

273

VYHLÁŠKA

Ministerstva zemědělství

ze dne 12. listopadu 1998

o odběrech a chemických rozbořech vzorků hnojiv

Ministerstvo zemědělství stanoví podle § 16 písm. b) zákona č. 156/1998 Sb., o hnojivech, pomocných půdních látkách, pomocných rostlinných přípravcích a substrátech a o agrochemickém zkoušení zemědělských půd (zákon o hnojivech):

Odběr vzorků hnojiv, pomocných půdních látek, pomocných rostlinných přípravků, substrátů a statkových hnojiv

§ 1

Pro účely této vyhlášky se rozumí

- a) partií takové množství hnojiv, pomocných půdních látek, pomocných rostlinných přípravků, substrátů nebo statkových hnojiv (dále jen „výrobky“), které svými vlastnostmi, označením a prostorovým uspořádáním představuje jednotný celek,
- b) dílčím vzorkem takové množství výrobku, které bylo získáno jednorázovým odběrem z partie,
- c) souhrnným vzorkem soubor jednotlivých dílčích vzorků odebraných z partie,
- d) redukovaným souhrnným vzorkem dílčí množství souhrnného vzorku se stejným složením jako souhrnný vzorek,
- e) konečným vzorkem dílčí množství souhrnného nebo redukovaného souhrnného vzorku, které je nezbytné pro zkoušku.

§ 2

Odběr vzorků výrobků zahrnuje odběr dílčích vzorků, vytvoření souhrnných a konečných vzorků, uchování a označování konečných vzorků včetně vyhotovení protokolu o odběru vzorku.

§ 3

(1) K odběru vzorků se používají u

- a) tuhých výrobků mechanická zařízení výrobce přímo určená k odběru vzorků výrobků, která jsou v pohybu nebo kterými se při odběru vzorku pohybuje, a dále vzorkovače, například trubkové, ploché lopatky a spirálové vzorkovače, vhodné z hlediska velikosti partie a částic výrobku,

b) kapalných výrobků vzorkovací pumpa, vzorkovací trubice se spodním uzávěrem a vzorkovací nádoba.

(2) K dělení vzorku se používá dělič, výjimečně se vzorek dělí kvartací.

(3) Pomůcky pro odběr vzorků nemohou být z materiálu, který by ovlivnil kvalitu vzorku výrobku.

§ 4

(1) Je-li partie tak velká nebo uložena takovým způsobem, že z ní není možné odebrat jednotlivé dílčí vzorky, pak se za partii považuje jen ta její část, která umožní odběr dílčích vzorků.

(2) U výrobků určených pouze k užití spotřebiteli¹⁾ se za partii považuje obsah jednoho originálního balení, který současně představuje souhrnný vzorek. V případě, že nepostačuje hmotnost obsahu balení, odebere se takový počet balení, aby byl splněn požadavek hmotnosti konečného vzorku.

§ 5

(1) Hmotnost dílčího vzorku odebraného z volně ložených výrobků, balených výrobků s hmotností obsahu nad 50 kg nebo objemu nad 50 l musí být minimálně 200 g s výjimkou dílčího vzorku odebraného mechanickým zařízením z pohyblivého se výrobku.

(2) Minimální počet dílčích vzorků podle velikosti partie a druhu výrobku je uveden v příloze č. 1.

(3) Z dílčích vzorků odebraných z jedné partie se vytvoří jeden souhrnný vzorek. Týmž způsobem se vytvoří 2 souhrnné vzorky, pokud se u výrobků, které se skládají z více než 1 součásti určující typ a mají sklon k porušení směsi, použije k odběru vzorku trubkový vzorkovač.

(4) Souhrnný vzorek se redukuje na konečnou maximální hmotnost 4 kg. Hmotnost souhrnného vzorku jednosložkových výrobků typu dusičnanu amonného s obsahem dusičnanového dusíku vyšším než 28 %, u kterého se současně provádějí zkoušky výbušnosti, je maximálně 75 kg.

¹⁾ § 2 odst. 1 písm. a) zákona č. 634/1992 Sb., o ochraně spotřebitele.

§ 6

(1) Z každého souhrnného vzorku nebo z každého redukovaného souhrnného vzorku se vytvoří minimálně 3 konečné vzorky.

(2) Hmotnost konečného vzorku tuhých výrobků je minimálně 1 kg, kapalných výrobků minimálně 500 g.

(3) U balení a nádob s obsahem do 1 kg představuje obsah balení nebo jejich soubor konečný vzorek.

(4) Hmotnost konečného vzorku jednosložkových výrobků typu dusičnanu amonného s obsahem dusičnanového dusíku vyšším než 28 %, u kterého se současně provádějí zkoušky výbušnosti, je maximálně 25 kg.

§ 7

(1) Pomůcky pro odběr vzorků, pracovní plochy a sběrné nádoby pro odběr vzorků musí být čisté a suché.

(2) Dílčí vzorky se odebírají náhodně z celé partie. Hmotnost nebo objem odebraných dílčích vzorků je přibližně stejný.

(3) Partie tuhých výrobků nebalených nebo v obalech o hmotnosti obsahu přes 100 kg se pomyslně rozdělí na přibližně stejné části a z každé se odebere nejméně 1 dílčí vzorek.

(4) Z vybraného balení tuhého výrobku o hmotnosti obsahu 100 kg a méně se odebere trubkovým vzorkovačem dílčí vzorek nebo se získá opakovaným dělením celého obsahu balení na děliči.

(5) Z kapalného výrobku se dílčí vzorek odebere po rozmíchání, z emulzí, suspenzí a kašovitých směsí pouze z proudu tekoucího výrobku.

(6) Jestliže obsahuje souhrnný vzorek shluky, rozmačkají se odděleně a opět se spojí se souhrnným vzorkem. Ke stanovení velikosti částic se použije původní souhrnný vzorek.

(7) Konečné vzorky se uchovávají po dobu 6 měsíců od vyhotovení protokolu o odběru vzorku v čistých, suchých, vlhkost nepropouštějících, vzduchotěsných a uzavíratelných obalech vyrobených z materiálů, které neovlivní jejich kvalitu. Po uzavření obalu se uzávěr opatří plombou, pečetí, uzavíracími páskami nebo kombinací těchto prostředků tak, aby nebylo možné obal otevřít bez poškození tohoto jistění. K obalu se též pevně připojuje označení konečného vzorku s nejméně těmito údaji:

a) názvem a druhem výrobku,

b) jménem a příjmením (dále jen „jméno“), bydlištěm a případně identifikačním číslem fyzické osoby nebo obchodním jménem, sídlem a případně identifikačním číslem právnické osoby, která výrobek dodala, dovezla nebo vyrobila,

c) názvem a adresou Ústředního kontrolního a zkušebního ústavu zemědělského (dále jen „ústav“), popřípadě jménem zaměstnance, který vzorek odebral,

d) datem odběru vzorku a místem, kde byl odebrán,

e) číslem protokolu o odběru vzorku.

(8) Konečné vzorky uchovává ústav. Ústav ke každému konečnému vzorku vyhotovuje protokol o odběru vzorku, který obsahuje tyto údaje:

a) jméno, bydliště a případně identifikační číslo fyzické osoby nebo obchodní jméno, sídlo a případně identifikační číslo právnické osoby, která dodala, dovezla nebo vyrobila výrobek, z něhož byl odebrán vzorek,

b) název a druh výrobku, ze kterého byl odebrán vzorek,

c) velikost a druh partie, obsah jednotlivých součástí výrobku, formy živin a jejich rozpustnost,

d) název a adresu ústavu, popřípadě jméno zaměstnance ústavu, který vzorek odebral,

e) místo a datum odběru vzorku,

f) druh balení a skladování,

g) číslo objednávky nebo číslo vyúčtování objednávky, případně označení dopravního prostředku, ze kterého byl vzorek odebrán,

h) důležité skutečnosti zjištěné při odběru vzorku, jména a podpisy odpovědných osob,

i) číslo protokolu.

Chemické rozborry, biologické zkoušky a testy

§ 8

Chemické rozborry výrobků se provádějí postupy uvedenými v příloze č. 2.

§ 9

(1) Biologické zkoušky a testy provádí ústav na poli, ve skleníku, vegetační hale nebo v laboratoři.

(2) Biologické zkoušky a testy se provádějí tak, že

a) výrobek se ověřuje na plodinách, pro které je určen,

b) z charakteru a deklarovaného způsobu použití výrobku se odvozuje výběr druhu zkoušky a stanoviště, délka ověřování, varianty zkoušení a hodnocené parametry,

- c) do biologických zkoušek se vždy zařazuje nejméně 1 kontrolní srovnávací varianta, dami, které jsou reprodukovatelné a mají co nejvyšší záchytnost mikroorganismů.
- d) v biologických zkouškách mají ověřované varianty nejméně 4 opakování. § 10
- (3) Mikrobiologické zkoušky se provádějí meto- Tato vyhláška nabývá účinnosti dnem vyhlášení.

Ministr:

Ing. Fencel v. r.

Příloha č. 1 k vyhlášce č. 273/1998 Sb.

Minimální počty dílčích vzorků podle druhu výrobku a velikosti partie

druh výrobku a velikost partie	minimální počet dílčích vzorků
TUHÉ VÝROBKY	
volně ložené tuhé výrobky nad 100 kg	
	<i>počet vzorků</i>
partie do 2,5 t	7
partie od 2,5 do 80 t	druhá odmocnina z dvacetinásobku hmotnosti partie v tunách, zaokrouhлено na celá čísla
partie nad 80 t	40
balené tuhé výrobky v obalech do obsahu 100 kg	
balení s obsahem větším než 1 kg	
	<i>počet balení</i>
do 4 kusů	všechna
5 až 16 kusů	4
17 až 400 kusů	druhá odmocnina z počtu balení, zaokrouhлено na celá čísla
nad 400 kusů	20
balení s obsahem do 1 kg	
	4
KAPALNÉ VÝROBKY	
volně ložené kapalné výrobky v cisternách nad 100 kg	
	<i>počet vzorků</i>
partie do 2,5 t	7
partie od 2,5 do 80 t	druhá odmocnina z dvacetinásobku hmotnosti partie v tunách, zaokrouhлено na celá čísla
partie nad 80 t	40
balené kapalné výrobky v nádobách do obsahu 100 kg	
balení s obsahem větším než 1 kg	
	<i>počet nádob</i>
do 4 kusů	všechny
5 až 16 kusů	4
17 až 400 kusů	druhá odmocnina z počtu nádob, zaokrouhлено na celá čísla
nad 400 kusů	20
nádoby s obsahem do 1 kg	
	4

Postupy laboratorního zkoušení výrobků

1. Úprava vzorků

Výrobky se upravují podle požadavku na jejich zkoušení. Úprava konečného vzorku je sled pracovních postupů (kvartování, homogenizace, mletí, prosévání), která se musí provádět tak, aby

- a) pro konečný vzorek byla reprezentativní i ta nejmenší navážka uvedená v metodách rozboru,
- b) změna jemnosti výrobku způsobená úpravou neovlivnila rozpustnost vzorku při vyluhování.

2. Metody vyluhování dusíku

- a) dusík rozpustný ve vodě

Vzorek se louží vodou s přídavkem zředěné kyseliny chlorovodíkové na rotačním přístroji po dobu 30 minut.

- b) dusík nerozpustný ve vodě

Vzorek se louží vodou, dekantuje, filtruje. Dusík se stanoví ve zbytku na filtru.

3. Stanovení obsahu dusíku

- a) stanovení amonného dusíku – destilační metoda

Amoniak se vytěsňuje přebytkem hydroxidu sodného, absorbuje se v odměrném roztoku kyseliny sírové, jejíž přebytek se stanoví titrací odměrným roztokem hydroxidu solného.

Opakovatelnost 0,20 % absolutních.

- b) stanovení amonného dusíku – formaldehydová metoda

Amonné soli se převedou ve vodném roztoku formaldehydu na hexamethyltetraamin, který se titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného. V okamžiku, kdy je všechn amoniak vytěsněn, se přebytek hydroxidu sodného projeví červeným zbarvením přidaného indikátoru fenolftaleinu. Tato metoda se používá pro stanovení amonného dusíku v síranu amonném.

Opakovatelnost 0,10 % absolutních.

c) stanovení dusičnanového a amonného dusíku – metoda podle Dewarda

Dusičnanový dusík se zredukuje Dewardovou slitinou v alkalickém prostředí na amoniak a ten se vydestiluje do odměrného roztoku kyseliny sírové. Přebytek kyseliny sírové se stanoví titrací odměrným roztokem hydroxidu sodného.

Opakovatelnost 0,20 % absolutních.

d) stanovení amidického dusíku – spektrofotometrická metoda

Změří se intenzita zbarvení komplexu vzniklého reakcí amidického dusíku s 4-dimethylaminobenzaldehydem.

Opakovatelnost 0,20 % absolutních.

e) stanovení celkového dusíku(za nepřítomnosti dusičnanového dusíku) – metoda podle Kjeldahla

Organicky vázaný dusík se před destilací převede na dusík amonný katalytickou mineralizací kyselinou sírovou, amonný dusík se vytěsňuje přebytkem hydroxidu sodného do odměrného roztoku kyseliny sírové, jejíž přebytek se stanoví titrací odměrným roztokem hydroxidu sodného.

Opakovatelnost 0,20 % absolutních.

f) stanovení celkového dusíku (za přítomnosti dusičnanového dusíku) – metoda podle Jodlbauera

Organicky vázaný dusík se převede na amonný dusík katalytickou mineralizací kyselinou sírovou. V přítomnosti nitrátového dusíku je nutno použít k mineralizaci směsi kyseliny sírové a fenolu, aby se zabránilo vytěkání uvolněné kyseliny dusičné. V prostředí koncentrované kyseliny sírové dochází k nitraci fenolu na p-nitrofenol, který se zredukuje vodíkem na p-aminofenol, jehož aminový dusík se převede na amonný. Amonný dusík se stanoví destilační metodou.

Opakovatelnost 0,20 % absolutních.

g) stanovení biuretu

Změří se intenzita zbarvení komplexu se síranem měďnatým v přítomnosti vinanu sodnodraselného v zásaditém prostředí.

Opakovatelnost 0,10 % absolutních.

4. Metody vyluhování fosforu

a) fosfor rozpustný v minerálních kyselinách

Fosforečnany se vylouží směsí kyseliny dusičné a chlorovodíkové v objemovém poměru 3:1.

b) fosfor rozpustný ve 2% kyselině citronové

Fosforečnany se vylouží 2% roztokem kyseliny citronové s přidavkem kyseliny salicylové. Před použitím se roztok kontroluje titrací odměrným roztokem hydroxidu sodného na fenolftalein. Vzorek se extrahuje na rotačním přístroji 30 minut.

c) fosfor rozpustný v 2% kyselině mravenčí

Fosforečnany se vylouží 2% roztokem kyseliny mravenčí. Vzorek se extrahuje na rotačním přístroji po dobu 60 minut.

d) fosfor rozpustný v neutrálním citranu amonném

Fosforečnany se vylouží neutrálním citranem amonným (pH 7) při teplotě 65 °C za daných podmínek.

e) fosfor rozpustný v alkalickém citranu amonném podle Petermana

Fosforečnany se vylouží alkalickým citranem amonným při teplotě 65 °C (20 °C) za daných podmínek.

f) fosfor rozpustný v alkalickém citranu amonném podle Joulieho

Fosforečnany se vylouží destilovanou vodou. Vzorek se extrahuje na rotačním přístroji po dobu 30 minut.

g) fosfor rozpustný ve vodě

Fosforečnany se vylouží destilovanou vodou. Vzorek se extrahuje na rotačním přístroji po dobu 30 minut.

5. Stanovení fosforu

a) stanovení fosforu – vážková metoda

Všechny formy vyloužených fosforečnanů uvedených v bodu 3 této přílohy se vysráží ve formě fosfomolybdenanu chinolinu ve vodoacetátovém roztoku v prostředí minerálních kyselin: Vzniklá sraženina se filtruje, suší při 250 °C a váží.

7. Stanovení draslíku

a) stanovení draslíku – vážková metoda

Obě formy vylouženého draslíku se sráží tetrafenylboritanem sodným v zásaditém prostředí po předběžném vázání rušivých příměsí formaldehydem a EDTA jako tetrafenylboritan draselný. Vzniklá sraženina se po odfiltrování suší při 120 °C a váží .

Opakovatelnost při obsahu % K ₂ O	menší než 20 %	0,30 % absolutních
	20 – 60 %	0,60 % absolutních.

b) stanovení draslíku metodou AAS

Zbytek vzorku po žhání (popel) se rozpustí ve zředěné kyselině chlorovodíkové. Kyselina křemičitá a nerozpustný zbytek se oddělí filtrací a ve filtrátu se stanoví draslík metodou AAS (ICP–AES).

Opakovatelnost 15 % relativních.

8. Stanovení obsahu hořčíku a vápníku

a) stanovení obsahu hořčíku a vápníku komplexometrickou titrací

Hořčík spolu s vápníkem se stanoví po odstranění kysličníků amoniakální skupiny titrací odměrným roztokem EDTA při pH 10 za použití fluorexonu a eriochromové černi jako indikátoru.

Opakovatelnost CaO+ MgO	0,75 % absolutních
MgO	0,30 % absolutních.

b) stanovení vápníku a hořčíku metodou AAS (ICP–AES)

Po mineralizaci zředěnou kyselinou chlorovodíkovou 1:1 za varu se v získaném mineralizátu stanoví požadované prvky při obsahu do 10 % metodou AAS (ICP–AES). Extrakt je zředěn tak, aby výsledná koncentrace prvků ležela v optimální oblasti pro danou vlnovou délku spektrometru. Obsah vápníku a hořčíku se odečte z kalibrační křivky.

Opakovatelnost 15 % relativních.

9. Stanovení obsahu stopových prvků

a) stanovení obsahu stopových prvků (Cu, Zn, Mn, Fe, B, Mo) metodou AAS (ICP–AES)

Po mineralizaci zředěnou kyselinou chlorovodíkovou (1:1) za varu se v získaném mineralizátu stanoví požadované prvky metodou AAS (ICP–AES). Obsah stopových prvků se odečte z kalibrační křivky.

Opakovatelnost	Cu	15 % relativních
	Zn	15 % relativních
	Mn	15 % relativních
	Fe	15 % relativních
	B	20 % relativních
	Mo	40 % relativních

b) stanovení obsahu bóru – spektrofotometrická metoda

Změří se intenzita zbarvení komplexu bóru s azomethineni–H při daných podmínkách.

Opakovatelnost 15 % relativních.

c) stanovení obsahu bóru – titrační metoda

Vyšší obsah bóru se stanoví potenciometrickou titrací kyseliny borité roztokem hydroxidu sodného za použití D–mannitu jako indikátoru.

Opakovatelnost nestanovena.

d) stanovení obsahu molybdenu – spektrofotometrická metoda

Změří se intenzita zbarvení komplexu molybdenu s thiokyanatanem draselným při dané vlnové délce.

Opakovatelnost 40 % relativních.

10. Stanovení obsahu rizikových prvků

a) stanovení rizikových prvků metodou AAS

Po mineralizaci směsí kyseliny dusičné a chlorovodíkové se v získaném mineralizátu stanoví požadované prvky metodou AAS. Vyhodnocení se provádí metodou kalibrační křivky.

Arsen je stanoven technikou generování hydridů tetrahydridoboritanem sodným. Rtut'

je stanovena spalováním vzorku v proudu kyslíku při teplotě 900 °C, zachycením par na amalgamátoru, rychlém vypaření do měřicích kyvet a proměřením absorpčního signálu.

Opakovatelnost při obsahu mg/kg	As	1,0 – 2,5 větším než 2,5	40 % relativních 20 % relativních
	Cd	0,5 – 2,0 větším než 2	40 % relativních 16 % relativních
	Cr	větším než 10	20 % relativních
	Pb	větším než 10	38 % relativních
	Hg	0,01 – 0,10 větším než 0,10	40 % relativních 20 % relativních.

b) stanovení rizikových prvků metodou ICP–AES

Po mineralizaci směsí kyseliny dusičné a chlorovodíkové se v získaném mineralyzátu stanoví požadované prvky metodou optické emisní spektrometrie v indukčně vázaném plazmatu.

Opakovatelnost při obsahu mg/kg	As	1,0 – 2,5	40 % relativních
		větším než 2,5	20 % relativních
	Cd	1,0 – 2,5	40 % relativních
		větším než 2,5	24 % relativních
	Cr	větším než 10	24 % relativních
	Cu	větším než 10	16 % relativních
	Hg	0,01 – 0,10	40 % relativních
		větším než 0,10	20 % relativních
	Ni	větším než 0,10	24 % relativních
	Pb	větším než 10	20 % relativních
	Zn	větším než 0,10	16 % relativních
	Mo	větším než 2	30 % relativních.

11. Stanovení obsahu chloridů

Ve vodním výluhu se stanoví chloridové ionty titrací odměrným roztokem dusičnanu rtuťnatého.

Opakovatelnost 0,10 % absolutních.

12. Stanovení hodnoty pH

Změřením elektromotorického napětí galvanického článku tvořeného indikační a referenční elektrodou v prostředí vodného roztoku vzorku při stanovené teplotě.

Opakovatelnost 0,1 % pH.

13. Stanovení velikostí částic proséváním

Výrobek se umístí na zkušební síto s udanou jmenovitou velikostí otvorů a třesením, proklepáváním nebo promýváním se dělí na nadsítné a podsítné velikosti. Při prosévání, které

probíhá postupně zkušebními sítí s různými velikostmi otvorů, je výrobek rozdělen na velikostní třídy označené velikostmi otvorů použitých zkušebních sítí.

Opakovatelnost 1 % absolutních.

14. Stanovení obsahu vlhkosti

Vlhkost se stanoví vážkově jako úbytek po vysušení vzorku za předepsané teploty a času podle druhu zkoušeného vzorku.

Opakovatelnost pro výrobky	při vlhkosti	
	menší než 0,5	0,10 % absolutních
	0,5 – 2	0,20 % absolutních
	2 – 6	0,40 % absolutních
	menší než 6	1,00 % absolutních.

15. Stanovení obsahu spalitelných látek

Organický podíl (spalitelné látky) se zjišťuje z hmotnostního úbytku po předběžném vysušení vzorků při 105 °C, spálením vzorku při 550 °C do konstantní hmotnosti.

Opakovatelnost 0,75 % absolutních.

16. Stanovení obsahu síry

Rozkladem kyselinou chlorovodíkovou, po oddělení kyseliny křemičité se ve filtrátu stanoví síra vážkově jako síran barnatý.

Opakovatelnost nestanovena.