MgO) в пробата се изчислява по калибрационната крива, имайки предвид и празната проба.

Процентното съдържание на магнезия (Mg) в тора се изчислява, както следва:

$$Mg\ (\%) = \frac{(Xs-Xb)\ .\ D1\ \left(\frac{200}{10}\right)\ .\ D2\ .\ 500\ .\ 100}{1000\ .\ 1000\ .\ M},$$

където:

Xs е концентрацията на анализирания разтвор, отчетена по калибрационната крива, в mg/ml;

Xb - концентрацията на празната проба, отчетена по калибрационната крива, в mg/ml;

D1 - факторът на разреждане; той е равен на 4, ако са взети 25 ml; същият е равен на 1, когато разтворът не е разреден;

D2 - факторът на разреждане в 7.3;

M - масата на пробата по време на екстракцията.

MgO (%) = Mg (%)/0,6.

Метод 7.8

Комплексометрично определяне на съдържанието на магнезий

1. Обхват

Този метод формулира процедурата за определяне съдържанието на магнезий в торовите екстракти.

2. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Област на приложение

Този метод се прилага за следните видове торови екстракти, за които се изисква обявяване на общото и/или водоразтворимото количество магнезий, съгласно посочените разпоредби:

- торове, изброени в приложение № 1, раздел А: азотни торове, калциево-магнезиев нитрат, магнезиев сулфонитрат, азотни торове с магнезий и калиеви торове, обогатен каинит, калиев хлорид със съдържание на магнезий и калиев сулфат със съдържание на магнезиева сол;

- торове, изброени в приложение № 1, Раздел Г за второстепенните хранителни елементи.

3. Принцип

Магнезият се разтваря по метод 7.1 и/или 7.3. Първо титруване на калций и магнезий с EDTA в присъствието на Ериохром черно - Т. Второ титруване на калций в присъствието на калцеин или калкон-карбонова киселина с EDTA. Съдържанието на магнезий се определя по разликата.

4. Реактиви

4.1. Стандартен 0,05 M разтвор на магнезий.

4.1.1. Разтварят се 1,232 грама магнезиев сулфат ($MgSO_4.7H_2O$) в 0,5 M разтвор на солна киселина (4.11) и се долива до марката 100 ml от същата киселина,

или:

4.1.2. Претеглят се 2,016 грама магнезиев оксид, предварително калциниран, за да се премахнат всички следи от карбонизацията. Поставя се в Бехерова чаша със 100 ml вода. Разбърква се в около 120 ml приблизително 1 M солна киселина (4.12). След разтварянето разтворът се прехвърля количествено в 1000 милилитрова мерителна колба. Долива се до марката и се хомогенизира. 1 ml от тези разтвори трябва да съдържа 1,216 mg магнезий (2,016 mg MgO).

Лабораторията е отговорна за проверката на концентрацията на този стандартен разтвор.

4.2. 0,05 M разтвор на EDTA.

Претеглят се 18,61 грама от двунатриева сол на етилендиаминтетраоцетна дихидрат киселина (C10H14N2Na2 O82H2O). Поставят се в 1000 милилитрова Бехерова чаша и се разтварят в 600 - 800 ml вода. Разтворът се прехвърля количествено в 1000 милилитрова мерителна колба. Долива се до марката и се разбърква. Този разтвор се проверява спрямо стандартния разтвор (4.1), като се взема 20 милилитрова проба от стандартния разтвор и се титрува съгласно описаната аналитична процедура в 7.2.

1 ml от разтвора на EDTA трябва да отговаря на 1,216 mg магнезий (2,016 mg MgO) и на 2,004 mg калций (2,804 mg CaO) (виж забележки 10.1 и 10.6).

4.3. 0,05 M стандартен разтвор на калций

Претеглят се 5,004 грама сух калциев карбонат. Слагат се в Бехерова чаша със 100 ml вода. Разбърква се постепенно в около 120 ml приблизително 1 M солна киселина (4.12).

Загрява се до кипене с цел отстраняване на въглеродния диоксид, оставя се да изстине и се прехвърля количествено в мерителна 1 литрова колба. Долива се вода до марката и се разбърква. Този разтвор се проверява с разтвора на EDTA (4.2) според аналитичната процедура 7.3.

1 ml от този разтвор трябва да съдържа 2,004 mg Ca (2,804 mg CaO) и трябва да отговаря на 1 ml от 0,05 M разтвор на EDTA (4.2).

4.4. Калцеинов индикатор

Внимателно се смесват в хаван 1 грам калцеин със 100 грама натриев хлорид. Използват се 10 mg от тази смес. Индикаторът променя цвета си от зелено в оранжево. Титруването трябва да продължи, докато се получи изцяло оранжев цвят без зелени нюанси.

4.5. Калкон-карбонова киселина-индикатор

Разтварят се 400 ml калкон-карбонова киселина в 100 ml метанол. Този разтвор може да се съхрани само около 4 седмици. Използват се 3 капки от този разтвор. Индикаторът променя цвета си от червено в синьо. Титруването трябва да продължи, докато се получи изцяло син цвят без червени нюанси.

4.6. Ериохром черно-Т индикатор:

Разтварят се 300 mg Ериохром черно-Т в смес от 25 ml пропанол - 1 и 15 ml триетаноламин. Този разтвор може да се съхрани само около 4 седмици. Използват се 3 капки от този разтвор. Индикаторът променя цвета си от червено в синьо. Титруването трябва да продължи, докато се получи син цвят без червени нюанси. Цветът се променя само в присъствието на магнезий. При необходимост се добавя 1 ml от стандартния разтвор (4.1).

Когато в разтвора присъстват едновременно калций и магнезий, EDTA първоначално образува комплексно съединение с калция, а после - с магнезия. В този случай двата елемента се определят едновременно.

4.7. Разтвор на калиев цианид:

Воден разтвор на KCN - 2 %. (Не се пипетира с уста и виж 10.7.)

4.8. Разтвор на калиев хидроксид и калиев цианид:

Разтварят се 280 грама KOH и 66 грама KCN във вода, долива се до марката 1 литър и се разбърква.

4.9. Буферен разтвор за pH 10,5:

В 500 милилитрова мерителна колба се разтварят 33 грама амониев хлорид във 200 ml вода, добавят се 250 ml амоняк (d = 0,91), долива се вода до марката и се разбърква. Редовно се проверява pH на разтвора.

4.10. Разредена солна киселина: 1 обем солна киселина (d = 1,18) и 1 обем вода.

4.11. Приблизително 0,5 M разтвор на солна киселина.

4.12. Приблизително 1 M разтвор на солна киселина.

4.13. 5 M разтвор на натриев хидроксид.

5. Апаратура

5.1. Магнитна или механична бъркалка.

5.2. pH-метър.

6. Контролно изпитване

Определянето се извършва върху аликвотни части от разтворите (4.1 и 4.3), така че съотношението Ca/Mg да бъде приблизително равно на това на разтвора, който ще се анализира. След това се взема (a) от стандартния разтвор (4.3) и (b-a) от стандартния разтвор (4.1). (a) и (b) са броят на милилитрите от използвания разтвор на EDTA в двете титрувания на разтвора, който се анализира. Тази процедура е точна само когато разтворите на EDTA, на калций и на магнезий са точно еквивалентни. Ако това не е така, се налага да се направят известни корекции.

7. Приготвяне на разтвора за анализ

Виж методи 7.1 и 7.3

8. Определяне

8.1. Вземане на аликвотни проби

Аликвотната част трябва да съдържа, доколкото е възможно, между 9 и 18 mg магнезий (15-30 mg MgO).

8.2. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Титруване в присъствие на Ериохром черно-T

С пипета се слага аликвотна част (8.1) от разтвора, който ще се анализира, в 400-милилитрова Бехерова чаша. Излишната киселина се неутрализира с 5 M разтвор на натриев хидроксид (4.13), използвайки pH-метър. Разрежда се с вода до приблизително 100 ml. Добавят се 5 ml от буферния разтвор (4.9). pH-метърът трябва да показва $10,5 \pm 0,1$. Прибавят се 2 ml разтвор на калиев цианид (4.7) и 3 капки от индикатора Ериохром черно-T (4.6). Титрува се с разтвор на EDTA (4.2), като се разбърква внимателно с бъркалка (5.1) (виж 10.2, 10.3 и 10.4).

Нека "b" да бъде броят на милилитрите от 0,05 M разтвор на EDTA.

8.3. Титруване в присъствието на калцеин или калкон-карбонова киселина

Отпипетира се аликвотна част от разтвора, който ще се анализира, която да е равна на тази, взета от горното титруване, и се поставя в 400-милилитрова Бехерова чаша. Излишната киселина се неутрализира с 5 M разтвор на натриев хидроксид (4.13), използвайки pH-метър. Разрежда се с вода до около 100 ml. Добавят се 10 ml разтвор KOH/KCN (4.8) и индикатор (4.4) или (4.5). Разбърква се внимателно с бъркалка (5.1), титрува се с разтвор на EDTA (4.2) (виж 10.2, 10.3 и 10.4).

Нека "a" е броят на милилитрите от 0,05 M разтвор на EDTA.

9. Изразяване на резултатите

За торове, за които методът е приложим (5 грама от тора в 500 ml от екстракта), процентното съдържание на магнезия в тора се изчислява, както следва:

$$MgO\ (\%)\ \text{в тора} = \frac{(b-a)\ .\ T}{M};$$

$$Mg\ (\%)\ \text{в тора} = \frac{(b-a)\ .\ Tx}{M},$$

където:

a е броят на милилитрите на 0,05 M разтвор на EDTA, използван за титруване в присъствието на калцеин или калкон-карбонова киселина;

b - броят на милилитрите на 0,05 M разтвор на EDTA, използван за титруване в присъствието на Ериохром черно-T;

M - масата на пробата във взетата аликвотна порция в грамове;

T - 0,2016 . M на разтвора EDTA/0,05 (виж 4.2);

Tx - 0,1216 . M на разтвора EDTA/0,05 (виж 4.2).

10. Забележки

10.1. Стехиометричното съотношение EDTA/метал в комплексометричния анализ е винаги 1:1, независимо от валенцията на метала и от факта, че EDTA е четиривалентен. Ето защо разтворите за титруване - EDTA и стандартният, следва да бъдат моларни, а не нормални.

10.2. (доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Комплексометричните индикатори често са много чувствителни към въздуха. Разтворът може да изгуби цвета си по време на титруването. В този случай трябва да се добавят 1-2 капки от индикатора. Това се налага най-вече в случаите, когато се използват Ериохром черно-T и калкон, карбонова киселина.

10.3. Често комплексите метал/индикатор са относително стабилни и може да е необходимо време за промяна на цвета. Ето защо последните капки EDTA трябва да се прибавят бавно, а също така капка от 0,05 M разтвор на магнезий (4.1) или на калций (4.3) се добавя за сигурност, че промяната на цвета вече не е станала. Това по-специално е валидно за комплекса ериохром -магнезий.

10.4. Промяната на цвета на индикатора трябва да се наблюдава не отгоре, а хоризонтално през разтвора. Бехеровата чаша трябва да стои срещу бял фон на добре осветено място. Промяната на цвета на индикатора лесно може да се наблюдава при поставяне на Бехеровата чаша върху матово стъкло, под което свети 25-ватова лампа.

10.5. Тези анализи изискват известен опит. Задачата ще включва наблюдаване на промените в цвета на стандартните разтвори (4.1) и (4.3). Препоръчва се определенията да се извършват от един и същ лабораторен химик.

10.6. Ако се използва разтвор на EDTA с гарантира но качество (например Титризол, Нормекс), това може да опрости контрола върху еквивалентността на стандартните разтвори (4.1), (4.2) и (4.3).

10.7. Разтворите, съдържащи калиев цианид, не трябва да се изливат в канализацията, докато цианидът не се преработи в безопасно съединение - например чрез окисляване с натриев хипохлорит, последва но от алкализиране.

Метод 7.9

Определяне съдържанието на сулфати

1. Обхват

Този метод формулира процедурата за определяне съдържанието на сяра в торовите екстракти под формата на сулфати.

2. Област на приложение

Този метод се прилага за определяне съдържанието на сулфати в екстракти съгласно методи 7.1, 7.2, 7.3 и 7.4.

3. Принцип

Тегловно определяне като бариев сулфат.

4. Реактиви

4.1. Разредена солна киселина:

1 обем солна киселина (d = 1,18) и 1 обем вода.

4.2. Разтвор на бариев хлорид - $BaCl$ $2.2H2O$: 122 g/l.

4.3. Разтвор на сребърен нитрат: 5 g/l.

5. Апаратура

5.1. Порцеланови тигли.

5.2. Водна баня.

5.3. Сушилня, настроена на 105градуса ± 1 градуса по Целзий.

5.4. Муфелна пещ, настроена на 800градуса ± 50 градуса по Целзий.

6. Процедура

6.1. Приготвяне на разтвора:

Отпипетира се аликвотна част от един от екстрахи раните разтвори, посочени в т. 2, съдържащи между 20 и 100 mg сяра или 250 mg SO3.

Тази аликвотна част се слага в Бехерова чаша с подходяща вместимост. Добавят се 20 ml разредена солна киселина (4.1). Долива се вода до около 300 ml.

6.2. Приготвяне на утайката:

Разтворът се загрява до кипене. Прибавят се на капки, около 20 ml разтвор на бариев хлорид (4.2) при постоянно енергично разбъркване. Кипи се още няколко минути.

Поставя се Бехеровата чаша, покрита с часовниково стъкло, в кипяща водна баня (5.2) за около час. Оставя се да престои затоплена (60 градуса по Целзий), докато горният слой се избистри. Прозрачният разтвор се декантира бавно през безпепелен филтър. Утайката се промива няколко пъти с гореща вода. Промиването на утайката през филтъра продължава до отсъствие на хлориди във филтрата. Това може да се провери с разтвор на сребърен нитрат (4.3).

6.3. Накаляване и претегляне на утайката:

Поставя се филтърната хартия с утайката в порцеланов тигел, предварително претеглен с точност до 0,1 mg. Изсушава се в сушилня (5.3) и се накалява при около 800 градуса по Целзий в продължение на половин час (5.4). Оставя се да изстине в ексикатор и се претегля с точност до 0,1 mg.

7. Изразяване на резултатите

1 mg бариев сулфат отговаря на 0,137 mg сяра (S) или 0,343 mg SO3.

Процентното съдържание на сяра в тора се изчислява, както следва:

$$S\ (\%) = w\ .\ 0{,}0137\ .\ \frac{v1}{v2\ .\ m};$$

SO_3 (%) = S (%) . 2,5,

където:
w е масата на утайката от бариев сулфат в mg;
v1 - обемът на екстрахирания разтвор в ml;
v2 - обемът на аликвотната част в ml;
m - масата на анализираната проба в грамове.

Метод 7.10
Определяне съдържанието на екстрахирания натрий

1. Обхват
Този метод дефинира процедурата за определяне съдържанието на натрий в торови екстракти.
2. Област на приложение
Този метод се прилага за торове, за които се изисква обявяване на съдържанието на натрий
3. Принцип
След подходящо разреждане на екстракта, получен по методи 7.1 и/или 7.3, съдържанието на натрий в разтвора се определя чрез пламъчна емисионна спектрофотометрия.
4. Реактиви
4.1. Разредена солна киселина:
1 обем солна киселина за анализ (d = 1,18) и 1 обем вода.
4.2. Алуминиев нитрат - $Al(NO_3)_3.9H_2O$.
4.3. Цезиев хлорид - CsCl.
4.4. Безводен натриев хлорид - mol/l aCl.
4.5. Разтвор на цезиев хлорид и алуминиев нитрат.
Разтварят се във вода 50 грама цезиев хлорид (4.3) и 250 грама алуминиев нитрат (4.2) в 1000-милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката и се хомогенизира.
4.6. Стандартен разтвор на натрий - 1 mg/ml mol/l a:
Разтварят се във вода 2,542 грама натриев хлорид (4.4) в 1000-милилитрова мерителна колба. Добавят се 10 ml солна киселина (4.1). Долива се вода до марката и се хомогенизира.
5. Апаратура
Пламъчен спектрофотометър, настроен на 589,3 nm.
6. Разтвори за калибриране
6.1. Поставят се 10 ml от стандартния разтвор (4.6) в 250-милилитрова мерителна колба. Долива се до марката и се разбърква. Концентрацията на разтвора е: 40 mg/ml mol/l a.
6.2. Слагат се по 0, 5, 10, 15, 20, 25 ml от междинния разтвор (6.1) в 100-милилитрови мерителни колби. Добавят се по 10 ml от разтвора (4.5). Долива се до марката и се хомогенизира. Концентрацията на разтворите е: 0, 2, 4, 6, 8, 10 mg/ml mol/l a.
7. Приготвяне на разтворите за измерване
В зависимост от предполагаемото съдържание на натрий в екстракта, както при метод 7.1 или 7.3 (5 грама от тора в 500 ml вода), разрежданията се извършват съгласно следната таблица:

Na_2O (%)	Na (%)	Междинно разреждане		Крайно разреждане		Степен на разреж-дане
		проба (ml) (v2)	разреж-дане до ml (v3)	проба (ml) (v4)	разреж-дане до ml	
3-5	2,2-3,7	10	50	10	100	50
5-10	3,7-7,4	10	100	10	100	100

10-20	7,4-15	10	100	5	100	200
20-38	15-28	5	100	5	100	400

За междинното разреждане се използва вода. За крайното разреждане се добавят 10 ml от разтвора (4.5) в 100-милилитровата мерителна колба.

За проба 1 грам обемът на крайното разреждане (V4) се умножава по пет.

8. Определяне

Спектрофотометърът (5) се подготвя за измерване при 589,3 nm. Апаратът се калибрира чрез измерване на стойностите на стандартните разтвори (6.2). След това чувствителността на инструмента се настройва така, че при измерване на най-концентрирания стандартен разтвор да се използва цялата му скала. Измерва се стойността на пробата, която се анализира (7) Операцията се повтаря три пъти.

9. Изчисляване на резултатите

Построява се калибрационна крива, като по ординатата се нанасят отчетените средни стойности за всеки стандартен разтвор, а съответстващите им концентрации в mg/ml - по абсцисата. По тази крива се определя концентрацията на натрий в анализирания разтвор. Изчислява се количеството натрий въз основа на стандартните разтвори, като се имат предвид степените на разреждане. Резултатите се изразяват като процент от пробата.

Процентното съдържание на натрий в тора е, както следва:

$$Na\ (\%) = x\ \frac{v3}{v4} \cdot \frac{v1}{v2} \cdot \frac{10(-2)}{m};$$

Na2O (%) = mol/l a (%) . 1,348,

където:

x е концентрацията на разтвора, въведен в спектрофотометъра в mg/ml;

v1 - обемът на екстракта в ml;

v2 - аликвотният обем от междинното разреждане в ml;

v3 - обемът на междинното разреждане в ml;

v4 - аликвотният обем в ml на крайното разреждане (в 100 ml);

m - масата на анализираната проба в грамове.

М е т о д и 8

Микроелементи с концентрация, по-малка или равна на 10 % (Загл. доп. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.)

Метод 8.1

Екстрахиране на общото съдържание на микроелементи

1. Обхват

Този метод определя процедурата за екстрахиране на следните видове микроелементи: общото съдържание на бор, кобалт, мед, желязо, манган, молибден и цинк. Целта е да се извършат минимален брой екстракции и където е възможно, да се използва един и същ екстракт за определяне общото съдържание на всеки от изброените по-горе микроелементи.

2. Област на приложение

Тази процедура се отнася за торове, които съдържат един или повече от следните микроелементи: бор, кобалт, мед, желязо, манган, молибден и цинк. Тя се прилага за всички видове химически елементи, чието обявено съдържание е по-малко или равно на 10 %.

3. Принцип

Разтваряне в кипяща разредена солна киселина.

Забележка. Екстракцията е емпиричен процес и може да не е количествена в зависимост от продукта или другите съставни части на тора. Понякога, по-специално при някои манганови оксиди, екстрахираното количество може да бъде значително по-малко от общото количество манган, което се съдържа в продукта. Задължение на производителя на торове е да гарантира, че обявеното съдържание действително отговаря на екстрахираното количество съгласно условията на приложения метод.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на разредена солна киселина (HCl), около 6 M:

Смесва се 1 обем солна киселина (d20 = 1,18 g/ml) с 1 обем вода.

4.2 Концентриран амонячен разтвор (NH4OH, d20 = 0,9 g/ml).

5. Апаратура

Електрически котлон с променливи степени на нагряване.

Забележка. Когато в екстракта се определя съдържанието на бор, не трябва да се използва боросиликатна стъклария. Тъй като методът включва кипене, препоръчително е да се използват съдове от тефлон или кварцово стъкло. Стъклените съдове се изплакват добре, ако преди това са били мити с детергенти, съдържащи борати.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1 (приложение № 4)

7. Процедура

7.1. Проба за анализ:

Взема се известно количество от тора с маса между 2 и 10 g в зависимост от обявеното съдържание на елемента в продукта. Трябва да се използва следната таблица, за да се получи крайният разтвор, който, след подходящо разреждане, ще бъде в границите на мерителния обхват на всеки метод. Пробите се претеглят с точност до 1 mg.

Обявено съдържание на елемента в тора (%)	<0,01	0,01-<5	i5-10
Маса на анализираната проба (g)	10	5	2
Маса на елемента в пробата (mg)	1	0,5-250	100-200
Обем на екстракта V (ml)	250	500	500
Концентрация на елемента в екстракта (mg/l)	4	1-500	200-400

Пробата се поставя в 250-милилитрова Бехерова чаша.

7.2. Приготвяне на разтвора:

При необходимост пробата се овлажнява с малко вода, добавят се по 10 ml разредена солна киселина (4.1) на всеки грам от тора, внимателно - на малки количества, после се добавят около 50 ml вода. Покрива се Бехерова та чаша с часовниково стъкло и се разбърква. Загрява се до кипене на котлон и се кипи в продължение на около 30 минути. Оставя се да изстине, като от време на време се разбърква. Прехвърля се количествено в 250- или 500-милилитрова мерителна колба (виж таблицата). Добавя се до марката вода и се разбърква внимателно. Филтрува се през сух филтър в сух съд. Първата порция се изхвърля. Екстрактът трябва да бъде идеално бистър.

Препоръчва се определянето да се извършва без забавяне на аликвотни части от чистия филтрат, в противен случай съдовете трябва да се запушат.

Забележка. За екстракти, в които трябва да се определи съдържанието на бор, pH се нагласява между 4 и 6 с концентриран амонячен разтвор (4.2).

8. Определяне

Определянето на даден микроелемент в следи се осъществява на аликвотни части, както е указано в метода за всеки отделен елемент.

При необходимост от аликвотната част се премахват органичните хелатни и комплексни субстанции, прилагайки метод 8.3.

Когато за определянето се използва атомноабсорбционна спектрофотометрия, тогава подобно отстраняване може да не е необходимо.

Метод 8.2

Екстрахиране на водоразтворими микроелементи

1. Обхват

Този метод определя процедурата за екстрахиране на водоразтворими форми от следните видове микроелементи: бор, кобалт, мед, желязо, манган, молибден и цинк. Целта е да се извършат минимален брой екстракции и където е възможно, да се използва един и същ екстракт при определяне съдържанието на всеки от изброените по-горе химически елементи.

2. Област на приложение

Тази процедура се отнася за торове, които съдържат един или повече от следните микроелементи: бор, кобалт, мед, желязо, манган, молибден и цинк. Тя се прилага за всички видове микроелементи, чието обявено съдържание е по-малко или равно на 10 %.

3. Принцип

Микроелементите се екстрахират чрез разбъркване на тора във вода при температура 20 градуса ± 2 градуса по Целзий.

Забележка. Екстракцията е емпиричен процес и може да няма количествено изражение.

4. Реактиви

Разтвор на разредена солна киселина (HCl), около 6 M:

Смесва се 1 обем солна киселина ($d20 = 1,18$ g/ml) с 1 обем вода.

5. Апаратура

5.1. Ротационна клатачна машина, нагласена на скорост от 35 до 40 rpm.

5.2. pH-метър.

Забележка. Когато в екстракта се определя съдържанието на бор, не трябва да се използва боросиликатна стъклария. Препоръчва се използването на съдове от тефлон или кварцово стъкло. Стъклените съдове се изплакват добре, ако преди това са били мити с детергенти, съдържащи борати.

6. Подготовка на пробата

Виж метод 1 (приложение № 4).

7. Процедура

7.1. Проба за анализ:

Взема се известно количество от тора с маса между 2 и 10 g в зависимост от обявеното съдържание на елемента в продукта. Трябва да се използва следната таблица, за да се получи крайният разтвор, който, след подходящо разреждане, трябва да бъде в границите на мерителния обхват на всеки метод. Пробите се претеглят с точност до 1 mg.

Обявено съдържание на елемента в тора (%)	<0,01	0,01-<5	i5-10
Маса на анализираната проба (g)	10	5	2
Маса на елемента в пробата (mg)	1	0,5-250	100-200
Обем на екстракта V (ml)	250	500	500
Концентрация на елемента в екстракта (mg/l)	4	1-500	200-400

Пробата се поставя в 250- или 500-милилитрова мерителна колба (съгласно таблицата).

7.2. Приготвяне на разтвора:

Слагат се около 200 ml вода в 250-милилитрова колба или 400 ml вода в 500-милилитрова колба.

Колбата се запушва добре. Разклаща се енергично с ръце, за да се диспергира пробата. След това колбата се поставя на клатачна машина и се разклаща в продължение на 30 минути.

Добавя се вода до марката и старателно се разбърква.

7.3. Приготвяне на разтвора за анализ:

Разтворът се филтрува веднага в чиста суха колба. Колбата се запушва. Определянето трябва да се извърши незабавно след филтруването.

Забележка. Ако филтратът започне постепенно да помътнява, се прави друга екстракция в съответствие с етапи 7.1 и 7.2 в колба с обем Ve. Филтрува се в калибрирана колба с обем W, предварително изсушена, и съдържаща 5,00 ml разредена солна киселина (4.1). Филтруването се преустановява точно в момента, когато е достигната калибрационната марка на колбата. Старателно се разбърква.

При тези условия стойността на V е:

$$V = Ve \, . \, \frac{W}{W-5}$$

Разрежданията зависят от тази стойност на V.

8. Определяне

Определянето на всеки микроелемент се извършва на аликвотни части, указани в методите за всеки отделен елемент.

При необходимост от аликвотната част се премахват органичните хелатни субстанции, прилагайки метод 8.3.

Когато за определянето се използва атомноабсорбционна спектрофотометрия, тогава подобно отстраняване може да не е необходимо.

Метод 8.3

Отделяне на органични съединения от торови екстракти

1. Обхват

Този метод определя процедурата за отделяне на органични съединения от торови екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага за анализиране на проби от торове, екстрахирани по методи 8.1 и 8.2, за които се изисква обявяване на общото количество и/или съдържанието на водоразтворим елемент.

Забележка. Присъствието на малки количества органични вещества обикновено не се отразява отрицателно върху методите за определяне чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия.

3. Принцип

Органичните съединения в аликвотна част от екстракта се окисляват с водороден пероксид.

4. Реактиви

4.1. Разреден разтвор на солна киселина (HCl), около 0,5 M:

Смесва се 1 обем солна киселина (d20 = 1,18 g/ml) с 20 обема вода.

4.2. Разтвор на водороден пероксид (30 % H2O2, d20 = 1,11 g/ml), несъдържащ микроелементи.

5. Апаратура

Електрически котлон с променливи степени на нагряване.

6. Процедура

Вземат се 25 ml от екстракта, получен по метод 8.1 или 8.2, и се поставят в 100-милилитрова Бехерова чаша. Когато се използва метод 8.2, се добавят още 5 ml разтвор на разредена солна киселина (4.1). След това се прибавят 5 ml разтвор на водороден пероксид (4.2). Покрива се с часовниково стъкло. Изчаква се около 1 час да започне окислителният процес, след това постепенно се загрява до кипене и се кипи около половин час. При необходимост, след като изстине, към разтвора се добавят още 5 ml водороден пероксид. След това се изварява с цел отстраняване на излишния водороден пероксид. Оставя се да изстине, прехвърля се количествено в 50-милилитрова мерителна колба и се долива до марката. Филтрува се, когато е необходимо.

При вземане на аликвотни части и изчисляване на процентното съдържание на микроелемента в продукта трябва да се има предвид това разреждане.

Метод 8.4

Определяне съдържанието на микроелементи в торови екстракти чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия (обща процедура)

1. Обхват

Този метод дефинира общата процедура за определяне съдържанието на някои микроелементи в торови екстракти чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия.

2. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Област на приложение

Тази процедура се прилага при анализ на проби от торове, екстрахирани по методи 8.1 и 8.2, за които се изисква обявяване на общото количество и/или съдържанието на водоразтворими елементи според изискванията на приложение № 1, раздел Д. Адаптира нето на тази процедура към отделните химически елементи е подробно описано в специфичните за всеки елемент методи.

Забележка. В повечето случаи присъствието на малки количества органични вещества не се отразява отрицателно върху процедурата за определяне чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия.

3. Принцип

След като екстрактът се обработи, когато е необходимо, с цел намаляване или отстраняване на нежелани те химически видове, той се разрежда така, че концентрацията да бъде в оптималния обхват на спектрометъра при подходяща дължина на вълната за определяне съдържанието на даден химически елемент.

4. Реактиви

4.1. Разреден разтвор на солна киселина (HCl), около 6 M:

Смесва се 1 обем солна киселина (d20 = 1,18 g/ml) с 1 обем вода.

4.2. Разреден разтвор на солна киселина (HCl), около 0,5 M:

Смесва се 1 обем солна киселина (d20 = 1,18 g/ml) с 20 обема вода.

4.3. Разтвори на лантанова сол (10 g La за 1 l):

Този реактив се използва за определяне съдържанието на кобалт, желязо, манган и цинк. Той може да се приготви и по следните начини:

(а) Взема се лантанов оксид, разтворен в солна киселина (4.1). Поставят се 11,73 g лантанов оксид (La_2O_3) в 150 ml вода в 1-литрова мерителна колба и се добавят 120 ml от 6-моларната солна киселина (4.1). Изчаква се до пълно разтваряне, след което се долива вода до марката 1 литър и се разбърква старателно. Това е приблизително 0,5-моларен разтвор на солна киселина,

или

(б) Вземат се разтвори на лантанов хлорид, сулфат или нитрат. Разтварят се 26,7 g лантанов хлорид хептахидрат ($LaCl_3.7H_2O$) или 31,2 g лантанов нитрат хексахидрат [$La(NO_3)_3$ $6H_2O$] или 26,2 g лантанов сулфат нонахидрат [$La_2(SO_4)_3$ $9H_2O$] в 150 ml вода, после се добавят 85 ml от 6-моларната солна киселина (4.1). Изчаква се до пълно разтваряне, след което се долива вода до марката 1 литър. Разбърква се старателно. Това е приблизително 0,5-моларен разтвор на солна киселина.

4.4. Разтвори за калибриране.

За тяхното приготвяне трябва да се използват индивидуалните методи за определяне съдържанието на всеки отделен химически елемент.

5. Апаратура

Атомноабсорбционен спектрофотометър, снабден с източници на характеристичните лъчения за елементите, чието съдържание ще се определя.

Анализаторът трябва да следва инструкциите на производителя и да е добре запознат с апаратурата. Уредите трябва да позволяват корекции на фона, които да се извършват при необходимост (например при Co и Zn). Използваните газове са въздух и ацетилен.

6. Подготовка на разтвора за анализ

6.1. Приготвяне на екстракти, съдържащи микроелементи, които трябва да бъдат определени:

Виж метод 8.1 и/или 8.2, и 8.3, ако е подходящ.

6.2. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Обработка на анализирания разтвор

Разрежда се аликвотна част от екстракта, получен по метод 8.1, 8.2 или 8.3, с вода и/или солна киселина (4.1) или (4.2), така че в крайния разтвор, който ще се измерва, да се получи концентрация на определяния микроелемент, съответстваща на използвания калибрационен обхват (7.2), и концентрация на солната киселина поне 0,5 M, но не повече от 2,5 M. Операцията може да изисква едно или повече последователни разреждания.

Крайният разтвор се получава, като една аликвотна част от разредения екстракт се поставя в 100-милилитрова мерителна колба. Нека обемът на тази аликвотна част да бъде (a) ml. Когато се определя съдържанието на кобалт, желязо, магнезий или цинк, се добавят 10 ml разтвор на лантанова сол (4.3). Добавя се до марката 0,5-моларен разтвор на солна киселина (4.2) и се разбърква старателно. Това е крайният разтвор за измерване. Нека D да бъде факторът на разреждане.

7. Процедура

7.1. Приготвяне на празна проба:

Празна проба се приготвя, като се повтаря цялата процедура от екстракционния етап, пропускайки само пробата от тора.

7.2. Приготвяне на разтвори за калибриране

От работния стандартен разтвор, получен чрез използване на посочените за всеки отделен химически елемент метод, се приготвят в 100-милилитрови мерителни колби серии от поне 5 разтвора за калибриране с нарастваща концентрация в рамките на оптималния мерителен обхват на спектрометъра. Ако е необходимо, концентрацията на солната киселина се довежда с цел да се доближи колкото е възможно до тази на анализирания разреден разтвор (6.2). Когато се определя съдържанието на кобалт, желязо, манган или цинк, се добавят 10 ml от същия разтвор на лантанова сол, използвана в (6.2). Добавят се до марката от 0,5-моларния разтвор на солна киселина (4.2) и старателно се разбърква.

7.3. Определяне

Спектрометърът (5) се подготвя за определянето и се настройва към дължина на вълната, посочена в метода за съответния микроелемент.

Разтворите се впръскват трикратно в последователност: калибриран разтвор (7.2), анализиран разтвор (6.2) и чист разтвор (празната проба) (7.1). Отчита се всеки резултат, като инструментът се промива с дестилирана вода между отделните разпръсквания.

Построява се калибровъчна крива, като по ординатата се нанасят осреднените данни на спектрофотометъра от всеки разтвор за калибриране (7.2), а концентрацията на съответния микроелемент, изразена в mg/ml - по абсцисата.

По тази крива се определя концентрацията на съответния химически елемент в следи в анализирания разтвор xs (6.2) и в празната проба xb (7.1), изразявайки тези концентрации в mg/ml.

8. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултатите

Процентното съдържание на микроелемента (E) в тора се изчислява, както следва:

$$E\ (\%) = \frac{[(Xs-Xb)\ .\ V\ .\ D]}{(M\ .\ 104)}\ .$$

Ако се използва метод 8.3:

$$E\ (\%) = \frac{[(Xs-Xb)\ .\ V\ .\ 2D]}{(M\ .\ 104)}\ ,$$

където:

E е количеството на определяния микроелемент, изразено като процентно съдържание в тора;

Xs - концентрацията на анализирания разтвор (6.2) в mg/ml;

Xb - концентрацията на празната проба (7.1) в mg/ml;

V - обемът на екстракта, получен по метод 8.1 или 8.2, в ml;

D - факторът, съответстващ на извършеното разреждане в (6.2);

M - масата на анализираната проба, взета съгласно методи 8.1 и 8.2, в грамове.

Изчисляване на фактора на разреждане D:

Ако (a1), (a2), (a3),......, (ai) и (a) са аликвотните части и (V1), (V2), (V3),......, (vi) и (100) са обемите в ml, съответстващи на техните разреждания, факторът на разреждане ще се равнява на:

$$D = \left(\frac{V1}{a1}\right).\left(\frac{V2}{a2}\right).\left(\frac{V3}{a3}\right), ...,\left(\frac{Vi}{ai}\right).\left(\frac{100}{a}\right)$$

Метод 8.5

Определяне съдържанието на бор в торови екстракти чрез спектрофотометрия с азометин-H

1. Обхват

Този документ дефинира процедурата за определяне съдържанието на бор в торови екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага за анализ на проби от торове, екстрахирани по метод 8.1 или 8.2, и за които съществува изискване да се обявява общото и/или водоразтворимото съдържание на бор.

3. Принцип

В разтвор на азометин-H йоните на бората образуват жълт комплекс, чиято концентрация се определя чрез молекулно-абсорбционен спектрометър при 410 nm. Пречещите йони се маскират с EDTA.

4. Реактиви

4.1. Буферен разтвор на EDTA.

Поставят се в 500-милилитрова колба, съдържаща 300 ml вода:

- 75 g амониев ацетат (NH_4OOCCH_3);
- 10 g двунатриева сол на етилендиаминтетраоцет на киселина (Na_2EDTA);
- 40 ml оцетна киселина (CH_3COOH, $d_{20} = 1,05$ g/ml).

Долива се вода до марката и се разбърква старателно. pH на разтвора, проверен чрез стъкления електрод, трябва да бъде $4,8 \pm 0,1$.

4.2. Разтвор на азометин-H.

Поставят се в 200-милилитрова мерителна колба:

- 10 ml от буферния разтвор (4.1);
- 400 mg азометин-H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$);
- 2 g аскорбинова киселина ($C_6H_8O_6$).

Долива се вода до марката и се разбърква старателно. Не се приготвят големи количества от този реактив, защото той остава стабилен само за няколко дни.

4.3. Разтвори на бор за калибриране.

4.3.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Основен разтвор на бор (100 mg/ml):

Разтварят се 0,5719 g борна киселина (H_3BO_3) във вода в 1000-милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката и се разбърква старателно. Прехвърля се в пластмасова бутилка за съхраняване в хладилник.

4.3.2. Работен разтвор на бор (10 mg/ml).

Слагат се 50 ml от основния разтвор (4.3.1) в 500-милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката и се разбърква старателно.

5. Апаратура

Спектрофотометър, пригоден за молекулна абсорбция, с кювети с 10 mm оптичен път и настроен при дължина на вълната 410 nm.

6. Приготвяне на разтвора за анализ

6.1. Приготвяне на боровия разтвор:

Виж методи 8.1 и/или 8.2 и, ако е подходящ, 8.3.

6.2. Приготвяне на разтвора за анализ:

Разтваря се аликвотна част от екстракта (6.1), за да се получи концентрация на бора, указана в етап 7.2. Може да са необходими 2 последователни разреждания. Нека D да бъде факторът на разреждане.

6.3. Приготвяне на коригиращия разтвор:

Ако анализираният разтвор (6.2) е оцветен, се приготвя коригиращ разтвор, като в пластмасова колба се поставят 5 ml от анализирания разтвор (6.2), 5 ml от буферния разтвор на EDTA (4.1), 5 ml вода и се разбъркват внимателно.

7. Процедура

7.1. Приготвяне на празната проба:

Приготвя се празна проба чрез повторение на цялата процедура от екстракционнния етап, пропускайки само пробата за анализиране на тора.

7.2. Приготвяне на разтвори за калибриране:

Прехвърлят се 0, 5, 10, 15, 20 и 25 ml от работния разтвор за калибриране (4.3.2) в серия от 100-милилитрови мерителни колби. Долива се вода до марката 100 ml и се разбърква старателно. Тези разтвори съдържат между 0 и 2,5 mg/ml бор.

7.3. Проявяване на оцветяването.

Прехвърлят се по 5 ml от разтворите за калибриране (7.2), анализираните проби (6.2) и празната проба (7.1) в серия от пластмасови колби. Добавят се 5 ml от буферния разтвор на EDTA

(4.1). Прибавят се 5 ml от разтвора на азометин - H (4.2).

Разбъркват се старателно и се оставят цветът им да потъмнее в продължение на 2,5-3 часа.

7.4. Определяне

Измерва се абсорбцията на разтворите, получени в 7.3, и ако е подходящо, на коригиращия разтвор (6.3) спрямо водата при дължина на вълната 410 nm. Кюветите се изплакват с вода преди всяко ново отчитане.

8. Изразяване на резултатите

Построява се калибровъчна крива, като по абсциса та се нанася концентрацията на разтворите за калибриране (7.2), а отчетената абсорбция от спектрометъра (7.4)- по ординатата.

По кривата се отчита концентрацията на бор в празната проба (7.1), концентрацията на бор в анализирания разтвор (6.2) и ако анализираният разтвор е оцветен-коригираната концентрация на анализирания разтвор. За да се изчисли последната, от абсорбцията на анализирания разтвор (6.2) се изважда абсорбцията на коригиращия разтвор (6.3) и така се определя коригираната концентрация на анализирания разтвор. Отбелязва се концентрацията на анализирания разтвор (6.2) със и без корекцията - Xs, и на празната проба - Xb.

Процентното съдържание на бор в тора се изчислява, както следва:

$$B\ \% = \frac{[(Xs-Xb)\ .\ V\ .\ D]}{(M\ .\ 104)}\ .$$

Ако се използва метод 8.3:

$$B\ \% = \frac{[(Xs-Xb)\ .\ V\ .\ 2D]}{(M\ .\ 104)}\ ,$$

където:

B е количеството бор, изразено като процентно съдържание в тора;

Xs - концентрацията (mg/ml) на анализирания разтвор (6.2) със или без корекция;

Xb - концентрацията (mg/ml) на празната проба (7.1);

V - обемът в ml на екстракта, получен по метод 8.1 или 8.2;

D - факторът, съответстващ на разреждането, извършено в етап 6.2;

M - масата в грамове на пробата за анализ, взета в съответствие с метод 8.1 или 8.2.

Изчисляване на фактора на разреждане D: ако (a1) и (a2) са последователни аликвотни части и (V1) и (V2) са обемите, отговарящи на съответните разреждания, факторът на разреждане се изчислява, както следва:

$$D = \left(\frac{V1}{a1}\right) . \left(\frac{V2}{a2}\right).$$

Метод 8.6

Определяне съдържанието на кобалт в торови екстракти чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне съдържанието на кобалт в торовите екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага за анализ на проби от торове, екстрахирани по метод 8.1 или 8.2, за които съществува изискване да се обявява общото и/или водоразтворимото съдържание на кобалт.

3. Принцип

След подходящо третиране и разреждане на екстрактите съдържанието на кобалт се определя чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на солна киселина, около 6 M:

Виж метод 8.4 (4.1).

4.2. Разтвор на солна киселина, около 0,5 M:

Виж метод 8.4 (4.2).

4.3. Разтвори на лантанова сол (10g La/l):

Виж метод 8.4 (4.3).

4.4. Разтвори на кобалт за калибриране

4.4.1. Основен разтвор на кобалт (1000 mg/ml):

В 250-милилитрова Бехерова чаша се претегля с точност до 0,1 mg, 1 g кобалт, добавят се 25 ml от 6-моларната солна киселина (4.1) и се загрява на котлон до пълното разтваряне на кобалта. След като изстине, се прехвърля количествено в 1000-милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката и се разбърква старателно.

4.4.2. Работен разтвор на кобалт (100 mg/ml):

Слагат се 10 ml от основния разтвор (4.4.1) в 100-милилитрова мерителна колба. Долива се до марката от 0,5-моларния разтвор на солна киселина (4.2) и се разбърква старателно.

5. Апаратура

Атомноабсорбционен спектрофотометър: виж метод 8.4 (5). Уредът трябва да бъде съоръжен с източник на характеристично лъчение за кобалта (240,7 nm). Спектрофотометърът трябва да позволява корекции на фона.

6. Подготовка на разтвора за анализ

6.1. Екстрактен разтвор на кобалт:

Виж метод 8.1 и/или 8.2 и ако е подходящ, 8.3.

6.2. Приготвяне на разтвора за анализ:

Виж метод 8.4 (6.2). Разтворът за анализ трябва да съдържа 10 % (v/v) от разтвора на лантанова сол (4.3).

7. Процедура

7.1. Приготвяне на празна проба:

Виж метод 8.4 (7.1). Празната проба трябва да съдържа 10 % (v/v) от разтвора на лантанова сол, използван в етап 6.2.

7.2. Приготвяне на разтвори за калибриране:

Виж метод 8.4 (7.2).

За определяне съдържанието на кобалт при оптимален обхват от 0 до 5 mg/ml се поставят 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 и 5 ml респективно от работния разтвор (4.4.2) в серия от 100-милилитрови мерителни колби. При необходимост концентрацията на солната киселина се довежда колкото е възможно по-близо до тази на анализираната проба. Във всяка колба се добавят по 10 ml от разтвора на лантанова сол, използван в етап 6.2. Долива се до марката 100 ml от 0,5-моларния разтвор на солна киселина (4.2) и се разбърква старателно. Тези разтвори съдържат 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 и 5 mg/ml респективно кобалт.

7.3. Определяне.

Виж метод 8.4 (7.3). Спектрофотометърът (5) се подготвя за измерване при дължина на вълната 240,7 nm.

8. Изразяване на резултатите

Виж метод 8.4 (8).

Процентното съдържание на кобалт в тора се изчислява, както следва:

$$Co\ \% = \frac{[(Xs-Xb) . V . D]}{(M . 104)},$$

ако се използва метод 8.3:

$$Co\ \% = \frac{[(Xs-Xb) . V . 2D]}{(M . 104)},$$

където:

Co е количеството кобалт, изразено като процентно съдържание в тора;

Xs - концентрацията в mg/ml на анализирания разтвор (6.2);

Xb - концентрацията в mg/ml на празната проба (7.1);
V - обемът в ml на екстракта, получен по метод 8.1 или 8.2;
D - факторът, съответстващ на разреждането, извършено в етап 6.2;
M - масата в грамове на пробата за анализ, взета в съответствие с метод 8.1 или 8.2.

Изчисляване на фактора на разреждане D:

Ако (a1), (a2), (a3), ..., (ai) и (a) са аликвотните части и (V1), (V2), (V3), ..., (Vi) и (100) са обемите в ml, съответстващи на техните разреждания, факторът на разреждане ще се равнява на:

$$D = \left(\frac{V1}{a1}\right).\left(\frac{V2}{a2}\right).\left(\frac{V3}{a3}\right), \ldots ,\left(\frac{Vi}{ai}\right).\left(\frac{100}{a}\right)$$

Метод 8.7

Определяне съдържанието на мед в торови екстракти чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия

1. Обхват

Този метод дефинира процедурата за определяне съдържанието на мед в торовите екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага за анализ на проби от торове, екстрахирани по метод 8.1 или 8.2, за които съществува изискване да се обявява общото и/или водоразтворимото съдържание на мед.

3. Принцип

След подходящо третиране и разреждане на екстрактите съдържанието на мед се определя чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на солна киселина, около 6 M:

Виж метод 8.4 (4.1).

4.2. Разтвор на солна киселина, около 0,5 M:

Виж метод 8.4 (4.2).

4.3. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Разтвор на водороден пероксид (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), несъдържащ микроелементи.

4.4. Разтвори на мед за калибриране.

4.4.1. Основен разтвор на мед (1000 mg/ml):

В 250-мililитрова Бехерова чаша се претегля 1 грам мед с точност до 0,1 mg, добавят се 25 ml от 6-моларния разтвор на солна киселина (4.1), 5 ml от разтвора на водороден пероксид (4.3) и се загряват на котлон до пълното разтваряне на медта. Прехвърлят се количествено в 1000-милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката и се разбърква старателно.

4.4.2. Работен разтвор на мед (100 mg/ml):

Поставят се 20 ml от основния разтвор (4.4.1) в 200-милилитрова мерителна колба. Долива се до марката от 0,5-моларния разтвор на солна киселина (4.2) и се разбърква старателно.

5. Апаратура

Спектрофотометър, пригоден за атомна абсорбция: виж метод 8.4 (5). Уредът трябва да бъде съоръжен с източник на характеристично лъчение за медта (324,8 nm).

6. Подготовка на разтвора за анализ

6.1. Екстрактен разтвор на мед:

Виж метод 8.1 и/или 8.2 и, ако е подходящ, 8.3.

6.2. Приготвяне на разтвора за анализ:

Виж метод 8.4 (6.2).

7. Процедура

7.1. Приготвяне на празна проба:

Виж метод 8.4 (7.1).

7.2. Приготвяне на разтвори за калибриране:

Виж метод 8.4 (7.2).

За определяне съдържанието на мед при оптимален обхват от 0 до 5 mg/ml се поставят 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 и 5 ml респективно от работния разтвор (4.4.2) в серия от 100-милилитрови мерителни колби. При необходимост концентрацията на солната киселина се довежда колкото е възможно по-близо до тази на анализираната проба. Долива се до марката 100 ml от 0,5-моларния разтвор на солна киселина (4.2) и се разбърква старателно. Тези разтвори съдържат 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 и 5 mg/ml респективно мед.

7.3. Определяне

Виж метод 8.4 (7.3). Спектрофотометърът (5) се настройва за измерване при дължина на вълната 324,8 nm.

8. Изразяване на резултатите

Виж метод 8.4 (8).

Процентното съдържание на мед в тора се изчислява, както следва:

$$Cu\,\% = \frac{[(Xs-Xb)\,.\,V\,.\,D]}{(M\,.\,104)},$$

ако се използва метод 8.3:

$$Cu\,\% = \frac{[(Xs-Xb)\,.\,V\,.\,2D]}{(M\,.\,104)},$$

където:

Cu е количеството мед, изразено като процентно съдържание в тора;

Xs - концентрацията в mg/ml на анализирания разтвор (6.2);

Xb - концентрацията в mg/ml на празната проба (7.1);

V - обемът в ml на екстракта, получен по метод 8.1 или 8.2;

D - факторът на разреждане, извършено в етап 6.2;

M - масата в грамове на пробата за анализ, взета в съответствие с метод 8.1 или 8.2.

Изчисляване на фактора на разреждане D:

Ако (a1), (a2), (a3), ..., (ai) и (a) са аликвотните части и (V1), (V2), (V3), ..., (Vi) и (100) са обемите в ml, съответстващи на техните разреждания, факторът на разреждане ще се равнява на:

$$D = \left(\frac{V1}{a1}\right).\left(\frac{V2}{a2}\right).\left(\frac{V3}{a3}\right), ..., \left(\frac{Vi}{ai}\right).\left(\frac{100}{a}\right)$$

Метод 8.8

Определяне съдържанието на желязо в торови екстракти чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия

1. Обхват

Този метод описва процедура за определяне съдържанието на желязо в торовите екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага за анализ на проби от торове, екстрахирани по методи 8.1 и 8.2, за които съществува изискване да се обявява общото или водоразтворимото съдържание на желязо.

3. Принцип

След подходящо третиране и разреждане на екстракта съдържанието на желязо се определя чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на солна киселина, около 6 M:

Виж метод 8.4 (4.1).

4.2. Разтвор на солна киселина, около 0,5 M:

Виж метод 8.4 (4.2).

4.3. Разтвор на водороден прекис (30 % H2O, d20 = 1,11 g/ml), несъдържащ микроелементи.

4.4. Разтвори на лантанова сол (10 g La/l):

Виж метод 8.4 (4.3).

4.5. Разтвори на желязо за калибриране:

4.5.1. Основен разтвор на желязо (1000 mg/ml):

В 500-милилитрова Бехерова чаша се претегля 1 грам чиста желязна тел с точност до 0,1 mg, добавят се 200 ml от 6-моларната солна киселина (4.1) и 15 ml разтвор на водороден прекис (4.3). Загрява се на котлон, докато желязото напълно се разтвори. След това се охлажда и количествено се прехвърля в 1000-милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката и се разбърква старателно.

4.5.2. Работен разтвор на желязо (100 mg/ml):

Поставят се 20 ml от основния разтвор (4.5.1) в 200-милилитрова мерителна колба. Добавя се до марката от 0,5-моларния разтвор на солна киселина и се разбърква старателно.

5. Апаратура

Атомноабсорбционен спектрофотометър: виж метод 8.4 (5). Уредът трябва да бъде съоръжен с източник на характеристично лъчение за желязо (248,3 nm).

6. Подготовка на разтвора за анализ

6.1. Разтвор на железен екстракт:

Виж метод 8.1 и/или 8.2 и, ако е подходящ, 8.3.

6.2. Приготвяне на разтвора за анализиране:

Виж метод 8.4 (6.2). Анализираният разтвор трябва да съдържа 10 % (v/v) разтвор на лантанова сол.

7. Процедура

7.1. Приготвяне на празна проба:

Виж метод 8.4 (7.1). Празната проба трябва да съдържа 10 % (v/v) разтвор на лантанова сол, използван в етап 6.2.

7.2. Приготвяне на разтвори за калибриране:

Виж метод 8.4 (7.2).

За определяне съдържанието на желязо при оптимален обхват от 0 до 10 mg/ml се поставят съответно 0, 2, 4, 6, 8 или 10 ml от работния разтвор (4.5.2) в поредица от 100-милилитрови колби. При необходимост концентрацията на солната киселина се довежда по възможност най-близо до тази на анализирания разтвор. Добавят се 10 ml от разтвора на лантанова сол, използван в 6.2. Добавя се до марката от 0,5-моларния разтвор на солна киселина (4.2) и се разбърква старателно. Тези разтвори съдържат съответно 0, 2, 4, 6, 8 или 10 mg/ml желязо.

7.3. Определяне

Виж метод 8.4 (7.3). Спектрофотометърът (5) се подготвя за измерване при дължина на вълната 248,3 nm.

8. Изразяване на резултатите

Виж метод 8.4 (8).

Процентното съдържание на желязо в тора се изчислява, както следва:

$$Fe\,\% = \frac{[(Xs-Xb)\,.\,V\,.\,D]}{(M\,.\,104)},$$

ако се използва метод 8.3:

$$Fe\,\% = \frac{[(Xs-X\,b)\,.\,V\,.\,2D]}{(M\,.\,104)},$$

където:

Fe е количеството желязо, изразено като процентно съдържание в тора;

Xs - концентрацията в mg/ml на анализирания разтвор (6.2);

Xb - концентрацията в mg/ml на празната проба (7.1);

V - обемът в ml на екстракта, получен съгласно метод 8.1 или 8.2;

D - факторът на разреждането, извършено в етап 6.2;

M - масата в грамове на анализираната проба, взета съгласно метод 8.1 или 8.2.

Изчисляване на фактора на разреждане D:

Ако (a1), (a2), (a3),......, (ai) и (a) са аликвотните части и (V1), (V2), (V3),......, (Vi) и (100) са обемите в ml, съответстващи на техните разреждания, факторът на разреждане ще се равнява на:

$$D = \left(\frac{V1}{a1}\right).\left(\frac{V2}{a2}\right).\left(\frac{V3}{a3}\right), \dots, \left(\frac{Vi}{ai}\right).\left(\frac{100}{a}\right)$$

Метод 8.9

Определяне съдържанието на манган в торови екстракти чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия

1. Обхват

Този метод описва процедура за определяне съдържанието на манган в торови екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага за анализ на проби от торове, екстрахирани по методи 8.1 и 8.2, за които съществува изискване да се обявява общото или водоразтворимото съдържание на манган.

3. Принцип

След подходящо третиране и разреждане на екстрактите съдържанието на манган се определя чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на солна киселина, около 6 M:

Виж метод 8.4 (4.1).

4.2. Разтвор на солна киселина, около 0,5 M:

Виж метод 8.4 (4.2).

4.3. Разтвори на лантанова сол (10 g La/l):

Виж метод 8.4 (4.3).

4.4. Разтвори на манган за калибриране:

4.4.1. Основен разтвор на манган (1000 mg/ml).

В 250-милилитрова Бехерова чаша се претегля 1 грам манган с точност до 0,1 mg, добавят се 25 ml от 6-моларния разтвор солна киселина (4.1). Загрява се на котлон, докато манганът напълно се разтвори. След това се охлажда и количествено се прехвърля в 1000-милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката и се разбърква старателно.

4.4.2. Работен разтвор на манган (100 mg/ml).

Разреждат се 20 ml от основния разтвор (4.4.1) в 0,5-моларния разтвор на солна киселина (4.2) в 200-милилитрова мерителна колба. Добавя се до марката от 0,5-моларния разтвор на солна киселина и се разбърква старателно.

5. Апаратура

Атомноабсорбционен спектрофотометър: виж метод 8.4 (5). Уредът трябва да бъде съоръжен с източник на характеристично лъчение за мангана (279,6 nm).

6. Подготовка на разтвора за анализ

6.1. Разтвор на манганов екстракт:

Виж методи 8.1 и/или 8.2 и, ако е подходящ, 8.3.

6.2. Приготвяне на разтвора за анализ:

Виж метод 8.4 (6.2). Анализираният разтвор трябва да съдържа 10 % v/v от разтвор на лантанова сол (4.3).

7. Процедура

7.1. Приготвяне на празната проба:

Виж метод 8.4 (7.1). Празната проба трябва да съдържа 10 % v/v от разтвора на лантанова сол, използван в етап 6.2.

7.2. Приготвяне на разтвори за калибриране:

Виж метод 8.4 (7.2).

За определяне съдържанието на манган при оптимален обхват от 0 до 5 mg/ml се поставят съответно 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 и 5 ml от работния разтвор (4.4.2) в поредица от 100-милилитрови мерителни колби. При необходимост концентрацията на солната киселина се довежда по възможност най-близо до тази на анализирания разтвор. Във всяка колба се прибавят по 10 ml от разтвора на лантанова сол, използван в 6.2. Добавя се до марката от 0,5-моларния разтвор на солна киселина (4.2) и се разбърква старателно. Тези разтвори съдържат съответно 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 и 5 mg/ml манган.

7.3. Определяне

Виж метод 8.4 (7.3). Спектрофотометърът (5) се подготвя за измерване при дължина на вълната 279,6 nm.

8. Изразяване на резултатите

Виж метод 8.4 (8).

Процентното съдържание на манган в тора се изчислява, както следва:

$$Mn\ \% = \frac{[(Xs-Xb) \,.\, V \,.\, D]}{(M \,.\, 104)},$$

ако се използва метод 8.3:

$$Mn\ \% = \frac{[(Xs-Xb) \,.\, V \,.\, 2D]}{(M \,.\, 104)},$$

където:

Mn е количеството манган, изразено като процентно съдържание в тора;

Xs - концентрацията в mg/ml на анализирания разтвор (6.2);

Xb - концентрацията в mg/ml на празната проба (7.1);

V - обемът в ml на екстракта, получен съгласно метод 8.1 или 8.2;

D - факторът, съответстващ на разреждането, извършено в етап 6.2;

M - масата в грамове на анализираната проба, взета съгласно метод 8.1 или 8.2.

Изчисляване на фактора на разреждане D:

Ако (a1), (a2), (a3),......, (ai) и (a) са аликвотните части и (V1), (V2), (V3),......, (Vi) и (100) са обемите в ml, съответстващи на техните разреждания, факторът на разреждане ще се равнява на:

$$D = \left(\frac{V1}{a1}\right).\left(\frac{V2}{a2}\right).\left(\frac{V3}{a3}\right), \ldots ,\left(\frac{Vi}{ai}\right).\left(\frac{100}{a}\right)$$

Метод 8.10

Определяне съдържанието на молибден в торови екстракти чрез спектрофотометрия на комплексно съединение с амониев тиоцианат

1. Обхват

Този метод описва процедура за определяне съдържанието на молибден в торовите екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага за анализ на проби от торове, екстрахирани чрез методи 8.1 и 8.2, за които съществува изискване да се обявява общото и/или водоразтворимото съдържание на молибден.

3. Принцип

Молибден (V) се свързва в комплекс [MoO(SCN)5] в кисела среда с SCN-йони.

Комплексът се екстрахира с n-бутил ацетат. Пречещите йони, каквито са тези на желязото, остават в течната фаза. Жълто-оранжевият цвят се определя чрез молекулноабсорбционна спектрофотометрия при 470 nm.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на разредена солна киселина (HCl), приблизително 6 M:

Виж метод 8.4 (4.1).

4.2. Разтвор на мед (70 mg/l) в 1,5-моларна солна киселина:

Разтварят се 275 mg меден сулфат (CuSO4 5H2O), претеглени с точност до 0,1 mg, в 250 ml от 6-моларния разтвор на солна киселина (4.1) в 1000-милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката и се разбърква старателно.

4.3. Разтвор на аскорбинова киселина (50 g/l):

Разтварят се 50 грама аскорбинова киселина (C6H8O6) във вода в 1000-милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката, разбърква се внимателно и се съхранява в хладилник.

4.4. n-бутил ацетат.

4.5. Разтвор на амониев тиоцианат, 0,2 М:

Разтварят се 15,224 грама mol/l H4SCN във вода в 1000-милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката, разбърква се внимателно и се съхранява в тъмна бутилка.

4.6. Разтвор на станохлорид (50 g/l) в 2-моларна солна киселина.

Този разтвор трябва да бъде абсолютно прозрачен и да се приготви непосредствено преди употреба. Трябва да се използва много чист станохлорид, защото в противен случай разтворът няма да бъде прозрачен.

За да се приготви 100 ml разтвор, следва да се разтворят 5 грама (SnCl22H2O) в 35 ml от 6-моларната солна киселина (4.1). Добавят се 10 ml от медния разтвор (4.2). Долива се вода до марката и се разбърква старателно.

4.7. Разтвори на молибден за калибриране:

4.7.1. Основен разтвор на молибден (500 mg/ml):

Разтварят се 0,920 грама амониев молибдат [(NH4)6Mo7O24 4H2O], претеглен с точност до 0,1 mg, в 6-моларната солна киселина (4.1) в 1000-милилитрова мерителна колба. Долива се до марката от същия разтвор и се разбърква старателно.

4.7.2. Междинен разтвор на молибден (25 mg/ml):

Поставят се 25 ml от основния разтвор (4.7.1) в 500-милилитрова мерителна колба. Долива се до марката от 6-моларната солна киселина (4.1) и се разбърква старателно.

4.7.3. Работен разтвор на молибден (2,5 mg/ml):

Поставят се 10 ml от междинния разтвор (4.7.2) в 100-милилитрова мерителна колба. Долива се до марката от 6-моларната солна киселина (4.1) и се разбърква старателно.

5. Апаратура

5.1. Спектрофотометър с кювети с оптичен път 20 mm и настроен за дължина на вълната 470 nm.

5.2. 200- или 250-милилитрови делителни фунии.

6. Подготовка на разтвор за анализ

6.1. Екстрактен разтвор на молибден:

Виж методи 8.1 и/или 8.2 и, ако е подходящ, 8.3.

6.2. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Приготвяне на разтвора за анализиране:

Разрежда се аликвотна част от екстракта (6.1) с 6-моларната солна киселина (4.1), така че да се получи подходяща концентрация на молибден. Нека D да бъде факторът на разреждане.

Взема се аликвотна част (a) от екстракта, съдържащ от 1 до 12 mg молибден, и се поставя в делителна фуния (5.2). Долива се до марката 50 ml от 6-моларната солна киселина (4.1).

7. Процедура

7.1. Приготвяне на празната проба:

Празна проба се приготвя чрез повторение на цялата процедура от екстракционния етап, пропускайки само пробата за анализ.

7.2. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Приготвяне на серията разтвори за калибриране:

Приготвя се серия от поне 6 разтвора за калибрира не с нарастваща концентрация, съответстваща на оптималния отчитащ обхват на спектрометъра.

За интервал от 0 до 12,5 mg молибден се слагат 0, 1, 2, 3, 4 и 5 ml респективно от работния разтвор (4.7.3) в делителните фунии (5.2). Долива се до марката 50 ml от 6-моларната солна киселина (4.1). Фуниите съдържат респективно 0, 2,5, 5, 7,5, 10 и 12,5 mg молибден.

7.3. Образуване и отделяне на комплекса:

Към всяка делителна фуния (6.2, 7.1 и 7.2) се добавят в следния порядък:

- 10 ml от разтвора на мед (4.2);

- 20 ml от разтвора на аскорбинова киселина (4.3).

Разбъркват се внимателно и се изчаква 2-3 минути, след което се добавят:

- 10 ml от n-бутил ацетат (4.4), използвайки прецизна пипета;

- 20 ml от разтвора на тиоцианат (4.5).

Разклаща се в продължение на 1 минута, за да се екстрахира комплексът в органичната фаза, и се оставя да се утаи; след разделянето на двете фази цялата течна фаза се изтегля и изхвърля; след това органичната фаза се промива с 10 ml от разтвора на станохлорид (4.6).

Разклаща се в продължение на 1 минута. Оставя се да се утаи и се изтегля цялата течна фаза. Органичната фаза се събира в епруветка; това ще даде възможност да се съберат капките вода в суспензия.

7.4. Определяне

Абсорбциите на разтворите, получени в етап 7.3, се измерват при дължина на вълната 470 nm, а разтворът на молибден за калибриране 0 mg/ml (7.2) се използва като стандарт.

8. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултатите

Построява се калибрационна крива, като по абсцисата се нанасят съответстващите маси на молибден в разтворите за калибриране (7.2), изразени в mg, а по ординатата-съответстващите стойности на абсорбциите (7.4), отчетени от спектрометъра.

По тази крива се определя масата на молибден в анализирания разтвор (6.2) и в празната проба (7.1). Тези маси са обозначени респективно с Xs и Xb.

Процентното съдържание на молибден в тора се изчислява, както следва:

$$Mo\ \% = \frac{[(Xs-Xb)\ .\ V\ .\ D]}{(M\ .\ 104)},$$

ако се използва метод 8.3:

$$Mo\ \% = \frac{[(Xs-Xb)\ .\ V\ .\ 2D]}{(M\ .\ 104)},$$

където:

Mo е количеството молибден, изразено като процентно съдържание в тора;

a - обемът в ml на аликвотна част, взета от последния разреден разтвор (6.2.);

Xs - масата на молибден в mg на анализирания разтвор (6.2);

Xb - масата на молибден в mg на празната проба (7.1), чийто обем съответства на обема (a) от аликвотната част на анализирания разтвор (6.2);

V - обемът в ml на екстракта, получен съгласно метод 8.1 или 8.2;

D - факторът, съответстващ на разреждането, извършено в етап 6.2;

M - масата в грамове на анализираната проба, взета съгласно метод 8.1 или 8.2.

Изчисляване на фактора на разреждане D: ако (a1) и (a2) са последователни аликвотни части и (V1) и (V2) са обемите, отговарящи на съответните разреждания, факторът на разреждане се изчислява, както следва:

$$D = \left(\frac{V1}{a1}\right) . \left(\frac{V2}{a2}\right).$$

Метод 8.11

Определяне съдържанието на цинк в торови екстракти чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия

1. Обхват

Този метод описва процедура за определяне съдържанието на цинк в торови екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага за анализ на проби от торове, екстрахирани по методи 8.1 и 8.2, за които съществува изискване да се обявява общото и/или водоразтворимото съдържание на цинк.

3. Принцип

След подходящо третиране и разреждане на екстрактите съдържанието на цинк се определя чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на солна киселина, около 6 М:

Виж метод 8.4 (4.1).

4.2. Разтвор на солна киселина, около 0,5 М:

Виж метод 8.4 (4.2).

4.3. Разтвори на лантанова сол (10g La/l):

Виж метод 8.4 (4.3).

4.4. Разтвори на цинк за калибриране:

4.4.1. Основен разтвор на цинк (1000 mg/ml):

В 1000-милилитрова мерителна колба се разтваря 1 грам цинк на прах или люспи, претеглен с точност до 0,1 mg, в 25 ml от 6-моларната солна киселина (4.1). След пълното разтваряне се долива вода до марката и се разбърква старателно.

4.4.2. Работен разтвор на цинк (100 mg/ml):

В 200-милилитрова мерителна колба се разреждат 20 ml от основния разтвор (4.4.1) с 0,5-моларна солна киселина (4.2). Долива се до марката от 0,5-моларната солна киселина и се разбърква старателно.

5. Апаратура

Атомноабсорбционен спектрофотометър:

Виж метод 8.4 (5). Уредът трябва да бъде снабден с източник на лъчение на характеристичните линии на цинка (213,8 nm). Спектрофотометърът трябва да позволява корекции на фона.

6. Подготовка на разтвора за анализ

6.1. Разтвор на цинков екстракт:

Виж методи 8.1 и/или 8.2 и, ако е подходящ, 8.3.

6.2. Приготвяне на разтвора за анализ:

Виж метод 8.4 (6.2). Анализираният разтвор трябва да съдържа обемни 10 % от разтвора на лантанова сол.

7. Процедура

7.1. Приготвяне на празната проба:

Виж метод 8.4 (7.1). Празната проба трябва да съдържа обемни 10 % от използвания в етап 6.2 разтвор на лантанова сол.

7.2. Приготвяне на разтвори за калибриране:

Виж метод 8.4 (7.2). За оптимален интервал от 0 до 5 mg/ml цинк се поставят съответно 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 и 5 ml

от работния разтвор (4.4.2) в поредица от 100-милилит рови мерителни колби. При необходимост концентрацията на солна киселина се нагажда, за да се довежда по възможност максимално до тази на анализирания разтвор. Добавят се по 10 ml от разтвора на лантанова сол, използван в 6.2, във всяка мерителна колба. Долива се до марката 100 ml от 0,5-моларната солна киселина (4.2) и се разбърква старателно.

Тези разтвори съдържат съответно 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 и 5 mg/ml цинк.

7.3. Определяне

Виж метод 8.4 (7.3). Спектрофотометърът (5) се подготвя за измервания при дължина на вълната 213,8 nm.

8. Изразяване на резултатите

Виж метод 8.4 (8).

Процентното съдържание на цинк в тора се изчислява, както следва:

$$Zn\ \% = \frac{[(Xs-Xb)\ .\ V\ .\ D]}{(M\ .\ 104)},$$

ако се използва метод 8.3:

$$Zn\ \% = \frac{[(Xs-Xb)\ .\ V\ .\ 2D]}{},$$

(M . 104)

където:

Zn е количеството цинк, изразено като процентно съдържание в тора;

Xs - концентрацията в mg/ml на анализирания разтвор (6.2);

Xb - концентрацията в mg/ml на празната проба (7.1);

V - обемът в ml на екстракта, получен съгласно метод 8.1 или 8.2;

D - факторът, съответстващ на разреждането, извършено в етап 6.2;

M - масата в грамове на анализираната проба, взета съгласно метод 8.1 или 8.2.

Изчисляване на фактора на разреждане D:

Ако (a1), (a2), (a3),......, (ai) и (a) са аликвотните части и (V1), (V2), (V3), ... , (Vi) и (100) са обемите в ml, съответстващи на техните разреждания, факторът на разреждане ще се равнява на:

$$D = \left(\frac{V1}{a1}\right).\left(\frac{V2}{a2}\right).\left(\frac{V3}{a3}\right), \ldots ,\left(\frac{Vi}{ai}\right).\left(\frac{100}{a}\right)$$

М е т о д и 9

Микроелементи при концентрация над 10 %

Метод 9.1

Екстрахиране на общото количество на микроелементи

1. Обхват

Този метод определя процедурата за екстрахиране на следните видове микроелементи: общото съдържание на бор, кобалт, мед, желязо, манган, молибден и цинк. Целта е да се извършат минимален брой екстракции и където е възможно, да се използва един и същ екстракт за определяне общото съдържание на всеки от изброените по-горе микроелементи.

2. Област на приложение

Тази процедура се отнася за торове, които съдържат един или повече от следните микроелементи: бор, кобалт, мед, желязо, манган, молибден и цинк. Тя се прилага за всички видове микроелементи, чието обявено съдържание е над 10 %.

3. Принцип

Разтваряне в кипяща разредена солна киселина.

Забележка. Екстракцията е емпиричен процес и може да не е количествена в зависимост от продукта или другите съставни части на тора. Понякога, по-специално при някои манганови оксиди, екстрахираното количество може да бъде значително по-малко от общото количество манган, което се съдържа в продукта. Задължение на производителя на торове е да гарантира, че обявеното съдържание действително отговаря на екстрахираното количество съгласно условията на приложения метод.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на разредена солна киселина (HCl), около 6 M:

Смесва се 1 обем солна киселина (d20 = 1,18 g/ml) с 1 обем вода.

4.2 Концентриран амонячен разтвор (NH4OH, d20 = 0,9 g/ml).

5. Апаратура

5.1. Електрически котлон с променливи степени на нагряване.

5.2. pH-метър.

Забележка. Когато в екстракта се определя съдържанието на бор, не трябва да се използва боросиликатна стъклария. Тъй като методът включва кипене, препоръчително е да се използват съдове от тефлон или кварцово стъкло. Стъклените съдове се изплакват добре, ако преди това са били мити с детергенти, съдържащи борати.

6. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Подготовка на пробата

Виж метод 1 (приложение № 5).

7. Процедура

7.1. Проба за анализ:

Взема се известно количество от тора с маса между 1 и 2 грама в зависимост от обявеното съдържание на елемента в продукта. Трябва да се използва следната таблица, за да се получи крайният разтвор, който след подходящо разреждане ще бъде в границите на обхвата на всеки метод. Пробите се претеглят с точност до 1 mg.

Обявено съдържание на елемента в тора (%)	>10	<25	i25
Маса на анализираната проба (g)	2		1
Маса на елемента в пробата (mg)	>200	<500	i250
Обем на екстракта V (ml)	500		500
Концентрация на елемента в екстракта (mg/l)	> 400	< 1000	i 500

Пробата се поставя в 250-милилитрова Бехерова чаша.

7.2. Приготвяне на разтвора:

При необходимост пробата се овлажнява с малко вода, добавят се по 10 ml разредена солна киселина (4.1) на всеки грам от тора, внимателно-на малки количества, после се добавят около 50 ml вода. Покрива се Бехеровата чаша с часовниково стъкло и се разбърква. Загрява се до кипене на котлон и се оставя да кипи в продължение на около 30 минути. Оставя се да изстине, като от време на време се разбърква. Прехвърля се количествено в 500-милилитрова мерителна колба. Добавя се до марката вода и се разбърква внимателно. Филтрува се през сух филтър в сух съд. Първата порция се изхвърля. Екстрактът трябва да бъде идеално чист.

Препоръчва се определянето да се извършва без забавяне, на аликвотни части от чистия филтрат-в противен случай съдовете трябва да се запушат.

Забележка. За екстракти, в които трябва да се определи съдържанието на бор, pH се нагласява между 4 и 6 с концентриран амонячен разтвор (4.2).

8. Определяне

Определянето на даден микроелемент се осъществява на аликвотни части, както е указано в метода за всеки отделен елемент.

Методи 9.5, 9.6, 9.7, 9.9 и 9.10 не могат да се използват за определяне съдържанието на микроелементи, присъстващи в хелатна форма. В такива случаи първоначално, преди определянето, трябва да се използва метод 9.3.

Когато за определянето се използва атомноабсорбционна спектрофотометрия (методи 9.8 и 9.11), тогава подобно третиране може да не е необходимо.

Метод 9.2

Екстрахиране на водоразтворими микроелементи

1. Обхват

Този метод определя процедурата за екстрахиране на водоразтворими форми от следните видове микроелементи: бор, кобалт, мед, желязо, манган, молибден

и цинк. Целта е да се извършат минимален брой екстракции и където е възможно, да се използва един и същ екстракт при определяне съдържанието на всеки от изброените по-горе микроелементи.

2. Област на приложение

Тази процедура се отнася за торове, които съдържат един или повече от следните микроелементи в следи: бор, кобалт, мед, желязо, манган, молибден и цинк. Тя се прилага за всички видове микроелементи, чието обявено съдържание е над 10 %.

3. Принцип

Микроелементите се екстрахират чрез разбъркване на тора във вода при температура 20 ± 2 градуса по Целзий.

Забележка. Екстракцията е емпиричен процес и може да няма количествено изражение.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на разредена солна киселина (HCl), около 6 M:

Смесва се 1 обем солна киселина (d20 = 1,18 g/ml) с 1 обем вода.

5. Апаратура

5.1. Ротационна клатачна машина, нагласена на скорост от 35 до 40 rpm .

Забележка. Когато в екстракта се определя съдържанието на бор, не трябва да се използва боросиликат на стъклария. Препоръчва се използването на съдове от тефлон или кварцово стъкло за тази екстракция. Стъклените съдове се изплакват добре, ако преди това са били мити с детергенти, съдържащи борати.

6. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Подготовка на пробата

Виж метод 1 (приложение № 6).

7. Процедура

7.1. Проба за анализ:

Взема се известно количество от тора с маса между 1 и 2 грама в зависимост от обявеното съдържание на елемента в продукта. Трябва да се използва следната таблица, за да се получи крайният разтвор, който след подходящо разреждане трябва да бъде в границите на мерителния обхват на всеки метод. Пробите се претеглят с точност до 1 mg.

Обявено съдържание на елемента в тора (%)	>10	<25	i25
Маса на анализираната проба (g)	2		1
Маса на елемента в пробата (mg)	>200	<500	i250
Обем на екстракта V (ml)	500		500
Концентрация на елемента в екстракта (mg/l)	> 400	< 1000	i 500

Пробата се поставя в 500-милилитрова мерителна колба.

7.2. Приготвяне на разтвора:

Прибавят се около 400 ml вода.

Колбата се запушва добре и се разклаща енергично с ръце, за да се диспергира пробата. След това колбата се поставя на клатачна машина и се разклаща в продължение на 30 минути.

Добавя се вода до марката и старателно се разбърква.

7.3. Приготвяне на разтвора за анализ:

Разтворът се филтрува веднага в чиста суха колба. Колбата се запушва. Определянето трябва да се извърши незабавно след филтруването.

Забележка. Ако филтратът започне постепенно да помътнява, се прави друга екстракция в съответствие със 7.1 и 7.2 в колба с обем Ve . Филтрува се в калибрирана колба с обем W, предварително изсушена, в която са добавени 5 ml разредена солна киселина (4.1). Филтруването се преустановява точно в момента, когато е достигната калибрационната марка на колбата. Старателно се разбърква.

При тези условия стойността на V е:

$$V = Ve \cdot \frac{W}{W-5}.$$

Разрежданията в израза зависят от тази стойност на V.

8. Определяне

Определянето на всеки микроелемент се извършва на аликвотни части, указани в методите за всеки отделен елемент.

Методи 9.5, 9.6, 9.7, 9.9 и 9.10 не могат да се използват за определяне на микроелементи, присъстващи в хелатна форма. В такива случаи преди определянето трябва да се използва метод 9.3.

В случай на определяне чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия (методи 9.8 и 9.11) такова третиране може да не е необходимо.

Метод 9.3

Отделяне на органични съединения от торови екстракти

1. Обхват

Този метод определя процедура за отделяне на органични съединения от торови екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага за анализиране на проби от торове, екстрахирани по методи 9.1 и 9.2, за които се изисква обявяване на общото количество и/или съдържанието на водоразтворим елемент.

Забележка. Присъствието на малки количества органични вещества обикновено не се отразява отрицателно върху методите за определяне чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия.

3. Принцип

Органичните съединения в аликвотна част от екстракта се окисляват с водороден пероксид.

4. Реактиви

4.1. Разреден разтвор на солна киселина (HCl), около 0,5 M:

Смесва се 1 обем солна киселина (d20 = 1,18 g/ml) с 20 обема вода.

4.2. Разтвор на водороден пероксид (30 % H_2O_2, d20 = 1,11 g/ml), несъдържащ микроелементи.

5. Апаратура

Електрически котлон с променливи степени на нагряване.

6. Процедура

Вземат се 25 ml от екстракта, получен по метод 9.1 или 9.2, и се поставят в 100-милилитрова Бехерова чаша. Когато се използва метод 9.2, се добавят още 5 ml разтвор на разредена солна киселина (4.1). След това се прибавят 5 ml разтвор на водороден пероксид (4.2). Покрива се с часовниково стъкло. Изчаква се около 1 час да започне окислителният процес, след това постепенно се загрява до кипене и се оставя да кипи около половин час. При необходимост, след като изстине, към разтвора се добавят още 5 ml водороден пероксид. След това се изварява с цел отстраняване на излишния водороден пероксид. Оставя се да изстине, прехвърля се количествено в 50-милилитрова мерителна колба и се долива до марката. Филтрува се, когато е необходимо.

При вземане на аликвотни части и изчисляване на процентното съдържание на микроелементи в продукта трябва да се има предвид това разреждане.

Метод 9.4

Определяне съдържанието на микроелементи в торови екстракти чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия (обща процедура)

1. Обхват

Този метод формулира общата процедура за определяне съдържанието на желязо и цинк в торови екстракти чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага за анализ на проби от торове, екстрахирани по методи 9.1 и 9.2, за които се изисква обявяване на общото количество и/или съдържанието на водоразтворими желязо и цинк. Адаптира нето на тази процедура към отделните микроелементи е подробно описано в специфичните за всеки елемент методи.

Забележка. В повечето случаи присъствието на малки количества органични вещества не се отразява отрицателно върху процедурата за определяне чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия.

3. Принцип

След като екстрактът се обработи, когато е необходимо, с цел намаляване или отстраняване на нежелани те химически видове, той се разрежда така, че концентрацията да бъде в оптималния обхват на спектрофотометъра при подходяща дължина на вълната за определяне съдържанието на даден химически елемент.

4. Реактиви

4.1. Разреден разтвор на солна киселина (HCl), около 6 M:

Смесва се 1 обем солна киселина (d20 = 1,18 g/ml) с 1 обем вода.

4.2. Разреден разтвор на солна киселина (HCl), около 0,5 M:

Смесва се 1 обем солна киселина (d20 = 1,18 g/ml) с 20 обема вода.

4.3. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Разтвори на лантанова сол (10g La/l):

Този реагент се използва за определяне съдържани ето на желязо и цинк. Той може да се приготви и по следните начини:

(a) Взема се лантанов оксид, разтворен в солна киселина (4.1). Поставят се 11,73 грама лантанов оксид ($La2O3$) в 150 ml вода в 1-литрова мерителна колба и се добавят 120 ml от 6-моларна солна киселина (4.1.) Изчаква се до пълно разтваряне, след което се долива вода до марката 1 литър и се разбърква старателно. Това е приблизително 0,5-моларен разтвор на солна киселина, или

(b) Вземат се разтвори на лантанов хлорид, сулфат или нитрат. Разтварят се 26,7 грама лантанов хлорид хептахидрат ($LaCl3.7H2O$) или 31,2 грама лантанов нитрат хексахидрат ($La(NO3)36H2 O$), или 26,2 грама лантанов сулфат нонахидрат ($La2(SO4)3 9H2O$) в 150 ml вода, после се добавят 85 ml от 6-моларна солна киселина (4.1). Изчаква се до пълно разтваряне, след което се долива вода до марката 1 литър. Разбърква се старателно. Това е приблизително 0,5-моларен разтвор на солна киселина.

4.4. Разтвори за калибриране:

За тяхното приготвяне трябва да се използват индивидуалните методи за определяне съдържанието на всеки отделен химически елемент.

5. Апаратура

Атомноабсорбционен спектрофотометър, снабден с източници на характеристичното лъчение за елементите, чието съдържание ще се определя.

Анализаторът трябва да следва инструкциите на производителя и да е добре запознат с апаратурата. Уредите трябва да позволяват корекции на фона, които да се извършват при необходимост (например при Zn). Използваните газове са въздух и ацетилен.

6. Приготвяне на разтвора за анализ

6.1. За приготвяне на екстракти, съдържащи микроелементите, които трябва да бъдат определени:

Виж метод 9.1 и/или метод 9.2 и 9.3, ако е подходящ.

6.2. Обработка на анализирания разтвор:

Разрежда се аликвотна част от екстракта, получен по метод 9.1, 9.2 или 9.3, с вода и/или солна киселина (4.1) или (4.1.2), така че в крайния разтвор, който ще се измерва, да се получи концентрация на определяния химически елемент, съответстваща на използвания калибрационен обхват (7.2), и концентрация на солната киселина поне 0,5 M, но не повече от 2,5 M. Операцията може да изисква едно или повече последователни разреждания.

Крайният разтвор се получава, като една аликвотна част от разредения екстракт се поставя в 100-милилитрова мерителна колба. Нека обемът на тази аликвотна част да бъде (a) ml. Добавят се 10 ml от разтвор на лантанова сол (4.3). Добавя се до марката 0,5-моларен разтвор на солна киселина (4.2) и се разбърква старателно. Нека D да бъде факторът на разреждане.

7. Процедура

7.1. Приготвяне на празна проба:

Празна проба се приготвя чрез повтаряне на цялата процедура от екстракционния етап, пропускайки само пробата от тора.

7.2. Приготвяне на разтвори за калибриране:

От работния стандартен разтвор, получен чрез използване на посочения за всеки отделен химически елемент метод, се приготвят в 100-милилитрови мерителни колби серии от поне 5 калибрирани разтвора с нарастваща концентрация в рамките на оптималния мерителен обхват на спектрометъра. Ако е необходимо, концентрацията на солната киселина се нагажда с цел да се приближи колкото е възможно до тази на анализирания разреден разтвор (6.2). Когато се определя съдържанието на желязо или цинк, се добавят 10 ml от същия разтвор на лантанова сол, използвана в (6.2). Добавя се до марката от 0,5-моларния разтвор на солна киселина (4.2) и старателно се разбърква.

7.3. Определяне

Спектрофотометърът (5) се подготвя за определянето и се настройва към дължина на вълната, посочена в метода за съответния химически елемент.

Разтворите се нанасят трикратно чрез спрей в последователност: стандартен разтвор (7.2), анализиран разтвор (6.2) и чист разтвор (празната проба) (7.1). Отчита се всеки резултат, като инструментът се промива с дестилирана вода между всяко отделно разпръскване.

Построява се калибрационната крива, като по ординатата се нанасят осреднените данни на спектрофотометъра от всеки разтвор за калибриране (7.2), а съответстващата концентрация на химическия елемент, изразена в mg/ml - по абсцисата.

От тази крива се определя концентрацията на съответния микроелемент в анализирания разтвор Xs (6.2) и в празната проба Xb (7.1), изразена в mg/ml.

8. Изразяване на резултатите

Процентното съдържание на микроелемент (E) в тора се изчислява, както следва:

$$E\ \% = \frac{[(Xs-Xb)\ .\ V\ .\ D]}{(M\ .\ 104)},$$

ако се използва метод 9.3:

$$E\ \% = \frac{[(Xs-Xb)\ .\ V\ .\ 2D]}{(M\ .\ 104)},$$

където:

E е количеството на определяния химически елемент, изразено като процентно съдържание в тора;

Xs - концентрацията на анализирания разтвор (6.2) в mg/ml;

Xb - концентрацията в празната проба (7.1) в mg/ml;

V - обемът на екстракта, получен по метод 9.1 или 9.2, в ml;

D - факторът на разреждане, съответстващ на извършеното разреждане в (6.2);

M-масата на анализираната проба, взета съгласно метод 9.1 и 9.2 в грамове.

Изчисляване на фактора на разреждане D:

Ако (a1), (a2), (a3),......, (ai) и (a) са аликвотните части и (V1), (V2), (V3), ..., (Vi) и (100) са обемите в ml, съответстващи на техните разреждания, факторът на разреждане ще се равнява на:

$$D = \left(\frac{V1}{a1}\right).\left(\frac{V2}{a2}\right).\left(\frac{V3}{a3}\right), ...,\left(\frac{Vi}{ai}\right).\left(\frac{100}{a}\right)$$

Метод 9.5

Определяне съдържанието на бор в торови екстракти чрез ацидиметрично титруване

1. Обхват

Този метод формулира процедурата за определяне съдържанието на бор в торови екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага към екстракти на проби от торове, получени чрез метод 9.1 или 9.2 и за които съществува изискване да се обявява общото и/или водоразтворимото съдържание на бор.

3. Принцип

При химическа реакция между борат и манитол се формира следният манитоборен комплекс:

C6H8(OH) 6 + H3BO3 (d20) C8H15O8B + H2O.

Комплексът се титрува с разтвор на натриев хидроксид до постигане на pH = 6,3.

4. Реактиви

4.1. Индикаторен разтвор на метилрот:

Разтваря се 0,1g метилрот (C15H15N3O2) в 50 ml етилов спирт (95 %) в 100-милилитрова мерителна колба. Добавя се вода до марката 100 ml. Разбърква се старателно.

4.2. Разтвор на разредена солна киселина, около 0,5 M:

Смесва се 1 обем солна киселина (HCl, r = 1,18 g/ml) с 20 обема вода.

4.3. Разтвор на натриев хидроксид, около 0,5 M:

Не трябва да съдържа въглероден диоксид. Разтварят се 20 грама натриев хидроксид (NaOH) в гранули рана форма в 1-литрова мерителна колба, съдържаща около 800 ml преварена вода. След като разтворът изстине, се добавя вряща вода до марката 1000 ml и се разбърква старателно.

4.4. Стандартен разтвор на натриев хидроксид, около 0,025 M:

Не трябва да съдържа въглероден диоксид. Разрежда се 0,5-моларният разтвор на натриев хидроксид 20 пъти с вряща вода и се разбърква старателно. Концентрацията на разтвора се определя като бор (B) (виж параграф 9).

4.5. Разтвор на бор за калибриране (100 mg/ml B):

Разтварят се 0,5719 грама борна киселина (H3BO3), претеглени с точност до 0,1 mg, във вода в 1000-милилитрова мерителна колба. Добавя се до марката вода и се разбърква старателно. Прехвърля се в пластмасова бутилка за съхраняване в хладилник.

4.6. D-манитол на прах (C6H14O6).

4.7. Натриев хлорид (NaCl).

5. Апаратура

5.1. pH-метър със стъклен електрод.

5.2. Магнитна бъркалка.

5.3. 400-милилитрова Бехерова чаша с тефлонова пръчка.

6. Приготвяне на разтвора за анализ

6.1. Приготвяне на боровия разтвор:

Виж методи 9.1, 9.2 и, където е подходящо, 9.3.

7. Процедура

7.1. Анализиране:

Поставя се в 400-милилитрова Бехерова чаша (5.3) аликвотна част (a) от екстракта (6.1), съдържащ от 2 до 4 mg B. Добавят се 150 ml вода.

Добавят се няколко капки от индикаторния разтвор метилрот (4.1)

В случай на екстракция по метод 9.2 разтворът се подкиселява чрез добавка на 0,5 M солна киселина (4.2) до еквивалентния пункт на индикаторния разтвор, след което се добавят още 0,5 ml от 0,5-моларната солна киселина (4.2).

След като се добавят 3 грама натриев хлорид (4.7), чрез кипене се отстранява въглеродният диоксид. Оставя се да изстине. Бехеровата чаша се поставя на магнитната бъркалка (5.2) заедно с предварително калибрираните електроди на pH-метъра (5.1).

pH се довежда до 6,3 първоначално с 0,5-моларен разтвор на натриев хидроксид (4.3), след това с 0,025-моларен разтвор (4.4).

Добавят се 20 грама D-манитол (4.6), разтваря се напълно и се разбърква старателно. Титрува се с 0,025-моларен разтвор на натриев хидроксид (4.4) до достига не на pH = 6,3 (поне 1 минута трябва да се задържи на тази стойност). Нека X1 да бъде исканият обем, изразходван за титруване.

8. Разтвор на празна проба

Приготвя се празна проба чрез повторение на цялата процедура и всички етапи за приготвяне на разтвори, пропускайки само химическия тор. Нека X0 да бъде обемът за титруване на празната проба.

9. Съдържание на бор (B) в разтвора на натриев хидроксид (4.4)

Отмерват се с пипета 20 ml (2,0 mg B) от калибровъчния разтвор (4.5) и се поставят в 400-милилитрова Бехерова чаша, прибавят се няколко капки от индикаторния разтвор метилрот (4.1). Добавят се 3 g натриев хлорид (4.7) и разтвор на солна киселина (4.2) до момента на промяна в цвета на индикаторния разтвор (4.1).

Допълва се обемът до около 150 ml и започва постепенно да се загрява до кипене с цел отстраняване на въглеродния диоксид. Оставя се да изстине. Поставя се Бехеровата чаша на магнитна бъркалка (5.2) заедно с предварително калибрираните електроди на pH-метъра (5.1). pH се нагласява точно на 6,3 първоначално с 0,5-моларен разтвор на натриев хидроксид (4.3), след това с 0,025-моларен разтвор (4.4).

Добавят се 20 грама D-манитол (4.6), разтваря се напълно и се разбърква старателно. Титрува се с 0,025-моларен разтвор на натриев хидроксид (4.4) до достигане pH = 6,3 (поне 1 минута трябва да се задържи на тази стойност). Нека V1 да бъде обемът, изразходван за титруване.

Приготвя се разтвор на празна проба по същия начин, но вместо калибровъчния разтвор се добавят 20 ml вода. Нека V0 да бъде обемът на разтвора за титруване на празната проба.

Съдържанието на бор (F) в mg/ml в стандартния разтвор на mol/l aOH (4.4) е, както следва:

$$F\ (mg/ml) = \frac{2}{V1-V0}.$$

1 ml от точно 0,025-моларен разтвор на натриев хидроксид отговаря на 0,27025 mg B.

10. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултатите

Процентното съдържание на бор в тора се изчислява, както следва:

$$B\ (\%) = \frac{(X1-X0)\ .\ F\ .\ V}{10\ .\ a.\ M},$$

където:

B (%) е процентното съдържание на бор в тора;

X1 - обемът в ml на 0,025-моларния разтвор на натриев хидроксид (4.4), необходим за разтвора за анализ;

X0 - обемът в ml на 0,025-моларния разтвор на натриев хидроксид (4.4), необходим за празната проба;

F - съдържанието на бор (B) в mg/ml в 0,025-моларния разтвор на натриев хидроксид (4.4);

V - обемът в ml на екстракта, получен по метод 9.1 или 9.2;

a - обемът в ml на аликвотната част (7.1), взета от екстракта (6.1);

M - масата в грамове на анализираната проба, взета по метод 9.1 или 9.2.

Метод 9.6

Определяне съдържанието на кобалт в торови екстракти чрез тегловен метод с 1-нитрозо-2-нафтол

1. Обхват

Този метод формулира процедурата за определяне съдържанието на кобалт в торови екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага към екстракти от проби на торове, получени чрез метод 9.1 или 9.2, за които съществува изискване да се обявява съдържанието на кобалт.

3. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Принцип

Кобалт III се свързва с 1-нитрозо-2-нафтол до получаване на червена утайка - Co(C10H6ONO)3.2H2O. След като наличният кобалт в екстракта е превърнат в кобалт III, той се утаява в среда от оцетна киселина чрез разтвор на 1-нитрозо-2-нафтол. Филтрува се, а утайката се промива, след което се подсушава до постоянно тегло и се претегля като Co(C10H8ONO)3 2H2O.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на водороден пероксид (H2O2, r = 1,11 g/ml)-30 %.

4.2. Разтвор на натриев хидроксид, около 2 M:

Разтварят се 8 грама натриев хидроксид в твърда форма в 100 ml вода.

4.3. Разтвор на разредена солна киселина, около 6 M:

Смесва се 1 обем солна киселина (r = 1,18 g/ml) с 1 обем вода.

4.4. Оцетна киселина (99,7 % CH3CO2H) (r = 1,05 g/ml).

4.5. Разтвор на оцетна киселина (1:2), около 6 M:

Смесва се 1 обем оцетна киселина (4.4) с 2 обема вода.

4.6. Разтвор на 1-нитрозо-2-нафтол в 100 ml оцетна киселина (4.4):

Добавят се 100 ml хладка вода. Смесват се внимателно. Незабавно се филтрува. Полученият разтвор трябва веднага да се използва.

5. Апаратура

5.1. Филтър-тигел P 16 съгласно БДС ISO 4793 с вместимост 30 ml или 50 ml.

5.2. Сушилня при 130 ± 2 градуса по Целзий.

6. Подготовка на разтвора за анализ

6.1. Приготвяне на кобалтовия разтвор:

Виж метод 9.1 или 9.2.

6.2. Приготвяне на разтвора за анализ:

Поставя се аликвотна част от екстракта, съдържащ не повече от 20 mg Co в 400-милилитрова Бехерова чаша. Ако екстрактът е получен съгласно метод 9.2, той се подкиселява с 5 капки солна киселина (4.3). Добавят се около 10 ml разтвор на водороден пероксид (4.1). Оксидантът се оставя да действа в студено състояние в продължение на 15 минути, след това се доливат около 100 ml вода. Чашата се покрива с часовниково стъкло. Разтворът се загрява до кипене и се оставя да кипи около 10 минути. Оставя се да изстине. За алкализиране се добавя на капки разтвор на натриев хидроксид (4.2), докато черният кобалтов хидроксид започне да се утаява.

7. Процедура

Вземат се 10 ml оцетна киселина (4.4) и се разреждат с вода до около 200 ml. Загрява се до кипене. С помощта на бюрета се добавят 20 ml от разтвора на 1-нитрозо-2-нафтол (4.6) на капки при постоянно разклащане. Завършва се с енергично разбъркване, докато утайката коагулира.

Филтрува се през предварително претеглен филтър за накаляване (5.1), като се внимава филтърът да не се запуши. За целта течността трябва да стои над утайката през целия процес на филтруване.

Бехеровата чаша се промива с разредена оцетна киселина (4.5), за да се отстрани цялата утайка. След това утайката се промива върху филтъра с разредена оцетна киселина (4.5), а после още три пъти с гореща вода.

Изсушава се в сушилня (5.2) при температура 130 ± 2 градуса по Целзий до постоянно тегло.

8. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултатите

1 mg от утайката - Co(C10H6ONO) 3.2H2O съответства на 0,096381 mg Co.

Процентното съдържание на кобалт в тора се изчислява, както следва:

$$Co\ (\%) = X \cdot 0{,}096381 \cdot \frac{V \cdot D}{a \cdot M}$$

където:

X е масата в mg на утайката;

V - обемът в ml на екстракта, получен съгласно метод 9.1 или 9.2;

a - обемът в ml на аликвотната част, взета от последния разтвор;

D - факторът разреждане на аликвотната част;

M - масата в грамове на анализираната проба.

Метод 9.7

Определяне съдържанието на мед в торови екстракти чрез титриметричен метод

1. Обхват

Този метод формулира процедурата за определяне съдържанието на мед в торови екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага към екстракти на проби от торове, получени чрез метод 9.1 или 9.2, за които съществува изискване да се обявява съдържани ето на мед.

3. Принцип

Медните йони се редуцират в киселинна среда с калиев йодид:

2Cu ++ + 4 J (r) 2CuJ + J2.

Така полученият йод се титрува със стандартен разтвор на натриев тиосулфат в присъствието на скорбяла като индикатор съгласно формулата:

J2 + 2 mol/l a2S2O3 (r) 2NaJ + mol/l a2S4O6.

4. Реактиви

4.1. Азотна киселина (HNO3, r = 1,40 g/ml).

4.2. Карбамид [(NH2)2 C = 0].

4.3. Разтвор на амониев бифлуорид (NH_4HF_2)-10 % w/v.

Разтворът се държи в пластмасов съд.

4.4. Разтвор на амониев хидроксид (1+1):

Смесва се 1 обем амоняк (NH_4OH, r = 0,9 g/ml) с 1 обем вода.

4.5. Стандартен разтвор на натриев тиосулфат:

Разтварят се 7,812 грама натриев тиосулфат петхидрат ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) във вода в 1-литрова мерителна колба. Разтворът трябва да бъде приготвен така, че 1 ml = 2 mg Cu. За стабилизиране се добавят няколко капки хлороформ. Разтворът трябва да се държи в стъклен съд и да не се излага на пряка светлина.

4.6. Калиев йодид (KJ).

4.7. Разтвор на калиев тиоцианат (KSCN)-25 % w/v.

Разтворът се държи в пластмасова колба.

4.8. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Разтвор на скорбяла, около 0,5 %:

Поставят се 2,5 грама скорбяла в 600-милилитрова Бехерова чаша. Добавят се 500 ml вода. Загрява се до кипене при постоянно бъркане. Изстудява се до стайна температура. Разтворът може да бъде запазен за много кратко време. За да се продължи този период, трябва да се добавят около 10 ml живачен йодид.

5. Подготовка на разтвора за анализ

Приготвяне на медния разтвор:

Виж методи 9.1 и 9.2.

6. Процедура

6.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Приготвяне на разтвора за титруване:

Поставя се аликвотна част от разтвора, съдържащ не по-малко от 20-40 mg Cu, в 500-милилитрова Ерленмайерова колба.

Отстранява се излишният кислород чрез кратко кипене. Добавя се вода до около 100 ml. Прибавят се 5 ml азотна киселина (4.1), загрява се до кипене и се оставя да кипи около половин минута.

Сваля се Ерленмайеровата колба от нагревателния уред, добавят се около 3 грама карбамид (4.2) и отново се загрява около половин минута.

Сваля се Ерленмайеровата колба от нагревателния уред и се добавят 200 ml студена вода. При необходимост съдържанието на Ерленмайеровата колба се охлажда до стайна температура.

Постепенно се прибавя разтвор на амониев хидроксид (4.4), докато разтворът стане син, след което се добавя още 1 ml.

Добавят се 50 ml разтвор на амониев бифлуорид (4.3) и се разбърква.

Добавят се 10 грама калиев йодид (4.6) и се разтварят.

6.2. Титруване на разтвора:

Поставя се Ерленмайеровата колба на магнитна бъркалка. Слага се пръчката в Ерленмайеровата колба и бъркалката се нагласява на желаната скорост.

С помощта на бюрета се добавя стандартен разтвор на натриев тиосулфат (4.5), докато кафявият цвят на отделяния от разтвора йод започне да изсветлява.

Добавят се 10 ml от разтвора на скорбяла (4.8).

Титруването продължава с разтвор на калиев тиосулфат (4.5), докато пурпурният цвят почти изчезне.

Добавят се 20 ml разтвор на калиев тиоцианат (4.7) и титруването продължава, докато виолетово-синият цвят изчезне напълно.

Отчита се обемът на използвания разтвор на тиосулфат.

7. Изразяване на резултатите

1 ml стандартен разтвор на натриев тиосулфат (4.5) отговаря на 2 mg Cu.

Процентното съдържание на мед в тора се изчислява, както следва:

$$Cu\ (\%) = X \cdot \frac{V}{a \cdot M \cdot 5},$$

където:

X е обемът в ml на използвания разтвор на натриев тиосулфат;

V - обемът в ml на екстракта съгласно методи 9.1 и 9.2;
а - обемът в ml на аликвотната част;
М - масата в грамове на анализираната проба, обработена съгласно методи 9.1 и 9.2.

Метод 9.8

Определяне съдържанието на желязо в торови екстракти чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия

1. Обхват

Този метод описва процедура за определяне съдържанието на желязо в торови екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага към екстракти на проби от торове, получени чрез методи 9.1 и 9.2, за които съществува изискване да се обявява общото и/или водоразтворимото съдържание на желязо.

3. Принцип

След подходящо третиране и разреждане на екстракта съдържанието на желязо се определя чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на солна киселина, около 6 М:

Виж метод 9.4 (4.1).

4.2. Разтвор на солна киселина, около 0,5 М:

Виж метод 9.4 (4.2).

4.3. Разтвор на водороден прекис (30 % H2O2, r = 1,11 g/ml), несъдържащ микроелементи.

4.4. Разтвори на лантанова сол (10 g La/l):

Виж метод 9.4 (4.3).

4.5. Разтвор на желязо за калибриране:

4.5.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Основен разтвор на желязо (1000 mg/ml):

В 500-милилитрова Бехерова чаша се претегля с точност до 0,1 mg 1 грам чиста желязна тел, добавят се 200 ml от 6-моларната солна киселина (4.1) и 15 ml разтвор на водороден пероксид (4.3). Загрява се на котлон, докато желязото напълно се разтвори. След това се охлажда и количествено се прехвърля в 1000-милилитрова мерителна колба. Долива се вода до марката и се разбърква старателно.

4.5.2. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Работен разтвор на желязо (100 mg/ml):

Поставят се 20 ml от основния разтвор (4.5.1) в 200-милилитрова мерителна колба. Добавя се 0,5 mol/l солна киселина (4.2) до марката и се разбърква старателно.

5. Апаратура

Атомноабсорбционен спектрофотометър: виж метод 9.4 (5). Уредът трябва да бъде с източник на характеристично лъчение за желязо (248,3 nm).

6. Подготовка на разтвора за анализ

6.1. Разтвор на железен екстракт:

Виж методи 9.1 и/или 9.2 и, ако е подходящ, 9.3.

6.2. Приготвяне на разтвора за анализиране:

Виж метод 9.4 (6.2). Анализираният разтвор трябва да съдържа 10 % (v/v) от разтвора на лантанова сол.

7. Процедура

7.1. Приготвяне на празна проба:

Виж метод 9.4 (7.1). Празната проба трябва да съдържа 10 % (v/v) от разтвора на лантанова сол, използван в 6.2.

7.2. Приготвяне на разтвори за калибриране:

Виж метод 9.4 (7.2).

За определяне съдържанието на желязо при оптимален обхват от 0 до 10 mg/ml се поставят съответно 0, 2, 4, 6, 8 или 10 ml от работния разтвор (4.5.2) в поредица от 100-милилитрови колби. При необходимост концентрацията на солната киселина се довежда по възможност най-близо до тази на анализирания разтвор. Добавят се 10 ml от разтвора на лантанова сол, използван в 6.2. Добавя се до марката от 0,5-моларния разтвор на солна киселина (4.2) и се разбърква старателно.

Тези разтвори съдържат съответно 0, 2, 4, 6, 8 или 10 mg/ml желязо.

7.3. Определяне.

Виж метод 9.4 (7.3). Спектрофотометърът (5) се подготвя за измерване при дължина на вълната 248,3 nm.

8. Изразяване на резултатите

Виж метод 9.4 (8).

Процентното съдържание на желязо в тора се изчислява, както следва:

$$Fe\ \% = \frac{[(Xs\text{-}Xb)\ .\ V\ .\ D]}{(M\ .\ 104)},$$

ако се използва метод 9.3:

$$Fe\ \% = \frac{[(Xs\text{-}Xb)\ .\ V\ .\ 2D]}{(M\ .\ 104)},$$

където:

Fe е количеството желязо, изразено като процентно съдържание в тора;

Xs - концентрацията в mg/ml на анализирания разтвор (6.2);

Xb - концентрацията в mg/ml на празната проба (7.1);

V - обемът в ml на екстракта, получен съгласно метод 9.1 или 9.2;

D - факторът на разреждане, извършено в 6.2;

M - масата в грамове на анализираната проба, взета съгласно метод 9.1 или 9.2.

Изчисляване на фактора на разреждане D:

Ако (a1), (a2), (a3), ..., (ai) и (a) са аликвотните части и (V1), (V2), (V3), ..., (Vi) и (100) са обемите в ml, съответстващи на техните разреждания, факторът на разреждане ще се равнява на:

$$D = \left(\frac{V1}{a1}\right).\left(\frac{V2}{a2}\right).\left(\frac{V3}{a3}\right), ...,\left(\frac{Vi}{ai}\right).\left(\frac{100}{a}\right)$$

Метод 9.9

Определяне съдържанието на манган в торови екстракти чрез титруване

1. Обхват

Този метод описва процедура за определяне съдържанието на манган в торови екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага към екстракти на проби от торове, получени чрез методи 9.1 и 9.2, за които съществува изискване да се обявява съдържанието на манган.

3. Принцип

Ако в екстракта има наличие на хлорни йони, те могат да бъдат отстранени чрез загряване до кипене на екстракта със сярна киселина. Манганът се окислява с натриев бисмутат в азотно-кисела среда. Образуваният перманганат се редуцира с железен сулфат в излишък. Този излишък се титрува с разтвор на калиев перманганат.

4. Реактиви

4.1. Концентрирана сярна киселина (H_2SO_4, r = 1,84 g/ml).

4.2. Сярна киселина, около 9 M:

Внимателно се смесват 1 обем концентрирана сярна киселина (4.1) с 1 обем вода.

4.3. Азотна киселина, 6 M:

Смесват се 3 обема азотна киселина (HNO_3, r = 1,40 g/ml) с 4 обема вода.

4.4. Азотна киселина, 0,3 M:

Смесват се 1 обем 6-моларна азотна киселина с 19 обема вода.

4.5.Натриев бисмутат ($NaBiO_3$) (85 %).

4.6. Кизелгур.

4.7. Ортофосфорна киселина, 15М (H_3PO_4, r = 1,71 g/ml).

4.8. Разтвор на железен сулфат, 0,15 М:

Разтварят се 41,6 грама железен сулфат хептахид рат ($FeSO_4.7H_2O$) в 1-литрова мерителна колба. Добавят се 25 ml концентрирана сярна киселина (4.1) и 25 ml фосфорна киселина (4.7). Долива се до марката 1000 ml. Разбърква се.

4.9. Разтвор на калиев перманганат, 0,020 М:

Претеглят се 3,160 грама калиев перманганат ($KMnO_4$) с точност до 0,1 mg. Разтварят се във вода и се долива до марката 1000 ml.

4.10. Разтвор на сребърен нитрат, 0,1 М:

Разтварят се 1,7 грама сребърен нитрат ($AgNO_3$) във вода и се долива до марката 100 ml.

5. Апаратура

5.1. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Филтър-тигел Р 16 съгласно БДС ISO 4793 с вместимост 50 ml, поставен върху 500-милилитрова колба за филтруване.

5.2. Магнитна бъркалка.

6. Подготовка на разтвора за анализ

6.1. Разтвор на манганов екстракт:

Виж методи 9.1 и 9.2. Ако не се знае дали има наличие на хлорни йони, извършва се изпитване с 1 капка от разтвора на сребърен нитрат (4.10).

6.2. Ако се установи отсъствие на хлорни йони, аликвотно количество от екстракта, съдържащо от 10 до 20 mg манган, се поставя във висока 400-милилитрова Бехерова чаша. Обемът се довежда до около 25 ml чрез изпаряване или чрез доливане на вода. Добавят се 2 ml концентрирана сярна киселина (4.1).

6.3. При наличие на хлорни йони те трябва да се отстранят, както следва:

Поставя се аликвотна част от екстракта, съдържаща от 10 до 20 mg манган, във висока 400-милилитрова Бехерова чаша. Добавят се 5 ml от 9-моларната сярна киселина (4.2). В камина се загрява върху котлон до кипене и се оставя да кипи, докато не почне отделянето на обилен бял дим. Процедурата продължава, докато обемът се намали до около 2 ml (на дъното на чашата остава тънък слой сиропообразна течност). Оставя се да изстине до стайна температура.

Внимателно се добавят 25 ml вода и още веднъж се проверява за присъствие на хлориди с 1 капка от разтвор на сребърен нитрат (4.10). Ако все още присъстват хлориди, процедурата се повтаря чрез добавяне на 5 ml от 9-моларната сярна киселина (4.2).

7. Процедура

Добавят се 25 ml от 6-моларната азотна киселина (4.3) към 2,5 грама натриев бисмутат (4.5) в 400-милилитрова Бехерова чаша, съдържаща анализирания разтвор. Разбърква се енергично в продължение на 3 минути върху магнитна бъркалка (5.2).

Добавят се 50 ml от 0,3-моларната азотна киселина (4.4) и отново се разбърква. Филтрува се във вакуум през филтър (5.1), чието дъно е покрито с кизелгур (4.6). Филтърът се промива няколко пъти с 0,3-моларна азотна киселина (4.4) до обезцветяване на филтрата.

Филтратът и промивният разтвор се прехвърлят в 500-милилитрова Бехерова чаша. Разбъркват се и се добавят 25 ml от 0,15-моларния разтвор на феросулфат (4.8). Ако след добавянето на феросулфат филтратът пожълтее, добавят се 3 ml от 15-моларната фосфорна киселина (4.7).

Използвайки бюрета, излишният феросулфат се титрува с 0,02-моларен разтвор на калиев перманганат (4.9), докато сместа стане розова и цветът се задържи стабилен за 1 минута. Прави се празна проба при същите условия, пропускайки само пробата за анализиране.

Забележка. Окисленият разтвор не трябва да бъде в контакт с каучук.

8. Изразяване на резултатите

1 ml от 0,02-моларен разтвор на калиев перманганат отговаря на 1,099 mg манган (Mn). Процентното съдържание на мангана в тора се изчислява, както следва:

$$Mn\ (\%) = (Xb - Xs) \cdot 0{,}1099 \cdot \frac{V}{a \cdot M},$$

където:

Xb е обемът в ml на използвания перманганат за празната проба;

Xs - обемът в ml на използвания перманганат за анализираната проба;
V - обемът в ml на екстракта съгласно методи 9.1 и 9.2;
a - обемът в ml на аликвотната част, взета от екстракта;
M - масата в грамове на анализираната проба.

Метод 9.10

Определяне съдържанието на молибден в торови екстракти чрез тегловен метод с 8-хидроксихинолин

1. Обхват

Този метод описва процедура за определяне съдържанието на молибден в торови екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага към екстракти на проби на торове, получени чрез методи 9.1 и 9.2, за които съществува изискване за обявяване съдържанието на молибден.

3. Принцип

Съдържанието на молибден се определя чрез утаяване като молибденил оксинат при специфични условия.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на сярна киселина, приблизително 1 М:

Внимателно се наливат 55 ml сярна киселина (H_2SO_4, r = 1,84 g/ml) в 1-литрова мерителна колба, съдържаща 800 ml вода. Разбърква се. След изстиване се долива вода до 1 литър. Разбърква се.

4.2. Разреден амонячен разтвор (1:3):

Смесват се 1 обем концентриран амонячен разтвор (NH_4OH, r = 0,9 g/ml) с 3 обема вода.

4.3. Разреден разтвор на оцетна киселина (1:3):

Смесват се 1 обем концентрирана оцетна киселина (99,7 % CH_3COOH, r = 1,049 g/ml) с 3 обема вода.

4.4. Разтвор на динатриева сол на етилендиамин тетраоцетна киселина (EDTA):

Разтварят се 5 грама от динатриева сол на етилендиамин тетраоцетна киселина (EDTA) във вода в 100-милилитрова мерителна колба. Долива се до калибриращата марка и се разбърква.

4.5. Буферен разтвор:

В 100-милилитрова мерителна колба се разтварят 15 ml концентрирана оцетна киселина и 30 грама амониев ацетат във вода. Долива се до марката 100 ml.

4.6. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Разтвор на 8-хидроксихинолин (оксин):

В 100-милилитрова мерителна колба се разтварят 3 грама от 8-хидроксихинолин в 5 ml концентрирана оцетна киселина. Добавят се 80 ml вода. Прибавя се амонячният разтвор (4.2) на капки до помътняване на разтвора. След това се добавя оцетна киселина (4.3), докато разтворът се избистри отново.

Долива се вода до марката 100 ml.

5. Апаратура

5.1. Филтър-тигел Р 16 съгласно БДС ISO 4793 с вместимост 30 ml.

5.2. pH-метър със стъклен електрод.

5.3. Сушилня при температура 130-135 градуса по Целзий.

6. Подготовка на разтвора за анализ

Приготвяне на молибденовия разтвор: Виж методи 9.1 и 9.2.

7. Процедура

7.1. Приготвяне на разтвора за анализиране:

Поставя се аликвотна част, съдържаща от 25 до 100 mg Mo, в 250-милилитрова Бехерова чаша. Долива се вода до марката 50 ml.

Разтворът се довежда до pH-5 чрез добавяне на разтвор от сярна киселина (4.1) на капки. Добавят се 15 ml от разтвор на EDTA (4.4) и после 5 ml от буферния разтвор (4.5). Долива се вода до около 80 ml.

7.2. Получаване и промиване на утайката:

Получаване на утайка:

Разтворът леко се затопля. Прибавя се оксиновият разтвор (4.6) при постоянно разбъркване. Утаяването продължава, докато спре отделянето на утайка. Добавя се още от реактива, докато разтворът над утайката леко пожълтее. Обикновено е достатъчно количество от 20 ml. Продължава лекото загряване на утайката още 2-3 минути.

Филтруване и промиване:

Филтрува се през филтър за накаляване (5.1). Промива се неколкократно с 20 ml гореща вода. Промивна та вода постепенно става безцветна, което е указание за отсъствие на оксин.

7.3. Претегляне на утайката:

Утайката се изсушава при температура 130-135 градуса по Целзий до получаване на постоянна маса (продължава най-малко един час).

Оставя се да изстине в ексикатор и след това се претегля.

8. (изм. - ДВ, бр. 105 от 2005 г.) Изразяване на резултатите

1 mg молибденил оксинат, $MoO2(C9H6ON)2$, отговаря на 0,2305 mg Mo.

Процентното съдържание на молибден в тора се изчислява, както следва:

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

където:

X е масата в mg на утайката от молибденил оксинат;

V - обемът в ml на екстракта съгласно метод 9.1 или 9.2;

a - обемът в ml на аликвотната част, взета от последното разреждане;

D - факторът на разреждане на аликвота;

M - масата в грамове на анализираната проба.

Метод 9.11

Определяне съдържанието на цинк в торови екстракти чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия

1. Обхват

Този метод описва процедура за определяне съдържанието на цинк в торови екстракти.

2. Област на приложение

Тази процедура се прилага към екстракти на проби от торове, получени чрез методи 9.1 и 9.2, за които съществува изискване да се обявява съдържанието на цинк.

3. Принцип

След подходящо третиране и разреждане на екстрактите съдържанието на цинк се определя чрез атомноабсорбционна спектрофотометрия.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на солна киселина, около 6 M:

Виж метод 9.4 (4.1).

4.2. Разтвор на солна киселина, около 0,5 M:

Виж метод 9.4 (4.2).

4.3. Разтвори на лантанова сол (10g La/l):

Виж метод 9.4 (4.3).

4.4. Разтвори на цинк за калибриране:

4.4.1. Основен разтвор на цинк (1000 mg/ml):

В 1000-милилитрова мерителна колба се разтваря 1 грам цинк на прах или люспи, претеглен с точност до 0,1 mg, в 25 ml от 6-моларната солна киселина (4.1). След пълното разтваряне се долива вода до марката и се разбърква старателно.

4.4.2. Работен разтвор на цинк (100 mg/ml):

В 200-милилитрова мерителна колба се разреждат 20 ml от основния разтвор (4.4.1) с разтвор на 0,5-моларната солна киселина (4.2). До марката се долива от 0,5-моларната солна киселина и се разбърква старателно.

5. Апаратура

Атомноабсорбционен спектрофотометър

Виж метод 9.4 (5). Уредът трябва да бъде снабден с източник на лъчение за характеристичните линии на цинка (213,8 nm). Спектрофотометърът трябва да позволява корекции на фона.

6. Подготовка на разтвора за анализ

6.1. Разтвор на цинков екстракт:

Виж методи 9.1 и/или 9.2.

6.2. Приготвяне на разтвора за анализиране:

Виж метод 9.4 (6.2). Анализираният разтвор трябва да съдържа обемни 10 % от разтвора на лантанова сол (4.3).

7. Процедура

7.1. Приготвяне на празната проба:

Виж метод 9.4 (7.1). Празната проба трябва да съдържа обемни 10 % от използвания в 6.2 разтвор на лантанова сол.

7.2. Приготвяне на разтвори за калибриране:

Виж метод 9.4 (7.2). За оптимален интервал от 0 до 5 mg/ml цинк се поставят съответно 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 и 5 ml от работния разтвор (4.4.2) в поредица от 100-милилитрови мерителни колби. При необходимост се довежда концентрацията на солната киселина по възможност най-близко до тази на анализирания разтвор. Добавят се по 10 ml от разтвора на лантанова сол, използван в 6.2, във всяка от мерителните колби. Добавя се 0,5-моларен разтвор на солна киселина до марката 100 ml (4.2) и се разбърква старателно.

Тези разтвори съдържат съответно 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 и 5 mg/ml цинк.

7.3. Определяне

Виж метод 9.4 (7.3). Спектрофотометърът (5) се подготвя за измервания при дължина на вълната 213,8 nm.

8. Изразяване на резултатите

Виж метод 9.4 (8).

Процентното съдържание на цинк в тора се изчислява, както следва:

$$Zn\ \% = \frac{[(Xs-Xb)\ .\ V\ .\ D]}{(M\ .\ 104)},$$

ако се използва метод 9.3:

$$Zn\ \% = \frac{[(Xs-Xb)\ .\ V\ .\ 2D]}{(M\ .\ 104)},$$

където:

Zn е количеството цинк, изразено като процентно съдържание в тора;

Xs - концентрацията в mg/ml на анализирания разтвор;

Xb - концентрацията в mg/ml на празната проба;

V - обемът в ml на екстракта, получен съгласно метод 9.1 или 9.2;

D - факторът, съответстващ на извършеното разреждане в 6.2;

M - масата в грамове на анализираната проба, взета съгласно метод 9.1 или 9.2.

Изчисляване на фактора на разреждане D:

Ако (a1), (a2), (a3),......, (ai) и (a) са аликвотните части и (V1), (V2), (V3),......, (Vi) и (100) са обемите в ml, съответстващи на техните разреждания, факторът на разреждане ще бъде:

$$D = \left(\frac{V1}{a1}\right).\left(\frac{V2}{a2}\right).\left(\frac{V3}{a3}\right), ...,\left(\frac{Vi}{ai}\right).\left(\frac{100}{a}\right)$$