

**Vyhláška č. 309/2021 Sb.****Vyhláška o odběrech a chemických a biologických rozbořech vzorků hnojiv**<https://www.zakonyprolidi.cz/cs/2021-309>

Částka	<b>135/2021</b>
Platnost od	<b>27.08.2021</b>
Účinnost od	<b>01.10.2021</b>

**Aktuální znění 01.10.2021**

309

VYHLÁŠKA

ze dne 19. srpna 2021

o odběrech a chemických a biologických rozbořech vzorků hnojiv

Ministerstvo zemědělství stanoví podle § 4 odst. 9 zákona č. 156/1998 Sb., o hnojivech, pomocných půdních látkách, rostlinných biostimulancích a substrátech a o agrochemickém zkoušení zemědělských půd (zákon o hnojivech), ve znění zákona č. 9/2009 Sb., zákona č. 61/2017 Sb. a zákona č. 299/2021 Sb.:

**Odběr vzorků hnojiv, pomocných půdních látek, rostlinných biostimulantů a substrátů****§ 1**

Pro účely této vyhlášky se rozumí

- a) partií takové množství hnojiv, pomocných půdních látek, rostlinných biostimulantů, substrátů (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) redukováným souhrnným vzorkem dílčí množství souhrnného vzorku se stejným složením jako souhrnný vzorek a
- e) konečným vzorkem dílčí množství souhrnného nebo redukováného souhrnného vzorku, které je nezbytné pro zkoušku.

**§ 2**

Odběr vzorků výrobků zahrnuje odběr dílčích vzorků, vytvoření souhrnných a konečných vzorků, uchovávání a označování konečných vzorků.

**§ 3**

(1) K odběru vzorků se používají pomůcky pro odběr vzorků, kterými se rozumí v případě

- 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, zejména trubkové, ploché lopatky a spirálové vzorkovače, vhodné z hlediska velikosti partie a částic výrobku, a
- 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 a pracovní plochy musí být čisté a suché. 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 spotřebiteli<sup>1)</sup> 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 0,2 kg s výjimkou dílčího vzorku odebraného mechanickým zařízením z pohyblivého se výrobku.
- (2) Minimální počet dílčích vzorků podle druhu výrobku a velikosti partie je uveden v příloze č. 1 k této vyhlášce.
- (3) Z dílčích vzorků odebraných z jedné partie se vytvoří jeden souhrnný vzorek. Stejným 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.

## § 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 0,5 kg.
- (3) Hmotnost konečného vzorku tuhých organických hnojiv a substrátů je minimálně 2 kg.
- (4) Konečný vzorek kapalných organických hnojiv a tekutých hnojiv musí obsahovat minimálně 0,1 kg sušiny.
- (5) Hmotnost konečného vzorku spotřebitelských balení je minimálně 0,25 kg.
- (6) U balení s obsahem do 1 kg představuje obsah balení nebo jejich soubor konečný vzorek.
- (7) 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) Dílčí vzorky se odebírají náhodně z celé partie. Hmotnost nebo objem odebraných dílčích vzorků je stejný.
- (2) Partie tuhých výrobků nebalených nebo v obalech o hmotnosti obsahu přes 50 kg se rozdělí na stejné části a z každé se odebere nejméně 1 dílčí vzorek.
- (3) Z balení tuhého výrobku o hmotnosti obsahu 50 kg a méně se odebere trubkovým vzorkovačem dílčí vzorek nebo se získá opakovaným dělením celého obsahu balení na děliči.
- (4) Z kapalného výrobku se dílčí vzorek odebere po rozmíchání, z emulzí, suspenzí a kašovitých směsí pouze z proudu tekoucího výrobku.
- (5) Jestliže obsahuje souhrnný vzorek shluky, rozmačkají se odděleně a opět se spojí se souhrnným vzorkem. Ke stanovení velikosti částic se použije původní souhrnný vzorek.
- (6) Při odběru vzorků pro stanovení mikrobiologických parametrů se odebírá pět vzorků o hmotnosti 0,1 - 0,2 kg náhodně rozmístěných po vzorkovaném celku. Každý takto odebraný vzorek pro mikrobiologický rozbor představuje konečný vzorek. Jednotlivé konečné vzorky se nepromíchávají.
- (7) Konečný vzorek se uchovává po dobu 12 měsíců od vyhotovení protokolu o odběru vzorku v čistých, suchých, vlhkost nepropouštějících, vzduchotěsných a uzavíratelných obalech vyrobených z materiálů, které neovlivní jejich kvalitu. U konečného vzorku na mikrobiologickou analýzu se uzavíratelné obaly s konečným vzorkem bezprostředně po uzavření vloží do termoboxů s chladicími vložkami. Konečné vzorky spotřebitelských hnojiv o hmotnosti do 3 kg se uchovávají v originálním balení. K obalu konečného vzorku se pevně připojuje označení s těmito údaji:
  - a) název výrobku,
  - b) jméno a příjmení inspektora,
  - c) datum a
  - d) číslo protokolu.
- (8) Konečný vzorek uchovává Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský (dále jen „ústav“). Ústav ke každému konečnému vzorku vyhotovuje protokol o odběru vzorku, který obsahuje tyto údaje:
  - a) název a adresu ústavu, kontrolní útvar,
  - b) jméno a příjmení inspektora,
  - c) identifikační údaje výrobce, dovozce nebo dodavatele,
  - d) název výrobku,
  - e) formy živin a jejich rozpustnost,
  - f) velikost, druh partie a číslo šarže,

- g) režim uvádění výrobku do oběhu,
- h) druh balení výrobku,
- i) způsob skladování výrobku,
- j) místo, adresu a datum odběru vzorku,
- k) důležité skutečnosti zjištěné při odběru vzorku,
- l) označení dokladů a ostatních materiálů a
- m) číslo protokolu.

(9) Podrobnosti metod odběru a uchovávání vzorků ústav zveřejňuje na svých internetových stránkách.

## Chemické rozbor a biologické zkoušky

### § 8

Chemické rozbor výrobků se provádějí postupy uvedenými v příloze č. 2 k této vyhlášce.

### § 9

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

(2) Biologické zkoušky se provádějí následujícím způsobem:

- a) výrobek se ověřuje na plodinách a v dávkách, 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,
- d) v biologických zkouškách se ověřované varianty nejméně čtyřikrát opakují.

(3) Biologické zkoušky v podobě mikrobiologických zkoušek se provádějí podle zásad uvedených v příloze č. 2 k této vyhlášce bodu 1 písm. c).

(4) Biologické zkoušky v podobě ekotoxikologických zkoušek se provádějí následujícím způsobem:

- a) výrobek se ověřuje pomocí normovaných testů s mikroorganismy, bezobratlými a rostlinami tak, aby se postihlo více úrovní potravního řetězce,
- b) výrobek se testuje v různých koncentračních hladinách vycházejících z nejvyšší doporučené dávky uvedené výrobcem,
- c) do ekotoxikologických zkoušek se vždy zařazuje nejméně 1 kontrolní srovnávací varianta a
- d) v ekotoxikologických zkouškách každá koncentrační hladina zahrnuje nejméně 3 opakování.

### § 10

#### Přechodné ustanovení

Chemické a biologické zkoušky výrobků zahájené přede dnem nabytí účinnosti této vyhlášky se dokončí podle vyhlášky č. 273/1998 Sb., ve znění účinném přede dnem nabytí účinnosti této vyhlášky.

### § 11

#### Zrušovací ustanovení

Zrušují se:

1. Vyhláška Ministerstva zemědělství č. 273/1998 Sb., o odběrech a chemických rozbořech vzorků hnojiv.
2. Vyhláška Ministerstva zemědělství č. 475/2000 Sb., kterou se mění vyhláška Ministerstva zemědělství č. 273/1998 Sb., o odběrech a chemických rozbořech vzorků hnojiv.

### § 12

#### Účinnost

Tato vyhláška nabývá účinnosti dnem 1. října 2021.

Ministr:

Ing. Toman, CSc., v. r.

Příloha č. 1 k vyhlášce č. 309/2021 Sb.

**Minimální počty dílčích vzorků podle druhu výrobku a velikosti partie**

druh výrobku a velikosti partie	minimální počet dílčích vzorků
<b>TUHÉ VÝROBKY</b>	
volně ložené tuhé výrobky a v obalech nad 50 kg	
	počet vzorků
partie do 2,5 t	7
partie od 2,5 do 80 t	druhá odmocnina z dvacetinásobku hmotnosti partie v tunách, zaokrouhloeno na celá čísla
partie nad 80 t	40
balené tuhé výrobky v obalech do obsahu 50 kg	
balení s obsahem větším než 1 kg	
	počet balení
do 4 kusů	všechna
5 až 16 kusů	4
17 až 400 kusů	druhá odmocnina z počtu balení, zaokrouhloeno na celá čísla
nad 400 kusů	20
balení s obsahem do 1 kg	3
<b>KAPALNÉ VÝROBKY</b>	
volně ložené kapalné výrobky a v obalech nad 50 kg	
	počet vzorků
partie do 2,5 t	7
partie od 2,5 do 80 t	druhá odmocnina z dvacetinásobku hmotnosti partie v tunách, zaokrouhloeno na celá čísla
partie nad 80 t	40
balené kapalné výrobky v obalech do obsahu 50 kg	
balení s obsahem větším než 1 kg	
	počet balení
do 4 kusů	všechny
5 až 16 kusů	4
17 až 400 kusů	druhá odmocnina z počtu balení, zaokrouhloeno na celá čísla
nad 400 kusů	20
balení s obsahem do 1 kg	3

Příloha č. 2 k vyhlášce č. 309/2021 Sb.

**Postupy chemických rozborů****1. Příprava vzorků k analýze**

Úprava konečného vzorku dodaného do laboratoře je sled operací, zejména prosévání, rozměňování a homogenizace, který se provádí tak, aby

- a) i nejmenší navážka, předpokládaná analytickými metodami, byla reprezentativní pro konečný vzorek,
- b) při úpravě nebyla zrnitost hnojiva změněna natolik, že by tím byla značně ovlivněna rozpustnost v různých vyluhovacích činidlech,
- c) mikrobiologické zkoušky odpovídaly zásadám uvedeným v AHEM 7/2001 (Acta hygienica, epidemiologica et microbiologica) a AHEM 1/2008 (Acta hygienica, epidemiologica et microbiologica).

**2. Dusík****2.1 Stanovení amonného dusíku****2.1.1 Stanovení amonného dusíku destilační metodou**

Amoniak se vytěsňuje nadbytkem hydroxidu sodného, destiluje se, zachytí se ve vhodném jímacím roztoku a v něm se následně stanoví titračně.

### 2.1.2 Stanovení amonného dusíku formaldehydovou metodou

Amonné ionty ve vodném roztoku se reakcí s formaldehydem převedou na hexamethylentetramin, přičemž se uvolní ekvivalentní množství oxoniových iontů. Ty se přímo stanoví titračně odměrným roztokem hydroxidu sodného na fenolftalein.

### 2.1.3 Stanovení amonného dusíku spektrofotometrickou metodou

Dusík v amonné formě obsažený ve vzorku reaguje s chlornanem a salicylanem za vzniku modrého zbarvení (salicylátový analog indofenolu). Intenzita zbarvení se měří spektrofotometricky při vlnové délce 660 nm.

## 2.2 Stanovení amonného a dusičnanového dusíku podle Devardy

Dusičnany a eventuálně přítomné dusitany se v silně alkalickém prostředí redukuje vodíkem ve stavu zrodu, vznikajícím reakcí Devardovy slitiny s hydroxidem sodným. Vzniklý amoniak se spolu s původně přítomným vytěsni nadbytkem hydroxidu sodného, destiluje se, zachytí ve vhodném jímacím roztoku a v něm se následně stanoví titračně.

## 2.3 Stanovení celkového dusíku (sumy anorganicky a organicky vázaného dusíku)

### 2.3.1 Stanovení celkového dusíku v dusíkatém vápně bez dusičnanů

Vzorek se rozloží Kjeldahlovou metodou varem s kyselinou sírovou za přítomnosti měďnatého katalyzátoru. Ze vzniklého síranu amonného se amoniak vytěsni hydroxidem sodným, destiluje se, zachytí ve vhodném jímacím roztoku a v něm se následně stanoví titračně.

### 2.3.2 Stanovení celkového dusíku v dusíkatém vápně s dusičnany

Nejprve se práškovým železem a chloridem cínatým zredukuje dusičnany na amoniak a vzorek se dále rozloží Kjeldahlovou metodou jako v bodu 2.3.1.

### 2.3.3 Stanovení celkového dusíku v močovíně

Dusík z močoviny se varem vzorku s kyselinou sírovou převede na síran amonný. Amoniak se z alkalického prostředí destiluje, zachytí se ve vhodném jímacím roztoku a v něm se následně stanoví titračně.

### 2.3.4 Stanovení celkového dusíku podle Jodlbauera

Dusičnany v prostředí kyseliny sírové nitrují fenol na p-nitrofenol, který se následně pomocí zinku redukuje na p-aminofenol. Ten se spolu s organickou složkou vzorku rozloží vroucí kyselinou sírovou za přítomnosti katalyzátoru, při čemž se organicky vázaný dusík zmineralizuje. Vzniklý amonný dusík se spolu s původně přítomným amonným dusíkem po alkalizaci destiluje, zachytí se ve vhodném jímacím roztoku a v něm se následně stanoví titračně.

### 2.3.5 Stanovení celkového dusíku podle Dumase (elementární analýzou)

Vzorky se spalují v proudu kyslíku při vysoké teplotě. Ze vzniklé směsi plynů se dusík, uhlík a síra separují a katalyticky se převedou na formy  $N_2$ ,  $CO_2$  a  $SO_2$ , které se vhodným způsobem detekují.

## 2.4 Stanovení kyanamidového dusíku

Kyanamid se z roztoku srazí jako stříbrná sůl, která se rozloží Kjeldahlovou metodou a dusík se stanoví jako v bodu 2.3.1.

## 2.5 Stanovení biuretu v močovíně

### 2.5.1 Stanovení biuretu v močovíně spektrofotometricky

Biuret tvoří v alkalickém prostředí za přítomnosti vinanu sodnodraselného s dvojmocnou mědí modrofialový vodorozpustný komplex, jehož absorbance se měří při vlnové délce 546 nm.

2.5.2 Stanovení biuretu v močovíně pomocí vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC) Biuret se stanoví ve vodném roztoku pomocí HPLC s detekcí při vlnové délce 195 nm.

## 2.6 Stanovení různých forem dusíku vedle sebe

Stanovení různých forem dusíku vedle sebe v hnojivech s amonným, dusičnanovým, močovinovým a kyanamidovým dusíkem

2.6.1 Stanovení rozpustného a nerozpustného dusíku (suma). Stanovení se provádí pouze tehdy, je-li z výše uvedených forem dusíku přítomen též kyanamidový dusík.

2.6.1.1 Za nepřítomnosti dusičnanů se vzorek přímo mineralizuje Kjeldahlovou metodou jako v bodu 2.3.1

2.6.1.2 Za přítomnosti dusičnanů se vzorek mineralizuje Kjeldahlovou metodou (bod 2.3.1) až po redukcí práškovým železem a chloridem cínatým.

Poznámka: Z hnojiv se vodou při laboratorní teplotě vyluhuje amonný, dusičnanový a močovinový dusík (včetně biuretu), kyanamid vápenatý se hydrolyzuje (na  $Ca(HCN_2)_2$ ) a nerozpuštěné zůstávají močovino-aldehydické kondenzáty. Zjistí-li se při rozboru obsah nerozpustného dusíku vyšší než 0,5 %, lze usuzovat na přítomnost močovino-aldehydických kondenzátů popř. jiných forem nerozpustného dusíku. Pro tento případ je popsán analytický postup bez úprav nevhodný.

**2.6.2 Stanovení rozpustných forem dusíku v různých podílech jediného roztoku vzorku:****2.6.2.1 Rozpustný celkový dusík****2.6.2.1.1** za nepřítomnosti dusičnanů, přímým rozkladem metodou podle Kjeldahlovy metody, jako v bodu 2.3.1**2.6.2.1.2** za přítomnosti dusičnanů rozkladem alikvotního podílu roztoku vzorku metodou podle Jodlbauera, bod 2.3.4.

V obou-případech se vzniklý amoniak stanoví destilační metodou podle bodu 2.1.1.

**2.6.2.2 Dusičnanový dusík****2.6.2.2.1** z rozdílu: za nepřítomnosti kyanamidu vápenatého

Rozdíl mezi 2.6.2.1.2 a sumou amonného a močovinnového dusíku (2.6.2.3.2 nebo 2.6.2.3.3 + 2.6.2.4).

**2.6.2.2.2** z rozdílu: za přítomnosti kyanamidu vápenatého

Rozdíl mezi 2.6.2.1.2 a sumou (2.6.2.3.2 nebo 2.6.2.3.3 + 2.6.2.4 + 2.6.2.5).

**2.6.2.2.3** přímé stanovení: Stanovení dusičnanového dusíku spektrofotometrickou metodou Dusičnany absorbují v ultrafialové oblasti spektra při vlnové délce 210 nm. Po redukci dusičnanů ve výluhu na dusitany se provede druhé měření při vlnové délce 210 nm a z rozdílu naměřených hodnot se vypočítá obsah dusíku vyjádřený jako dusičnanový dusík (N-NO<sub>3</sub>).**2.6.2.3 Amonný dusík****2.6.2.3.1** za přítomnosti samotného amonného nebo amonného a dusičnanového dusíku použitím destilační metody podle bodu 2.1.1.**2.6.2.3.2** za přítomnosti močovinnového nebo kyanamidového dusíku vytěsněním amoniaku za chladu ze slabě alkalického prostředí proháněním vzduchu. Amoniak se váže ve známém objemu odměrného roztoku kyseliny sírové a stanoví jako při destilační metodě podle bodu 2.1.1.**2.6.2.3.3** přímé stanovení: Stanovení amonného dusíku spektrofotometrickou metodou Dusík v amonné formě obsažený ve vzorku reaguje s chlornanem a salicylanem za vzniku modrého zbarvení (salicylátový analog indofenolu). Intenzita zbarvení se měří spektrofotometricky při vlnové délce 660 nm.**2.6.2.4 Močovinnový dusík****2.6.2.4.1** Přeměnou močoviny pomocí ureázy na amoniak, který se stanoví postupem**2.6.3.3.1.** Ve vzorku se zároveň stanoví obsah přítomného volného amoniaku bez přídavku ureázy podle bodu 2.6.3.3.1. Obsah močovinnového dusíku 2.6.2.4 se vypočte z rozdílu (2.6.2.4.1 - 2.6.3.3.1)**2.6.2.4.2** Stanovení močovinnového (amidického) dusíku pomocí vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC).

Močovinnový dusík se stanoví v extraktu pomocí HPLC s použitím detekce při vlnové délce 195 nm.

**2.6.2.4.3** výpočtem z rozdílů podle tabulky

Případ	N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	N-CN <sub>2</sub> <sup>2-</sup>	N-CO(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>
1	přítomen	přítomen	přítomen	2.6.2.1.2 nebo 2.3.5 - (2.6.2.3.2 nebo 2.6.2.3.3 + 2.6.3.2.2 + 2.6.2.5)
2	nepřítomen	přítomen	přítomen	2.6.2.1.1 - (2.6.2.3.2 nebo 2.6.2.3.3 + 2.6.2.5)
3	nepřítomen	přítomen	nepřítomen	2.6.2.1.1 -(2.6.2.3.2 nebo 2.6.2.3.3)
4	přítomen	přítomen	nepřítomen	2.6.2.1.2 - (2.6.2.3.2 nebo 2.6.2.3.3 + 2.6.3.2.2)

**2.6.2.5.4** stanovení jednotlivých forem dusíku přímými metodami

Celkový N	N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	N-CN <sub>2</sub> <sup>2-</sup>	N-CO(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>
2.3.5 nebo 2.3.4	2.6.2.2.3	2.1.3 nebo 2.6.2.3.2	2.6.2.5	2.7.1 nebo 2.7.2

**2.6.2.5** Kyanamidový dusík srážením jako stříbrná sůl a stanovením dusíku ve sraženině podle Kjeldahlovy metody. Kyanamidový dusík se převede do roztoku zředěnou kyselinou octovou, pak se z amoniakálního prostředí vysráží jako stříbrná sůl a ve sraženině se stanoví dusík metodou podle Kjeldahlovy metody jako v bodu 2.3.1.**2.6.3** Stanovení různých forem dusíku vedle sebe v hnojivech s amonným, dusičnanovým a močovinným dusíkem v

různých podílech jediného roztoku vzorku:

### 2.6.3.1 Celkový dusík

**2.6.3.1.1** za nepřítomnosti dusičnanů přímým rozkladem podle Kjeldahlovy metody, metodou jako v bodu 2.3.1.

**2.6.3.1.2** za přítomnosti dusičnanů po rozkladu alikvotního podílu roztoku vzorku metodou podle Jodlbauera, podle bodu 2.3.4.

V obou případech se vzniklý amoniak stanoví destilační metodou podle bodu 2.1.1.

### 2.6.3.2 Dusičnanový dusík

**2.6.3.2.1** z rozdílu mezi 2.6.3.1.2 a sumou rozpustného amonného a močovinnového dusíku (2.6.3.3 + 2.6.3.4).

**2.6.3.2.2** přímé stanovení: Stanovení dusičnanového dusíku spektrofotometrickou metodou Dusičnany absorbují v UV oblasti spektra při vlnové délce 210 nm. Po redukci dusičnanů ve vyluhu na dusitany se provede druhé měření při vlnové délce 210 nm a z rozdílu naměřených hodnot se vypočítá obsah dusíku vyjádřený jako dusičnanový dusík (N-NO<sub>3</sub>).

### 2.6.3.3 Amonný dusík

**2.6.3.3.1** vytěsněním amoniaku za chladu ze slabě alkalického prostředí proháněním vzduchu. Amoniak se váže ve známém objemu odměrného roztoku kyseliny sírové a stanoví jako při destilační metodě v bodu 2.1.1.

**2.6.3.3.2** přímé stanovení: Stanovení amonného dusíku spektrofotometrickou metodou Dusík v amonné formě obsažený ve vzorku reaguje s chlornanem a salicylanem za vzniku modrého zbarvení (salicylátový analog indofenolu). Intenzita zbarvení se měří spektrofotometricky při vlnové délce 660 nm.

### 2.6.3.4 Močovinnový dusík

**2.6.3.4.1** přeměnou močoviny pomocí ureázy na amoniak, který se titruje odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové.

**2.6.3.4.2** Stanovení močovinnového (amidického) dusíku pomocí vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC)

Močovinnový dusík se stanoví v extraktu pomocí HPLC s detekcí při vlnové délce 195 nm.

**2.6.3.4.3** výpočtem z rozdílu podle tabulky

Případ	N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	N-CO(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>
1	nepřítomen	přítomen	(2.6.3.1.1) - (2.6.3.3.1 nebo 2.6.3.3.2)
2	přítomen	přítomen	(2.6.3.1.2) - (2.6.3.3 + 2.6.3.2.2)

## 2.7 Stanovení močovinnového (amidického) dusíku

### 2.7.1 Stanovení močovinnového (amidického) dusíku spektrofotometrickou metodou

Močovina reaguje v kyselém prostředí s 4-dimethylaminobenzaldehydem za vzniku žlutě zbarveného kondenzačního produktu, jehož absorbance se měří při vlnové délce 420 nm. Metoda je určena pro selektivní stanovení močovinnového (amidického) dusíku v jednoduchých i vícesložkových hnojivech. Nelze ji použít pro hnojiva obsahující nebo uvolňující látky, které rovněž tvoří barevné sloučeniny s 4-dimethylaminobenzaldehydem, jako např. kyanamid, thiomočovina, primární a sekundární aromatické aminy, hydrazin a deriváty s jednou volnou aminoskupinou, semikarbazidy.

### 2.7.2 Stanovení močovinnového (amidického) dusíku pomocí vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC)

Močovinnový dusík se stanoví ve vodném roztoku pomocí HPLC na reverzní fázi s použitím detekce při vlnové délce 200 nm.

## 2.8 Stanovení močovino-aldehydických kondenzátů

Poznámka: Močovino-aldehydické kondenzáty jsou dusíkaté látky obtížně rozpustné ve vodě. K jejich stanovení se využívá jejich různá rozpustnost ve studené a horké vodě. Voda je nahrazena tlumivými roztoky, které zabraňují hydrolytickému štěpení kondenzátů na močovinu a aldehyd a zároveň zajišťují stabilní podmínky rozpustnosti při vyluhování.

### 2.8.1 Stanovení celkových močovino-aldehydových kondenzátů odečtem jednotlivých forem dusíku od celkového dusíku

Celkový dusík	N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	N-CO(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>	Celkový dusík močovino-aldehydických kondenzátů (CMA)
2.3.5	2.6.2.3.3	2.1.3	2.7.2	2.3.5 - (2.6.2.3.3 + 2.1.3 + 2.7.2)

### 2.8.2 Stanovení dusíku močovino-aldehydických kondenzátů rozpustných ve studené vodě (RSV)

Vzorek se vyluhuje intenzivním mícháním po dobu 30 minut při teplotě 20 °C fosforečnanovým tlumivým roztokem pH = 7,5. Nerozpustný zbytek na filtru se promyje studenou vodou a rozloží se postupem podle bodu 2.3.1 a stanoví se postupem podle bodu 2.1.1. Výsledkem je hodnota močovino-aldehydického dusíku nerozpustného ve studené vodě (NSV).

Od celkového močovino-aldehydického dusíku (CMA) se odečte hodnota močovino-aldehydického dusíku nerozpustného ve studené vodě. Výsledkem rozdílu těchto dvou hodnot je obsah močovino-aldehydických kondenzátů, rozpustných ve studené vodě.

$$\text{RSV} = \text{CMA} - \text{NSV}$$

### 2.8.3 Stanovení dusíku močovino-aldehydických kondenzátů rozpustných v horké vodě (RHV)

Vzorek se vyluhuje na vroucí vodní lázni po dobu 30 minut fosforečnanovým tlumivým roztokem pH = 7,5. Nerozpustný zbytek na filtru se promyje horkou vodou a rozloží se postupem podle bodu 2.3.1 (stanovení celkového dusíku podle Kjeldahlovy metody s použitím katalyzátoru) a stanoví se postupem podle bodu 2.1.1. Výsledkem je hodnota močovino-aldehydického dusíku nerozpustného v horké vodě (NHV).

Od hodnoty močovino-aldehydického dusíku nerozpustného ve studené vodě (NSV) se odečte hodnota močovino-aldehydického dusíku nerozpustného v horké vodě (NHV).

Výsledkem rozdílu těchto dvou hodnot je obsah dusíku močovino-aldehydických kondenzátů, rozpustných v horké vodě.

$$\text{RHV} = \text{NSV} - \text{NHV}$$

### 2.8.4 Stanovení kondenzátů močoviny

#### 2.8.4.1 Stanovení oligomerů methylenmočoviny pomocí vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC)

Rozpustné oligomery methylenmočoviny (methylenmočovina, dimethylentrimočovina, trimethylentetramočovina) se stanoví po extrakci horkou vodou pomocí HPLC na reverzní fázi s použitím UV detekce při vlnové délce 195 nm.

#### 2.8.4.2 Stanovení isobutylidendočoviny a krotonylidendočoviny pomocí vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC)

Isobutylidendočovina a krotonylidendočovina se stanoví po extrakci ve vodném roztoku pomocí HPLC na reverzní fázi s použitím UV detekce při vlnové délce 200 nm.

## 3. Fosfor

### 3.1 Stanovení metod rozkladu a vyluhování fosforečnanů

#### 3.1.1 Stanovení rozkladu minerálními kyselinami

##### 3.1.1.1 Rozklad minerálními kyselinami

Vzorek se rozloží varem se směsí kyseliny sírové a dusičné a veškerá kyselina fosforečná se tak převede do roztoku. Metoda je určena pro rozklad vzorků přírodních fosfátů a hnojiv s obsahem fosforu, pokud neobsahují větší množství organických látek.

##### 3.1.1.2 Rozklad lučavkou královskou

Fosfor se vylouží vroucí směsí kyseliny dusičné a chlorovodíkové za definovaných podmínek.

#### 3.1.2 Stanovení vyluhování fosforečnanů rozpustných v kyselině mravenčí (2%)

Fosforečnany se ze vzorku vyluhují roztokem kyseliny mravenčí (2%). Při tom se vylouží fosforečnany především z rozpávaných zemitých surových fosfátů, zatímco "tvrdé" surové fosfáty se nevyluhují.

#### 3.1.3 Stanovení vyluhování fosforečnanů rozpustných v kyselině citrónové (2%)

Fosforečnany se ze vzorku vyluhují roztokem kyseliny citrónové (2%). Metoda je určena především pro hnojiva typu Thomasovy moučky nebo směsi, které ji obsahují.

#### 3.1.4 Stanovení vyluhování fosforečnanů rozpustných v neutrálním roztoku citronanu amonného

Fosforečnany se ze vzorku vyluhují za předepsaných podmínek při 65 °C neutrálním (pH = 7,0) roztokem citronanu amonného.

#### 3.1.5 Stanovení vyluhování fosforečnanů rozpustných v zásaditém roztoku citronanu amonného

##### 3.1.5.1 Vyluhování podle Petermanna při 65 °C

Fosforečnany se ze vzorku vyluhují při 65 °C zásaditým roztokem citronanu amonného podle Petermanna za přesně stanovených podmínek. Metodou se vyluhuje především dihydrát hydrogenufosforečnanu vápenatého ( $\text{CaHPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ).

##### 3.1.5.2 Vyluhování podle Petermanna při teplotě místnosti

Fosforečnany se ze vzorku vyluhují při cca 20 °C zásaditým roztokem citronanu amonného podle Petermanna za přesně



stanovených podmínek. Metoda je určena především pro termofosfáty resp. termicky zpracované fosfáty.

### 3.1.5.3 Vyluhování podle Joulieho

Fosforečnany se ze vzorku vyluhují při cca 20 °C zásaditým roztokem citronanu amonného předepsaného složení (příp. s obsahem 8 hydroxychinolinu k vázání nadbytku hořčíku) za přesně stanovených podmínek. Metoda je určena pro vyluhování fosforu vázaného ve formě fosforečnanu hlinitovápenatého.

### 3.1.6 Stanovení vyluhování fosforečnanů rozpustných ve vodě

Fosforečnany se ze vzorku vyluhují vodou při cca 20 °C za přesně stanovených podmínek. Metoda je určena pro jednosložková i vícenosložková hnojiva obsahující fosforečnany rozpustné ve vodě.

### 3.1.7 Stanovení rozkladu z popela kyselinou chlorovodíkovou

Metoda je určena především pro stanovení celkového fosforu v organominerálních a organických hnojivech (včetně statkových). Vzorek se spálí při 450 °C a popel se rozloží zředěnou kyselinou chlorovodíkovou.

## 3.2 Metody stanovení fosforečnanů ve výlužích

### 3.2.1 Vážkové stanovení jako fosfomolybdenan chinolinu

Metoda je použitelná pro všechny rozkladné roztoky a výluhy, získané podle bodu 3.1, obsahující fosfor ve formě jednoduchých fosforečnanů. Eventuálně přítomné polyfosforečnany se musí předem hydrolyzovat. Z roztoku okyseleného kyselinou dusičnou se činidlem, obsahujícím molybdenan sodný nebo amonný, kyselinou citrónovou, chinolin, kyselinu dusičnou a aceton, za předepsaných podmínek vysráží žlutý molybdátosfosforečnan chinolinia. Sraženina se odfiltruje skleněným filtračním kelímkem, promyje, suší při 250 °C a váží. Při dodržení všech podmínek obsahuje 3,207% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Stanovení neruší látky obvykle přítomné v roztoku, jako minerální a organické kyseliny, rozpustné křemičitany aj.

### 3.2.2 Spektrofotometrické stanovení jako molybdenová modř

Metoda je určena především pro stanovení nízkých obsahů fosforu v organických hnojivech popř. i v jiných produktech. Zbytek vzorku po spálení (popel) se za horka vylouží kyselinou chlorovodíkovou a filtrací se oddělí nerozpustný zbytek a kyselina křemičitá. Ve filtrátu se spektrofotometricky stanoví fosforečnan po převedení na molybdátosfosforečnan a redukci v něm vázaného molybdenu na molybdenovou modř metalem v siřičitanovém prostředí, jejíž absorbancess se měří. Metodu lze použít pro výluhy podle bodů 3.1.1.1, 3.1.1.2, 3.1.6 a 3.1.7.

### 3.2.3 Stanovení volné kyseliny fosforečné

Alikvotní podíl vodního výluhu hnojiva se titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného na indikátor dimethylovou žlutí do žlutého zbarvení. Zjištěná acidita se považuje za kyselinu fosforečnou titrovanou do prvního stupně a vyjadřuje se jako volná kyselina fosforečná. Ke zvýšení přesnosti se zbarvení titrovaného roztoku srovnává se zbarvením roztoku dihydrogenfosforečnanu sodného se stejným množstvím indikátoru. Metoda je určena pro stanovení volné kyseliny fosforečné v superfosfátech.

### 3.2.4 Stanovení metodou optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP PES).

Zmlžený vzorek je proudem argonu veden do plazmatu, kde vlivem vysoké teploty dochází k excitaci elektronů přítomných atomů do vyšších energetických hladin. Při návratu do původních hladin elektrony emitují světlo o přesně definované vlnové délce, to je vedeno přes monochromátor na detektor, kde je intenzita záření převedena na elektrický signál a provedeno vyhodnocení pro jednotlivé vlnové délky, charakteristické pro měřené prvky. Metodu lze použít pro všechny typy výluhů.

## 4. Draslík

### 4.1 Stanovení metod vyluhování draslíku

#### 4.1.1 Stanovení vyluhování draslíku rozpustného v kyselinách

##### 4.1.1.1 Draslík se ze vzorku vyluhuje varem se zředěnou kyselinou chlorovodíkovou 30 minut.

V čirém roztoku se stanoví draslík. Metoda je určena jednak pro minerální tuhá hnojiva s draslíkem uvolnitelným minerálními kyselinami, jednak pro různé pomocné látky převážně anorganického charakteru.

##### 4.1.1.2 Rozklad lučavkou královskou

Draslík se vylouží vroucí směsí kyseliny dusičné a chlorovodíkové za definovaných podmínek.

##### 4.1.1.3 Rozklad z popela kyselinou chlorovodíkovou

Metoda je určena především pro stanovení celkového draslíku v organominerálních a organických hnojivech (včetně statkových). Vzorek se spálí při 450 °C a popel se rozloží zředěnou kyselinou chlorovodíkovou.

#### 4.1.2 Stanovení vyluhování draslíku rozpustného ve vodě

Vodorozpustný draslík se uvede do roztoku varem vzorku s destilovanou vodou 30 minut.

V čirém roztoku se stanoví draslík. Metoda je určena pro minerální tuhá, roztoková a suspenzní hnojiva.

## 4.2 Metody stanovení draslíku ve vyluzích

### 4.2.1 Vážkové stanovení jako tetrafenylboritan draselný

Z alikvotního podílu zkušebního roztoku se předem odstraní rušivý vliv příp. přítomného kyanamidu oxidací bromovou vodou, organických látek aktivním uhlím, nadbytku amonných solí vytěsněním amoniaku varem zalkalizovaného roztoku, vázáním rušivých kationtů dihydrátem disodné soli kyseliny ethylendiamintetraoctové a zbytku amonných iontů formaldehydem. Pak se draslík za tepla ze slabě zásaditého prostředí sráží roztokem tetrafenylboritanu sodného a sraženina se po ochlazení odfiltruje skleněným filtračním kelímkem, promyje, suší při 120°C a váží. Metoda je vhodná pravšechny vyluhy hnojiv, pokud neobsahují nadměrné množství organických látek, neodstranitelných aktivním uhlím.

### 4.2.2 Stanovení metodou atomové absorpční spektrometrie

Aerosol vzorku je rozprašován do plamene acetylen-vzduch, roztok se odpařuje a dochází k tepelné disociaci sloučenin a excitaci atomů. Vznikající emisní záření se pomocí optiky usměřňuje přes monochromátor na detektor. Signál je registrován a vyhodnocen.

Metodu lze použít i pro vyluhy podle bodů 4.1.1.1, 4.1.1.2, 4.1.1.3 a 4.1.2.

### 4.2.3 Stanovení metodou optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP PES) jako v bodu 3.2.4.

Metodu lze použít i pro vyluhy podle bodů 4.1.1.1, 4.1.1.2, 4.1.1.3 a 4.1.2.

## 5. Vápník a hořčík

### 5.1 Stanovení metod rozkladu a vyluhování vápníku a hořčíku

#### 5.1.1 Stanovení rozkladu kyselinami

##### 5.1.1.1. Extrakce celkového vápníku a hořčíku s odstraněním křemičitanů a seskvioxidů

Vzorek se rozloží odpařením se zředěnou (1 + 1) kyselinou chlorovodíkovou k suchu a případnou oxidací organických látek několika kapkami kyseliny dusičné a nerozpustný zbytek s vyloučenou kyselinou křemičitou se odfiltrují. Ve filtrátu se po oddělení seskvioxidů stanoví vápník a hořčík komplexometrickou titračně jednak na fluorexon (calcein), jednak na eriochromovou čerň T. Metoda je určena pro materiály vyrobené mletím přírodních hmot (vápence, dolomity) nebo jejich termickým zpracováním (vápna všech typů) popř. i jiné hmoty s převládající uhličitanovou nebo oxidovou resp. hydroxidovou vazbou vápníku a hořčíku a dále se silikátovou vazbou typu hutnických strusek.

##### 5.1.1.2 Vyluhování celkového vápníku a hořčíku kyselinou chlorovodíkovou

Navážka vzorku se 30 minut vaří se zředěnou (1 + 1) kyselinou chlorovodíkovou. Po zředění, ochlazení a doplnění po značku se roztok filtruje. Čirý filtrát se použije ke stanovení. Metoda je určena pro vzorky obsahující vápník především ve formě síranů v různém stupni hydratace. Navážka se řídí podle obsahu vápníku a síranů ve vzorku.

##### 5.1.1.3 Rozklad lučavkou královskou

Vápník a hořčík se vylouží vroucí směsí kyseliny dusičné a chlorovodíkové za definovaných podmínek.

##### 5.1.2 Stanovení vyluhování vápníku nebo hořčíku rozpustného ve vodě

Navážka vzorku se 30 minut vaří s destilovanou vodou. Po zředění, ochlazení a doplnění po značku se roztok filtruje. Čirý filtrát se použije ke stanovení. Metoda je určena pro hnojiva, u kterých je v tabulce typových hnojiv předepsán obsah vápníku nebo hořčíku ve vodorozpustné formě. Navážka se řídí podle obsahu vápníku a síranů.

## 5.2 Metody stanovení vápníku a hořčíku ve vyluzích

### 5.2.1 Komplexometrické stanovení vápníku a hořčíku

Alikvotní podíly roztoků získaných metodami podle bodů 5.1.1.1, 5.1.1.2 nebo 5.1.2 se titrují odměrným roztokem disodné soli kyseliny ethylendiamintetraoctové jednak na indikátor fluorexon (calcein) v silně alkalickém prostředí pH > 12 (samotný vápník), jednak při pH 10,5 ± 0,1 na indikátor eriochromčerň T (suma vápníku a hořčíku). Odečtením obou spotřeb se zjistí spotřeba odměrného roztoku EDTA na hořčík. Interference způsobená přítomnými ionty kovů se odstraní přidávkem kyanidu draselného.

### 5.2.2 Stanovení vápníku nebo hořčíku metodou atomové absorpční spektrometrie

Aerosol vzorku je rozprašován do plamene acetylen-vzduch, roztok se odpařuje a rozruší se chemické vazby přítomných sloučenin. Podmínky atomizace jsou voleny tak, aby co největší část měřených atomů (Me) zůstala v neutrálním stavu a nevznikaly nabitě částice (Me+). Plamenem prochází paprsek světla ze speciální výbojky, jehož fotony se při setkání s atomy analyzovaného prvku absorbují a atom prvku přechází do vybuzeného stavu. Dochází tak k úbytku intenzity procházejícího světla, který je dán Lambert-Beerovým zákonem. Měří se absorbance A.

Vápník nebo hořčík se stanoví ve vyluzích podle bodů 5.1.1.1, 5.1.1.2, 5.1.1.3 a 5.1.2. Měří se vzorek vhodně naředěný do rozsahu kalibrační křivky obsahující přídavek La.

### 5.2.3 Stanovení vápníku manganometricky po vyloučení jako šťavelan

Z alikvotního podílu vyluhu se vápník vysráží jako šťavelan vápenatý. Ten se po odfiltrování skleněným filtračním

kelímkem a promytí rozpustí ve zředěné kyselině sírové a uvolněná kyselina šťavelová se titruje odměrným roztokem manganistanu draselného.

**5.2.4 Stanovení vápníku nebo hořčíku-metodou optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP OES) jako v bodu 3.2.4.**

Vápník a hořčík se stanoví ve vyluzích podle bodů 5.1.1.1, 5.1.1.2, 5.1.1.3 a 5.1.2.

## 6. Sodík

### 6.1 Stanovení metod vyluhování sodíku

#### 6.1.1 Stanovení vyluhování celkového sodíku

##### 6.1.1.1 Vyluhování kyselinou chlorovodíkovou

Sodík se ze vzorku vyluhuje varem se zředěnou kyselinou chlorovodíkovou stejným způsobem, jako při metodě podle bodu 5.1.1.2. Čirý filtrát se použije ke stanovení sodíku.

##### 6.1.1.2 Rozklad lučavkou královskou

Sodík se vylouží vroucí směsí kyseliny dusičné a chlorovodíkové za definovaných podmínek.

#### 6.1.2 Stanovení vyluhování sodíku rozpustného ve vodě

Sodík se ze vzorku vyluhuje varem s destilovanou vodou stejným způsobem, jako při metodě v bodu 5.1.3. Čirý filtrát se použije ke stanovení sodíku.

## 6.2 Metody stanovení sodíku ve vyluzích

### 6.2.1 Stanovení sodíku metodou atomové absorpční spektrometrie

Aerosol vzorku je rozprašován do plamene acetylen-vzduch, roztok se odpařuje a dochází k tepelné disociaci sloučenin a excitaci atomů. Vznikající emisní záření se pomocí optiky usměřňuje přes monochromátor na detektor. Signál je registrován a vyhodnocen. Metodu lze použít pro vyluky podle bodů 6.1.1.1, 6.1.1.2 nebo 6.1.2.

### 6.2.2 Stanovení metodou optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP PES) jako v bodu 3.2.4.

Metodu lze použít pro vyluky podle bodů 6.1.1.1, 6.1.1.2 nebo 6.1.2.

## 7. Síra

### 7.1 Stanovení metod vyluhování síry v různých formách

#### 7.1.1 Stanovení vyluhování celkové síranové síry

Sírany se ze vzorku vyluhují 30 minut varem se zředěnou (1 + 1) kyselinou chlorovodíkovou. V alikvotním podílu čirého filtrátu se stanoví sírany. Navážka vzorku se řídí podle obsahu síranů a vápníku.

#### 7.1.2 Stanovení vyluhování různých forem celkové síry

Metoda je určena pro hnojiva obsahující síru ve formě elementární, thiosíranové, siřičitanové popř. síranové. Varem vzorku s roztokem hydroxidu sodného se v silně alkalickém prostředí elementární síra převede na polysulfidickou a thiosíranovou, která se s případně přítomným siřičitanem v následujícím kroku zoxiduje peroxidem vodíku na síran. V celém čirém filtrátu nebo v alikvotním podílu se stanoví sírany.

#### 7.1.3 Stanovení vyluhování vodorozpustné síranové síry za tepla

Vodorozpustné sírany se ze vzorku 30 minut vyluhují varem s destilovanou vodou. Po zředění, ochlazení a doplnění po značku se roztok filtruje a v alikvotním podílu filtrátu se stanoví sírany.

#### 7.1.4 Stanovení vyluhování vodorozpustné síry vytřepáním

Metoda je určena pro hnojiva obsahující vodorozpustnou síru ve formě thiosíranu, siřičitanu popř. síranu. Vzorek se za chladu třepe 30 minut s destilovanou vodou. V alikvotním podílu čirého filtrátu se po alkalizaci za varu peroxidem vodíku zoxiduje thiosíran a siřičitan na síran, který se po okyselení spolu s původně přítomným síranem stanoví.

#### 7.1.5 Stanovení vyluhování celkové síry v různých formách kromě elementární

Síra se vylouží vroucí směsí kyseliny dusičné a chlorovodíkové za definovaných podmínek.

## 7.2 Metody stanovení síry

### 7.2.1 Vážkové stanovení síry jako síranů ve vyluzích

Ve vyluzích získaných metodami podle bodů 7.1.1, 7.1.2, 7.1.3 a 7.1.4 se buď v celém objemu, nebo v alikvotním podílu v kyselém prostředí chloridem barnatým sráží síran barnatý, který se odfiltruje, žihá a váží.

### 7.2.2 Stanovení elementární síry

Elementární síra se ze vzorku extrahuje v Soxhletově extraktoru sirouhlíkem. Extrahovaná síra se stanoví vážením. Podle potřeby se kontroluje čistota získané a vážené síry sublimací a vážením zbytku.

### 7.2.3 Stanovení celkové síry podle Dumase (elementární analýzou)

Vzorky se spalují v proudu kyslíku při vysoké teplotě. Ze vzniklé směsi plynů se dusík, uhlík a síra separují a katalyticky se převedou na formy  $N_2$ ,  $CO_2$  a  $SO_2$ , které se vhodným způsobem detekují.

### 7.2.4 Stanovení celkové síry metodou optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP PES) jako v bodu 3.2.4.

Obsah síry se stanoví metodou optické emisní spektrometrie v extraktech podle bodů 7.1.1, 7.1.2, 7.1.3, 7.1.4 a 7.1.5.

## 8. Chlor

### 8.1 Stanovení chloridů za nepřítomnosti organických látek

Chloridy vyloužené ze vzorků vodou se stanoví podle Volharda, případně podle Mohra. Chloridy se vysrážejí odměrným roztokem dusičnanu stříbrného v kyselém prostředí.

## 9. Stopové prvky

### 9.1 Stanovení stopových prvků při obsahu menším než 10 %

#### 9.1.1 Stanovení vyluhováním:

##### 9.1.1.1 Vyluhování celkového obsahu stopových prvků

Stopové prvky se ze vzorku vylouží vroucí zředěnou kyselinou chlorovodíkovou nebo lučavkou královskou za definovaných podmínek.

##### 9.1.1.2 Vyluhování vodorozpustných forem stopových prvků.

Stopové prvky se ze vzorku vylouží vodou cca 20 °C teplou za přesně stanovených podmínek.

##### 9.1.1.3 Odstranění organických sloučenin z výluhů

Postup se používá pouze pro výluh pomocí kyseliny chlorovodíkové, pro vodný výluh, ale pro výluh lučavkou královskou není nutný. Organické sloučeniny se v poměrné části oxidují peroxidem vodíku.

#### 9.1.2 Stanovení stopových prvků ve výluzech:

##### 9.1.2.1 Stanovení manganu, mědi, kobaltu, zinku, železa, metodou atomové absorpční spektrometrie

Aerosol vzorku je rozprašován do plamene acetylen-vzduch, roztok se odpařuje a rozruší se chemické vazby přítomných sloučenin. Plamenem prochází paprsek světla ze speciální výbojky, jehož fotony se při setkání s atomy analyzovaného prvku absorbují a atom prvku přechází do vybuzeného stavu. Dochází tak k úbytku intenzity procházejícího světla, který je dán Lambert-Beerovým zákonem. Měří se absorbance  $A$ .

##### 9.1.2.2 Stanovení manganu, mědi, kobaltu, zinku, železa, boru a molybdenu metodou ICP OES

Stopové prvky se stanoví metodou optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP OES) jako v bodu 3.2.4.

### 9.2 Stanovení stopových prvků při obsahu 10 % a více

#### 9.2.1 Stanovení vyluhováním

##### 9.2.1.1 Vyluhování celkového obsahu stopových prvků

Stopové prvky se ze vzorku vylouží vroucí zředěnou kyselinou chlorovodíkovou nebo lučavkou královskou za definovaných podmínek.

##### 9.2.1.2 Vyluhování vodorozpustných forem stopových prvků

Stopové prvky se ze vzorku vylouží vodou cca 20 °C teplou za přesně stanovených podmínek.

##### 9.2.1.3 Odstranění organických sloučenin z výluhů

Postup se používá pouze pro výluh pomocí kyseliny chlorovodíkové, pro vodný výluh, ale pro výluh lučavkou královskou není nutný. Organické sloučeniny se v poměrné části vylouhu oxidují peroxidem vodíku.

#### 9.2.2 Stanovení stopových prvků ve výluzech:

##### 9.2.2.1 Stanovení kobaltu, mědi, manganu, zinku a železa metodou atomové absorpční spektrometrie

Výluhy se po případném omezení rušivých vlivů zředí tak, aby koncentrace stanovovaného prvku ležela v optimální měřicí oblasti spektrometru při příslušné vlnové délce za dodržení všech postupů v návodu dodaném výrobcem daného přístroje.

##### 9.2.2.2 Stanovení bóru acidimetrickou titrací

Velmi slabá kyselina boritá tvoří s D-manitem (stejně jako s ostatními organickými látkami s větším obsahem OH skupin) silnější manitoboritou kyselinu, kterou lze titrovat odměrným roztokem hydroxidu sodného do pH = 6,3.

### 9.2.2.3 Stanovení kobaltu vážkovou metodou

Kobalt (III) dává s 1-nitroso-2-naftolem červenou sraženinu  $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ . Kobalt se sráží v prostředí kyseliny octové roztokem 1-nitroso-2-naftolu. Sraženina se po filtraci a promytí, suší do konstantní hmotnosti a váží jako  $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ .

### 9.2.2.4 Stanovení mědi titrační metodou

Měďnatý iont se ve slabě kyselém prostředí redukuje jodidem draselným na měďný. Vyloučený jod se titruje odměrným roztokem thiosíranu sodného v přítomnosti škrobu jako indikátoru.

### 9.2.2.5 Stanovení manganu titrační metodou

Chloridové ionty přítomné ve výluhu se odstraní varem s kyselinou sírovou. Mangan se oxiduje bismutičnanem v prostředí kyseliny dusičné. Vzniklý manganistan se redukuje roztokem síranu železnatého. Jeho přebytek se titruje odměrným roztokem manganistanu draselného.

### 9.2.2.6 Stanovení molybdenu vážnou metodou

8-hydroxychinolin (oxin) poskytuje s molybdenem ve slabě kyselém prostředí za přítomnosti EDTA sraženinu. Vyloučená žlutá sraženina se odfiltruje, promyje a vysuší do konstantní hmotnosti jako  $\text{MoO}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_2$ .

### 9.2.2.7 Stanovení manganu, mědi, kobaltu, zinku, železa, boru a molybdenu metodou ICP

Stopové prvky se stanoví metodou optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP OES) jako v bodu 3.2.4.

## 10. Rizikové prvky

### 10.1 Stanovení rizikových prvků v anorganických hnojivech a surovinách pro jejich výrobu

#### 10.1.1 Stanovení vyluhování celkového obsahu rizikových prvků

Rizikové prvky se vylouží vroucí směsí kyseliny dusičné a chlorovodíkové za definovaných podmínek. V odůvodněných případech lze použít i tzv. obrácenou (Lefortovu lučavku).

Je-li splněna podmínka homogenity, lze použít i mikrovlnný rozklad.

#### 10.1.2 Stanovení rizikových prvků ve výluzích:

##### 10.1.2.1 Stanovení arsenu, chromu, kadmia a olova metodou atomové absorpční spektrometrie (s plamenovou nebo elektrotermickou atomizací)

Atomizovaným vzorkem prochází paprsek světla ze speciální výbojky, jehož fotony se při setkání s atomy analyzovaného prvku absorbují a atom prvku přechází do vybuzeného stavu. Dochází tak k úbytku intenzity procházejícího světla, který je dán Lambert-Beerovým zákonem. Měří se absorbance  $A$ .

##### 10.1.2.2 Stanovení arsenu metodou atomové absorpční spektrometrie (generováním hydridů)

Ve výluhu vzorku se arsen redukuje jodidem draselným na As (III). Vyloučený jodid se odstraní přidáním kyseliny askorbové. V aparatuře na kontinuální generování hydridů se arsenovodík vzniklý reakcí s tetrahydridoboritanem sodným vede proudem inertního plynu do rozkladné trubice, kde dochází k pyrolytické atomizaci.

##### 10.1.2.3 Stanovení rtuti metodou atomové absorpční spektrometrie

Ke stanovení se použije jednoúčelový analyzátor typu (TMA, AMA), ve kterém se vzorek rozkládá pyrolýzou v proudu kyslíku. Rtuť se zachytí na amalgamátoru. Rtuť se z amalgamátoru vytěsňuje zahřátím a měří se její absorbance.

##### 10.1.2.4 Stanovení rizikových prvků metodou ICP OES

Rizikové prvky se stanoví metodou optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP OES) jako v bodu 3.2.4.

### 10.2 Stanovení rizikových prvků v organických hnojivech a surovinách pro jejich výrobu

#### 10.2.1 Stanovení vyluhování celkového obsahu rizikových prvků

Rizikové prvky se vylouží vroucí směsí kyseliny dusičné a chlorovodíkové za přesně stanovených podmínek. V odůvodněných případech lze použít i obrácenou (Lefortovu lučavku). Je-li splněna podmínka homogenity, lze použít i mikrovlnný rozklad.

#### 10.2.2 Stanovení rizikových prvků ve výluzích:

##### 10.2.2.1 Stanovení arsenu, chromu, kadmia, mědi, molybdenu, niklu, olova a zinku metodou atomové absorpční spektrometrie (s plamenovou nebo elektrotermickou atomizací)

Prvky se stanoví jako v bodu 10.1.2.1.

##### 10.2.2.2 Stanovení arsenu metodou atomové absorpční spektrometrie (generováním hydridů)

Arsen se stanoví jako v bodu 10.1.2.2.

#### 10.2.2.3 Stanovení rtuti metodou absorpční spektrometrie

Rtuť se stanoví jako v bodu 10.1.2.3.

#### 10.2.2.4 Stanovení rizikových prvků metodou ICP

Rizikové prvky se stanoví jako v bodu 10.1.2.4.

#### 11. Stanovení volné kyseliny sírové

Alikvotní podíl vodního výluhu hnojiva se titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného na směsný indikátor. Zjištěná acidita se považuje za kyselinu sírovou.

#### 12. Stanovení spalitelných látek

Organický podíl ve vzorku (spalitelné látky) se zjišťuje z hmotnostního úbytku (po předběžném vysušení vzorku při 105 °C) po spálení vzorku při 450 °C do konstantní hmotnosti.

#### 13. Stanovení vlhkosti

Obsah vlhkosti se stanoví vázkově jako hmotnostní úbytek po vysušení vzorku za předepsané teploty a času. Obsah vlhkosti je možné stanovit i pomocí titrace podle Karl Fischera.

#### 14. Stanovení hodnoty pH

Hodnota pH se zjistí změřením výluhu nebo suspence daného vzorku na pH metru s obvyklou kombinací elektrod při použití dvou tlumivých roztoků při daných podmínkách měření předepsaným způsobem.

#### 15. Stanovení vodivosti

Vodivost vodního výluhu vzorku se měří konduktometrem s příslušnou elektrodou při daných podmínkách měření (teplotě) způsobem předepsaným pro daný typ hnojiva.

#### 16. Stanovení velikosti částic

Vzorek se umístí na zkušební síto s udanou jmenovitou velikostí otvorů a třesením, poklepáváním (za sucha) nebo promýváním (za mokra) se dělí na podsitný a nadsitný podíl při předepsaných podmínkách. Vážením jednotlivých frakcí se zjistí jejich procentuální zastoupení.

#### 17. Stanovení kyseliny močové

Vzorek se extrahuje roztokem  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  a jako mobilní fáze se používá acetonitril s pufrům z octanu amonného a kyseliny octové. Měření probíhá na amidové koloně za izokratických podmínek s UV detekcí.

#### 18. Stanovení celkového uhlíku podle Dumase (elementární analýzou)

Vzorky se spalují v proudu kyslíku při vysoké teplotě. Ze vzniklé směsi plynů se dusík, uhlík a síra separují a katalyticky se převedou na formy  $\text{N}_2$ ,  $\text{CO}_2$  a  $\text{SO}_2$ , které se vhodným způsobem detekují.

---

#### Poznámky pod čarou

<sup>1)</sup> § 2 odst. 1 písm. a) zákona č. 634/1992 Sb., o ochraně spotřebitele, ve znění pozdějších předpisů.

---

#### Souvislosti

##### Provádí předpis

[156/1998 Sb.](#)      Zákon o hnojivech

##### Ruší

[475/2000 Sb.](#)      Vyhláška Ministerstva zemědělství, kterou se mění vyhláška Ministerstva zemědělství č. 273/1998 Sb., o odběrech a chemických rozborech vzorků hnojiv

[273/1998 Sb.](#)      Vyhláška o odběrech a chemických rozborech vzorků hnojiv

##### Je odkazován z

[309/2021 Sb.](#)      Vyhláška o odběrech a chemických a biologických rozborech vzorků hnojiv

**Odkazuje na**

- [309/2021 Sb.](#) Vyhláška o odběrech a chemických a biologických rozborech vzorků hnojiv
- [475/2000 Sb.](#) Vyhláška Ministerstva zemědělství, kterou se mění vyhláška Ministerstva zemědělství č. 273/1998 Sb., o odběrech a chemických rozborech vzorků hnojiv
- [273/1998 Sb.](#) Vyhláška o odběrech a chemických rozborech vzorků hnojiv
- [156/1998 Sb.](#) Zákon o hnojivech
- [634/1992 Sb.](#) Zákon o ochraně spotřebitele

---

**Verze**

č.	Znění od - do	Novely	Poznámka
1.	<a href="#">01.10.2021</a>		Aktuální znění (exportováno 05.05.2022 14:42)
0.	<a href="#">27.08.2021</a>		Vyhlášené znění