

Preuzeto iz elektronske pravne baze **Paragraf Lex**



Ukoliko ovaj propis niste preuzeli sa Paragrafovog sajta ili niste sigurni da li je u pitanju važeća verzija propisa, poslednju verziju možete naći [OVDE](#).

PRAVILNIK

O METODAMA ISPITIVANJA SREDSTAVA ZA ISHRANU BILJA I OPLEMENJIVAČA ZEMLJIŠTA

("Sl. glasnik RS", br. 84/2017)

Član 1

Ovim pravilnikom propisuju se metode ispitivanja sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta.

Član 2

Metode ispitivanja sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta, propisane ovim pravilnikom, odnose se na:

- 1) ispitivanje hemijskih i fizičkih osobina i biološke hranljive vrednosti sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta radi upisa u Registar sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta (u daljem tekstu: Registar);
- 2) laboratorijsko ispitivanje uzoraka sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta u postupku inspekcijske kontrole radi provere hemijskih i fizičkih osobina.

Član 3

Ispitivanjem hemijskih i fizičkih osobina i biološke hranljive vrednosti sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta radi upisa u Registar utvrđuje se usklađenost sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta u pogledu razvrstavanja i pripadnosti određenoj vrsti, odnosno tipu sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta u skladu sa propisom kojim se uređuje razvrstavanje sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta.

Ispitivanje hemijskih i fizičkih osobina sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta vrši se laboratorijski na reprezentativnom uzorku, a ispitivanje njihove biološke hranljive vrednosti u okviru ogleđa na reprezentativnom uzorku.

Utvrđivanje usklađenosti sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta iz stava 1. ovog člana, kao i njihovog kvaliteta u postupku inspekcijske kontrole vrši se u skladu sa metodama datim u Prilogu 1 - Metode ispitivanja neorganskih đubriva i neorganskih oplemenjivača zemljišta i Prilogu 2 - Metode ispitivanja mikrobioloških đubriva, koji su odšampani uz ovaj pravilnik i čine njegov sastavni deo.

Hemijske i fizičke osobine sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta za koje nisu utvrđene metode ispitivanja iz stava 3. ovog člana ispituju se primenom drugih validiranih i međunarodno priznatih metoda, kao i metoda predloženih od strane proizvođača sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta (u daljem tekstu: proizvođač).

Član 4

Biološkom hranljivom vrednošću sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta ispituje se uticaj hranljivih elemenata i njihove prikladnosti za praktičnu primenu u odnosu na zemljište i biljke, kao i moguće štetno delovanje na ljude i životnu sredinu.

Član 5

O izvršenim ispitivanjima hemijskih i fizičkih osobina i biološke hranljive vrednosti sredstva za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta u skladu sa metodama propisanim ovim pravilnikom, radi upisa u Registar, vodi se izveštaj o sledećem:

1) opštim podacima iz zahteva za upis u Registar:

- (1) naziv i sedište distributera, odnosno uvoznika,
- (2) naziv i sedište proizvođača,
- (3) trgovački naziv sredstva za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta,
- (4) vrsta, tip i naziv u okviru tipa (ako je primenljivo),
- (5) naziv i sadržaj hranljive materije (oblik i rastvorljivost),
- (6) oblik formulacije, boja i miris,
- (7) granulometrijski sastav, sadržaj vlage, zapreminska masa i pH vrednost (ako je primenljivo),
- (8) primena (količina/koncentracija primene, vreme primene, način primene, ograničenje u primeni);

2) rezultatima izvršenih ispitivanja:

- (1) razvrstavanje u određenu vrstu i tip sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta u skladu sa propisom kojim se uređuje razvrstavanje sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta,
- (2) utvrđeni sadržaj deklariranih hranljivih elemenata (ukupni sadržaj, rastvorljivost i njihovi oblici za neorganska đubriva, ukupna organska materija i C/N odnos za organska đubriva, sadržaj aminokiselina, ekstrat humusa za druga đubriva i specijalne proizvode, titar određenog korisnog odabranog soja mikroorganizama za mikrobiološka đubriva, pH vrednost i sl.),
- (3) oblik formulacije, boja i miris, granulometrijski sastav, sadržaj vlage, zapreminska masa, pH vrednost,
- (4) utvrđeni sadržaj teških metala kod sredstava za ishranu bilja koja sadrže fosforu komponentu, organskih đubriva i organsko-neorganskih đubriva, kao i kod supstrata;

3) podacima o primeni:

- (1) biljne vrste i tip zemljišta za koje je namenjeno,
- (2) količina i/ili koncentracija primene,
- (3) vreme primene u odnosu na biljne vrste i tip zemljišta,
- (4) način primene: folijarno ili preko zemljišta (po celoj površini, u trake, inkorporacijom, zalivanjem i sl.),
- (5) broj tretiranja u toku godine,
- (6) ograničenje u primeni;

4) metodama ispitivanja;

5) podacima o hranljivoj vrednosti:

- (1) stepen hranljive vrednosti ili procenat (%) povećanja prinosa (lisne mase) ili poboljšanje kvaliteta zemljišta;

6) zaključku i predlogu:

- (1) predlog za razvrstavanje u određenu vrstu i tip sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta,
- (2) opšta ocena o hemijskim i fizičkim osobinama i biološkoj hranljivoj vrednosti sredstva za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta,
- (3) ocena o ostalim karakteristikama,
- (4) predlog za primenu;

7) spisku literature (navesti pune reference koje su korišćene u izveštaju).

Izveštaj o izvršenom ispitivanju hemijskih i fizičkih osobina sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta, pored podataka iz stava 1. ovog člana, obuhvata i podatak o deklariranoj vrednosti, kao i prosečnu vrednost sa naznakom odstupanja +/- iz rezultata analitičkih ponavljanja.

Član 6

O izvršenom laboratorijskom ispitivanju uzoraka sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta u postupku inspeksijske kontrole u skladu sa metodama propisanim ovim pravilnikom, vodi se izveštaj sa podacima iz člana 5. tačka 1), tačka 2) podtač. (1) i (2) i tačka 7) ovog pravilnika.

Ako se u postupku inspeksijske kontrole vrši ispitivanje i biološke hranljive vrednosti sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta izveštaj o izvršenim ispitivanjima obuhvata podatke iz člana 5. tačka 5) ovog pravilnika.

Član 7

Danom stupanja na snagu ovog pravilnika prestaje da važi Pravilnik o metodama za ispitivanje sredstava za ishranu bilja i oplemenjivača zemljišta ("Službeni glasnik RS", broj 71/10).

Član 8

Ovaj pravilnik stupa na snagu osmog dana od dana objavljivanja u "Službenom glasniku Republike Srbije".

Prilog 1

METODE ISPITIVANJA NEORGANSKIH ĐUBRIVA I NEORGANSKIH OPLEMENJIVAČA ZEMLJIŠTA

1. Priprema uzoraka za ispitivanje

Metoda br. 1.1.

SRPS EN 1482-2, Mineralna đubriva i materije za kalcifikaciju - Uzimanje uzoraka i pripremanje uzoraka - Deo 2: Pripremanje uzoraka

2. Ispitivanje sadržaja azota

Metoda br. 2.1.

SRPS EN 15475, Đubriva - Određivanje amonijačnog azota

3. Ispitivanje sadržaja nitratnog i amonijačnog azota

Metoda br. 3.1.

SRPS EN 15558, Mineralna đubriva - Određivanje nitratnog i amonijačnog azota prema Ulšu (Ulsch)

Metoda br. 3.2.

SRPS EN 15559, Mineralna đubriva - Određivanje nitratnog i amonijačnog azota prema Arndu

Metoda br. 3.3.

SRPS EN 15476, Đubriva - Određivanje nitratnog i amonijačnog azota prema Devardi

4. Ispitivanje ukupnog azota

Metoda br. 4.1.

SRPS EN 15560, Mineralna đubriva - Određivanje ukupnog azota u kalcijum-cijanamidu bez nitrata

Metoda br. 4.2.

SRPS EN 15561, Mineralna đubriva - Određivanje ukupnog azota u kalcijum-cijanamidu koji sadrži nitrata

Metoda br. 4.3.

SRPS EN 15478, Mineralna đubriva - Određivanje ukupnog azota u urei

5. Određivanje cijanamidnog azota

Metoda br. 5.1.

SRPS EN 15562, Mineralna đubriva - Određivanje cijanamidnog azota

6. Određivanje biureta u urei

Metoda br. 6.1.

SRPS EN 15479, Mineralna đubriva - Spektrofotometrijsko određivanje biureta u urei

7. Ispitivanje različitih oblika azota u istom uzorku

Metoda br. 7.1.

SRPS EN 15604, Mineralna đubriva - Određivanje različitih oblika azota u istom uzorku koji sadrži nitratni, amonijačni, amidni i cijanamidni azot

Metoda br. 7.2.

SRPS EN 15750, Mineralna đubriva - Određivanje sadržaja ukupnog azota u mineralnim đubrivima koja sadrže azot samo kao nitratni, amonijačni i amidni pomoću dve različite metode

Metoda br. 7.3.

SRPS EN 15705, Mineralna đubriva - Određivanje kondenzata uree pomoću tečne hromatografije visoke performanse (HPLC) - Izobutilidendiurea i krotonilidendiurea (metoda A) i oligomeri metilen-uree (metoda B)

8. Ispitivanje sadržaja fosfora

8.1. Ekstrakcija

Metoda br. 8.1.1.

SRPS EN 15956, Mineralna đubriva - Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u mineralnim kiselinama

Metoda br. 8.1.2.

SRPS EN 15919, Mineralna đubriva - Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u 2% mravljoj kiselini

Metoda br. 8.1.3.

SRPS EN 15920, Mineralna đubriva - Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u 2% limunskoj kiselini

Metoda br. 8.1.4.

SRPS EN 15957, Mineralna đubriva - Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u neutralnom amonijum-citratu

8.2. Ekstrakcija alkalnim amonijum-citratom

Metoda br. 8.2.1.

SRPS EN 15921, Mineralna đubriva - Ekstrakcija rastvorljivog fosfora po Petermanu na 65 °C

Metoda br. 8.2.2.

SRPS EN 15922, Mineralna đubriva - Ekstrakcija rastvorljivog fosfora po Petermanu na sobnoj temperaturi

Metoda br. 8.2.3.

SRPS EN 15923, Mineralna đubriva - Ekstrakcija fosfora rastvorljivog u alkalnom amonijum-citratu po Džuliju

8.3. Ekstrakcija vodorastvorljivog fosfora

Metoda br. 8.3.1.

SRPS EN 15958, Mineralna đubriva - Ekstrakcija vodorastvorljivog fosfora

8.4. Određivanje ekstrahovanog fosfora

Metoda br. 8.4.1.

SRPS EN 15959, Mineralna đubriva - Određivanje ekstrahovanog fosfora

9. Ispitivanje sadržaja kalijuma

Metoda br. 9.1.

SRPS EN 15477, Mineralna đubriva - Određivanje sadržaja kalijuma rastvorljivog u vodi

10. Ispitivanje vlage

Metoda br. 10.1.

SRPS EN 12049, Čvrsta mineralna đubriva i materije za kalcifikaciju - Određivanje sadržaja vlage - Gravimetrijska metoda sušenjem pod smanjenim pritiskom

Metoda br. 10.2.

SRPS EN 13466-1, Mineralna đubriva - Određivanje sadržaja vode (metode po Karlu Fišeru) - Deo 1: Metanol kao sredstvo za ekstrakciju

Metoda br. 10.3.

SRPS EN 13466-2, Mineralna đubriva - Određivanje sadržaja vode (metode po Karlu Fišeru) - Deo 2: 2-propanol kao sredstvo za ekstrakciju

11. Ugljen dioksid

Metoda br. 11.1.

SRPS EN 14397-1, Mineralna đubriva i materije za kalcifikaciju - Određivanje ugljen-dioksida - Deo 1: Metoda za čvrsta mineralna đubriva

12. Ispitivanje sadržaja hlora

Metoda br. 12.1.

SRPS EN 16195, Đubriva - Određivanje hlorida u odsustvu organskog materijala

13. Ispitivanje finoće mlevenja

Metoda br. 13.1.

SRPS EN 15928, Mineralna đubriva - Određivanje finoće mlevenja (suvi postupak)

Metoda br. 13.2.

SRPS EN 15924, Mineralna đubriva - Određivanje finoće mlevenja prirodnih mekih fosfata

14. Ispitivanje sadržaja sekundarnih hranljivih elemenata

Metoda br. 14.1.

SRPS EN 15960, Mineralna đubriva - Ekstrakcija ukupnog kalcijuma, ukupnog magnezijuma, ukupnog natrijuma i ukupnog sumpora u obliku sulfata

Metoda br. 14.2.

SRPS EN 15925, Mineralna đubriva - Ekstrakcija ukupnog sumpora prisutnog u različitim oblicima

Metoda br. 14.3.

SRPS EN 15961, Mineralna đubriva - Ekstrakcija vodorastvorljivih kalcijuma, magnezijuma, natrijuma i sumpora u obliku sulfata

Metoda br. 14.4.

SRPS EN 15926, Mineralna đubriva - Ekstrakcija vodorastvorljivog sumpora prisutnog u različitim oblicima

Metoda br. 14.5.

SRPS EN 16032, Mineralna đubriva - Ekstrakcija i određivanje elementarnog sumpora

Metoda br. 14.6.

SRPS EN 16196, Đubriva - Manganometrijsko određivanje ekstrahovanog kalcijuma nakon taloženja u obliku oksalata

Metoda br. 14.7.

SRPS EN 16197, Đubriva - Određivanje magnezijuma atomskom apsorpcionom spektrometrijom

Metoda br. 14.8.

SRPS EN 16198, Đubriva - Kompleksometrijsko određivanje magnezijuma

Metoda br. 14.9.

SRPS EN 15749, Mineralna đubriva - Određivanje sadržaja sulfata pomoću tri različite metode

Metoda br. 14.10.

SRPS EN 16199, Đubriva - Određivanje ekstrahovanog natrijuma plamenom emisionom spektrometrijom

Metoda br. 14.11.

SRPS EN 15909, Mineralna đubriva - Određivanje kalcijuma i formiata u kalcijum-folijarnim mineralnim đubrivima

15. Ispitivanje mikroelemenata čiji je sadržaj manji od 10% ili jednak 10%

Metoda br. 15.1.

Ekstrakcija ukupnih mikroelemenata

1) *Primena metode*

Ovom metodom propisan je postupak za ekstrakciju sledećih mikroelemenata: ukupan bor, ukupan kobalt, ukupan bakar, ukupno gvožđe, ukupan mangan, ukupan molibden i ukupan cink. Cilj je izvesti minimalan broj ekstrakcija, koristeći isti ekstrakt, kada god je to moguće, da bi se odredio ukupan nivo svakog navedenog mikroelementa.

Ova metoda se primenjuje na đubriva sa mikroelemenima (jedan ili više) i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelemente (jedan ili više), i to sledećih mikroelemenata: bor, kobalt, bakar, gvožđe, mangan, molibden i cink. Primenjuje se za svaki mikroelement, ako je deklarisan sadržaj manji ili jednak 10%.

2) *Princip ispitivanja:* Rastvaranje u ključaloj, razblaženoj hlorovodoničnoj kiselini.

Napomena: Ekstrakcija je empirijska i ne mora biti kvantitativna zavisno od proizvoda ili drugih sastojaka đubriva. U slučaju određenih magnezijum oksida ekstrahovana količina može biti znatno manja nego ukupna količina magnezijuma koju proizvod sadrži. Odgovornost je proizvođača đubriva da osigura da deklarisan sadržaj zaista i odgovara ekstrahovanoj količini pod uslovima koji odgovaraju metodi.

3) *Reagensi*

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblažena hlorovodonična kiselina, oko 6 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) na jednu zapreminu vode;

3.2. koncentrovani amonijačni rastvor (NH_4OH , $d_{20} = 0,9$ g/ml).

4) *Laboratorijska oprema:* Neophodna je električna grejna ploča sa varijabilnom temperaturnom kontrolom.

Napomena: Kada se određuje sadržaj bora jednog ekstrakta, ne koristiti borosilikatno staklo. Pošto metoda uključuje proces ključanja poželjan je teflon ili silikat. Isprati stakleni sud temeljno ukoliko je opran deterdžentima koji sadrže borate.

5) *Priprema laboratorijskog uzorka:* Videti Metodu br. 1.1. SRPS EN 1482-2, Mineralna đubriva i materije za kalcifikaciju - Uzimanje uzoraka i pripremanje uzoraka - Deo 2: Pripremanje uzoraka.

6) *Postupak*

6.1. *Uzorak za ispitivanje:* Sa preciznošću od 1 mg izmeriti 2 do 10 g uzorka đubriva, u zavisnosti od deklarisanog sadržaja mikroelementa. Uzorak staviti u čašu od 250 ml.

Sledeća tabela se koristi da se dobiju konačni rastvori koji će, posle odgovarajućeg razblaživanja, biti unutar mernog opsega za svaku metodu.

Deklarisani sadržaj mikroelementa u đubrivu (%)	< 0,01	0,01 - < 5	≥ 5-10
Masa uzorka za ispitivanje (g)	10	5	2
Masa mikroelementa u uzorku (mg)	1	0,5-250	100-200
Zapremina ekstrakta V(ml)	250	500	500
Koncentracija mikroelementa u ekstraktu (mg/l)	4	1-500	200-400

6.2. *Priprema rastvora:* Ako je potrebno, uzorak navlažiti sa malo vode, dodati pažljivo u malim količinama 10 ml razblažene hlorovodonične kiseline (3.1.) po gramu đubriva, a zatim dodati oko 50 ml vode. Pokriti sud sahatnim staklom i promućkati.

Dovesti do ključanja na vreloj ploči i ostaviti da ključa 30 minuta. Ostaviti da se ohladi, povremeno mešajući. Kvantitativno preneti u sud od 250 ili 500 ml (videti tabelu). Dopuniti vodom do zapremine i temeljno promućkati. Filterirati kroz suv filter u suv sud. Odbaciti prvi filtrat. Ekstrakt mora biti savršeno bistar. Preporučuje se da određivanje bude izvedeno odmah po dobijanju bistrog filtrata, u suprotnom sud zatvoriti.

Napomena: Za ekstrakte u kojima se određuje sadržaj bora podesiti pH između 4 i 6 sa koncentrovanim amonijačnim rastvorom (3.2.).

7) Određivanje

Određivanje svakog mikroelementa treba izvesti u alikvotnim delovima kako je prikazano u metodi za svaki mikroelement posebno.

Ako je potrebno, odstraniti organske helatne ili kompleksne supstance iz alikvotnog dela ekstrakta koristeći Metodu br. 15.3. U slučaju određivanja atomskom apsorpcionom spektrometrijom, takvo odstranjivanje može biti nepotrebno.

Metoda br. 15.2.

Ekstrakcija vodorastvorljivih mikroelemenata

1) Primena metode

Ovom metodom propisan je postupak za ekstrakciju vodorastvorljivih oblika sledećih mikroelemenata: bor, kobalt, bakar, gvožđe, mangan, molibden i cink. Cilj je izvesti minimalan broj ekstrakcija, koristeći isti ekstrakt, kada god je to moguće, da bi se odredio ukupan nivo svakog navedenog mikroelementa.

Ova metoda se primenjuje na đubriva sa mikroelemenima (jedan ili više) i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelemente (jedan ili više), i to sledećih mikroelemenata: bor, kobalt, bakar, gvožđe, mangan, molibden i cink. Primenjuje se za svaki mikroelement, ako je deklarisan sadržaj manji ili jednak 10%.

2) *Princip ispitivanja:* Mikroelementi se ekstrahuju mućkanjem đubriva u vodi na 20°C (± 2°C).

Napomena: Ekstrakcija je empirijska i može, ali i ne mora biti kvantitativna.

3) *Reagensi:* Za ispitivanje neophodan je razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 6 mol/l: pomešati jednu zapreminu HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) sa jednom zapreminom vode.

4) Laboratorijska oprema

Neophodna je sledeća laboratorijska oprema:

4.1. rotaciona mućkalica (35-40 obrtaja u minuti);

4.2. pH-metar.

Napomena: Kada se određuje sadržaj bora u ekstraktu ne koristiti borosilikatno staklo. Pošto metoda uključuje proces ključanja poželjan je teflon ili silikat. Isprati stakleni sud temeljno ukoliko je opran deterdžentima koji sadrže borate.

5) *Priprema laboratorijskog uzorka:* Videti Metodu br. 1.1. SRPS EN 1482-2, Mineralna đubriva i materije za kalcifikaciju - Uzimanje uzoraka i pripremanje uzoraka - Deo 2: Pripremanje uzoraka.

6) Postupak

6.1. *Uzorak za ispitivanje:* Sa preciznošću od 1 mg izmeriti 2 do 10 g uzorka đubriva, u zavisnosti od deklarisanog sadržaja mikroelementa. Uzorak staviti u čašu od 250 ml.

Sledeća tabela se koristi da se dobiju konačni rastvori koji će, posle odgovarajućeg razblaživanja, biti unutar mernog opsega za svaku metodu.

Deklarisani sadržaj mikroelementa u đubrivu (%)	< 0,01	0,01 - < 5	≥ 5-10
Masa uzorka za ispitivanje (g)	10	5	2
Masa mikroelementa u uzorku (mg)	1	0,5-250	100-200
Zapremina ekstrakta V(ml)	250	500	500
Koncentracija mikroelementa u ekstraktu (mg/l)	4	1-500	200-400

6.2. *Priprema rastvora:* Dodati oko 200 ml vode u sud od 250 ml ili 400 ml vode u sud od 500 ml. Sud dobro začepiti. Snažno promućkati rukom kako bi se rastvorio uzorak, zatim staviti sud na rotacionu mućkalicu i mućkati 30 minuta. Dopuniti vodom do zapremine suda i dobro promućkati.

6.3. *Priprema rastvora za ispitivanje:* Filtrirati odmah u čist, suv sud. Začepiti sud. Određivanje izvesti odmah nakon filtriranja.

Napomena: Ukoliko filtrat postane postepeno mutan, u sudu zapremine V_e uraditi novu ekstrakciju prateći tačke 6.1. i 6.2. Filtrirati u graduisani sud zapremine W koji je predhodno osušen i u koga je stavljeno 5 ml razblažene hlorovodonične kiseline (3.1). Zaustaviti filtraciju tačno u momentu dostizanja kalibracione oznake. Dobro promućkati.

Pod ovim uslovima vrednost V prilikom izražavanja rezultata je: $V = V_e \times W / (W - 5)$.

Razblaženja prilikom izražavanja rezultata zavise od vrednosti V .

7) Određivanje

Određivanje svakog mikroelementa treba izvesti u alikvotnim delovima kako je prikazano u metodi za svaki poseban mikroelement. Ako je potrebno, odstraniti organske helatne ili kompleksne supstance iz alikvotnog dela ekstrakta koristeći Metodu br. 15.3. U slučaju određivanja atomskom apsorpcionom spektrometrijom, takvo odstranjivanje može biti nepotrebno.

Metoda br. 15.3.

Uklanjanje organskih komponenti iz ekstrakata đubriva

1) Primena metode

Ovom metodom propisan je postupak za uklanjanje organskih jedinjenja iz ekstrakata đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 15.1. i Metodi br. 15.2, odnosno na đubriva sa mikroelementima (jedan ili više) i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelemente (jedan ili više), i to sledećih mikroelemenata: bor, kobalt, bakar, gvožđe, mangan, molibden i cink. Primenjuje se za svaki mikro element, ako je deklarisan ukupni ili vodorastvorljivi sadržaj mikroelemenata manji ili jednak 10%.

Napomena: Prisustvo malih količina organske materije obično ne utiče na određivanje pomoću atomske apsorpcione spektrometrije.

2) Princip ispitivanja: Organska jedinjenja se u alikvotnem delu ekstrakta oksiduju vodonik-peroksidom.

3) Reagensi

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) na 20 zapremina vode;

3.2. rastvor vodonik-peroksida (30% H_2O_2 , $d_{20} = 1,11$ g/ml), bez mikroelemenata.

4) Laboratorijska oprema: Neophodna je električna grejna ploča sa varijabilnom temperaturnom kontrolom.

5) Postupak

Uzeti 25 ml rastvora ekstrakta dobijenog Metodom br. 15.1. ili 15.2. i staviti u čašu od 100 ml. U slučaju Metode br. 15.2. dodati 5 ml razblaženog rastvora hlorovodonične kiseline (3.1.). Zatim dodati 5 ml rastvora vodonik-peroksida (3.2.). Prekriti sahatnim staklom. Dozvoliti da dođe do oksidacije na sobnoj temperaturi oko jedan sat, zatim postepeno dovesti do ključanja koje se odvija pola sata. Kada se rastvor ohladi, ako je to potrebno, dodati dodatnih 5 ml vodonik-peroksida. Zatim ostaviti da ključa kako bi se otklonio suvišan vodonik-peroksid. Ohladiti, kvantitativno preneti u sud od 50 ml i dopuniti do zapremine. Filtrirati ukoliko postoji potreba.

Treba obratiti pažnju prilikom uzimanja alikvota i računanja procenta mikroelemenata u proizvodu.

Metoda br. 15.4.

Određivanje mikroelemenata u ekstraktu đubriva atomskom apsorpcionom spektrometrijom (opšti postupak)

1) Primena metode

Ovom metodom propisan je opšti postupak za ispitivanje sadržaja određenih mikroelemenata u ekstraktu đubriva atomskom apsorpcionom spektrometrijom.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi 15.1. ili 15.2., odnosno na đubriva sa mikroelementima (jedan ili više) i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelemente (jedan ili više), i to sledećih mikroelemenata: bor, kobalt, bakar, gvožđe, mangan, molibden i cink. Primenjuje se za svaki mikroelement, ako je deklarisan ukupni ili vodorastvorljivi sadržaj mikroelemenata manji ili jednak 10%.

Adaptacije ovog postupka za različite mikroelemente su detaljno prikazane u metodama propisanim posebno za svaki mikroelement.

Napomena: Prisustvo malih količina organske materije obično ne utiče na određivanje pomoću atomske apsorpcione spektrometrije.

2) Princip ispitivanja

Nakon tretiranja ekstrakta, kada je to potrebno umanjiti ili eliminisati ometajuće hemijske supstance, ekstrakt se razblažuje tako da njegova koncentracija bude u optimalnom opsegu spektrometra na talasnoj dužini pogodnoj za određivanje mikroelementa.

3) Reagensi

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline oko 6 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) na jednu zapreminu vode;

3.2. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l: pomešati jednu zapreminu HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) sa 20 zapremina vode;

3.3. rastvori lantanove soli (10 g La/l), koji se koristi za određivanje kobalta (Co), gvožđa (Fe), mangana (Mn) i cinka (Zn), a pripremaju se na jedan od sledećih načina:

3.3.1. ili sa lantan-oksikom rastvorenim u hlorovodoničnoj kiselini (3.1.) (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): staviti 11,73 g lantan-oksida (La_2O_3) u 150 ml vode u sudu od jednog litra i dodati 120 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1.). Dozvoliti da se rastvori, a zatim dopuniti do jednog litra sa vodom i temeljno izmešati;

3.3.2. ili sa rastvorima lantan-hlorida, lantan-sulfata ili lantan-nitrata (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): rastvoriti 26,7 g lantan-hlorida ($\text{LaCl}_3 \times 7\text{H}_2\text{O}$) ili 31,2 g lantan-nitrata-heksahidrata [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \times 6\text{H}_2\text{O}$] ili 26,2 g lantan-sulfat-nonahidrat [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \times 9\text{H}_2\text{O}$] u 150 ml vode, dodati 85 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1.). Rastvoriti i potom dopuniti vodom do jedne litre. Dobro promućkati.;

3.4. kalibracioni rastvori, za čiju pripremu videti metode određivanja za svaki mikroelement.

4) Laboratorijska oprema

Neophodan je atomski apsorpcioni spektrometar opremljen sa izvorima koji emituju zračenje karakteristično za mikroelemente koji se određuju.

Analitičar mora pratiti instrukcije proizvođača i biti upoznat sa opremom. Oprema mora biti podložna korekcijama da bi se koristila kada je to potrebno (Co i Zn). Gasovi koji se koriste su vazduh i acetilen.

5) Priprema rastvora za ispitivanje

5.1. *Priprema rastvora ekstrakta mikroelemenata koji se određuju:* videti Metodu br. 15.1. i/ili Metodu br. 15.2, a ako je potrebno i Metodu br. 15.3.

5.2. *Tretiranje rastvora za ispitivanje:* Razblažiti alikvotni deo ekstrakta dobijenog Metodom br. 15.1., Metodom 15.2. ili Metodom br. 15.3. vodom ili/ hlorovodoničnom kiselinom (3.1. ili 3.2.), tako da se u konačnom rastvoru za merenje dobije koncentracija ispitivanog mikroelementa koja odgovara korišćenom kalibracionom opsegu (6.2) i koncentracija hlorovodonične kiseline od najmanje 0,5 mol/l, ali ne više od 2,5 mol/l. Ova operacija može zahtevati jedan ili više sukcesivnih razblaženja.

Uzeti alikvotni deo konačnog rastvora dobijenog razblaživanjem ekstrakta, neka (a) bude zapremina u ml i sipati u sud od 100 ml. Kada se određuje Co, Fe, Mn ili sadržaj Zn dodati 10 ml rastvora lantan soli (3.3). Dopuniti sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) i dobro promućkati. Ovo je konačni rastvor za merenje. Neka D bude faktor razblaženja.

6) Postupak

6.1. *Priprema slepe probe:* Pripremiti slepu probu ponavljanjem celog postupka od ekstrakcione faze, izostavljajući samo uzorak za ispitivanje.

6.2. *Priprema kalibracionih rastvora:* Od radnog kalibracionog rastvora pripremljenog korišćenjem metode date za pojedinačne mikroelemente, pripremiti u sudovima od 100 ml serije od najmanje 5 kalibracionih rastvora rastuće koncentracije unutar optimuma mernog opsega spektrometra. Ukoliko je potrebno prilagoditi koncentraciju hlorovodonične kiseline kako bi se što više približila onoj razblaženog test rastvora (5.2). Za određivanje Co, Fe, Mn ili Zn, dodati 10 ml istog rastvora lantan soli (3.3) koja je korišćena u tački 5.2. Dopuniti do zapremine sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) i dobro promućkati.

6.3. *Određivanje:* Pripremiti spektrometar (4) za određivanje i prilagoditi talasnoj dužini datoj u metodi za pojedinačne mikroelemente.

Usisati tri puta, sukcesivno kalibracione rastvore (6.2.), rastvore za ispitivanje (5.2.) i slepu probu (6.1), beležeći svaki rezultat i ispirati instrumenat destilovanom vodom između svakog usisavanja.

Izraditi kalibracionu krivu, ucrtavajući prosečno očitavanje spektrometra za svaki kalibracioni rastvor (6.2.) duž ordinate i odgovarajuće koncentracije mikroelementa, izražene u $\mu\text{g/ml}$, duž apscise. Iz ove krive odrediti koncentracije relevantnih mikroelemenata u rastvoru za ispitivanje, x_s (5.2.) i u slepoj probi x_b (6.1.), izražavajući ove koncentracije u $\mu\text{g/ml}$. Nacrtati kalibracionu krivu.

7) Izražavanje rezultata

Procenat mikroelemenata (E) u đubrivu je jednak:

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

a ako je korišćena Metoda br. 15.3:

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

gde je :

E - količina određenih mikroelemenata, izraženih kao procenat đubriva;

x_s - koncentracija rastvora za ispitivanje (5.2.), u $\mu\text{g/ml}$;

x_b - koncentracija slepe probe (6.1.), u $\mu\text{g/ml}$;

V - zapremina ekstrakta dobijenog po Metodi br. 15.1. ili Metode br. 15.2, u mililitrima;

D - faktor koji odgovara razblaženju izvedenom u tački 5.2;

M - masa uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa Metodom br. 15.1. ili Metodom br. 15.2., u gramima.

Računanje faktora razblaženja D: Ako su (a_1) , (a_2) , (a_3) ... (a_i) i (a) alikvotni delovi i (v_1) , (v_2) , (v_3) ,... (v_i) i (100) zapremine u mililitrima koje odgovaraju njihovim razblaženjima, faktor razblaženja će biti jednak: $D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$.

Metoda br. 15.5.

Određivanje bora u ekstraktima đubriva spektrometrijski sa azometinom-H

1) *Primena metode*

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje bora u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 15.1. ili 15.2., odnosno na đubriva sa mikroelementom borom i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement bor, a u kojima je sadržaj bora deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) *Princip ispitivanja*

U rastvoru azometin-H joni bora formiraju žuti kompleks, čija je koncentracija određena molekularnom apsorpcionom spektrometrijom na 410 nm. Ometajući joni su maskirani sa EDTA.

3) *Reagensi*

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. EDTA pufer rastvor, koji se priprema na sledeći način: u sud od 500 ml koji sadrži 300 ml vode dodati 75 g amonijum-acetata ($\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$), 10 g dinatrijum soli etilen di amino tetra sirćetne kiseline (Na_2EDTA), 40 ml sirćetne kiseline (CH_3COOH , $d_{20} = 1,05 \text{ g/ml}$). Dopuniti vodom do zapremine i dobro promućkati. pH rastvora proveriti staklenom elektrodom i mora biti $4,8 \pm 0,1$;

3.2. rastvor azometin-H, koji se priprema na sledeći način: u sud od 200 ml staviti 10 ml pufer rastvora (3.1.), 400 mg azometina-H ($\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{NNaO}_8\text{S}_2$) i 2 g askorbinske kiseline ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$). Dopuniti do zapremine i dobro promućkati. Ne pripremati velike količine ovog reagensa jer je stabilan samo par dana;

3.3. kalibracioni rastvori bora:

3.3.1. standardni rastvor bora ($100 \mu\text{g/ml B}$), koji se priprema na sledeći način: u sudu od 1000 ml rastvoriti 0,5719 g borne kiseline (H_3BO_3), izmerene sa tačnošću 0,1 mg, u vodi. Dopuniti do zapremine suda sa vodom i dobro promućkati. Preneti u plastičnu bocu i čuvati u frižideru;

3.3.2. radni rastvor bora ($10 \mu\text{g/ml}$), koji se priprema na sledeći način: staviti 50 g standardnog rastvora bora (3.3.1.) u sud od 500 ml. Dopuniti vodom do zapremine suda i dobro promućkati.

4) *Laboratorijska oprema*

Neophodan je spektrometar podešen za molekularnu apsorpciju sa kivetama optičkog puta 10 mm i podešene talasne dužine od 410 nm.

5) *Priprema rastvora za ispitivanje*

5.1. *Priprema rastvora bora*: videti Metodu br. 15.1. i/ili Metodu br. 15.2., a ako je odgovarajuće i Metodu br. 15.3.

5.2. *Priprema rastvora za ispitivanje*: Razblažiti alikvotni deo ekstrakta (5.1) da bi se dobila koncentracija bora kao u 6.2. Mogu biti potrebna dva sukcesivna razblaženja. Neka D bude faktor razblaženja.

5.3. *Priprema korekcionog rastvora*: Ako je rastvor za ispitivanje (5.2.) obojen, pripremiti odgovarajući korekcionni rastvor, stavljajući u plastični sud 5 ml rastvora za ispitivanje (5.2.), 5 ml EDTA pufer rastvora (3.1.) i 5 ml vode i dobro promućkati.

6) *Postupak*

6.1. *Priprema slepe probe*: Pripremiti slepu probu ponavljanjem celog postupka od ekstrakcione faze, izostavljajući samo uzorak za ispitivanje.

6.2. *Priprema kalibracionih rastvora*: Preneti 0, 5, 10, 15, 20 i 25 ml radnog kalibracionog rastvora (3.3.2.) u seriju sudova od 100 ml. Dopuniti do 100 ml sa vodom i dobro promućkati. Ovi rastvori sadrže između 0 i $2,5 \mu\text{g/ml}$ bora.

6.3. *Razvijanje boje*: Preneti 5 ml kalibracionih rastvora (6.2.), rastvora za ispitivanje i slepih proba u seriju plastičnih sudova. Dodati 5 ml EDTA puferskog rastvora (3.1.). Dodati rastvor azometin-H (4.2.). Dobro promućkati i ostaviti da se boja razvija u mraku 2,5 do tri sata.

6.4. *Određivanje*: Izmeriti apsorbanca rastvora dobijenih u tački 6.3. i, ako je potrebno korekzione rastvore (5.3.), prema vodi na talasnoj dužini 410 nm. Isprati kivete vodom pre svakog novog očitavanja.

7) *Izražavanje rezultata*

Nacrtati kalibracionu krivu koncentracija kalibracionih rastvora (6.2.) duž apcise, a dobijene apsorbance na spektrometru (6.4.) duž ordinate.

Očitati sa kalibracione krive koncentraciju bora u slepoj probi (6.1.), koncentraciju bora u rastvoru za ispitivanje (5.2.) i, ako je rastvor za ispitivanje obojen, tačnu koncentraciju rastvora za ispitivanje. Da bi izračunali ovaj poslednji, oduzeti od apsorbance korekcionog rastvora (5.3.) apsorbanca rastvora za ispitivanje (5.2.) i odrediti tačnu koncentraciju rastvora za ispitivanje. Zabeležiti koncentraciju rastvora za ispitivanje (5.2.) sa ili bez korekcije kao $X(x_s)$ i slepe probe (x_b).

Procenat bora (B) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

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

a ako je korišćena Metoda br. 15.3:

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

gde je:

B - količina bora izražena u procentima;

x_s - koncentracija rastvora za ispitivanje (5.2.), sa ili bez korekcije, u $\mu\text{g/ml}$;

x_b - koncentracija slepe probe (6.1.), u $\mu\text{g/ml}$;

V - zapremina ekstrakta dobijenog po Metodi br. 15.1. ili Metodi br. 15.2., u mililitrima;

D - faktor koji odgovara razblaženju izvedenom u tački 5.2.;

M - masa uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa Metodom br. 15.1. ili Metodom br. 15.2, u gramima.

Računanje faktora razblaženja D: Ako su (a_1) i (a_2) uzastopni alikvotni delovi i (v_1) i (v_2) zapremine koje odgovaraju njihovim razblaženjima tada je faktor razblaženja dat kao:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2)$$

Metoda br. 15.6.

Određivanje kobalta u ekstraktima đubriva atomskom apsorpcionom spektrometrijom

1) *Primena metode*

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje kobalta u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 15.1. i Metodi br. 15.2, odnosno na đubriva sa mikroelementom kobaltom i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement kobalt, a u kojima je sadržaj kobalta deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) *Princip ispitivanja*: Nakon odgovarajućeg tretmana i razblaživanja ekstrakta sadržaj kobalta se određuje atomskom apsorpcionom spektrometrijom.

3) *Reagensi*

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline oko 6 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) na jednu zapreminu vode;

3.2. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l: pomešati jednu zapreminu HCl ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) sa 20 zapremina vode;

3.3. rastvori lantanove soli (10 g La/l), koji se koristi za određivanje kobalta (Co), gvožđa (Fe), mangana (Mn) i cinka (Zn), a pripremaju se na jedan od sledećih načina:

3.3.1. ili sa lantan-oksidiom rastvorenim u hlorovodoničnoj kiselini (3.1) (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): staviti 11,73 g lantan-oksida (La_2O_3) u 150 ml vode u sudu od jednog litra i dodati 120 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1). Dozvoliti da se rastvori, a zatim dopuniti do jednog litra sa vodom i temeljno izmešati;

3.3.2. ili sa rastvorima lantan-hlorida, lantan-sulfata ili lantan-nitrata (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): rastvoriti 26,7 g lantan-hlorida ($\text{LaCl}_3 \times 7\text{H}_2\text{O}$) ili 31,2 g lantan-nitrata-heksahidrata [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \times 6\text{H}_2\text{O}$] ili 26,2 g lantan-sulfat-nonahidrat [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \times 9\text{H}_2\text{O}$] u 150 ml vode, dodati 85 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1). Rastvoriti i potom dopuniti vodom do jedne litre. Dobro promućkati.;

3.4. kalibracioni rastvori kobalta:

3.4.1. standardni rastvor kobalta (1000 µg/ml), koji se priprema na sledeći način: u čašu od 250 ml izmeriti 1 g kobalta (Co) sa tačnošću 0,1 mg, dodati 25 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1.) i grejati do potpunog rastvaranja kobalta. Kada se ohladi, kvantitativno preneti u sud od 1000 ml. Dopuniti vodom do zapremine i dobro promućkati;

3.4.2. radni rastvor kobalta (100 µg/ml), koji se priprema na sledeći način: odpipetirati 10 ml standardnog rastvora (3.4.1.) u sud od 100 ml. Dopuniti do zapremine sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) i dobro promućkati.

4) Laboratorijska oprema

Atomski apsorpcioni spektrometar: videti Metodu br. 15.4. (5.). Uređaj mora imati izvor zraka karakterističan za kobalt (240,7 nm). Spektrometar mora imati mogućnost korekcije.

5) Priprema rastvora za ispitivanje

5.1. *Priprema rastvora kobalta*: Videti Metodu br. 15.1. i/ili Metodu br. 15.2, a ako je odgovarajuće i Metodu br. 15.3.

5.2. *Priprema rastvora za ispitivanje*: Videti Metodu br. 15.4. (5.2.). Rastvor za ispitivanje mora da sadrži 10% rastvora lantanove soli (3.3.).

6) Postupak

6.1. *Priprema slepe probe*: Videti Metodu br. 15.4. (6.1.). Slepa proba mora da sadrži 10% rastvora lantanove soli korišćenog u tački 5.2.

6.2. *Priprema kalibracionih rastvora*: Videti Metodu br. 15.4. (6.2.). Za optimalni opseg određivanja od 0-5 µg/ml kobalta, otpipirati 0 ml, 0,5 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml i 5 ml radnih rastvora (3.4.2.) u niz graduisanih sudova od 100 ml. Ako je potrebno, podesiti koncentraciju hlorovodonične kiseline kako bi bila što približnija onoj u rastvoru za ispitivanje. Dodati u svaki sud 10 ml rastvora lantan soli korišćene u tački 5.2. Dopuniti do 100 ml sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) i dobro promućkati. Ovi rastvori sadrže 0 µg/ml Co, 0,5 µg/ml Co, 1 µg/ml Co, 2 µg/ml Co, 3 µg/ml Co, 4 µg/ml Co i 5 µg/ml Co.

6.3. *Određivanje*: Videti Metodu br. 15.4. (6.3.). Pripremiti spektrometar (5.) za merenje na talasnoj dužini od 240,7 nm.

7) Izražavanje rezultata

Videti Metodu br. 15.4. (7.).

Procenat kobalta (Co) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

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

a ako je korišćena Metoda br. 15.3:

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

gde je:

Co - količina kobalta izražena u procentima;

x_s - koncentracija rastvora za ispitivanje (5.2.), sa ili bez korekcije, u µg/ml;

x_b - koncentracija slepe probe (6.1.), u µg/ml;

V - zapremina ekstrakta dobijenog po Metodi br. 15.1. ili Metode br. 15.2, u mililitrima;

D - faktor koji odgovara razblaženju izvedenom u tački 5.2;

M - masa uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa Metodom br. 15.1. ili Metodom br. 15.2, u gramima.

Računanje faktora razblaženja D: Ako su (a_1), (a_2), (a_3)...(a_i) i (a) alikvotni delovi i (v_1), (v_2), (v_3)...(v_i) i (100) zapremine u mililitrima koje odgovaraju njihovim razblaženjima, faktor razblaženja će biti jednak: $D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$.

Metoda br. 15.7.

Određivanje bakra u ekstraktima đubriva atomskom apsorpcionom spektrometrijom

1) Primena metode

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje bakra u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 15.1. i Metodi br. 15.2, odnosno na đubriva sa mikroelementom bakrom i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement bakar, a u kojima je sadržaj bakra deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) Princip ispitivanja

Nakon odgovarajućeg tretmana i razblaživanja ekstrakta sadržaj bakra se određuje atomskom apsorpcionom spektrometrijom.

3) Reagensi

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline oko 6 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) na jednu zapreminu vode;

3.2. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l: pomešati jednu zapreminu HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) sa 20 zapremina vode;

3.3. rastvor vodonik-peroksida (30% H_2O_2 , $d_{20} = 1,11$ g/ml), bez mikroelemenata;

3.4. kalibracioni rastvori bakra:

3.4.1. standardni rastvor bakra (1000 $\mu\text{g/ml}$), koji se priprema na sledeći način: u čašu od 250 ml izmeriti 1 g bakra (Cu) sa tačnošću 0,1 mg, dodati 25 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1.) i 5 ml rastvora vodonik-peroksid (3.3.) i grejati do potpunog rastvaranja bakra. Kada se ohladi, kvantitativno preneti u sud od 1000 ml. Dopuniti vodom do zapremine i dobro promućkati;

3.4.2. radni rastvor bakra (100 $\mu\text{g/ml}$), koji se priprema na sledeći način: odpipetirati 20 ml standardnog rastvora (3.4.1.) u sud od 200 ml. Dopuniti do zapremine sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) i dobro promućkati.

4) *Laboratorijska oprema*: Atomski apsorpcioni spektrometar: videti Metodu br. 15.4. (5.). Uređaj mora imati izvor zraka karakterističan za bakar (324,8 nm).

5) Priprema rastvora za ispitivanje

5.1. Priprema rastvora bakra: Videti Metodu br. 15.1. i/ili Metodu br. 15.2., a ako je odgovarajuće i Metodu br. 15.3.

5.2. Priprema rastvora za ispitivanje: Videti Metodu br. 15.4. (5.2.).

6) Postupak

6.1. Priprema slepe probe: Videti Metodu br. 15.4. (6.1.).

6.2. Priprema kalibracionih rastvora: Videti Metodu br. 15.4. (6.2.). Za optimalni opseg određivanja od 0-5 $\mu\text{g/ml}$ bakra, otpipirati 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 i 5 ml radnih rastvora (3.4.2.) u niz graduisanih sudova od 100 ml. Ako je potrebno, podesiti koncentraciju hlorovodonične kiseline kako bi bila što približnija onoj u rastvoru za ispitivanje. Dopuniti do 100 ml sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2) i dobro promućkati. Ovi rastvori sadrže 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 i 5 $\mu\text{g/ml}$ bakra.

6.3. Određivanje: Videti Metodu br. 15.4. (6.3.). Pripremiti spektrometar (5.) za merenje na talasnoj dužini od 324,8 nm.

7) Izražavanje rezultata

Videti Metodu br. 15.4. (7.).

Procenat bakra (Cu) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

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

a ako je korišćena Metoda br. 15.3:

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

gde je:

Co - količina bakra izražena u procentima;

x_s - koncentracija rastvora za ispitivanje (5.2.), sa ili bez korekcije, u $\mu\text{g/ml}$;

x_b - koncentracija slepe probe (6.1.), u $\mu\text{g/ml}$;

V - zapremina ekstrakta dobijenog po Metodi br. 15.1. ili Metodi br. 15.2., u mililitrima;

D - faktor koji odgovara razblaženju izvedenom u tački 5.2.;

M - masa uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa Metodom br. 15.1. ili Metodom br. 15.2, u gramima.

Računanje faktora razblaženja D: Ako su (a_1), (a_2), (a_3)...(a_i) i (a) alikvotni delovi i (v_1), (v_2), (v_3),...(v_i) i (100) zapremine u mililitrima koje odgovaraju njihovim razblaženjima, faktor razblaženja će biti jednak: $D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$.

Metoda br. 15.8.

Određivanje gvožđa u ekstraktima đubriva atomskom apsorpcionom spektrometrijom

1) Primena metode

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje gvožđa u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 15.1. i Metodi br. 15.2, odnosno na đubriva sa mikroelementom gvožđem i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement gvožđa, a u kojima je sadržaj gvožđa deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) *Princip ispitivanja*: Nakon odgovarajućeg tretmana i razblaživanja ekstrakta sadržaj gvožđa se određuje atomskom apsorpcionom spektrometrijom.

3) *Reagensi*

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline oko 6 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) na jednu zapreminu vode;

3.2. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l: pomešati jednu zapreminu HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) sa 20 zapremina vode;

3.3. rastvor vodonik-peroksida (30% H_2O_2 , $d_{20} = 1,11$ g/ml), bez mikroelemenata;

3.4. rastvori lantanove soli (10 g La/l), koji se koristi za određivanje kobalta (Co), gvožđa (Fe), mangana (Mn) i cinka (Zn), a pripremaju se na jedan od sledećih načina:

3.4.1. ili sa lantan-oksidiom rastvorenim u hlorovodoničnoj kiselini (3.1) (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): staviti 11,73 g lantan-oksida (La_2O_3) u 150 ml vode u sudu od jednog litra i dodati 120 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1). Dozvoliti da se rastvori, a zatim dopuniti do jednog litra sa vodom i temeljno izmešati;

3.4.2. ili sa rastvorima lantan-hlorida, lantan-sulfata ili lantan-nitrata (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): rastvoriti 26,7 g lantan-hlorida ($LaCl_3 \times 7H_2O$) ili 31,2 g lantan-nitrata-heksahidrata [$La(NO_3)_3 \times 6H_2O$] ili 26,2 g lantan-sulfat-nonahidrat [$La_2(SO_4)_3 \times 9H_2O$] u 150 ml vode, dodati 85 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1). Rastvoriti i potom dopuniti vodom do jedne litre. Dobro promućkati;

3.5. kalibracioni rastvori gvožđa:

3.5.1. standardni rastvor gvožđa (1000 μ g/ml), koji se priprema na sledeći način: u čašu od 500 ml izmeriti 1 g gvozdene žice sa tačnošću 0,1 mg, dodati 200 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1.) i 15 ml rastvora vodonik-peroksid (3.3.) i grejati do potpunog rastvaranja gvožđa. Kada se ohladi, kvantitativno preneti u sud od 1000 ml. Dopuniti vodom do zapremine i dobro promućkati;

3.5.2. radni rastvor gvožđa (100 μ g/ml), koji se priprema na sledeći način: odpipetirati 20 ml standardnog rastvora (3.4.1.) u sud od 200 ml. Dopuniti do zapremine sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) i dobro promućkati.

4) *Laboratorijska oprema*: Atomski apsorpcioni spektrometar: videti Metodu br. 15.4. (5.). Uređaj mora imati izvor zraka karakterističan za gvožđe (248,3 nm).

5) *Priprema rastvora za ispitivanje*

5.1. Priprema rastvora gvožđa: Videti Metodu br. 15.1. i/ili Metodu br. 15.2, a ako je odgovarajuće i Metodu br. 15.3.

5.2. Priprema rastvora za ispitivanje: Videti Metodu br. 15.4. (5.2.). rastvor za ispitivanje mora da sadrži 10% rastvora lantan soli.

6) *Postupak*

6.1. Priprema slepe probe: Videti Metodu br. 15.4. (6.1.). Slepa proba mora da sadrži 10% rastvora lantan soli, korišćene u tački 5.2.

6.2. Priprema kalibracionih rastvora: Videti Metodu br. 15.4. (6.2.). Za optimalni opseg određivanja od 0-10 μ g/ml gvožđa, otpipirati 0 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml i 10 ml radnih rastvora (3.4.2.) u niz graduisanih sudova od 100 ml. Ako je potrebno, podesiti koncentraciju hlorovodonične kiseline kako bi bila što približnija onoj u rastvoru za ispitivanje. Dodati u svaki sud 10 ml rastvora lantan soli korišćene u tački 5.2. Dopuniti do 100 ml sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2) i dobro promućkati. Ovi rastvori sadrže 0 μ g/ml Fe, 2 μ g/ml Fe, 4 μ g/ml Fe, 6 μ g/ml Fe, 8 μ g/ml Fe i 10 μ g/ml Fe.

6.3. Određivanje: Videti Metodu br. 15.4. (6.3.). Pripremiti spektrometar (5.) za merenje na talasnoj dužini od 248,3 nm.

7) *Izražavanje rezultata*

Videti Metodu br. 15.4. (7.).

Procenat gvožđa (Fe) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

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

a ako je korišćena Metoda br. 15.3:

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

gde je:

Fe - količina gvožđa izražena u procentima;

x_s - koncentracija rastvora za ispitivanje (5.2.), sa ili bez korekcije, u $\mu\text{g/ml}$;

x_b - koncentracija slepe probe (6.1.), u $\mu\text{g/ml}$;

V - zapremina ekstrakta dobijenog po Metodi br. 15.1. ili Metodi br. 15.2, u mililitrima;

D - faktor koji odgovara razblaženju izvedenom u tački 5.2;

M - masa uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa Metodom br. 15.1. ili Metodom br. 15.2, u gramima.

Računanje faktora razblaženja D: Ako su (a_1) , (a_2) , (a_3) ... (a_i) i (a) alikvotni delovi i (v_1) , (v_2) , (v_3) ,... (v_i) i (100) zapremine u mililitrima koje odgovaraju njihovim razblaženjima, faktor razblaženja će biti jednak: $D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$.

Metoda br. 15.9.

Određivanje mangana u ekstraktima đubriva atomskom apsorpcionom spektrometrijom

1) *Primena metode*

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje mangana u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 15.1. i Metodi br. 15.2, odnosno na đubriva sa mikroelementom manganom i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement mangan, a u kojima je sadržaj mangana deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) *Princip ispitivanja:* Nakon odgovarajućeg tretmana i razblaživanja ekstrakta sadržaj mangana se određuje atomskom apsorpcionom spektrometrijom.

3) *Reagensi*

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline oko 6 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) na jednu zapreminu vode;

3.2. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l: pomešati jednu zapreminu HCl ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) sa 20 zapremina vode;

3.3. rastvori lantanove soli (10 g La/l), koji se koristi za određivanje kobalta (Co), gvožđa (Fe), mangana (Mn) i cinka (Zn), a pripremaju se na jedan od sledećih načina:

3.3.1. ili sa lantan-oksikom rastvorenim u hlorovodoničnoj kiselini (3.1) (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): staviti 11,73 g lantan-oksida (La_2O_3) u 150 ml vode u sudu od jednog litra i dodati 120 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1). Dozvoliti da se rastvori, a zatim dopuniti do jednog litra sa vodom i temeljno izmešati;

3.3.2. ili sa rastvorima lantan-hlorida, lantan-sulfata ili lantan-nitrata (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): rastvoriti 26,7 g lantan-hlorida ($\text{LaCl}_3 \times 7\text{H}_2\text{O}$) ili 31,2 g lantan-nitrata-heksahidrata [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \times 6\text{H}_2\text{O}$] ili 26,2 g lantan-sulfat-nonahidrat [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \times 9\text{H}_2\text{O}$] u 150 ml vode, dodati 85 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1). Rastvoriti i potom dopuniti vodom do jedne litre. Dobro promućkati;

3.4. kalibracioni rastvori mangana:

3.4.1. standardni rastvor mangana (1000 $\mu\text{g/ml}$), koji se priprema na sledeći način: u čašu od 250 ml izmeriti 1 g mangana sa tačnošću 0,1 mg, dodati 25 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1.) i grejati do potpunog rastvaranja mangana. Kada se ohladi, kvantitativno preneti u sud od 1000 ml. Dopuniti vodom do zapremine i dobro promućkati;

3.4.2. radni rastvor mangana (100 $\mu\text{g/ml}$), koji se priprema na sledeći način: odpipetirati 20 ml standardnog rastvora (3.4.1.) u sud od 200 ml. Dopuniti do zapremine sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) i dobro promućkati.

4) *Laboratorijska oprema:* Atomski apsorpcioni spektrometar: videti Metodu br. 15.4. (5.). Uređaj mora imati izvor zraka karakterističan za mangan (279,6 nm).

5) *Priprema rastvora za ispitivanje*

5.1. Priprema rastvora mangana: Videti Metodu br. 15.1. i/ili Metodu br. 15.2, a ako je odgovarajuće i Metodu br. 15.3.

5.2. Priprema rastvora za ispitivanje: Videti Metodu br. 15.4. (5.2.). rastvor za ispitivanje mora da sadrži 10% rastvora lantan soli.

6) *Postupak*

6.1. Priprema slepe probe: Videti Metodu br. 15.4. (6.1.). Slepa proba mora da sadrži 10% rastvora lantan soli, korišćene u tački 5.2.

6.2. Priprema kalibracionih rastvora: Videti Metodu br. 15.4. (6.2.). Za optimalni opseg određivanja od 0-5 $\mu\text{g/ml}$ mangana, odpipetirati 0 ml, 0,5 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml i 5 ml radnih rastvora (3.4.2.) u niz graduisanih sudova od 100 ml. Ako je potrebno, podesiti koncentraciju hlorovodonične kiseline kako bi bila što približnija onoj u rastvoru za ispitivanje. Dodati u svaki sud 10 ml rastvora lantan soli korišćene u tački 5.2. Dopuniti do 100 ml sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline

(3.2) i dobro promućkati. Ovi rastvori sadrže 0 µg/ml Mn, 0,5 µg/ml Mn, 1 µg/ml Mn, 2 µg/ml Mn, 3 µg/ml Mn, 4 µg/ml Mn i 5 µg/ml Mn.

6.3. *Određivanje*: Videti Metodu br. 15.4. (6.3.). Pripremiti spektrometar (5.) za merenje na talasnoj dužini od 279,6 nm.

7) *Izražavanje rezultata*

Videti Metodu br. 15.4. (7.).

Procenat mangana (Mn) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

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

a ako je korišćena Metoda br. 15.3:

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

gde je:

Mn - količina mangana izražena u procentima;

x_s - koncentracija rastvora za ispitivanje (5.2.), sa ili bez korekcije, u µg/ml;

x_b - koncentracija slepe probe (6.1.), u µg/ml;

V - zapremina ekstrakta dobijenog po Metodi br. 15.1. ili Metode br. 15.2, u mililitrima;

D - faktor koji odgovara razblaženju izvedenom u tački 5.2;

M - masa uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa Metodom br. 15.1. ili Metodom br. 15.2, u gramima.

Računanje faktora razblaženja D: Ako su (a_1), (a_2), (a_3)...(a_i) i (a) alikvotni delovi i (v_1), (v_2), (v_3),...(v_i) i (100) zapremine u mililitrima koje odgovaraju njihovim razblaženjima, faktor razblaženja će biti jednak: $D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$.

Metoda br. 15.10.

Određivanje molibdena u ekstraktima đubriva spektrometrijski pomoću kompleksa sa amonijum-tiocijanatom

1) *Primena metode*

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje molibdena u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 15.1. i Metodi br. 15.2, odnosno na đubriva sa mikroelementom molibdenom i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement molibden, a u kojima je sadržaj molibdena deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) *Princip ispitivanja*

Molibden (V) formira kompleks $[\text{MoO}(\text{SCN})_5]$ u alkalnoj sredini sa SCN-jonima. Kompleks je ekstrahovan n-butil acetatom. Ometajući joni, kao što je slučaj sa Fe-jonima, zaostaju u vodenoj fazi. Žuto-narandžasta boja se određuje molekularno apsorpcionom spektrometrijom na 470 nm.

3) *Reagensi*

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline oko 6 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) na jednu zapreminu vode;

3.2. rastvor bakra (70 mg/l) u 1,5 mol/l hlorovodoničnoj kiselini, koji se priprema na sledeći način: u sudu od 1000 ml rastvoriti 275 mg bakar-sulfata pentahidrata ($\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$), izmerenih sa tačnošću 0,1 mg, sa 250 ml rastvora 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1.). Dopuniti vodom do zapremine suda i dobro promućkati;

3.3. rastvor askorbinske kiseline (50 g/l): koji se priprema na sledeći način: u sudu od 1000 ml rastvoriti 50 g askorbinske kiseline ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) vodom. Dopuniti do zapremine suda, dobro promućkati i čuvati u frižideru;

3.4. n-butil acetat;

3.5. rastvor amonijum-tiocijanata (NH_4SCN) 0,2 mol/l, koji se priprema na sledeći način: u sudu od 1000 ml rastvoriti 15,224 g amonijum-tiocijanata u vodi. Dopuniti do zapremine suda, dobro promućkati i čuvati u tamnoj boci;

3.6. rastvor kalaj-hlorida ($\text{SnCl}_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$) (50 g/l) u 2 mol/l hlorovodoničnoj kiselini: ovaj rastvor mora biti savršeno bistar i pripremljen neposredno pre upotrebe. Mora biti korišćen veoma čist kalaj-hlorid jer u suprotnom rastvor neće biti bistar. Da bi se pripremlilo 100 ml rastvora, rastvoriti 5 g kalaj-hlorida u 35 ml 6 mol/l rastvora hlorovodonične kiseline (3.1.). Dodati 10 ml rastvora bakra (3.2). Dopuniti do zapremine suda i dobro promućkati;

3.7. kalibracioni rastvori molibdena:

3.7.1. standardni rastvor molibdena (500 µg/ml), koji se priprema na sledeći način: u sud od 1000 ml rastvoriti 0,920 g amonijum molibdata tetrahidrata $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \times 4\text{H}_2\text{O}]$, izmerenih sa tačnošću 0,1 mg, u 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1.). Dopuniti vodom do zapremine suda i dobro promućkati;

3.7.2. srednji rastvor molibdena (25 µg/ml), koji se priprema na sledeći način: odpipetirati 25 ml standardnog rastvora (3.7.1.) u sud od 500 ml. Dopuniti do zapremine sa 6 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.1.) i dobro promućkati;

3.7.3. radni rastvor molibdena (2,5 µg/ml), koji se priprema na sledeći način: odpipetirati 10 ml srednjeg rastvora (3.7.2.) u sud od 100 ml. Dopuniti do zapremine sa 6 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.1.) i dobro promućkati.

4) Laboratorijska oprema

Neophodna je sledeća laboratorijska oprema:

4.1. spektrometar podešen za molekularnu apsorpciju sa kivetama od 20 mm optičkog puta i talasne dužine 470 nm;

4.2. levkovi za odvajanje od 200 ili 250 ml.

5) Priprema rastvora za ispitivanje

5.1. *Ekstrakt rastvora molibdena*: Videti Metodu br. 15.1. i/ili Metodu br. 15.2, a ako je odgovarajuće i Metodu br. 15.3.

5.2. *Priprema rastvora za ispitivanje*: Razblažiti alikvotni deo ekstrakta (5.1.) sa 6 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.1.) da se dobije odgovarajuća koncentracija molibdena. Faktor razblaženja je D. Uzeti alikvotni deo (a) iz rastvora ekstrakta koji sadrži 1 do 12 µg molibdena i staviti je u levak za odvajanje (4.2.). Dopuniti do 50 ml sa 6 rastvorom hlorovodonične kiseline (3.1.).

6) Postupak

6.1. Priprema slepe probe: Priprema se izvodi ponavljanjem celog postupka od ekstrakcione faze, izuzimajući jedino uzorak za ispitivanje.

6.2. Priprema kalibracionih rastvora: Pripremiti niz od najmanje 6 kalibracionih rastvora rastuće koncentracije koji odgovaraju optimalnom opsegu spektrometra. Za interval 0-12,5 µg molibdena, odpipetirati 0 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml i 5 ml radnog rastvora (3.7.3.) u levak za odvajanje (4.2.). Dopuniti do 50 ml sa 6 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.1.). Levkovi sadrže 0 µg Mo, 2,5 µg Mo, 5 µg Mo, 7,5 µg Mo, 10 µg Mo i 12,5 µg Mo.

6.3. Razvijanje i odvajanje kompleksa: U svaki levak za odvajanje (5.2, 6.1. i 6.2.) dodati sledećim redom: 10 ml rastvora bakra (3.2.), 20 ml rastvora askorbinske kiseline (3.3.). Temeljno izmešati i sačekati dva ili tri minuta, zatim dodati: 10 ml n-butil acetata (3.4.) koristeći preciznu pipetu i 20 ml rastvora tiocijanata (3.5.). Mućkati jedan minut da bi se ekstrahovao kompleks u organskoj fazi. Ostaviti da se istaloži. Nakon odvajanja dve faze izvući celu vodenu fazu i odbaciti je, zatim oprati organsku fazu sa 10 ml rastvora kalaj-hlorida (3.6.). Mućkati jedan minut. Ostaviti da se istaloži i izvući celu vodenu fazu. Sakupiti organsku fazu u kivetu za ispitivanje koja će omogućiti sakupljanje kapi vode u suspenziju.

6.4. Određivanje: Izmeriti apsorbanca rastvora dobijenih u tački 6.3. na talasnoj dužini 470 nm koristeći 0 µg/ml molibdena kalibracionog rastvora (6.2) kao referentne vrednosti.

7) Izražavanje rezultata

Konstruisati kalibracionu krivu raspoređujući odgovarajuće mase molibdena u kalibracionim rastvorima (6.2.), izražene u µg duž apcise i odgovarajućih vrednosti apsorbanca (6.4.) date spektrometerskim očitavanjem duž ordinate. Iz ove krive odrediti masu molibdena u rastvoru za ispitivanje (5.2.) i slepoj probi (6.1.). Ove mase su obeležene (x_s) i (x_b).

Procenat molibdena (Mo) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

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

a ako je korišćena Metoda br. 15.3:

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

gde je:

Mo - količina molibdena izražena u procentima;

a - zapremina alikvota uzetog iz poslednjeg razblaženog rastvora (5.2.), u mililitrima;

x_s - masa molibdena u rastvoru za ispitivanje (5.2.), u µg/g;

x_b - masa molibdena u slepoj probi (6.1.), u µg/g;

V - zapremina ekstrakta dobijenog po Metodi br. 15.1. ili Metodi br. 15.2, u mililitrima;

D - faktor koji odgovara razblaženju izvedenom u tački 5.2;

M - masa uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa Metodom br. 15.1. ili Metodom br. 15.2, u gramima.

Računanje faktora razblaženja D: Ako su (a_1), (a_2) sukcesivne alikvotni delovi i (v_1), (v_2) zapremine koje odgovaraju njihovim razblaženjima, faktor razblaženja će biti jednak:

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

Metoda br. 15.11.

Određivanje cinka u ekstraktima đubriva atomskom apsorpcionom spektrometrijom

1) *Primena metode*

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje cinka u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 15.1. i Metodi br. 15.2, odnosno na đubriva sa mikroelementom cinka i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement cinka, a u kojima je sadržaj cinka deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) *Princip ispitivanja*

Nakon odgovarajućeg tretmana i razblaživanja ekstrakta sadržaj cinka se određuje atomskom apsorpcionom spektrometrijom.

3) *Reagensi*

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline oko 6 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) na jednu zapreminu vode;

3.2. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l: pomešati jednu zapreminu HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) sa 20 zapremina vode;

3.3. rastvori lantanove soli (10 g La/l), koji se koristi za određivanje kobalta (Co), gvožđa (Fe), mangana (Mn) i cinka (Zn), a pripremaju se na jedan od sledećih načina:

3.3.1. ili sa lantan-oksidiom rastvorenim u hlorovodoničnoj kiselini (3.1) (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): staviti 11,73 g lantan-oksida (La_2O_3) u 150 ml vode u sudu od jednog litra i dodati 120 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1). Dozvoliti da se rastvori, a zatim dopuniti do jednog litra sa vodom i temeljno izmešati;

3.3.2. ili sa rastvorima lantan-hlorida, lantan-sulfata ili lantan-nitrata (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): rastvoriti 26,7 g lantan-hlorida ($LaCl_3 \times 7H_2O$) ili 31,2 g lantan-nitrata-heksahidrata [$La(NO_3)_3 \times 6H_2O$] ili 26,2 g lantan-sulfat-nonahidrat [$La_2(SO_4)_3 \times 9H_2O$] u 150 ml vode, dodati 85 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1). Rastvoriti i potom dopuniti vodom do jedne litre. Dobro promućkati;

3.4. kalibracioni rastvori cinka:

3.4.1. standardni rastvor cinka (1000 μ g/ml), koji se priprema na sledeći način: u čašu od 1000 ml rastvoriti 1 g cinka u prahu ili pločicama sa tačnošću 0,1 mg, dodati 25 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1.). Kada se potpuno istopi, dopuniti vodom do zapremine i dobro promućkati;

3.4.2. radni rastvor cinka (100 μ g/ml), koji se priprema na sledeći način: razblažiti 20 ml standardnog rastvora (3.4.1.) u 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) u sudu od 200 ml. Dopuniti do zapremine sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) i dobro promućkati.

4) *Laboratorijska oprema*: Atomski apsorpcioni spektrometar: videti Metodu br. 15.4. (5.). Uređaj mora imati izvor zraka karakterističan za cink (213,8 nm).

5) *Priprema rastvora za ispitivanje*

5.1. Priprema rastvora cinka: Videti Metodu br. 15.1. i/ili Metodu br. 15.2, a ako je odgovarajuće i Metodu br. 15.3.

5.2. Priprema rastvora za ispitivanje: Videti Metodu br. 15.4. (5.2.). rastvor za ispitivanje mora da sadrži 10% rastvora lantan soli.

6) *Postupak*

6.1. Priprema slepe probe: Videti Metodu br. 15.4. (6.1.). Slepa proba mora da sadrži 10% rastvora lantan soli, korišćene u tački 5.2.

6.2. Priprema kalibracionih rastvora: Videti Metodu br. 15.4. (6.2.). Za optimalni opseg određivanja od 0-5 μ g/ml cinka, opepirati 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 i 5 ml radnih rastvora (3.4.2.) u niz graduisanih sudova od 100 ml. Ako je potrebno, podesiti koncentraciju hlorovodonične kiseline kako bi bila što približnija onoj u rastvoru za ispitivanje. Dodati u svaki sud 10 ml rastvora lantan soli korišćene u tački 5.2. Dopuniti do 100 ml sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2) i dobro promućkati. Ovi rastvori sadrže 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 i 5 μ g/ml cinka.

6.3. Određivanje: Videti Metodu br. 15.4. (6.3.). Pripremiti spektrometar (5.) za merenje na talasnoj dužini od 213,8 nm.

7) *Izražavanje rezultata*

Videti Metodu br. 15.4. (7.).

Procenat cinka (Zn) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

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

a ako je korišćena Metoda br. 15.3:

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

gde je:

Zn - količina cinka izražena u procentima;

x_s - koncentracija rastvora za ispitivanje (5.2.), sa ili bez korekcije, u $\mu\text{g/ml}$;

x_b - koncentracija slepe probe (6.1.), u $\mu\text{g/ml}$;

V - zapremina ekstrakta dobijenog po Metodi br. 15.1. ili Metodi br. 15.2, u mililitrima;

D - faktor koji odgovara razblaženju izvedenom u tački 5.2;

M - masa uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa Metodom br. 15.1. ili Metodom br. 15.2., u gramima.

Računanje faktora razblaženja D: Ako su (a_1), (a_2), (a_3)...(a_i) i (a) alikvotni delovi i (v_1), (v_2), (v_3)...(v_i) i (100) zapremine u ml koje odgovaraju njihovim razblaženjima, faktor razblaženja će biti jednak: $D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$.

16. Ispitivanje mikroelemenata čiji je sadržaj veći od 10%

Metoda br. 16.1.

Ekstrakcija ukupnih mikroelemenata

1) Primena metode

Ovom metodom propisan je postupak za ekstrakciju sledećih mikroelemenata: ukupan bor, ukupan kobalt, ukupan bakar, ukupno gvožđe, ukupan mangan, ukupan molibden i ukupan cink. Cilj je izvesti minimalan broj ekstrakcija, koristeći isti ekstrakt, kada god je to moguće, da bi se odredio ukupan nivo svakog navedenog mikroelementa.

Ova metoda se primenjuje na đubriva sa mikroelemenima (jedan ili više) i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelemente (jedan ili više), i to sledećih mikroelemenata: bor, kobalt, bakar, gvožđe, mangan, molibden i cink. Primenjuje se za svaki mikroelement, ako je deklarirani sadržaj veći od 10%.

2) Princip ispitivanja: Rastvaranje u ključaloj, razblaženoj hlorovodoničnoj kiselini.

Napomena: Ekstrakcija je empirijska i ne mora biti kvantitativna zavisno od proizvoda ili drugih sastojaka đubriva. U slučaju određenih magnezijum oksida ekstrahovana količina može biti znatno manja nego ukupna količina magnezijuma koju proizvod sadrži. Odgovornost je proizvođača đubriva da osigura da deklarirani sadržaj zaista i odgovara ekstrahovanoj količini pod uslovima koji odgovaraju metodi.

3) Reagensi

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblažena hlorovodonična kiselina, oko 6 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) na jednu zapreminu vode;

3.2. koncentrovani amonijačni rastvor (NH_4OH , $d_{20} = 0,9 \text{ g/ml}$).

4) Laboratorijska oprema: Neophodna je električna grejna ploča sa varijabilnom temperaturnom kontrolom.

Napomena: Kada se određuje sadržaj bora jednog ekstrakta, ne koristiti borosilikatno staklo. Pošto metoda uključuje proces ključanja poželjan je teflon ili silikat. Isprati stakleni sud temeljno ukoliko je opran deterdžentima koji sadrže borate.

5) Priprema laboratorijskog uzorka: Videti Metodu br. 1.1. SRPS EN 1482-2, Mineralna đubriva i materije za kalcifikaciju - Uzimanje uzoraka i pripremanje uzoraka - Deo 2: Pripremanje uzoraka.

6) Postupak

6.1. *Uzorak za ispitivanje:* Sa preciznošću od 1 mg izmeriti 1 do 2 g uzorka đubriva, u zavisnosti od deklarisanog sadržaja mikroelementa. Uzorak staviti u čašu od 250 ml.

Sledeća tabela se koristi da se dobiju konačni rastvori koji će, posle odgovarajućeg razblaživanja, biti unutar mernog opsega za svaku metodu.

Deklarirani sadržaj mikroelemenata u đubrivu (%)	>10 - < 25	≥ 25
Masa uzorka za ispitivanje (g)	2	1
Masa mikroelemenata u uzorku (mg)	> 200 - < 500	≥ 250

Zapremina ekstrakta V(ml)	500	500
Koncentracija mikroelementa u ekstraktu (mg/l)	> 400 - < 1 000	≥ 500

6.2. *Priprema rastvora:* Ako je potrebno, uzorak navlažiti sa malo vode, dodati pažljivo u malim količinama 10 ml razblažene hlorovodonične kiseline (3.1.) po gramu đubriva, a zatim dodati oko 50 ml vode. Pokriti sud sahatnim staklom i promućkati. Dovedi do ključanja na vreloj ploči i ostaviti da ključa 30 minuta. Ostaviti da se ohladi, povremeno mešajući. Kvantitativno preneti u sud od 250 ili 500 ml (videti tabelu). Dopuniti vodom do zapremine i temeljno promućkati. Filterirati kroz suv filter u suv sud. Odbaciti prvi filtrat. Ekstrakt mora biti savršeno bistar. Preporučuje se da određivanje bude izvedeno odmah po dobijanju bistrog filtrata, u suprotnom sud zatvoriti.

Napomena: Za ekstrakte u kojima se određuje sadržaj bora podesiti pH između 4 i 6 sa koncentrovanim amonijačnim rastvorom (3.2.).

7) Određivanje

Određivanje svakog mikroelementa treba izvesti u alikvotnim delovima kako je prikazano u metodi za svaki mikroelement posebno. Metoda br. 16.5, Metoda br. 16.6, Metoda br. 16.7, Metoda br. 16.9. i Metoda br. 16.10. se ne koriste za određivanje mikroelemenata prisutnih u helatnom ili kompleksnom obliku. U tim slučajevima, pre određivanja mora se koristiti Metoda br. 16.3. U slučaju određivanja atomskom apsorpcionom spektrometrijom, takvo odstranjivanje može biti nepotrebno.

Metoda br. 16.2.

Ekstrakcija vodorastvorljivih mikroelemenata

1) Primena metode

Ovom metodom propisan je postupak za ekstrakciju vodorastvorljivih oblika sledećih mikroelemenata: bor, kobalt, bakar, gvožđe, mangan, molibden i cink. Cilj je izvesti minimalan broj ekstrakcija, koristeći isti ekstrakt, kada god je to moguće, da bi se odredio ukupan nivo svakog navedenog mikroelementa.

Ova metoda se primenjuje na đubriva sa mikroelemenima (jedan ili više) i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelemente (jedan ili više), i to sledećih mikroelemenata: bor, kobalt, bakar, gvožđe, mangan, molibden i cink. Primenjuje se za svaki mikroelement, ako je deklarisan sadržaj veći od 10%.

2) *Princip ispitivanja:* Mikroelementi se ekstraju mućkanjem đubriva u vodi na 20°C (±2°C).

Napomena: Ekstrakcija je empirijska i može, ali i ne mora biti kvantitativna.

3) Reagensi

Za ispitivanje neophodan je razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 6 mol/l: pomešati jednu zapreminu HCl ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) sa jednom zapreminom vode.

4) Laboratorijska oprema

Neophodna je rotaciona mućkalica (35-40 obrtaja u minutu)

Napomena: Kada se određuje sadržaj bora u ekstraktu ne koristiti borosilikatno staklo. Pošto metoda uključuje proces ključanja poželjan je teflon ili silikat. Isprati stakleni sud temeljno ukoliko je opran deterdžentima koji sadrže borate.

5) *Priprema laboratorijskog uzorka:* Videti Metodu br. 1.1. SRPS EN 1482-2, Mineralna đubriva i materije za kalcifikaciju - Uzimanje uzoraka i pripremanje uzoraka - Deo 2: Pripremanje uzoraka.

6) Postupak

6.1. *Uzorak za ispitivanje:* Sa preciznošću od 1 mg izmeriti 1 do 2 g uzorka đubriva, u zavisnosti od deklarisanog sadržaja mikroelementa. Uzorak staviti u čašu od 250 ml.

Sledeća tabela se koristi da se dobiju konačni rastvori koji će, posle odgovarajućeg razblaživanja, biti unutar mernog opsega za svaku metodu.

Deklarisani sadržaj mikroelementa u đubrivu (%)	>10 - < 25	≥ 25
Masa uzorka za ispitivanje (g)	2	1
Masa mikroelementa u uzorku (mg)	> 200 - < 500	≥ 250
Zapremina ekstrakta V(ml)	500	500
Koncentracija mikroelementa u ekstraktu (mg/l)	> 400 - < 1 000	≥ 500

6.2. *Priprema rastvora:* Dodati oko 400 ml vode. Dobro začepiti sud. Snažno promućkati rukom da bi se uzorak rasprišio, a zatim ga mućkati 30 minuta na rotacionom mešaču. Dopuniti vodom do zapremine suda i dobro promućkati.

6.3. Priprema rastvora za ispitivanje: Filtrirati odmah u čist, suv sud. Začepiti sud. Određivanje izvesti odmah nakon filtriranja.

Napomena: Ukoliko filtrat postane postepeno mutan, u sudu zapremine V_e uraditi novu ekstrakciju prateći tačke 6.1. i 6.2. Filtrirati u graduisani sud zapremine W koji je predhodno osušen i u koga je stavljeno 5 ml razblažene hlorovodonične kiseline (3.1). Zaustaviti filtraciju tačno u momentu dostizanja kalibracione oznake. Dobro promućkati.

Pod ovim uslovima vrednost V prilikom izražavanja rezultata je: $V = V_e \times W / (W - 5)$.

Razblaženja prilikom izražavanja rezultata zavise od vrednosti V .

7) Određivanje

Određivanje svakog mikroelementa treba izvesti u alikvotnim delovima kako je prikazano u metodi za svaki mikroelement posebno.

Metoda br. 16.5, Metoda br. 16.6, Metoda br. 16.7, Metoda br. 16.9 i Metoda br. 16.10. se ne koriste za određivanje mikroelemenata prisutnih u helatnom ili kompleksnom obliku. U tim slučajevima, pre određivanja mora se koristiti Metoda br. 16.3.

U slučaju određivanja atomskom apsorpcionom spektrometrijom, takvo odstranjivanje može biti nepotrebno.

Metoda br. 16.3.

Uklanjanje organskih jedinjenja iz ekstrakata đubriva

1) Primena metode

Ovom metodom propisan je postupak za uklanjanje organskih jedinjenja iz ekstrakata đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 16.1. i Metodi br. 16.2, odnosno na đubriva sa mikroelementima (jedan ili više) i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelemente (jedan ili više), i to sledećih mikroelemenata: bor, kobalt, bakar, gvožđe, mangan, molibden i cink. Primenjuje se za svaki mikro element, ako je deklarisan ukupni ili vodorastvorljivi sadržaj mikroelemenata veći od 10%.

Napomena: Prisustvo malih količina organske materije obično ne utiče na određivanje pomoću atomske apsorpcione spektrometrije.

2) Princip ispitivanja: Organska jedinjenja se u alikvotnem delu ekstrakta oksiduju vodonik-peroksidom.

3) Reagensi

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) na 20 zapremina vode;

3.2. rastvor vodonik-peroksida (30% H_2O_2 , $d_{20} = 1,11$ g/ml), bez mikroelemenata.

4) Laboratorijska oprema: Neophodna je električna grejna ploča sa varijabilnom temperaturnom kontrolom.

5) Postupak

Uzeti 25 ml rastvora ekstrakta dobijenog Metodom br. 15.1. ili 15.2. i staviti u čašu od 100 ml. U slučaju Metode br. 15.2. dodati 5 ml razblaženog rastvora hlorovodonične kiseline (3.1.). Zatim dodati 5 ml rastvora vodonik-peroksida (3.2.). Prekriti sahatnim staklom. Dozvoliti da dođe do oksidacije na sobnoj temperaturi oko jedan sat, zatim postepeno dovesti do ključanja koje se odvija pola sata. Kada se rastvor ohladi, ako je to potrebno, dodati dodatnih 5 ml vodonik-peroksida. Zatim ostaviti da ključa kako bi se otklonio suvišan vodonik-peroksid. Ohladiti, kvantitativno preneti u sud od 50 ml i dopuniti do zapremine. Filtrirati ukoliko postoji potreba.

Treba obratiti pažnju prilikom uzimanja alikvota i računanja procenta mikroelemenata u proizvodu.

Metoda br. 16.4.

Određivanje mikroelemenata u ekstraktima đubriva atomskom apsorpcionom spektrometrijom (opšti postupak)

1) Primena metode

Ovom metodom propisan je opšti postupak za ispitivanje sadržaja gvožđa i cinka u ekstraktu đubriva atomskom apsorpcionom spektrometrijom.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 16.1. i Metodi br. 16.2, odnosno na đubriva sa mikroelementima gvožđem i cinkom i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelemente gvožđe i cink. Primenjuje se ako je deklarisan ukupni ili vodorastvorljivi sadržaj gvožđa i cinka veći od 10%.

Adaptacije ovog postupka za različite mikroelemente su detaljno prikazane u metodama propisanim posebno za svaki mikroelement.

Napomena: Prisustvo malih količina organske materije obično ne utiče na određivanje pomoću atomske apsorpcione spektrometrije.

2) Princip ispitivanja

Nakon tretiranja ekstrakta, kada je to potrebno umanjiti ili eliminisati ometajuće hemijske supstance, ekstrakt se razblažuje tako da njegova koncentracija bude u optimalnom opsegu spektrometra na talasnoj dužini pogodnoj za određivanje mikroelementa.

3) Reagensi

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline oko 6 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20}=1,18$ g/ml) na jednu zapreminu vode;

3.2. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l: pomešati jednu zapreminu HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) sa 20 zapremina vode;

3.3. rastvori lantanove soli (10 g La/l), za određivanje gvožđa (Fe) i cinka (Zn), a pripremaju se na jedan od sledećih načina:

3.3.1. ili sa lantan-oksidiom rastvorenim u hlorovodoničnoj kiselini (3.1.) (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): staviti 11,73 g lantan-oksida (La_2O_3) u 150 ml vode u sudu od jednog litra i dodati 120 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1.). Dozvoliti da se rastvori, a zatim dopuniti do jednog litra sa vodom i temeljno izmešati;

3.3.2. ili sa rastvorima lantan-hlorida, lantan-sulfata ili lantan-nitrata (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): rastvoriti 26,7 g lantan-hlorida ($\text{LaCl}_3 \times 7\text{H}_2\text{O}$) ili 31,2 g lantan-nitrata-heksahidrata [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \times 6\text{H}_2\text{O}$] ili 26,2 g lantan-sulfat-nonahidrat [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \times 9\text{H}_2\text{O}$] u 150 ml vode, dodati 85 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1.). Rastvoriti i potom dopuniti vodom do jedne litre. Dobro promućkati;

3.4. kalibracioni rastvori, za čiju pripremu videti metode određivanja za svaki mikroelement.

4) Laboratorijska oprema

Neophodan je atomski apsorpcioni spektrometar opremljen sa izvorima koji emituju zračenje karakteristično za mikroelemente koji se određuju. Analitičar mora da prati instrukcije proizvođača i mora biti upoznat sa uređajem. Uređaj mora biti podložan adaptacijama da bi se koristio kada je to potrebno (na primer za Zn). Gasovi koji se koriste su vazduh i acetilen.

5) Priprema rastvora za ispitivanje

5.1. *Priprema rastvora ekstrakta mikroelemenata koji se određuju:* videti Metodu br. 16.1. i/ili Metodu br. 16.2, a ako je potrebno i Metodu br. 16.3.

5.2. *Tretiranje rastvora za ispitivanje:* Razblažiti alikvotni deo ekstrakta dobijenog Metodom br. 16.1, Metodom br. 16.2. ili Metodom br. 16.3. vodom ili/ili hlorovodoničnom kiselinom (3.1. ili 3.2.), tako da se u konačnom rastvoru za merenje dobije koncentracija ispitivanog mikroelementa koja odgovara korišćenom kalibracionom opsegu (6.2) i koncentracija hlorovodonične kiseline od najmanje 0,5 mol/l, ali ne više od 2,5 mol/l. Ova operacija može zahtevati jedan ili više sukcesivnih razblaženja.

Uzeti alikvotni deo konačnog rastvora dobijenog razblaživanjem ekstrakta, neka (a) bude zapremina u ml i sipati u sud od 100 ml. Dodati 10 ml rastvora lantan soli (3.3). Dopuniti sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) i dobro promućkati. Ovo je konačni rastvor za merenje. Neka D bude faktor razblaženja.

6) Postupak

6.1. *Priprema slepe probe:* Pripremiti slepu probu ponavljanjem celog postupka od ekstrakcione faze, izostavljajući samo uzorak za ispitivanje.

6.2. *Priprema kalibracionih rastvora:* Od radnog kalibracionog rastvora pripremljenog korišćenjem metode date za pojedinačne mikroelemente, pripremiti u sudovima od 100 ml serije od najmanje 5 kalibracionih rastvora rastuće koncentracije unutar optimuma mernog opsega spektrometra. Ukoliko je potrebno prilagoditi koncentraciju hlorovodonične kiseline kako bi se što više približila onoj razblaženog test rastvora (5.2). Za određivanje Fe ili Zn, dodati 10 ml istog rastvora lantan soli (3.3) koja je korišćena u tački 5.2. Dopuniti do zapremine sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) i dobro promućkati.

6.3. *Određivanje:* Pripremiti spektrometar (4) za određivanje i prilagoditi talasnoj dužini datoj u metodi za pojedinačne mikroelemente.

Usisati tri puta, sukcesivno kalibracione rastvove (6.2.), rastvove za ispitivanje (5.2.) i slepu probu (6.1), beležeći svaki rezultat i ispirati instrumenat destilovanom vodom između svakog usisavanja.

Uraditi kalibracionu krivu, ucrtavajući prosečno očitavanje spektrometra za svaki kalibracioni rastvor (6.2.) duž ordinate i odgovarajuće koncentracije mikroelementa, izražene u $\mu\text{g/ml}$, duž apscise. Iz ove krive odrediti koncentracije relevantnih mikroelemenata u rastvoru za ispitivanje, x_s (5.2.) i u slepoj probi x_b (6.1.), izražavajući ove koncentracije u $\mu\text{g/ml}$. Nacrtati kalibracionu krivu.

7) Izražavanje rezultata

Procenat mikroelemenata (E) u đubrivu je jednak:

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

a ako je korišćena Metoda br. 16.3:

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

gde je :

E - količina određenih mikroelemenata, izraženih kao procenat đubriva;

x_s - koncentracija rastvora za ispitivanje (5.2.), u $\mu\text{g/ml}$;

x_b - koncentracija slepe probe (6.1.), u $\mu\text{g/ml}$;

V - zapremina ekstrakta dobijenog po Metodi br. 15.1. ili Metode br. 15.2, u mililitrima;

D - faktor koji odgovara razblaženju izvedenom u tački 5.2;

M - masa uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa Metodom br. 15.1. ili Metodom br. 15.2, u gramima.

Računanje faktora razblaženja D: Ako su (a_1), (a_2), (a_3)...(a_i) i (a) alikvotni delovi i (v_1), (v_2), (v_3)...(v_i) i (100) zapremine u mililitrima koje odgovaraju njihovim razblaženjima, faktor razblaženja će biti jednak: $D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$.

Metoda br. 16.5.

Određivanje bora u ekstraktima đubriva acidimetrijskom titracijom

1) *Primena metode*

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje bora u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 16.1. i Metodi br. 16.2., odnosno na đubriva sa mikroelementom borom i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement bor, a u kojima je sadržaj bora deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) *Princip ispitivanja*

Manitolbor kompleks je formiran sledećom reakcijom bora sa manitolom $\text{C}_6\text{H}_8(\text{OH})_6 + \text{H}_3\text{BO}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_{15}\text{O}_8\text{B} + \text{H}_2\text{O}$. Kompleks se titrira sa rastvorom natrijum-hidroksida do pH 6,3.

3) *Reagensi*

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. rastvor indikatora metil-crvenog, koji se priprema na sledeći način: rastvoriti 0,1 gram metil-crvenog ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$) u 50 ml 95% etanola (u normalni sud od 100 ml). Dopuniti do 100 ml vodom i dobro promućkati;

3.2. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l: pomešati jednu zapreminu HCl ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) sa 20 zapremina vode;

3.3. rastvor natrijum-hidroksida (NaOH), oko 0,5 mol/l, koji mora biti bez prisustva ugljen dioksida, a priprema se na sledeći način: rastvoriti 20 g natrijum-hidroksida u peletiranom obliku u normalnom sudu od 1 litra koji sadrži 800 ml ključale vode. Kada se rastvor ohladi dopuniti do 1000 ml ključalom vodom i dobro promućkati;

3.4. standardni rastvor natrijum-hidroksida (NaOH), oko 0,025 mol/l, koji mora biti bez prisustva ugljen dioksida, a priprema se na sledeći način: razblažiti 0,5 mol/l rastvor natrijum-hidroksida (3.3.) 20 puta sa ključalom vodom i dobro promućkati. Vrednost rastvora izražava se kao bor (B) (kao u tački 8.);

3.5. kalibracioni rastvor bora (100 $\mu\text{g/ml}$ B), koji se priprema na sledeći način: u sudu od 1000 ml rastvoriti 0,5719 g borne kiseline (H_3BO_3), izmerene sa tačnošću 0,1 mg, u vodi. Dopuniti do zapremine suda sa vodom i dobro promućkati. Preneti u plastičnu bocu i čuvati u frižideru;

3.6. natrijum-hlorid (NaCl).

4) *Laboratorijska oprema*

Neophodna je sledeća laboratorijska oprema:

4.1. pH-metar sa staklenom elektrodom;

4.2. magnetna mešalica;

4.3. čaša od 400 ml sa teflonskim štapićem.

5) *Priprema rastvora za ispitivanje*: videti Metodu br. 16.1. i/ili Metodu br. 16.2, a ako je odgovarajuće i Metodu br. 16.3.

6) *Postupak ispitivanja*

U čašu od 400 ml (4.3.) odpipetirati alikvotni deo (a) ekstrakta (5.1.) koji sadrži 2-4 mg B. Dodati 150 ml vode. Dodati nekoliko kapi rastvora indikatora metil crvenog (3.1.). U slučaju ekstrakcije po Metodi br. 16.2. Zakiseliti rastvor dodatkom rastvora hlorovodonične kiseline 0,5 mol/l (3.2.) do promene boje rastvora indikatora, zatim dodati još 0,5 ml rastvora

hlorovodonične kiseline 0,5 mol/l (3.2.). Nakon dodavanja 3 g natrijum-hlorida (3.7.) dovesti do ključanja kako bi se otklonio ugljen-dioksid. Ostaviti da se ohladi. Staviti čašu na magnetnu mešalicu (4.2.) i ubaciti predhodno kalibrisane elektrode pH-metra (4.1). Podesiti pH na tačno 6,3, prvo sa 0,5 mol/l rastvorom natrijum-hidroksida (3.3.), zatim sa 0,025 mol/l standardnim rastvorom natrijum-hidroksida (3.4.). Dodati 20 g D-manitola (3.6.), potpuno rastvoriti i dobro promućkati. Titirati sa 0,025 mol/l standardnim rastvorom natrijum-hidroksida (3.4.) do pH 6,3 (stabilnog najmanje jedan minut). Neka X_1 bude zahtevana zapremina.

7) Slepa proba

Pripremiti rastvor slepe probe ponavljanjem celog postupka od faze pripreme rastvora, izuzimajući samo đubrivo. Neka X_0 bude zahtevana zapremina.

8) Rastvor NaOH (3.4.) izražen kao vrednost bora (B)

U čašu od 400 ml odpipetirati 20 ml (2,0 mg B) kalibracionog rastvora (3.5.) i dodati nekoliko kapi indikatora metil crvenog (3.1.). Dodati 3 g natrijum-hlorida (3.7.) i rastvor hlorovodonične kiseline (3.2.) do tačke promene boje rastvora indikatora (3.1.). Dopuniti zapreminu do oko 150 ml i postepeno zagrevati do ključanja da bi se eliminisao ugljen-dioksid. Ostaviti da se ohladi. Staviti čašu na magnetnu mešalicu (4.2.) i uvesti predhodno kalibrisane elektrode pH-metra (4.1.). Podesiti pH na tačno 6,3, prvo sa 0,5 mol/l rastvorom natrijum-hidroksida (4.3.), a zatim sa 0,025 mol/l standardnim rastvorom natrijum-hidroksida (3.4.). Dodati 20 g D-manitola (3.6.), potpuno rastvoriti i dobro promućkati. Titirati sa 0,025 mol/l rastvorom natrijum-hidroksida (3.3.) do pH 6,3 (stabilnog najmanje jedan minut). Neka V_1 bude zahtevana zapremina.

Pripremiti slepu probu na isti način, zamenjujući kalibracioni rastvor sa 20 ml vode. Neka V_0 bude zahtevana zapremina.

Vrednost bora (F), u mg/ml standardnog rastvora natrijum-hidroksida (3.4.) je:

$$F \text{ (u mg/ml)} = 2/(V_1 - V_0).$$

1 ml tačno 0,025 mol/l rastvora natrijum-hidroksida odgovara količini od 0,27025 mg B.

9) Izražavanje rezultata

Procenat bora (B) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

$$B \text{ (\%)} = [(X_1 - X_0) \times F \times V]/10 \times a \times M,$$

gde je:

B - količina bora izražena u procentima;

X_1 - zapremina 0,025 mol/l rastvora natrijum-hidroksida (3.4.), potrebnog za rastvor za ispitivanje, u mililitrima;

X_0 - zapremina 0,025 mol/l rastvora natrijum-hidroksida (3.4.), potrebnog za slepu probu, u mililitrima;

F - sadržaj bora (B) u 0,025 mol/l rastvora natrijum-hidroksida (3.4.), u mg/ml;

V - zapremina ekstrakta dobijenog po Metodi br. 16.1. ili Metode br. 16.2, u mililitrima;

a - zapremina alikvota (6.1.) uzeta iz ekstrakta rastvora (5.1.), u mililitrima;

M - masa uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa Metodom br. 16.1. ili Metodom br. 16.2, u gramima.

Metoda br. 16.6.

Određivanje kobalta u ekstraktu đubriva gravimetrijskom metodom sa 1-nitrozo-2-naftolom

1) Primena metode

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje kobalta u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 16.1. i Metodi br. 16.2, odnosno na đubriva sa mikroelementom kobaltom i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement kobalt, a u kojima je sadržaj kobalta deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) Princip ispitivanja

Kobalt III taloži se sa 1-nitrozo-2-naftolom dajući crveni talog $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \times 2\text{H}_2\text{O}$. Nakon što se kobalt prisutan u ekstraktu dovede do kobalt III, taloži se u kiseloj sredini rastvorom 1-nitrozo-2-naftola. Nakon filtracije, talog se pere i suši do konstantne mase i potom meri kao $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \times 2\text{H}_2\text{O}$.

3) Reagensi

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. rastvor vodonik-peroksida (H_2O_2 , $d_{20} = 1$, 1 g/ml) 30%;

3.2. rastvor natrijum hidroksida (NaOH), oko 2 mol/l, koji se priprema na sledeći način: rastvoriti 8 g natrijum-hidroksida u peletama u 100 ml vode;

3.3. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline oko 6 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) na jednu zapreminu vode;

3.4. sirćetna kiselina (99% $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$) ($d_{20} = 1,05$ g/ml);

3.5. rastvor sirćetne kiseline (1:2), oko 6 mol/l, koji se priprema na sledeći način: pomešati jednu zapreminu sirćetne kiseline (3.4.) sa dve zapremine vode;

3.6. rastvor 1-nitrozo-2-naftolom u 100 ml sirćetne kiseline (3.4.). Dodati 100 ml mlake vode. Dobro promućkati. Odmah filtrirati. Dobijeni rastvor mora biti odmah upotrebljen.

4) Laboratorijska oprema

Neophodna je sledeća laboratorijska oprema:

4.1. lončić za filtriranje P 16/ISO 4 793, poroznost 4, kapaciteta 30 ml ili 50 ml;

4.2. sušnica, podešena na temperaturu 130°C ($\pm 2^\circ\text{C}$).

5) Priprema rastvora za ispitivanje

5.1. Priprema rastvora kobalta: Videti Metodu br. 16.1. i/ili Metodu br. 16.2.

5.2. Priprema rastvora za ispitivanje: Staviti alikvotni deo ekstrakta koji ne sadrži više od 20 mg kobalta u čašu od 400 ml. Ako je ekstrakt dobijen metodom 16.2. zakiseliti sa pet kapi hlorovodonične kiseline (3.3.). Dodati oko 10 ml rastvora vodonik-peroksida (3.1.). Dozvoliti da oksidant deluje u hladnom stanju petnaest minuta, a zatim dopuniti vodom do oko 100 ml. Pokriti sud sahatnim staklom. Dovedi rastvor do tačke ključanja i ostaviti da ključa oko deset minuta. Ohladiti, načiniti ga alkalnim dodavanjem rastvora NaOH, kap po kap, dok crni kobalt-hidroksid ne počne da se taloži.

6) Postupak

Dodati 10 ml sirćetne kiseline (3.4.) i dopuniti rastvor sa vodom do oko 200 ml. Zagrevati do ključanja. Koristeći biretu dodati 20 ml 1-nitrozo-2-naftola (3.6.), kap po kap, neprekidno mešajući. Završiti snažnim mešanjem kako bi došlo do koagulacije taloga. Filtrirati kroz predhodno izmeren sud sa filterom (4.1.) vodeći računa da ne dođe do začepjenja, da tokom čitavog filtracionog procesa tečnost bude iznad taloga. Oprati čašu sa razblaženom sirćetnom kiselinom (3.5.) kako bi se otklonio sav talog, oprati talog na filteru razblaženom sirćetnim kiselinom (3.5.), a zatim tri puta vreloom vodom. Osušiti u sušnici (4.2.) na temperaturi 130°C ($\pm 2^\circ\text{C}$) do postizanja konstantne mase.

7) Izražavanje rezultata

1 mg Co ($\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO}$)₃ x 2H₂O taloga odgovara količini od 0,096381 mg Co.

Procenat kobalta (Co) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

$$\text{Co (\%)} = X \times 0,0096381 \times [(V \times D)/(a \times M)],$$

gde je:

X - masa taloga u miligramima;

V - zapremina ekstrakta rastvora u mililitrima dobijenog po Metodi br. 16.1. ili Metodi br. 16.2;

a - zapremina alikvota uzete iz poslednjeg razblaženja, u mililitrima;

D - faktor razblaženja ovog alikvota;

M - masa uzorka za ispitivanje, u gramima.

Metoda br. 16.7.

Određivanje bakra u ekstraktu đubriva titrimetrijskom metodom

1) Primena metode

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje bakra u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 16.1. i Metodi br. 16.2, odnosno na đubriva sa mikroelementom bakrom i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement bakar, a u kojima je sadržaj bakra deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) Princip ispitivanja

Bakarni joni se redukuju u kiseloj sredini sa kalijum jodidom: $2\text{Cu}^{++} + 4\text{I}^- \rightarrow 2\text{CuI} + \text{I}_2$. Jodid oslobođen na ovaj način se titrira standardnim rastvorom natrijum-tiosulfata u prisustvu skroba kao indikatora u skladu sa jednačinom: $\text{I}_2 + 2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \rightarrow 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$.

3) Reagensi

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. azotna kiselina (HNO_3 , $d_{20} = 1,40 \text{ g/ml}$);

3.2. urea [$(\text{NH}_2)_2 \text{C} = \text{O}$];

3.3. rastvor amonijum-bifluorida (NH_4HF_2) 10% m/v, koji se čuva u plastičnoj posudi;

3.4. rastvor amonijum hidroksida (1 + 1), koji se priprema na sledeći način: pomešati jednu zapreminu (NH_4OH , $d_{20} = 0,9 \text{ g/ml}$) sa jednom zapreminom vode;

3.5. standardni rastvor natrijum tiosulfata, koji se priprema na sledeći način: rastvoriti 7,812 g natrijum-tiosulfat pentahidrata ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5\text{H}_2\text{O}$) sa vodom u sudu od jednog litra. Ovaj rastvor mora biti pripremljen tako da 1 ml = 2 mg Cu. Dodati par kapi hloroforma radi stabilizacije. Ovaj rastvor mora biti čuvan u staklenom sudu, zaštićen od direktne svetlosti;

3.6. kalijum jodid (KI);

3.7. rastvor kalijum-tiocijanata (KSCN) (25% m/v), koji se čuva u plastičnoj boci;

3.8. rastvor skroba (oko 0,5%), koji se priprema na sledeći način: staviti 2,5 g skroba u čašu od 600 ml. Dodati 500 ml vode. Dovedi do ključanja mešajući. Ohladiti do sobne temperature. Ovaj rastvor ima kratak rok čuvanja. Taj rok se može produžiti dodatkom živinog jodida.

4) *Priprema rastvora za ispitivanje:* Videti Metodu br. 16.1. i/ili Metodu br. 16.2.

5) *Postupak*

5.1. *Priprema rastvora za titraciju:* Staviti alikvotni deo rastvora koji sadrži najmanje 20-40 mg Cu u erlenmajer od 500 ml. Kratkim zagrevanjem otkloniti bilo kakav višak kiseonika. Dopuniti zapreminu do oko 100 ml vodom. Dodati 5 ml azotne kiseline (3.1.), dovesti do tačke ključanja i ostaviti da ključa oko pola minuta. Skloniti erlenmajer sa aparature za zagrevanje, dodati 200 ml hladne vode, a ako je potrebno ohladiti sadržaj suda do sobne temperature. Postepeno dodavati rastvor amonijum-hidroksida (3.4.) dok rastvor ne postane plav, zatim dodati 1 ml amonijum-hidroksida u višku. Dodati 50 ml rastvora amonijum-bifluorida (3.3.) i promućkati. Dodati 10 g kalijum-jodida (3.6.) i rastvoriti.

5.2. *Titracija rastvora:* Videti Metodu br. 15.4. (6.2.). Za optimalni opseg određivanja od 0-5 $\mu\text{g/ml}$ bakra, otepirati 0, Staviti erlenmajer na magnetsku mešalicu, ubaciti štapić u sud i podesiti mešalicu na željenu brzinu. Koristeći biretu dodati standardni rastvor natrijum-tiosulfata (3.5.) dok braon boja joda oslobođenog iz rastvora ne postane manje intenzivna. Dodati 10 ml skrobnog rastvora (3.8). Nastaviti titraciju sa rastvorom natrijum-tiosulfata (3.5.) dok ružičasta boja skoro nestane. Dodati 20 ml rastvora kalijum-tiocijanata (3.7.) i nastaviti titraciju dok natrijum-ljubičasto-plava boja potpuno ne nestane. Zabeležiti zapreminu utrošenog rastvora tiosulfata.

6) *Izražavanje rezultata*

1 ml standardnog rastvora natrijum-tiosulfata (3.5.) odgovara količini od 2 mg Cu.

Procenat bakra (Cu) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

$$\text{Cu (\%)} = X \times [V / (a \times M \times 5)],$$

gde je:

X - zapremina utrošenog rastvora natrijum-tiosulfata, u mililitrima;

V - zapremina ekstrakta rastvora dobijenog po Metodi br. 16.1. ili Metodi br. 16.2., u mililitrima;

a - zapremina alikvotnog dela, u mililitrima;

M - masa uzorka za ispitivanje skladu po Metodi br. 16.1. i Metodi br. 16.2, u gramima.

Metoda br. 16.8.

Određivanje gvožđa u ekstraktima đubriva atomskom apsorpcionom spektrometrijom

1) *Primena metode*

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje gvožđa u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 16.1. i Metodi br. 16.2, odnosno na đubriva sa mikroelementom gvožđem i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement gvožđa, a u kojima je sadržaj gvožđa deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) *Princip ispitivanja:* Nakon odgovarajućeg tretmana i razblaživanja ekstrakta sadržaj gvožđa se određuje atomskom apsorpcionom spektrometrijom.

3) *Reagensi*

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline oko 6 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) na jednu zapreminu vode;

3.2. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l: pomešati jednu zapreminu HCl ($d_{20} = 1,18$ g/ml) sa 20 zapremina vode;

3.3. rastvor vodonik-peroksida (30% H_2O_2 , $d_{20} = 1,11$ g/ml), bez mikroelemenata;

3.4. rastvori lantanove soli (10 g La/l), koji se koristi za određivanje kobalta (Co), gvožđa (Fe), mangana (Mn) i cinka (Zn), a pripremaju se na jedan od sledećih načina:

3.4.1. ili sa lantan-oksikom rastvorenim u hlorovodoničnoj kiselinu (3.1) (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselinu): staviti 11,73 g lantan-oksida (La_2O_3) u 150 ml vode u sudu od jednog litra i dodati 120 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1). Dozvoliti da se rastvori, a zatim dopuniti do jednog litra sa vodom i temeljno izmešati;

3.4.2. ili sa rastvorima lantan-hlorida, lantan-sulfata ili lantan-nitrata (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselinu): rastvoriti 26,7 g lantan-hlorida ($LaCl_3 \times 7H_2O$) ili 31,2 g lantan-nitrata-heksahidrata [$La(NO_3)_3 \times 6H_2O$] ili 26,2 g lantan-sulfat-nonahidrat [$La_2(SO_4)_3 \times 9H_2O$] u 150 ml vode, dodati 85 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1). Rastvoriti i potom dopuniti vodom do jedne litre. Dobro promućkati;

3.5. kalibracioni rastvori gvožđa:

3.5.1. standardni rastvor gvožđa (1000 μ g/ml Fe), koji se priprema na sledeći način: u čašu od 500 ml izmeriti 1 g gvozdene žice sa tačnošću 0,1 mg, dodati 200 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1.) i 15 ml rastvora vodonik-peroksid (3.3.) i grejati do potpunog rastvaranja gvožđa. Kada se ohladi, kvantitativno preneti u sud od 1000 ml. Dopuniti vodom do zapremine i dobro promućkati;

3.5.2. radni rastvor gvožđa (100 μ g/ml Fe), koji se priprema na sledeći način: odpipetirati 20 ml standardnog rastvora (3.4.1.) u sud od 200 ml. Dopuniti do zapremine sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) i dobro promućkati.

4) *Laboratorijska oprema*: Atomski apsorpcioni spektrometar: videti Metodu br. 16.4. (5.). Uređaj mora imati izvor zraka karakterističan za gvožđe (248,3 nm).

5) *Priprema rastvora za ispitivanje*

5.1. *Priprema rastvora gvožđa*: Videti Metodu br. 16.1. i/ili Metodu br. 16.2, a ako je odgovarajuće i Metodu br. 16.3.

5.2. *Priprema rastvora za ispitivanje*: Videti Metodu br. 16.4. (5.2.). rastvor za ispitivanje mora da sadrži 10% rastvora lantan soli.

6) *Postupak*

6.1. *Priprema slepe probe*: Videti Metodu br. 16.4. (6.1.). Slepa proba mora da sadrži 10% rastvora lantan soli, korišćene u tački 5.2.

6.2. *Priprema kalibracionih rastvora*: Videti Metodu br. 16.4. (6.2). Za optimalni opseg određivanja od 0-10 μ g/ml gvožđa, otepirati 0 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml i 10 ml radnih rastvora (3.4.2.) u niz graduisanih sudova od 100 ml. Ako je potrebno, podesiti koncentraciju hlorovodonične kiseline kako bi bila što približnija onoj u rastvoru za ispitivanje. Dodati u svaki sud 10 ml rastvora lantan soli korišćene u tački 5.2. Dopuniti do 100 ml sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2) i dobro promućkati. Ovi rastvori sadrže 0 μ g/ml Fe, 2 μ g/ml Fe, 4 μ g/ml Fe, 6 μ g/ml Fe, 8 μ g/ml Fe i 10 μ g/ml Fe.

6.3. *Određivanje*: Videti Metodu br. 16.4. (6.3.). Pripremiti spektrometar (5.) za merenje na talasnoj dužini od 248,3 nm.

7) *Izražavanje rezultata*

Videti Metodu br. 16.4. (7.).

Procenat gvožđa (Fe) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

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

a ako je korišćena Metoda br. 16.3:

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

gde je:

Fe - količina gvožđa izražena u procentima;

x_s - koncentracija rastvora za ispitivanje (5.2.), sa ili bez korekcije, u μ g/ml;

x_b - koncentracija slepe probe (6.1.), u μ g/ml;

V - zapremina ekstrakta dobijenog po Metodi br. 16.1. ili Metode br. 16.2, u mililitrima;

D - faktor koji odgovara razblaženju izvedenom u tački 5.2;

M - masa uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa Metodom br. 16.1. ili Metodom br. 16.2, u gramima.

Računanje faktora razblaženja D: Ako su (a_1), (a_2), (a_3)...(a_i) i (a) alikvotni delovi i (v_1), (v_2), (v_3)...(v_i) i (100) zapremine u mililitrima koje odgovaraju njihovim razblaženjima, faktor razblaženja će biti jednak: $D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$.

Određivanje mangana u ekstraktima đubriva titracijom

1) *Primena metode*

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje mangana u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 16.1. i Metodi br. 16.2., odnosno na đubriva sa mikroelementom manganom i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement mangan, a u kojima je sadržaj mangana deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) *Princip ispitivanja*

Ukoliko su hloridi jona prisutni u ekstraktu uklanjaju se ključanjem ekstrakta sa sumpornom kiselinom. Mangan se oksiduje natrijum-bizmutom u azotno kiseloj sredini. Formirani permanganat se redukuje suviškom gvožđe-sulfata. Ovaj višak se titrira sa rastvorom kalijum-permanganata.

3) *Reagensi*

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. koncentrovana sumporna kiselina (H_2SO_4 , $d_{20} = 1,84$ g/ml);

3.2. sumporna kiselina, oko 9 mol/l, koja se priprema na sledeći način: pažljivo pomešati 1 zapreminu koncentrovane sumporne kiseline (3.1.) sa 1 zapreminom vode;

3.3. azotna kiselina, 6 mol/l, koja se priprema na sledeći način: pomešati 3 zapremine azotne kiseline (HNO_3 , $d_{20} = 1,40$ g/ml) sa 4 zapremine vode;

3.4. azotna kiselina, 0,3 mol/l, koja se priprema na sledeći način: pomešati 1 zapreminu 6 mol/l azotne kiseline sa 19 zapremina vode;

3.5. natrijum-bizmut ($NaBiO_3$) (85%);

3.6. Kieselguhr;

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

3.8. rastvor gvožđe-sulfata, 0,15 mol/l, koji se priprema na sledeći način: rastvoriti 41,6 g gvožđe-sulfat heptahidrata ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) u sudu od jednog litra. Dodati 25 ml koncentrovane sumporne kiseline (3.1.) i 25 ml fosforne kiseline (3.7.). Dopuniti do 1000 ml i promućkati;

3.9. rastvor kalijum-permanganata (0,020 mol/l), koji se priprema na sledeći način: izmeriti 3,160 g kalijum-permanganata ($KMnO_4$), sa tačnošću od 0,1 mg. Rastvoriti i dopuniti vodom do 1000 ml.

3.10. rastvor srebro-nitrata, 0,1 mol/l, koji se priprema na sledeći način: rastvoriti 1,7 g srebro-nitrata ($AgNO_3$) u vodi i dopuniti do 100 ml.

4) *Laboratorijska oprema*

Neophodna je sledeća laboratorijska oprema:

4.1. lončić za filtriranje P16/ISO 4 793, poroznost 4, kapacitet 50 ml, postavljen na bocu za filtraciju od 500 ml;

4.2. magnetna mešalica.

5) *Priprema rastvora za ispitivanje*

Videti Metodu br. 16.1. i/ili Metodu br. 16.2.

Ako nije poznato da li su prisutni joni hlorida, izvesti test na rastvoru sa jednom kapi rastvora srebro-nitrata (3.10) i dalje postupati na jedan od sledeća dva načina:

- ako su jona hlorida odsutni: staviti alikvotni deo ekstrakta koji sadrži 10-20 mg mangana u visoku čašu od 400 ml. Dovedi do zapremine od oko 25 ml ili uparavanjem ili dodatkom vode. Dodati 2 ml koncentrovane sumporne kiseline (3.1);

- ako su joni hlorida prisutni, neophodno ih je ukloniti na sledeći način: staviti alikvotni deo ekstrakta koji sadrži 10-20 mg mangana u visoku čašu od 400 ml. Dodati 5 ml, 9 mol/l sumporne kiseline (3.2.). Dovedi do ključanja na vreloj ploči i ostaviti da ključa sve dok se ne pojave obilna bela isparenja. Nastaviti sve do postizanja umanjenja zapremine do oko 2 ml (tanak film sirupaste tečnosti na dnu čaše). Ostaviti da se ohladi do sobne temperature. Pažljivo dodati 25 ml vode i još jednom testirati prisustvo hlorida sa jednom kapi rastvora srebro-nitrata (3.10). Ukoliko je ostalo još hlorida ponoviti operaciju nakon dodavanja 5 ml 9 mol/l sumporne kiseline (3.2).

6) *Postupak*

Dodati 25 ml, 6 mol/l azotne kiseline (3.3.) i 2,5 g natrijum bizmuta (3.5.) u čašu od 400 ml koja sadrži rastvor za ispitivanje. Snažno mešati tri minuta na magnetskoj mešalici (4.2). Dodati 50 ml 0,3 mol/l azotne kiseline (3.4) i mešati ponovo. Filtrirati u vakuumu kroz sud čije je dno prekriveno sa Kieselguhr (3.6). Oprati ga više puta sa 0,3 mol/l azotne kiseline (3.4.) dok se ne

dobije bezbojan filtrat. Preneti filtrat i rastvor za pranje u čašu od 500 ml. Promešati i dodati 25 ml 0,15 mol/l rastvora gvožđe-sulfata (3.8.). Ukoliko filtrat postane žut nakon dodatka gvožđe-sulfata, dodati 3 ml 15 mol/l ortofosforne kiseline (3.7). Koristeći biretu, titrirati višak gvožđe-sulfata sa 0,2 mol/l rastvorom kalijum permanganata (3.9.) dok mešavina ne postane ružičasta, dok boja ne bude stabilna jedan minut. Uraditi slepu probu pod istim uslovima, izostavljajući samo uzorak za ispitivanje.

Napomena: Oksidisani rastvor ne sme doći u kontakt sa gumom.

7) Izražavanje rezultata

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

Procenat mangana (Mn) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

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

gde je:

x_b - zapremina permanganata korišćenog u slepoj probi, u mililitrima;

x_s - zapremina permanganata korišćenog u uzorku za ispitivanje, u mililitrima;

V - zapremina ekstrakta rastvora po Metodi br. 16.1. i Metodi br. 16.2., u mililitrima;

a - zapremina alikvotnog dela uzetog iz ekstrakta, u mililitrima;

M - masa uzorka za ispitivanje, u gramima.

Metoda br. 16.10.

Određivanje molibdena u ekstraktima đubriva gravimetrijskom metodom sa 8-hidroksihinolinom

1) Primena metode

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje molibdena u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 16.1. i Metodi br. 16.2, odnosno na đubriva sa mikroelementom molibdenom i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement molibden, a u kojima je sadržaj molibdena deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) *Princip ispitivanja:* Sadržaj molibdena se određuje taloženjem molibden-oksina pod određenim uslovima.

3) Reagensi

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. rastvor sumporne kiseline, oko 1 mol/l, koji se priprema na sledeći način: pažljivo sipati 55 ml sumporne kiseline (H_2SO_4 , $d_{20} = 1,84$ g/ml) u litarski sud koji sadrži 800 ml vode. Promućkati. Nakon hlađenja, dopuniti do jedne litre i promućkati;

3.2. razblaženi amonijačni rastvor (1:3), koji se priprema na sledeći način: pomešati jednu zapreminu koncentrovanog amonijačnog rastvora (NH_4OH , $d_{20} = 0,9$ g/ml) sa tri zapremine vode;

3.3. razblaženi rastvor sirćetne kiseline (1:3), koji se priprema na sledeći način: pomešati jednu zapreminu koncentrovanog rastvora sirćetne kiseline (99,7% CH_3COOH , $d_{20} = 1,049$ g/ml) sa tri zapremine vode;

3.4. Rastvor dinatrijum soli EDTA (etilen-di-amino-tetra-sirćetna kiselina), koji se priprema na sledeći način: rastvoriti 5 g EDTA u vodi u sudu od 100 ml sudu. Dopuniti do oznake i izmešati;

3.5. puferski rastvor, koji se priprema na sledeći način: u sudu od 100 ml rastvoriti 15 ml koncentrovane sirćetne kiseline i 30 g amonijum-acetata u vodi. Dopuniti sud do 100 ml;

3.6. rastvor 8-hidroksihinolina (oksin), koji se priprema na sledeći način: u sudu od 100 ml rastvoriti 3 g 8-hidroksihinolin u 5 ml koncentrovane sirćetne kiseline. Dodati 80 ml vode. Dodati kap po kap amonijačnog rastvora (3.2.) sve dok rastvor ne postane zamućen i onda dodati sirćetnu kiselinu (3.3.) dok rastvor ponovo ne postane bistar. Dopuniti do 100 ml sa vodom.

4) Laboratorijska oprema

Neophodna je sledeća laboratorijska oprema:

4.1. lončić za filtriranje P16/ISO 4 793, poroznost 4, kapacitet 30 ml;

4.2. pH-metar sa staklenom elektrodom;

4.3. sušnica, podešena na temperaturu 130-135°C.

5) *Priprema rastvora za ispitivanje:* Videti Metodu br. 16.1. i/ili Metodu br. 16.2.

6) Postupak

6.1. *Priprema rastvora za ispitivanje*: Staviti alikvotni deo koja sadrži 25 do 100 mg molibdena u čašu od 250 ml. Dopuniti vodom do 50 ml zapremine suda. Podesiti pH rastvora na 5 dodavanjem kap po kap rastvora sumporne kiseline (3.1.). Dodati 15 ml EDTA rastvora (3.4.), a zatim 5 ml pufera (3.5.). Dopuniti do 80 ml sa vodom.

6.2. *Dobijanje i ispiranje taloga*

6.2.1. *Dobijanje taloga*: Rastvor malo zagrejati. Dodati rastvor oksina (3.6.) neprekidno mešajući. Nastaviti taloženje sve dok se ne opazi prestanak formiranja taloga. Dodavati dalje reagens sve dok tečnost iznad taloga ne postane blago žute boje. Obično je dovoljna količina od 20 ml. Nastaviti blago zagrevanje precipitata dva do tri minuta.

6.2.2. *Filtriranje i ispiranje*: Filtrirati kroz filter (4.1.). Isprati nekoliko puta sa 20 ml vruće vode. Voda za ispiranje treba postepeno da postane bezbojna, što ukazuje da oksin nije više prisutan.

6.3. *Merenje taloga*: Osušiti talog na 130-135°C do konstantne mase (najmanje jedan sat). Ostaviti da se ohladi u desikatoru i potom izmeriti.

7) *Izražavanje rezultata*

1 mg molibdenil-oksinata $\text{MoO}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$ odgovara 0,2305 mg molibdena (Mo).

Procenat molibdena (Mo) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

$\text{Mo} (\%) = X \times 0,02305 \times [(V \times D)/(a \times M)]$, gde je:

X - masa taloga molibdenil-oksinata $\text{MoO}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$, u miligramima;

D - faktor razblaženja alikvota;

V - zapremina ekstrakta rastvora po Metodi br. 16.1. i Metodi br. 16.2, u mililitrima;

a - zapremina alikvota uzetog iz poslednjeg razblaženja, u mililitrima;

M - masa uzorka za ispitivanje, u gramima.

Metoda br. 16.11.

Određivanje cinka u ekstraktima đubriva atomskom apsorpcionom spektrometrijom

1) *Primena metode*

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje cinka u ekstraktu đubriva.

Ova metoda se primenjuje na ispitivanje đubriva koja su ekstrahovana po Metodi br. 16.1. i Metodi br. 16.2, odnosno na đubriva sa mikroelementom cinka i đubriva na bazi makro- i sekundarnih elemenata koja sadrže mikroelement cinka, a u kojima je sadržaj cinka deklarisan kao ukupni i/ili vodorastvorljivi.

2) *Princip ispitivanja*

Nakon odgovarajućeg tretmana i razblaživanja ekstrakta sadržaj cinka se određuje atomskom apsorpcionom spektrometrijom.

3) *Reagensi*

Za ispitivanje neophodni su sledeći reagensi:

3.1. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline oko 6 mol/l: jedna zapremina HCl ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) na jednu zapreminu vode;

3.2. razblaženi rastvor hlorovodonične kiseline, oko 0,5 mol/l: pomešati jednu zapreminu HCl ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) sa 20 zapremina vode;

3.3. rastvori lantanove soli (10 g La/l), koji se koristi za određivanje kobalta (Co), gvožđa (Fe), mangana (Mn) i cinka (Zn), a pripremaju se na jedan od sledećih načina:

3.3.1. ili sa lantan-oksidiom rastvorenim u hlorovodoničnoj kiselini (3.1) (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): staviti 11,73 g lantan-oksida (La_2O_3) u 150 ml vode u sudu od jednog litra i dodati 120 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1). Dozvoliti da se rastvori, a zatim dopuniti do jednog litra sa vodom i temeljno izmešati;

3.3.2. ili sa rastvorima lantan-hlorida, lantan-sulfata ili lantan-nitrata (rastvor je oko 0,5 mol/l u hlorovodoničnoj kiselini): rastvoriti 26,7 g lantan-hlorida ($\text{LaCl}_3 \times 7\text{H}_2\text{O}$) ili 31,2 g lantan-nitrata-heksahidrata [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \times 6\text{H}_2\text{O}$] ili 26,2 g lantan-sulfat-nonahidrat [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \times 9\text{H}_2\text{O}$] u 150 ml vode, dodati 85 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1). Rastvoriti i potom dopuniti vodom do jedne litre. Dobro promućkati;

3.4. kalibracioni rastvori mangana:

3.4.1. standardni rastvor cinka (1000 $\mu\text{g/ml}$ Zn), koji se priprema na sledeći način: u čašu od 1000 ml rastvoriti 1 g cinka u prahu ili pločicama sa tačnošću 0,1 mg, dodati 25 ml 6 mol/l hlorovodonične kiseline (3.1.). Kada se potpuno istopi, dopuniti vodom do zapremine i dobro promućkati;

3.4.2. radni rastvor cinka (100 µg/ml Zn), koji se priprema na sledeći način: razblažiti 20 ml standardnog rastvora (3.4.1.) u 0,5 mol/l rastvorom rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) u sudu od 200 ml. Dopuniti do zapremine sa 0,5 mol/l rastvorom rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) i dobro promućkati.

4) *Laboratorijska oprema*: Atomski apsorpcioni spektrometar: videti Metodu br. 16.4. (5.). Uređaj mora imati izvor zraka karakterističan za cink (213, 8 nm).

5) *Priprema rastvora za ispitivanje*

5.1. *Priprema rastvora cinka*: Videti Metodu br. 16.1. i/ili Metodu br. 16.2., a ako je odgovarajuće i Metodu br. 16.3.

5.2. *Priprema rastvora za ispitivanje*: Videti Metodu br. 16.4. (5.2.). rastvor za ispitivanje mora da sadrži 10% rastvora lantan soli.

6) *Postupak*

6.1. *Priprema slepe probe*: Videti Metodu br. 16.4. (6.1.). Slepa proba mora da sadrži 10% rastvora lantan soli, korišćene u tački 5.2.

6.2. *Priprema kalibracionih rastvora*: Videti Metodu br. 16.4. (6.2.). Za optimalni opseg određivanja od 0-5 µg/ml cinka, otepirati 0 ml, 0,5 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml i 5 ml radnih rastvora (3.4.2.) u niz graduisanih sudova od 100 ml. Ako je potrebno, podesiti koncentraciju hlorovodonične kiseline kako bi bila što približnija onoj u rastvoru za ispitivanje. Dodati u svaki sud 10 ml rastvora lantan soli korišćene u tački 5.2. Dopuniti do 100 ml sa 0,5 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline (3.2.) i dobro promućkati. Ovi rastvori sadrže 0 µg/ml Zn, 0,5 µg/ml Zn, 1 µg/ml Zn, 2 µg/ml Zn, 3 µg/ml Zn, 4 µg/ml Zn i 5 µg/ml Zn.

6.3. *Određivanje*: Videti Metodu br. 16.4. (6.3.). Pripremiti spektrometar (5.) za merenje na talasnoj dužini od 213,8 nm.

7) *Izražavanje rezultata*

Videti Metodu br. 16.4. (7.).

Procenat cinka (Zn) u đubrivu se izračunava na sledeći način:

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

a ako je korišćena Metoda br. 16.3. na sledeći način:

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

gde je:

Zn - količina cinka izražena u procentima;

x_s - koncentracija rastvora za ispitivanje (5.2.), u µg/ml;

x_b - koncentracija slepe probe (6.1.), u µg/ml;

V - zapremina ekstrakta dobijenog po Metodi br. 16.1. ili Metode br. 16.2, u mililitrima;

D - faktor koji odgovara razblaženju izvedenom u tački 5.2;

M - masa uzorka za ispitivanje uzetog u skladu sa Metodom br. 16.1. ili Metodom br. 16.2, u gramima.

Računanje faktora razblaženja D: Ako su (a_1), (a_2), (a_3)...(a_i) i (a) alikvotni delovi i (v_1), (v_2), (v_3),...(v_i) i (100) zapremine u ml koje odgovaraju njihovim razblaženjima, faktor razblaženja će biti jednak: $D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$.

17. Ispitivanje granulometrijskog sastava

Metoda br. 17.1.

SRPS EN 1235, Čvrsta mineralna đubriva - Ispitivanje prosejavanjem

18. Helatni i kompleksirajući agensi

Metoda br. 18.1.

SRPS EN 13366, Mineralna đubriva - Obrada sa katjonskom izmenjivačkom smolom za određivanje sadržaja helatnih mikrohranljivih materija i helatnih frakcija mikrohranljivih materija

Metoda br. 18.2.

SRPS EN 13368-1, Đubriva - Određivanje helatnih sredstava u đubrivima pomoću hromatografije - Deo 1: Određivanje EDTA, HEEDTA i DTPA jonskom hromatografijom

Metoda br. 18.3.

SRPS EN 13368-2, Đubriva - Određivanje helatnih sredstava u đubrivima pomoću hromatografije - Deo 2: Određivanje helata Fe sa o,o-EDDHA, o,o-EDDHMA i HBED hromatografijom jonskog para

Metoda br. 18.4.

SRPS EN 15451, Mineralna đubriva - Određivanje helatnih jedinjenja - Određivanje helata gvožđa EDDHSA dvojonizujućom hromatografijom

Metoda br. 18.5.

SRPS EN 15452, Mineralna đubriva - Određivanje helatnih jedinjenja - Određivanje helata gvožđa o,p-EDDHA reverznofaznom metodom HPLC

Metoda br. 18.6.

SRPS EN 15950, Mineralna đubriva - Određivanje N-(1,2-dikarboksietil)-D, L-Asparagnska kiselina (iminodisukcinska kiselina, IDHA) korišćenjem tečne hromatografije visoke performanse (HPLC)

Metoda br. 18.7.

SRPS EN 16109, Mineralna đubriva - Određivanje jona kompleksnih mikrohranjivih materija u mineralnim đubrivima - Identifikacija lignosulfonata

Metoda br. 18.8.

SRPS EN 15962, Mineralna đubriva - Određivanje sadržaja kompleksnih mikrohranjivih materija i udela kompleksnih mikrohranjivih materija

Metoda br. 18.9.

SRPS EN 16847, Đubriva - Određivanje kompleksirajućih sredstava u đubrivima - Identifikacija heptaglukonske kiseline primenom hromatografije

19. Inhibitori ureaze i nitrifikacije

Metoda br. 19.1.

SRPS EN 15360, Mineralna đubriva - Određivanje dicijandiamida - Metoda tečne hromatografije visoke performanse (HPLC)

Metoda br. 19.2.

SRPS EN 15688, Mineralna đubriva - Određivanje inhibitora ureaze N-(n-butil) tiofosfornog triamida (NBPT) tečnom hromatografijom visoke performanse (HPLC)

Metoda br. 19.3.

SRPS EN 15905, Mineralna đubriva - Određivanje 3-metilpirazola (MP) pomoću tečne hromatografije visoke performanse (HPLC)

Metoda br. 19.4.

SRPS EN 16024, Mineralna đubriva - Određivanje 1H-1,2,4-triazola u urei i u mineralnim đubrivima koja sadrže ureu - Metoda tečne hromatografije visoke performanse (HPLC)

Metoda br. 19.5.

SRPS EN 16075, Mineralna đubriva - Određivanje N-(2-nitrofenil)triamida fosforne kiseline (2-NPT) u urei i u mineralnim đubrivima koja sadrže ureu - Metoda tečne hromatografije visoke performanse (HPLC)

Metoda br. 19.6.

SRPS EN 16328, Đubriva - Određivanje 3,4-dimetil-1H-pirazolfosfata (DMPP) - Metoda tečne hromatografije visoke performanse (HPLC)

Metoda br. 19.7.

SRPS EN 16651, Đubriva - Određivanje triamida N-(n-butil)tiofosforne kiseline (NBPT) i triamida N-(n-propil)tiofosforne kiseline (NPPT) - Metoda tečne hromatografije visoke performanse (HPLC)

20. Teški metali

Metoda br. 20.1.

SRPS EN 14888, Mineralna đubriva i materije za kalcifikaciju - Određivanje sadržaja kadmijuma

21. Krečni materijal

Metoda br. 21.1.

SRPS EN 14397-2, Mineralna đubriva i materije za kalcifikaciju - Određivanje ugljen-dioksida - Deo 2: Metoda za materije za kalcifikaciju

Metoda br. 21.2.

SRPS EN 12948, Materije za kalcifikaciju - Određivanje raspodele veličine čestica suvim i vlažnim prosejavanjem

Metoda br. 21.3.

SRPS EN 13971, Karbonatne i silikatne materije za kalcifikaciju - Određivanje reaktivnosti - Metoda potenciometrijske titracije sa hlorovodoničnom kiselinom

Metoda br. 21.4.

SRPS EN 16357, Karbonatne materije za kalcifikaciju - Određivanje reaktivnosti - Metoda automatske titracije sa limunskom kiselinom

Metoda br. 21.5.

SRPS EN 12945, Materije za kalcifikaciju - Određivanje vrednosti neutralizacije - Titrimetrijske metode

Metoda br. 21.6.

SRPS EN 13475, Materije za kalcifikaciju - Određivanje sadržaja kalcijuma - Oksalatna metoda

Metoda br. 21.7.

SRPS EN 12946, Materije za kalcifikaciju - Određivanje sadržaja kalcijuma i magnezijuma - Kompleksometrijska metoda

Metoda br. 21.8.

SRPS EN 12947, Materije za kalcifikaciju - Određivanje sadržaja magnezijuma - Metoda atomskoapsorpcione spektrometrije

Metoda br. 21.9.

SRPS EN 12048, Čvrsta mineralna đubriva i materije za kalcifikaciju - Određivanje sadržaja vlage - Gravimetrijska metoda sušenjem na (105+/-2) °C

Metoda br. 21.10.

SRPS EN 15704, Materije za kalcifikaciju - Određivanje razgradnje granulisanog kalcijuma i kalcijum/magnezijum-karbonata pod uticajem vode

Metoda br. 21.11.

SRPS EN 14984, Materije za kalcifikaciju - Određivanje uticaja proizvoda na pH zemljišta - Metoda inkubacije zemljišta

Prilog 2 METODE ISPITIVANJA MIKROBIOLOŠKIH ĐUBRIVA

Metoda br. 1. Titar (broj) ćelija mikroorganizama

1) Primena metode

Ovom metodom propisan je postupak za određivanje titara ćelija mikroorganizama.

2) Princip ispitivanja

Titar ćelija mikroorganizama ispituje se metodom agarnih ploča ili metodom najverovatnijeg broja (Most Probable Number).

3) Postupak

10 g ili 10 ml đubriva se unese u 90 ml sterilne vodovodne vode i izmeša na laboratorijskoj tresilici da bi se dobila ujednačena suspenzija. Od dobijene suspenzije pravi se serija decimalnih razređenja. Veličina razređenja zavisi od deklarisanog broja mikroorganizama.

3.1. Metoda agarnih ploča: 0,5 ml razređene suspenzije zasejava se na odgovarajuću hranljivu podlogu i inkubira. Dužina inkubacije i temperatura inkubacije zavisi od vrste mikroorganizama.

Broj ćelija (titar) simbioznih azotofiksatora koji žive u simbiozi s leguminozama određuje se na Yaest manitol podlozi.

Broj ćelija (titar) slobodnih azotofiksatora određuje se na Fjordovoj podlozi.

Broj ćelija (titar) bakterija fosfominalizatora određuje se na glukozoasparaginskoj podlozi uz dodatak fitata ili lecitina.

Broj ćelija gljiva fosfominalizatora određuje se na krompir-dekstroznoj podlozi uz dodatak fitata ili lecitina.

Broj ćelija (titar) fosfomobilizatora i silikatnih bakterija određuje se na glukozoasparaginskoj podlozi uz dodatak nerastvornih fosfata ili silikata.

Broj spora mikoriznih gljiva određuje se na krompir-dekstroznoj podlozi.

Broj ćelija (titar) bakterija mineralizatora humusa određuje se na hranljivom agraru, broj spora gljiva mineralizatora humusa određuje se na krompir-dekstroznoj podlozi, a broj ćelija aktinomiceta mineralizatora humusa određuje se na dekstrozno-kvaščevoj podlozi.

Broj ćelija (titar) mikroorganizama stimulatora rasta biljaka određuje se na hranljivom agraru (bakterije) i na krompir-dekstroznom agaru (gljive).

3.2. Metoda najverovatnijeg broja (Most Probable Number): Koristi se samo za određivanje broja bakterija.

Zasejavanje se vrši u tečnim hranljivim podlogama istog sastava kao što je navedeno u tački 3.1.

Za izračunavanje najverovatnijeg broja ćelija koriste se tablice.

Metoda br. 2. Determinacija mikroorganizama u mikrobiološkom đubrivu

Determinacija bakterija vrši se na osnovu morfoloških osobina ćelija i kolonije, kao i na osnovu biohemijskih osobina, pri čemu se koriste ključevi za determinaciju bakterija (Bergeys Manual of determinative of Bacteria) i slični ključevi.

Determinacija gljiva u mikrobiološkom đubrivu vrši se na osnovu morfoloških osobina hifa, spora i kolonija.

Metode, sastav hranljivih podloga i način izračunavanja broja mikroorganizama u mikrobiološkom đubrivu opisane su u mikrobiološkim praktikumima, kao što su:

1. Sharlau Microbiology: Handbook of Microbiological culture media, International edition, 2000;
2. Benson H: Microbiological Application, McGrawHill, 8.th International edition, 2000; 3. Jarak M, Đurić S: Praktikum iz mikrobiologije, Poljoprivredni fakultet, Novi Sad, 2006;
4. Samson R., and Reenen-Hoekstra E: Introduction to food-borne fungi, third edition, CBC, Institute of the Royal Netherlands, 1988. 4827010.0062.84.Doc/2