

1229

ROZPORZĄDZENIE MINISTRA GOSPODARKI¹⁾

z dnia 8 września 2010 r.

w sprawie sposobu pakowania nawozów mineralnych, umieszczania informacji o składnikach nawozowych na tych opakowaniach, sposobu badania nawozów mineralnych oraz typów wapna nawozowego²⁾

Na podstawie art. 12 ustawy z dnia 10 lipca 2007 r. o nawozach i nawożeniu (Dz. U. Nr 147, poz. 1033) zarządza się, co następuje:

§ 1. 1. Rozporządzenie określa:

- 1) szczegółowy sposób umieszczania informacji umożliwiającej identyfikację nawozów, o której mowa w art. 9 ust. 2 pkt 1 ustawy z dnia 10 lipca 2007 r. o nawozach i nawożeniu, zwanej dalej „ustawą”;
- 2) sposób pakowania nawozów;
- 3) dopuszczalne tolerancje zawartości składników nawozowych;
- 4) sposób pobierania próbek i metody badań nawozów mineralnych w celu kontroli ich jakości;
- 5) typy wapna nawozowego oraz szczegółowe wymagania jakościowe dla tych typów.

2. Rozporządzenie nie dotyczy nawozów, o których mowa w art. 2 ust. 1 pkt 2 ustawy.

§ 2. 1. W informacji umożliwiającej identyfikację nawozów, o której mowa w art. 9 ust. 2 pkt 1 ustawy, zawartej na opakowaniu lub etykiecie, a w przypadkach nawozów luzem zawartej w dokumentach, w które się je zaopatruje, zapewnia się umieszczanie danych o deklarowanych składnikach i mikroskładnikach nawozowych.

2. Informacja wskazująca dane o deklarowanej zawartości podstawowych i drugorzędnych składników nawozowych powinna być podawana jako procent masowy wyrażony liczbą całkowitą lub, w razie potrzeby, o ile pozwala na to dokładność metody analitycznej, dane te powinny być podane z dokładnością do pierwszego miejsca po przecinku.

¹⁾ Minister Gospodarki kieruje działem administracji rządowej — gospodarka, na podstawie § 1 ust. 2 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 16 listopada 2007 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Gospodarki (Dz. U. Nr 216, poz. 1593).

²⁾ Niniejsze rozporządzenie zostało notyfikowane Komisji Europejskiej w dniu 19 kwietnia 2010 r. pod numerem 2010/0231/PL, zgodnie z § 4 rozporządzenia Rady Ministrów z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie sposobu funkcjonowania krajowego systemu notyfikacji norm i aktów prawnych (Dz. U. Nr 239, poz. 2039 oraz z 2004 r. Nr 65, poz. 597), które wdraża dyrektywę 98/34/WE z dnia 22 czerwca 1998 r. ustanawiającą procedurę udzielania informacji w zakresie norm i przepisów technicznych (Dz. Urz. WE L 204 z 21.07.1998, z późn. zm.; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 20, str. 337, z późn. zm.).

3. W przypadku nawozów zawierających mikroskładniki nawozowe dane o deklarowanej zawartości mikroskładników nawozowych powinny być wyrażone w procentach zgodnie z minimalną zawartością mikroskładników nawozowych w nawozach mineralnych, która została określona w załączniku nr 1 do rozporządzenia. Dopuszcza się podawanie zawartości całkowitej lub rozpuszczalnej mikroskładników nawozowych w mg/kg lub mg/l.

4. W nawozach mineralnych:

- 1) zawartość azotu, fosforu, potasu, wapnia, magnezu, sodu i siarki powinna być wyrażona w formie pierwiastka: azotu (N), fosforu (P), potasu (K), wapnia (Ca), magnezu (Mg), sodu (Na), siarki (S) lub (z wyjątkiem azotu) w formie tlenku: pięciotlenku fosforu (P_2O_5), tlenku potasu (K_2O), tlenku wapnia (CaO), tlenku magnezu (MgO), tlenku sodu (Na_2O), trójtlenku siarki (SO_3) lub w obu wymienionych formach;

- 2) przy przeliczaniu zawartości wyrażonej w formie tlenkowej na formę pierwiastkową stosuje się następujące współczynniki przeliczeniowe:

- a) fosfor (P) = pięciotlenek fosforu (P_2O_5) x 0,436,
- b) potas (K) = tlenek potasu (K_2O) x 0,830,
- c) wapń (Ca) = tlenek wapnia (CaO) x 0,715,
- d) magnez (Mg) = tlenek magnezu (MgO) x 0,603,
- e) sód (Na) = tlenek sodu (Na_2O) x 0,742,
- f) siarka (S) = trójtlenek siarki (SO_3) x 0,400;

- 3) zawartość mikroskładników nawozowych powinna być wyrażona wyłącznie w formie pierwiastków: boru (B), kobaltu (Co), miedzi (Cu), żelaza (Fe), manganu (Mn), molibdenu (Mo), cynku (Zn).

5. Przy określaniu danych dotyczących zawartości form składników nawozowych i wartości oznaczeń ich rozpuszczalności w odpowiednich roztworach lub w wodzie stosuje się przepisy ust. 4.

§ 3. 1. Informacja o składnikach podstawowych, drugorzędnych i mikroskładnikach nawozowych powinna zawierać pełne nazwy pierwiastków i odpowiadające im symbole chemiczne.

2. Jeżeli nawóz jest wieloskładnikowy, to kolejność poszczególnych składników przy deklarowaniu ich zawartości powinna być następująca:

- 1) azot (N);
- 2) fosfor (P) lub wyrażony jako pięciotlenek fosforu (P_2O_5);

- 3) potas (K) lub wyrażony jako tlenek potasu (K_2O);
- 4) wapń (Ca) lub wyrażony jako tlenek wapnia (CaO);
- 5) magnez (Mg) lub wyrażony jako tlenek magnezu (MgO);
- 6) sód (Na) lub wyrażony jako tlenek sodu (Na_2O);
- 7) siarka (S) lub wyrażona jako trójtlenek siarki (SO_3).

3. Zawarte w nawozie i możliwe do zadeklarowania mikroskładniki nawozowe wymienia się w kolejności alfabetycznej ich symboli chemicznych.

§ 4. 1. W nawozach mineralnych zawierających podstawowe składniki nawozowe z dodatkiem składników drugorzędnych zawartość wapnia (Ca), magnezu (Mg), sodu (Na), siarki (S) powinna być deklarowana, jeżeli wynosi co najmniej:

- 1) 1,0 % tlenku wapnia (CaO), to jest 0,7 % wapnia (Ca);
- 2) 1,0 % tlenku magnezu (MgO), to jest 0,6 % magnezu (Mg);
- 3) 1,5 % tlenku sodu (Na_2O), to jest 1,1 % sodu (Na);
- 4) 2,5 % trójtlenku siarki (SO_3), to jest 1,0 % siarki (S).

2. Deklarację zawartości wapnia (Ca) w nawozach sporządza się tylko wówczas, gdy jest on rozpuszczalny w wodzie.

3. Zawartość jednego lub więcej spośród następujących mikroskładników nawozowych: boru (B), kobaltu (Co), miedzi (Cu), żelaza (Fe), manganu (Mn), molibdenu (Mo), cynku (Zn) powinna być deklarowana, jeżeli mikroskładniki nawozowe są dodane i występują co najmniej w ilościach określonych w załączniku nr 1 do rozporządzenia.

4. W nawozach mineralnych wprowadzonych do obrotu mogą być deklarowane inne mineralne składniki nawozowe, niewymienione w ust. 1.

§ 5. W nawozach mineralnych zawartość magnezu (Mg), sodu (Na), siarki (S) oraz mikroskładników nawozowych powinna być deklarowana jako:

- 1) zawartość składnika rozpuszczalnego w wodzie, jeżeli składnik ten jest całkowicie rozpuszczalny;
- 2) całkowita zawartość składnika i zawartość składnika rozpuszczalnego w wodzie dla magnezu, sodu i siarki, gdy zawartość składnika rozpuszczalnego w wodzie stanowi co najmniej jedną czwartą zawartości całkowitej;
- 3) całkowita zawartość składnika i zawartość składnika rozpuszczalnego w wodzie dla mikroskładników nawozowych, gdy zawartość składnika rozpuszczalnego w wodzie stanowi co najmniej połowę zawartości całkowitej;
- 4) całkowita zawartość składnika, w przypadku gdy zawartość składników nawozowych nie spełnia wymagań określonych w pkt 1, 2 lub 3.

§ 6. 1. Nawozy powinny być pakowane w sposób umożliwiający:

- 1) zabezpieczanie ich przed niekorzystnymi wpływami otoczenia powodującymi zmiany jakościowe i ilościowe;
- 2) zapobieganie zagrożeniu dla zdrowia ludzi, zwierząt i środowiska, które może powstać w związku z obrotem, przewozem i przechowywaniem nawozów;
- 3) zabezpieczanie opakowania przed możliwością otwarcia i odlania bądź odsypania nawozu bez zostawienia wyraźnych śladów;
- 4) zabezpieczanie opakowania przed możliwością uszkodzenia, usunięcia lub zamiany etykiet, jeżeli są one dołączone do opakowania.

2. Opakowanie nawozu powinno być dobierane w zależności od własności fizykochemicznych nawozu; dopuszcza się używanie worków wentylowych.

3. Opakowanie nawozu powinno być zamknięte w taki sposób, aby jego otwarcie spowodowało uszkodzenie zamknięcia lub kontrolki zamknięcia, lub samego opakowania.

§ 7. 1. Do pobierania próbek oraz badań nawozów mineralnych stosuje się metody określone w załącznikach III i IV do rozporządzenia (WE) nr 2003/2003 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 13 października 2003 r. w sprawie nawozów (Dz. Urz. WE L 304 z 21.11.2003, str. 1—194, z późn. zm.; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 13, t. 32 str. 467—660, z późn. zm.), zwanego dalej „rozporządzeniem nr 2003/2003”.

2. Z pobrania próbek nawozu do badań sporządza się protokół na formularzu określonym w załączniku nr 2 do rozporządzenia.

§ 8. Do badania zawartości fosforu rozpuszczalnego w obojętnym roztworze cytrynianu amonu i w wodzie stosuje się:

- 1) załącznik I rozporządzenia nr 2003/2003 w części A. 2. Nawozy fosforowe w zakresie stosowania metody i wielkości naważki do ekstrakcji;
- 2) załącznik IV rozporządzenia nr 2003/2003 w zakresie:
 - a) metody 1 dotyczącej przygotowania próbki do badań,
 - b) metody 3.2. dotyczącej oznaczania wyekstrahowanego fosforu;
- 3) normę PN-C-87015:1988 Nawozy sztuczne. Metody badań zawartości fosforanów (rozdz. 6 Metoda ekstrakcji dwuetapowej).

§ 9. Metody badań zawartości zanieczyszczeń w nawozach mineralnych określa załącznik nr 3 do rozporządzenia.

§ 10. Metody badań właściwości fizycznych nawozów mineralnych określa załącznik nr 4 do rozporządzenia.

§ 11. 1. W stosunku do deklarowanej zawartości składników nawozowych w nawozach mineralnych są dopuszczalne tolerancje wynikające ze zmienności parametrów produkcji, pobierania próbek i analizy.

2. Do dopuszczalnych tolerancji, o których mowa w ust. 1, dla nawozów wymienionych w załączniku I rozporządzenia nr 2003/2003 stosuje się dopuszczalne tolerancje określone w załączniku II tego rozporządzenia.

3. Dopuszczalne tolerancje, o których mowa w ust. 1, dla nawozów niewymienionych w załączniku I rozporządzenia 2003/2003 określa załącznik nr 5 do rozporządzenia.

§ 12. Typy wapna nawozowego oraz szczegółowe wymagania jakościowe dla tych typów określa załącznik nr 6 do rozporządzenia.

§ 13. Metody badań wapna nawozowego i wapna nawozowego zawierającego magnez określa załącznik nr 7 do rozporządzenia.

§ 14. Rozporządzenie wchodzi w życie po upływie 14 dni od dnia ogłoszenia.³⁾

Minister Gospodarki: *W. Pawlak*

³⁾ Niniejsze rozporządzenie było poprzedzone rozporządzeniem Ministra Gospodarki z dnia 30 maja 2001 r. w sprawie szczegółowego sposobu zamieszczania informacji dotyczącej identyfikacji nawozów, sposobu ich pakowania, dopuszczalnych tolerancji zawartości składników nawozowych w nawozach mineralnych, sposobu pobierania próbek i metod badania nawozów mineralnych oraz wartości zanieczyszczeń (Dz. U. Nr 91, poz. 1016) oraz rozporządzeniem Ministra Gospodarki i Pracy z dnia 19 maja 2004 r. w sprawie określenia typów wapna nawozowego (Dz. U. Nr 130, poz. 1384), które zgodnie z art. 51 ustawy z dnia 10 lipca 2007 r. o nawozach i nawożeniu (Dz. U. Nr 147, poz. 1033) utraciły moc z dniem 15 listopada 2009 r.

Załączniki do rozporządzenia Ministra Gospodarki
z dnia 8 września 2010 r. (poz. 1229)

Załącznik nr 1

MINIMALNA ZAWARTOŚĆ MIKROSKŁADNIKÓW NAWOZOWYCH W NAWOZACH MINERALNYCH
WYRAŻONA W PROCENTACH (m/m)

1.1. Stałe lub płynne mieszanki mikroskładników nawozowych

Nazwa mikroskładnika nawozowego	Forma mikroskładnika nawozowego	
	wyłącznie mineralna	schelatowana lub skompleksowana
Bor (B)	0,1	—
Kobalt (Co)	0,01	0,01
Miedź (Cu)	0,25	0,05
Żelazo (Fe)	1,0	0,15
Mangan (Mn)	0,25	0,05
Molibden (Mo)	0,01	—
Cynk (Zn)	0,25	0,05

Całkowita zawartość mikroskładników nawozowych:

- w mieszance stałej: co najmniej 3 % (m/m),
- w mieszance płynnej: co najmniej 1,5 % (m/m).

1.2. Nawozy zawierające podstawowe lub drugorzędne składniki nawozowe z dodatkiem mikroskładników nawozowych

Nazwa mikroskładnika nawozowego	Stosowane doglebowo		Stosowane dolistnie
	do upraw polowych i użytków zielonych	w ogrodnictwie	
Bor (B)	0,01	0,01	0,010
Kobalt (Co)	0,002	—	0,002
Miedź (Cu)	0,01	0,002	0,002
Żelazo (Fe)	0,5	0,02	0,020
Mangan (Mn)	0,1	0,01	0,010
Molibden (Mo)	0,001	0,001	0,001
Cynk (Zn)	0,01	0,002	0,002

PROTOKÓŁ POBRANIA PRÓBEK NAWOZU DO BADAŃ

1. UCZESTNICY, MIEJSCE I CZAS

- 1.1. Nazwisko i adres próbkobiorcy
-
- 1.2. Adres miejsca, data i godzina pobierania próbek
-
- 1.3. Nazwa i adres właściciela nawozu
-
- 1.4. Nazwisko i adres przedstawiciela właściciela obecnego podczas pobierania próbek
-
- 1.5. Nazwisko i adres świadka obecnego podczas pobierania próbek
-

2. SPRAWDZANIE DOKUMENTÓW

- 2.1. Produkty, z których pobrano próbki, dostarczono z
-
- 2.1.1. Nazwa producenta, sprzedawcy lub importera nawozu
-
- 2.1.2. Czy oznaczenie wyrobu jest zgodne z wymaganiami kontraktowymi? tak nie
- 2.1.3. Partia lub dostawa, z której pobrano próbki, jest identyfikowana za pomocą:
-
- 2.1.4. Produkty, z których pobrano próbki, były wysłane przez producenta (data)
- 2.1.5. Partię dostarczono (data)
- 2.1.6. Partię, z której pobrano próbki, zaimportowano (data)
- 2.1.7. Wielkość partii lub jednostek dostawczych wynosiła:

3. IDENTYFIKACJA (dotyczy tylko produktu w opakowaniach)

- 3.1. Czy znaki identyfikacyjne (oznakowanie) opakowań są zgodne z dokumentacją? tak nie

4. ZEWNĘTRZNE SPRAWDZENIE TOWARÓW

- 4.1. Produkty dostarczono w następującej postaci:
-
- 4.2. Produkty, z których pobrano próbki, znajdowały się:
-

- 4.3. Partia była: kompletna
 niekompletna
- 4.4. Uszkodzenie lub zniszczenie produktów:
produkty były nieuszkodzone
produkty były zniszczone/uszkodzone
- 4.5. Część partii o pogorszonej jakości zawierała:
-
- 4.6. Z części partii o pogorszonej jakości pobrano próbki:
oddzielnie
nieoddzielnie
- 5. POBIERANIE PRÓBEK**
- 5.1. Miejsce pobierania próbek
- 5.2. Metoda pobierania próbek:
mechaniczna
ręczna
- 5.3. Próbkę pobrano z produktu znajdującego się:
w ruchu
w spoczynku
- 5.4. Liczba pobranych próbek pierwotnych
- 5.5. Liczba badanych jednostek
- 5.6. Ogólna masa próbki (suma mas próbek pierwotnych)
- 6. POMNIEJSZANIE MASY OGÓLNEJ PRÓBK I OTRZYMYWANIE PRÓBEK KOŃCOWYCH**
- 6.1. Pomniejszanie próbki końcowej wykonano za pomocą:
- 6.2. Podział próbki pomniejszonej do próbki końcowej wykonano za pomocą:
-
- 6.3. Próbkę końcową otrzymano (data)
- 6.4. Próbkę końcową zapieczętowano (data)
- 7. SZCZEGÓŁOWE INFORMACJE I UWAGI**
-
-

Powyższe dane są zgodne z najlepszą wiedzą, dokładne i możliwie wyczerpujące.

.....
(podpis próbkobiorcy)

METODY BADAŃ ZAWARTOŚCI ZANIECZYSZCZEŃ W NAWOZACH MINERALNYCH

Norma PN-C-87070:1992 Nawozy sztuczne. Badania zawartości arsenu, kadmu, ołowiu i rtęci w nawozach azotowych i fosforowych.

1. Oznaczenie arsenu

1.1. Oznaczenie zawartości arsenu metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej z zastosowaniem techniki generowania wodorków — wg PN-C-87070-03:1992 rozdz. 3

1.2. Oznaczenie zawartości arsenu metodą spektrofotometryczną z dietyloditiokarbaminianem srebra — wg PN-C-87070-03:1992 rozdz. 4

2. Oznaczenie kadmu

2.1. Oznaczenie zawartości kadmu metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej z zastosowaniem kuwety grafitowej — wg PN-C-87070-04:1992 rozdz. 3

2.2. Oznaczenie zawartości kadmu metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej w płomieniu acetylen-powietrze wg PN-C-87070-04:1992/Az1:1997*

3. Oznaczenie ołowiu

3.1. Oznaczenie zawartości ołowiu metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej z zastosowaniem kuwety grafitowej — wg PN-C-87070-05:1992 rozdz. 3

3.2. Oznaczenie zawartości ołowiu metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej w płomieniu acetylen-powietrze — wg PN-C-87070-05:1992 rozdz. 4

4. Oznaczenie rtęci

4.1. Oznaczenie zawartości rtęci metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej z zastosowaniem techniki zimnych par — wg PN-C-87070-06:1992

4.2. Oznaczenie zawartości rtęci metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej z zastosowaniem techniki amalgamacji par rtęci

4.2.1. Opis metody

Metoda polega na absorpcji promieniowania emitowanego przez niskociśnieniową lampę rtęciową przy długości fali 254 nm przez pary rtęci powstające w atmosferze tlenu, w cyklu: spalanie próbki — amalgamacja — uwalnianie par rtęci, przy odpowiednio dobranym programie czasowo-temperaturowym i pomiarze absorbancji. Zawartość rtęci w analizowanej próbce nawozu wyznacza się przez porównanie z absorbancją roztworu wzorcowego rtęci.

*** Uwaga:**

W normie nie podano badanego zakresu stężenia dla kadmu. Metodę można stosować przy stężeniu kadmu w badanym roztworze w zakresie 0,05 µg/ml do 3 µg/ml.

4.2.2. Odczynniki:

- 1) handlowy roztwór wzorcowy rtęci o stężeniu 1 mg/ml;
- 2) roztwór wzorcowy roboczy rtęci:
Do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml odmierzyć 100 µl roztworu wzorcowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać; 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 1 µg rtęci. Roztwór należy przygotować bezpośrednio przed wykonaniem oznaczania;
- 3) tlen sprężony o czystości 99,99 %.

4.2.3. Aparatura i przyrządy

- 1) spektrofotometr absorpcji atomowej przeznaczony do oznaczania rtęci techniką amalgamacji par rtęci, wyposażony w niskociśnieniową lampę rtęciową, blok kuwet pomiarowych, piec, katalizator, łódeczki do próbek;
- 2) waga analityczna o dokładności ważenia 0,0001g;
- 3) pipety automatyczne o pojemności 50 i 100 µl.

4.2.4. Przygotowanie spektrofotometru do oznaczania

Przygotowanie aparatu zgodnie z instrukcją obsługi polega na:

- 1) ustawieniu przepływu tlenu;
- 2) włączeniu aparatu i komputera, ustabilizowaniu;
- 3) wprowadzeniu (odpowiedniego dla danej próbki) programu czasowego dla etapów: suszenia, mineralizacji, oczekiwania;
- 4) wprowadzeniu danych dotyczących próbki i wielkości naważki.

4.2.5. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Sporządzić krzywą wzorcową z roztworu wzorcowego roboczego rtęci w zakresie od 0,05 ng/ml do 50 ng/ml. Krzywą wzorcową wykonuje się przy włączaniu aparatu do eksploatacji oraz po każdej naprawie serwisowej.

4.2.6. Wykonanie oznaczenia

Do łódeczki do spalań odważyć, w zależności od zawartości rtęci w nawozie, od 50 mg do 200 mg badanej próbki. Po umieszczeniu łódeczki w aparacie uruchomić program termicznej obróbki próbki. Dla danej próbki należy wykonać co najmniej dwa pomiary. Jednocześnie należy wykonać próbę ślepą.

4.2.7. Wynik końcowy oznaczania

Zawartość rtęci w badanej próbce, po obróbce sygnału analitycznego, podawana jest w mg/kg. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 20 % wyniku niższego.

METODY BADAŃ WŁAŚCIWOŚCI FIZYCZNYCH NAWOZÓW MINERALNYCH

1. Badanie temperatury krystalizacji ciekłych nawozów mineralnych**1.1. Opis metody**

Wykonanie oznaczenia temperatury krystalizacji ciekłych nawozów mineralnych polega na stopniowym oziębieniu badanej próbki i odczytaniu temperatury, przy której pojawiają się pierwsze kryształy związków mineralnych wchodzących w skład nawozu.

1.2. Aparatura

- 1) termometr pomiarowy o zakresie pomiarowym zgodnym z przewidywaną temperaturą krystalizacji i działce elementarnej 0,1 °C;
- 2) probówka szklana o średnicy około 15 mm i wysokości około 150 mm;
- 3) łaźnia chłodząca (zlewka o pojemności 400 ml);
- 4) termometr pomocniczy o zakresie pomiarowym zgodnym z przewidywaną temperaturą krystalizacji i działce elementarnej 1 °C.

1.3. Wykonanie oznaczenia

Do wykonania oznaczenia należy przygotować łaźnię oziębiającą. Łaźnia oziębiająca powinna posiadać temperaturę o 5–8 °C niższą od przewidywanej temperatury krystalizacji badanego nawozu. W celu uzyskania takiej łaźni należy do zlewki o pojemności 400 ml wlać około 300 ml mieszaniny oziębiającej (łaźnię oziębiającą można uzyskać również w inny stosowany w laboratorium sposób). Następnie kilka probówek należy napełnić badanym nawozem do 1/3 ich wysokości. Termo-

metr pomocniczy umieścić w łaźni oziębiającej. Po osiągnięciu odpowiedniej temperatury łaźni wstawić probówkę z badanym nawozem i zanurzyć w niej termometr pomiarowy. Zawartość probówki powoli chłodzić, poruszając wolno termometrem wzdłuż ścianek probówki, a w momencie pojawienia się pierwszych kryształów odczytać temperaturę. Kolejne pomiary należy wykonać, stosując uprzednio przygotowane próbki. W celu określenia temperatury krystalizacji należy wykonać przynajmniej 2 pomiary. Różnica pomiędzy wynikami nie powinna wynosić więcej niż 1 °C.

1.4. Wyrażenie wyników

Temperaturę krystalizacji ciekłych nawozów mineralnych wyraża się w °C. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nieróżniących się między sobą więcej niż o 1 °C.

2. Badanie gęstości ciekłych nawozów mineralnych metodą areometryczną

2.1. PN-C-87030-10:1989 Nawozy sztuczne ogrodnicze. Oznaczanie gęstości

2.2. PN-B-13042:1983 Densymetry uniwersalne

3. Badanie składu ziarnowego nawozów granulowanych

3.1. PN-EN 1235:1999 Nawozy stałe. Badanie uziarnienia metodą sitową

3.2. PN-EN 1235:1999/A1:2004 Nawozy stałe. Badanie uziarnienia metodą sitową

Załącznik nr 5

**DOPUSZCZALNE TOLERANCJE ZAWARTOŚCI SKŁADNIKÓW NAWOZOWYCH W NAWOZACH
MINERALNYCH, WYNIKAJĄCE ZE ZMIENNOŚCI PARAMETRÓW PRODUKCJI, POBIERANIA PRÓBEK
I ANALIZY**

Tolerancje wskazane w niniejszym załączniku są wartościami ujemnymi wyrażonymi w procentach obliczonych masowo, % (m/m).

Tolerancji nie stosuje się w przypadku wartości minimalnych i maksymalnych.

1. Nawozy jednoskładnikowe**1) Nawozy azotowe**

W przypadku deklarowania zawartości azotu całkowitego (N) lub jego form dopuszczalna tolerancja wynosi:

- a) 1/5 wartości deklarowanej przy zawartości azotu od 1 % do 5 % (m/m),
- b) 1,1 % przy zawartości azotu powyżej 5 % (m/m);

2) Nawozy fosforowe

W przypadku deklarowania zawartości fosforu całkowitego (P) w przeliczeniu na P_2O_5 lub jego

rozpuszczalności dopuszczalna tolerancja wynosi:

- a) 1/5 wartości deklarowanej przy zawartości fosforu od 1 % do 5 % (m/m),
- b) 1,1 % przy zawartości fosforu powyżej 5 % (m/m);

3) Nawozy potasowe

W przypadku deklarowania zawartości potasu całkowitego (K) w przeliczeniu na K_2O lub jego rozpuszczalności w wodzie dopuszczalna tolerancja wynosi:

- a) 1/5 wartości deklarowanej przy zawartości potasu od 1 % do 5 % (m/m),
- b) 1,1 % przy zawartości potasu powyżej 5 % (m/m).

2. Nawozy wieloskładnikowe zawierające podstawowe składniki nawozowe

Nawozy wieloskładnikowe (N, P, K)	Dopuszczalna tolerancja
Składniki nawozowe: – azot (N) – fosfor jako P_2O_5 – potas jako K_2O	1/5 wartości deklarowanej w odniesieniu do całkowitej zawartości danego składnika oraz jego form lub rozpuszczalności
Łączna suma ujemnych odchyłek w stosunku do sumy zawartości deklarowanej: – nawozy dwuskładnikowe (NK, NP, PK) – nawozy trójskładnikowe (NPK)	1,5 1,9

3. Nawozy zawierające drugorzędne składniki nawozowe

Dopuszczalne tolerancje w odniesieniu do deklarowanej zawartości wapnia, magnezu, sodu i siarki powinny wynosić 1/4 ich deklarowanej zawartości, jednak nie więcej niż 0,9 % w przeliczeniu na CaO, MgO, Na_2O , SO_3 , to jest: 0,64 % dla Ca, 0,55 % dla Mg, 0,67 % dla Na i 0,36 % dla S (w odniesieniu do wartości bezwzględnej).

4. Nawozy zawierające jeden lub kilka mikroskładników nawozowych

Dopuszczalna tolerancja w odniesieniu do deklarowanych zawartości mikroskładników nawozowych powinna wynosić:

- 1) 1/2 wartości deklarowanej przy zawartości nieprzekraczającej 0,05 % (m/m);
- 2) 1/4 wartości deklarowanej przy zawartości od 0,05 % do 2 % (m/m);
- 3) 0,4 % dla zawartości powyżej 2 % (m/m).

TYPY WAPNA NAWOZOWEGO ORAZ SZCZEGÓŁOWE WYMAGANIA JAKOŚCIOWE DLA TYCH TYPÓW

Tabela 1. Typy wapna nawozowego niezawierającego magnezu

Lp.	Typ	Odmiana	Składniki podstawowe i sposób otrzymywania	Minimalna zawartość składników nawozowych CaO %	Inne wymagania
1	2	3	4	5	6
1	Z przerobu skał wapiennych	01	Tlenek wapnia. Przerób skał wapiennych	80	Odsiew na sicie o wymiarze boku oczek kwadratowych: 2 mm, %, najwyżej 25
2		02	Tlenek wapnia. Przerób skał wapiennych	70	
3		03	Tlenek wapnia. Przerób skał wapiennych	60	
4		04	Tlenek wapnia i węglan wapnia lub węglan wapniowy. Przerób skał wapiennych	50	Odsiew na sicie o wymiarze boku oczek kwadratowych: 2 mm, %, najwyżej 10; przesiew przez sito o wymiarze boku oczek kwadratowych: 0,5 mm, %, co najmniej 50
5		05	Węglan wapnia. Przerób skał wapiennych	40	
6	Z produkcji ubocznej	06	Tlenek wapnia, węglan wapnia, krzemiany wapnia. Wapno posodowe suche, wapno defekacyjne, wapno pokarbidowe	35	Zawartość wody, %, najwyżej 10; zawartość chlorków, %, najwyżej 2,5 ¹⁾
7		07	Węglan wapnia. Wapno pocelulozowe, wapno posiarkowe, wapno dekarbonizacyjne, wapno defekacyjne, wapno pokarbidowe wilgotne, wapno posodowe podsuszane, wapno pogaszalnicze podsuszane	30	Zawartość wody, %, najwyżej 30; zawartość chlorków, %, najwyżej 3,5 ²⁾ lub 3 ³⁾ ; zawartość siarczków, %, najwyżej 1,5 ⁴⁾
8		08	Węglan wapnia. Wapno defekacyjne, wapno posodowe odsączone, wapno pocelulozowe wilgotne, wapno poneutralizacyjne	25	Zawartość wody, %, najwyżej 40; zawartość chlorków, %, najwyżej 3 ³⁾ lub 3,5 ²⁾
9		09	Węglan wapnia. Wapno defekacyjne mokre, wapno posodowe mokre	20	Zawartość wody, %, najwyżej 50; zawartość chlorków, %, najwyżej 3 ³⁾
10	Pochodzenia naturalnego — kopalina	06a	Węglan wapnia, wapno kredowe suche	35	Zawartość wody, %, najwyżej 10
11		07a	Węglan wapnia, wapno kredowe podsuszane	30	Zawartość wody, %, najwyżej 30
12		08a	Węglan wapnia, kreda odsączona	25	Zawartość wody, %, najwyżej 40
13		09a	Węglan wapnia, wapno kredowe mokre	20	Zawartość wody, %, najwyżej 50

1) Tylko dla wapna posodowego suchego.

2) Tylko dla wapna pocelulozowego.

3) Tylko dla wapna posodowego podsuszonego, wapna posodowego odsączonego i wapna posodowego mokrego.

4) Tylko dla wapna pocelulozowego i posiarkowego.

Tabela 2. Typy wapna nawozowego zawierającego magnez

Lp.	Typ	Odmiana	Składniki podstawowe i sposób otrzymywania	Minimalna zawartość składników nawozowych		Inne wymagania
				CaO + MgO %	w tym MgO %	
1	2	3	4	5	6	7
1	Tlenkowe	01	Tlenek wapnia i tlenek magnezu oraz węglan wapnia i węglan magnezu. Prażenie, mielenie, odsiewanie skał wapniowo-magnezowych	75	25	Odsiew na sicie o wymiarze boku oczek kwadratowych: 2 mm, %, najwyżej 25
2		02	Tlenek wapnia i tlenek magnezu oraz węglan wapnia i węglan magnezu. Prażenie, mielenie, odsiewanie skał wapniowo-magnezowych	60	20	Odsiew na sicie o wymiarze boku oczek kwadratowych: 2 mm, %, najwyżej 25
3	Węglanowe	03	Węglan wapnia i węglan magnezu lub węglan wapnia, węglan magnezu, tlenek wapnia i tlenek magnezu. Mielenie, odsiewanie skał wapniowo-magnezowych lub mieszanie skał wapniowo-magnezowych z prażonymi skałami wapniowo-magnezowymi	50	15	Zawartość wody, %, najwyżej 10; odsiew na sicie o wymiarze boku oczek kwadratowych: 2 mm, %, najwyżej 10; przesiew przez sito o wymiarze boku oczek kwadratowych: 0,5 mm, %, co najmniej 50
4		04	Węglan wapnia i węglan magnezu lub węglan wapnia, węglan magnezu i tlenek wapnia. Mielenie, odsiewanie, mieszanie skał wapniowo-magnezowych ze skałami wapniowymi lub tlenkiem wapnia	50	8	Zawartość wody, %, najwyżej 10; odsiew na sicie o wymiarze boku oczek kwadratowych: 2 mm, %, najwyżej 10; przesiew przez sito o wymiarze boku oczek kwadratowych: 0,5 mm, %, co najmniej 50
5		05	Węglan wapnia i węglan magnezu. Mielenie, odsiewanie skał wapniowo-magnezowych	45	15	Zawartość wody, %, najwyżej 10; odsiew na sicie o wymiarze boku oczek kwadratowych: 2 mm, %, najwyżej 10; przesiew przez sito o wymiarze boku oczek kwadratowych: 0,5 mm, %, co najmniej 50
6		06	Węglan wapnia i węglan magnezu lub węglan wapnia, węglan magnezu i tlenek wapnia. Mielenie, odsiewanie, mieszanie skał wapniowo-magnezowych ze skałami wapniowymi lub tlenkiem wapnia	45	8	Zawartość wody, %, najwyżej 10; odsiew na sicie o wymiarze boku oczek kwadratowych: 2 mm, %, najwyżej 10; przesiew przez sito o wymiarze boku oczek kwadratowych: 0,5 mm, %, co najmniej 50
7		07	Węglan wapnia i węglan magnezu lub węglan wapnia, węglan magnezu i tlenek wapnia. Mielenie, odsiewanie, mieszanie skał wapniowo-magnezowych ze skałami wapniowymi lub tlenkiem wapnia	40	8	Zawartość wody, %, najwyżej 10; odsiew na sicie o wymiarze boku oczek kwadratowych: 2 mm, %, najwyżej 10; przesiew przez sito o wymiarze boku oczek kwadratowych: 0,5 mm, %, co najmniej 50

METODY BADAŃ WAPNA NAWOZOWEGO I WAPNA NAWOZOWEGO ZAWIERAJĄCEGO MAGNEZ

I. Do badania wapna nawozowego i wapna nawozowego zawierającego magnez stosuje się metody zamieszczone w poniższym wykazie:

- 1) PN-EN 13535:2003: Nawozy i środki wapnujące. Klasyfikacja
- 2) PN-EN 1482-1:2008: Nawozy i środki wapnujące. Pobieranie i przygotowanie próbek. Część 1: Pobieranie próbek
- 3) PN-EN 1482-2:2008: Nawozy i środki wapnujące. Pobieranie i przygotowanie próbek. Część 2: Przygotowanie próbek
- 4) PN-EN 13475:2003: Środki wapnujące. Oznaczanie zawartości wapnia. Metoda szczawianowa
- 5) PN-EN 12947:2003: Środki wapnujące. Oznaczanie zawartości magnezu. Metoda atomowej spektrometrii absorpcyjnej
- 6) PN-EN 12946:2002: Środki wapnujące. Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu. Metoda kompleksometryczna
- 7) PN-C-87006-11:1990: Nawozy sztuczne wapniowo-magnezowe. Oznaczanie wapnia i magnezu
- 8) PN-C-87006-14:1993: Nawozy sztuczne wapniowo-magnezowe. Oznaczanie zawartości ołowiu
- 9) PN-C-87006-15:1996: Nawozy sztuczne wapniowo-magnezowe. Oznaczanie zawartości kadmu
- 10) PN-C-87006-20:1991: Nawozy sztuczne wapniowo-magnezowe. Oznaczanie zawartości wody
- 11) PN-C-87007-06:1993: Nawozy sztuczne wapniowe. Oznaczanie zawartości tlenu wapniowego
- 12) PN-C-87007-06:1993/Az1:1997: Nawozy sztuczne wapniowe. Oznaczanie zawartości tlenu wapniowego
- 13) PN-C-87007-07:1993: Nawozy sztuczne wapniowe. Oznaczanie zawartości chlorków
- 14) PN-C-87007-08:1993: Nawozy sztuczne wapniowe. Oznaczanie zawartości siarczków
- 15) PN-C-87007-09:1993: Nawozy sztuczne wapniowe. Oznaczanie zawartości ołowiu
- 16) PN-C-87007-15:1993: Nawozy sztuczne wapniowe. Oznaczanie zawartości wody
- 17) PN-EN 12948:2004: Środki wapnujące. Oznaczanie uziarnienia za pomocą przesiewania na sucho i na mokro
- 18) PN-EN 14787:2006: Nawozy i środki wapnujące. Oznaczanie zawartości wody. Wytyczne i zalecenia
- 19) PN-EN 14888:2006: Nawozy i środki wapnujące. Oznaczanie zawartości kadmu
- 20) PN-EN 12048:1999: Nawozy stałe i środki wapnujące. Oznaczanie zawartości wilgoci. Metoda wagowa z suszeniem w temperaturze (105 ± 2) stopni C.

II. Oznaczenie zawartości wilgoci metodą wagową z suszeniem pod zmniejszonym ciśnieniem w nawozach stałych i środkach wapnujących**1. Zakres stosowania**

W niniejszej metodzie opisano wagowe oznaczanie zawartości wilgoci w nawozach i środkach wapnujących, polegające na suszeniu pod zmniejszonym ciśnieniem.

Metody nie stosuje się do nawozów i środków wapnujących zawierających:

- azotan wapnia;
- wodorotlenek wapnia;
- siarczan wapnia zawierający w każdej cząsteczce mniej niż dwie cząsteczki wody krystalizacyjnej;
- siarczan magnezu zawierający w każdej cząsteczce od jednej do siedmiu cząsteczek wody krystalizacyjnej;
- soli, które łatwo ulegają wietrzeniu w temperaturze otoczenia, i takich, które absorbują wodę (środki odwadniające).

2. Zasada metody

Metoda polega na suszeniu odważki badanej próbki pod ciśnieniem 66 x 103 Pa w temperaturze 25 °C przez 24 h i oznaczaniu powstałego ubytku masy.

3. Materiał

Silikażel pochłaniający wilgoć, działający jak samowskaznik, o uziarnieniu od 2 do 5 mm.

Silikażel aktywować bezpośrednio przed użyciem w następujący sposób: około 100 g silikażelu umieścić w parownicy (4.4), przenieść parownicę do suszarki laboratoryjnej (4.5) i pozostawić w temperaturze 105 °C na 2 h. Po tym czasie parownicę z zawartością przenieść do eksykatora i ochłodzić do temperatury otoczenia.

4. Aparatura

- 4.1. Naczynko wagowe o średnicy od 70 mm do 80 mm, zaopatrzone w przykrywkę
- 4.2. Eksykator próżniowy o średnicy wewnętrznej około 200 mm, zawierający silikażel pochłaniający wilgoć (3)
- 4.3. Pompa próżniowa wyposażona we wskaźnik ciśnienia (urządzenie do pomiaru ciśnienia)
- 4.4. Parownica o średnicy wewnętrznej około 100 mm
- 4.5. Suszarka laboratoryjna umożliwiająca kontrolę temperatury w zakresie (105 ± 2) °C

5. Przygotowanie próbki do badań

Próbkę do badań pobrać zgodnie z PN-EN 1482-1:2008 i przygotować (bez rozdrabniania w młynku) zgodnie z PN-EN 1482-2:2008.

Jeśli to konieczne, materiał próbki szybko rozkruszyć w moździerzu (nie mleć), całość wymieszać i natychmiast przygotować próbkę analityczną (6.1).

Uwaga: Zaleca się rozkruszanie próbki w powietrzu o wilgotności względnej od 40 % do 60 %.

6. Sposób postępowania

6.1. Próbka analityczna

Zdjąć przykrywkę z naczynka wagowego (4.1) i suszyć naczynko oraz przykrywkę przez 2 h w suszarce laboratoryjnej (4.5) w temperaturze 105 °C. Ochlodzić w eksykatorze (4.2).

Po ochłodzeniu do temperatury otoczenia zakryć naczynko przykrywką i zważyć z dokładnością do 0,001g. Do przygotowanego naczynka odważyć z próbki do badań około 10 g nawozu, następnie nakryć naczynko przykrywką i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

6.2. Oznaczenie

Odkryte naczynko wagowe (4.1) zawierające odważkę badanej próbki oraz przykrywkę naczynka umieścić w eksykatorze (4.2) zawierającym świeżo aktywowany silikażel (3).

Stosując pompę próżniową (4.3), zredukować ciśnienie w eksykatorze do ciśnienia $(66 \pm 1,3) \times 10^3$ Pa (500 ± 10) mm Hg i ciśnienie to utrzymywać przez 24 h w temperaturze (25 ± 3) °C.

Uwaga: Przed użyciem eksykatora niezbędne jest jego sprawdzenie na szczelność.

Przed wytworzeniem próżni zaleca się umieszczenie eksykatora za osłoną zabezpieczającą i pozostawienie do czasu wyrównania ciśnienia atmosferycznego.

W celu wyrównania ciśnień należy stopniowo wpuszczać powietrze do wnętrza eksykatora, które uprzednio osuszono, przepuszczając przez złożo aktywnego silikażelu (3). Następnie należy otworzyć eksykator, szybko zakryć naczynko i zważyć wraz z zawartością, z dokładnością do 0,001 g.

7. Wyrażanie wyników

Zawartość wilgoci (x) w nawozie lub środku wapnującym wyrażoną jako procent (m/m) obliczyć ze wzoru:

$$x = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100$$

w którym:

m_0 jest masą próbki analitycznej przed suszeniem (w gramach)

m_1 jest masą próbki analitycznej po suszeniu (w gramach)

Wynik będący średnią co najmniej dwóch oznaczeń zaokrąglić do 0,1 % (m/m).