

I

(Säädökset, jotka on julkaistava)

EUROOPAN PARLAMENTIN JA NEUVOSTON ASETUS (EY) N:o 2003/2003,**annettu 13 päivänä lokakuuta 2003,****lannoitteista****(ETA:n kannalta merkityksellinen teksti)**

EUROOPAN PARLAMENTTI JA EUROOPAN UNIONIN NEUVOSTO,
jotka

ottavat huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen ja erityisesti sen 95 artiklan,

ottavat huomioon komission ehdotuksen ⁽¹⁾,

ottavat huomioon Euroopan talous- ja sosiaalikomitean lausunnon ⁽²⁾,

noudattavat perustamissopimuksen 251 artiklassa määrättyä menettelyä ⁽³⁾,

sekä katsovat seuraavaa:

(1) Lannoitteita koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 18 päivänä joulukuuta 1975 annettua neuvoston direktiiviä 76/116/ETY ⁽⁴⁾, yksiravinteisia runsastyyppisiä ammoniumnitraattilannoitteita koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 15 päivänä heinäkuuta 1980 annettua neuvoston direktiiviä 80/876/ETY ⁽⁵⁾, runsastyyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden ominaisuuksien, raja-arvojen ja räjähtämättömyyden valvontaa koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 8 päivänä joulukuuta 1986 annettua komission direktiiviä 87/94/ETY ⁽⁶⁾ ja lannoitteiden näytteenotto- ja analyysimenetelmiä koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 22 päivänä kesäkuuta 1977 annettua komission direktiiviä 77/535/ETY ⁽⁷⁾ on useaan otteeseen

muutettu huomattavilta osiltaan. Komission Euroopan parlamentille ja neuvostolle antaman tiedonannon "Sisämarkkinoiden lainsäädännön yksinkertaistaminen (SLIM)" ja yhtenäismarkkinoiden toimintasuunnitelman mukaisesti mainitut direktiivit olisi selkeyden vuoksi kumottava ja korvattava yhdellä säädöksellä.

(2) Yhteisön lannoitelainsäädäntö on sisällöltään hyvin teknistä. Tämän takia oikeudelliseksi välineeksi soveltuu parhaiten asetus, koska sillä asetetaan suoraan valmistajille tarkat vaatimukset, joita on sovellettava samaan aikaan ja samalla tavalla kaikkialla yhteisössä.

(3) Lannoitteilla on kussakin jäsenvaltiossa oltava tietyt pakottavien säännösten mukaiset tekniset ominaisuudet. Nämä säännökset, jotka koskevat erityisesti lannoitetyyppien koostumusta, määritelmiä ja nimityksiä sekä niiden merkitsemistä ja pakkaamista, ovat eri jäsenvaltioissa erilaisia. Säännösten erot ovat esteenä yhteisön sisäiselle kaupalle, joten säännökset olisi sen vuoksi yhdenmukaistettava.

(4) Koska jäsenvaltiot eivät voi riittävällä tavalla toteuttaa ehdotetun toimenpiteen tavoitetta eli lannoitteiden sisämarkkinoiden toimivuuden varmistamista, ellei käytettävissä ole yhteisiä teknisiä arviointiperusteita, ja koska tämä tavoite voidaan näin ollen toiminnan laajuuden vuoksi saavuttaa paremmin yhteisön tasolla, yhteisö voi toteuttaa toimenpiteitä perustamissopimuksen 5 artiklassa vahvistetun suhteellisuusperiaatteen mukaisesti. Tässä asetuksessa ei ylitetä sitä, mikä on tarpeen tämän tavoitteen saavuttamiseksi.

(5) On tarpeen määrittää tiettyjen lannoitteiden (EY-lannoitteet) nimitys, määritelmä ja koostumus yhteisön tasolla.

(6) Lisäksi olisi annettava yhteisön säännöt EY-lannoitteiden tunnistemerkinnöistä, jäljitettävyydestä ja pakkausmerkinnöistä sekä pakkausten sulkemisesta.

(7) Yhteisön tasolla olisi säädettävä menettelystä, jota noudetaan niissä tapauksissa, joissa jäsenvaltio katsoo tarpeelliseksi rajoittaa EY-lannoitteiden markkinoille saattamista.

⁽¹⁾ EYVL C 51 E, 26.2.2002, s. 1 ja EYVL C 227 E, 24.9.2002, s. 503.

⁽²⁾ EYVL C 80, 3.4.2002, s. 6.

⁽³⁾ Euroopan parlamentin lausunto, annettu 10. huhtikuuta 2002 (EUVL C 127 E, 29.5.2003, s. 160), neuvoston yhteinen kanta, vahvistettu 14. huhtikuuta 2003 (EUVL C 153 E, 1.7.2003, s. 56), ja Euroopan parlamentin päätös, tehty 2. syyskuuta 2003 (ei vielä julkaistu virallisessa lehdessä).

⁽⁴⁾ EYVL L 24, 30.1.1976, s. 21, direktiivi sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivillä 98/97/EY (EYVL L 18, 23.1.1999, s. 60).

⁽⁵⁾ EYVL L 250, 23.9.1980, s. 7, direktiivi sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivillä 97/63/EY (EYVL L 335, 6.12.1997, s. 15).

⁽⁶⁾ EYVL L 38, 7.2.1987, s. 1, direktiivi sellaisena kuin se on muutettuna direktiivillä 88/126/ETY (EYVL L 63, 9.3.1988, s. 12).

⁽⁷⁾ EYVL L 213, 22.8.1977, s. 1, direktiivi sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna direktiivillä 95/8/EY (EYVL L 86, 20.4.1995, s. 41).

- (8) Valmistusmenetelmien ja käytettyjen lähtöaineiden vuoksi lannoitetuotannossa esiintyy eriasteista vaihtelua. Näytteenotto- ja analyysimenetelmissä voi myös olla eroja. Tämän vuoksi on tarpeen vahvistaa ilmoitettavien ravinnesisältöjen sallitut poikkeamat. Maataloudenharjoittajan kannalta on suotavaa pitää nämä poikkeamat pieninä.
- (9) Jäsenvaltioiden hyväksymien ja komissiolle ilmoittamien laboratoriodien olisi virallisesti tarkastettava, että EY-lannoitteet ovat tässä asetuksessa säädettyjen laatua ja koostumusta koskevien vaatimusten mukaiset.
- (10) Ammoniumnitraatti on pääasiallinen ainesosa monissa tuotteissa, joista osa on tarkoitettu käytettäväksi lannoitteina ja osa räjähteinä. On tarpeen antaa runsastyyppisiä EY-ammoniumnitraattilannoitteita koskevia täydentäviä yhteisön säännöksiä, kun otetaan huomioon tämäntyyppisten lannoitteiden erityisluonne ja siitä johtuvat yleiseen turvallisuuteen sekä työntekijöiden terveyteen ja suojeluun liittyvät vaatimukset.
- (11) Eräät näistä tuotteista voivat olla vaarallisia, ja niitä voidaan tietyissä tapauksissa käyttää muihin kuin aiottuihin käyttötarkoituksiin. Tämä saattaa aiheuttaa vaaraa ihmisille ja omaisuudelle. Valmistajat on tämän vuoksi velvoitettava toteuttamaan aiheellisia toimenpiteitä tällaisen käytön välttämiseksi ja erityisesti kyseisten lannoitteiden jäljitettävyyden varmistamiseksi.
- (12) Yleisen turvallisuuden takaamiseksi on erittäin tärkeää määrittellä yhteisön tasolla ne ominaisuudet, jotka erottavat runsastyyppiset EY-ammoniumnitraattilannoitteet muista ammoniumnitraattityypeistä, joita käytetään räjähteinä käytettävien tuotteiden valmistukseen.
- (13) Runsastyyppisillä EY-ammoniumnitraattilannoitteilla olisi oltava tietyt ominaisuudet niiden vaarattomuuden varmistamiseksi. Valmistajien olisi varmistettava, että kaikki runsastyyppiset ammoniumnitraattilannoitteet ovat läpäisseet räjähtämättömyyskokeen ennen niiden markkinoille saattamista.
- (14) On tarpeen antaa suljetussa lämpökäsittelyssä käytettäviä menetelmiä koskevat säännöt, vaikka nämä menetelmät eivät välttämättä simuloi kaikkia olosuhteita kuljetuksen ja varastoinnin aikana.
- (15) Lannoitteet voivat kontaminoitua aineilla, jotka voivat aiheuttaa vaaran ihmisten ja eläinten terveydelle ja ympäristölle. Myrkyllisyyttä, ekomyrkyllisyyttä ja ympäristöä käsittelevän tiedekomitean lausunnon johdosta komissio aikoo käsitellä kysymystä kivennäislannoitteiden sisältämästä kadmiumista, jota ei ole tarkoituksella sisällytetty lannoitteeseen, ja laatii tarvittaessa asetusehdotuksen, jonka se aikoo antaa Euroopan parlamentille ja neuvostolle. Vastava arviointi tehdään tarvittaessa myös muista kontaminoivista aineista.
- (16) On säädettävä menettelystä, jota jokaisen valmistajan tai valmistajan edustajan, joka haluaa sisällyttää uuden lannoitetyypin liitteeseen I voidakseen käyttää lannoitteessa merkintää "EY-lannoite", on noudatettava.
- (17) Tämän asetuksen täytäntöönpanemiseksi tarvittavista toimenpiteistä olisi päätettävä menettelystä komissiolle siirrettyä täytäntöönpanovaltaa käytettäessä 28 päivänä kesäkuuta 1999 annetun neuvoston päätöksen 1999/468/EY⁽¹⁾ mukaisesti.
- (18) Jäsenvaltioiden olisi säädettävä tämän asetuksen säännösten rikkomiseen sovellettavista seuraamuksista. Ne voivat säätää, että valmistajalle, joka ei noudata 27 artiklan säännöksiä, voidaan määrätä sakko, joka on kymmenen kertaa markkinoille saatetun sääntöjen vastaisen lannoite-erän markkina-arvo.
- (19) Direktiivit 76/116/ETY, 77/535/ETY, 80/876/ETY ja 87/94/ETY olisi kumottava,

OVAT ANTANEET TÄMÄN ASETUKSEN:

I OSASTO

YLEISET SÄÄNNÖKSET

I LUKU

Soveltamisala ja määritelmät

1 artikla

Soveltamisala

Tätä asetusta sovelletaan tuotteisiin, jotka saatetaan markkinoille "EY-lannoite" -merkinnällä varustettuina lannoitteina.

2 artikla

Määritelmät

Tässä asetuksessa tarkoitetaan:

- a) "lannoitteella" ainetta, jonka vaikutus perustuu pääasiassa kasvinravinteisiin;
- b) "pääravinteella" vain alkuaineita typpi, fosfori ja kalium;
- c) "sivuravinteella" alkuaineita kalsium, magnesium, natrium ja rikki;
- d) "hivenravinteilla" alkuaineita boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki, jotka ovat kasvien kasvuille välttämättömiä määrinä, jotka ovat pieniä verrattuna pää- ja sivuravinteiden määriin;

(¹) EYVL L 184, 17.7.1999, s. 23.

- e) "epäorgaanisella lannoitteella" lannoitetta, jonka ilmoitettavat ravinteet ovat uuttamalla tai fysikaalisten ja/tai kemiallisten teollisuusprosessien avulla saatujen kivennäisaineiden muodossa. Kalsiumsyanamidi, urea ja sen kondensaatiotuotteet sekä tuotteet, joihin urea on liittynyt, sekä kelatoituja tai kompleksoituja hivenravinteita sisältävät lannoitteet voidaan yleisen käytännön mukaan luokitella epäorgaanisiksi lannoitteiksi;
- f) "kelatoidulla hivenravinteella" hivenravinnetta, joka on sitoutuneena johonkin liitteessä I olevan E jakson 3 kohdan 1 alakohdassa lueteltuun orgaaniseen molekyyliin;
- g) "kompleksoidulla hivenravinteella" hivenravinnetta, joka on sitoutuneena johonkin liitteessä I olevan E jakson 3 kohdan 2 alakohdassa lueteltuun molekyyliin,
- h) "lannoitetyypillä" lannoitteita, joilla on liitteen I mukainen yhteinen tyyppinimi;
- i) "yksiravinteisella lannoitteella" typpi-, fosfori- tai kaliumlannoitetta, jonka tuoteselosteessa ilmoitetaan vain yksi pääravinne;
- j) "moniravinteisella lannoitteella" lannoitetta, jonka tuoteselosteessa ilmoitetaan vähintään kaksi pääravinnetta ja joka saadaan kemiallisin menetelmin, sekoittamalla tai näitä molempia menetelmiä käyttäen;
- k) "kemiallisella lannoitteella" moniravinteista lannoitetta, joka saadaan kemiallisen reaktion avulla, liuottamalla tai kiinteässä olomuodossa rakeistamalla ja jonka tuoteselosteessa ilmoitetaan vähintään kaksi pääravinnetta. Kiinteässä olomuodossa jokainen rae sisältää kaikkia ravinteita ilmoitetussa koostumussuhteessa;
- l) "lannoiteseoksella" lannoitetta, joka saadaan ilman kemiallista reaktiota sekoittamalla kuivana useita lannoitteita;
- m) "lehtilannoitteella" lannoitetta, joka on tarkoitettu viljelykasvien lehtilannoitukseen ja viljelykasvien lehtien kautta tapahtuvaan ravinteidenottoon;
- n) "nestemäisellä lannoitteella" suspensiona tai liuoksena olevia lannoitteita;
- o) "lannoiteliuoksella" nestemäistä lannoitetta, jossa ei ole kiinteitä ainehiukkasia;
- p) "lannoitesuspensiolla" kaksifaasista lannoitetta, jossa kiinteät ainehiukkaset säilyvät suspensiossa nestefaasissa;
- q) "tuoteselostuksella" ilmoitusta erikseen määriteltyjen sallittujen poikkeamien rajoissa pysyvistä ravinteiden määristä sekä ravinteiden muodoista ja liukoisuuksista;
- r) "ilmoitetulla pitoisuudella" ravinteen (tai sen oksidin) pitoisuutta, joka yhteisön lainsäädännön mukaan ilmoitetaan EY-lannoitteen pakkausmerkinnässä tai EY-lannoitteen mukana seuraavissa asiakirjoissa;
- s) "sallitulla poikkeamalla" määritetyn ravinnepitoisuuden arvon sallittua poikkeamaa ilmoitetun ravinnepitoisuuden arvosta;
- t) "eurooppalaisilla standardeilla" CEN-standardeja (Euroopan standardointikomitean standardeja), jotka yhteisö on virallisesti tunnustanut ja joiden viitetiedot on julkaistu *Euroopan unionin virallisessa lehdessä*;
- u) "pakkauksella" säiliötä, joka voidaan sulkea tiiviisti ja jota käytetään lannoitteen säilyttämiseen, suojaamiseen, käsitteilyyn ja jakeluun, ja jonka vetoisuus on enintään 1 000 kilogrammaa;
- v) "irtolannoitteella" lannoitetta, jota ei ole pakattu tässä asetuksessa säädetyllä tavalla;
- w) "markkinoille saattamisella" lannoitteen toimittamista maksua vastaan tai maksutta taikka sen varastointia toimittamista varten. Lannoitteen tuonti Euroopan yhteisön tulli-alueelle katsotaan markkinoille saattamiseksi;
- x) "valmistajalla" luonnollista henkilöä tai oikeushenkilöä, joka on vastuussa lannoitteen markkinoille saattamisesta. Tuottaja, maahantuojaja, omaan lukuunsa toimiva pakkaaja tai kuka tahansa henkilö, joka muuttaa lannoitteen ominaisuuksia, katsotaan valmistajaksi. Jakelijaa, joka ei muuta lannoitteen ominaisuuksia, ei kuitenkaan katsota valmistajaksi.

II LUKU

Markkinoille saattaminen

3 artikla

EY-lannoite

Lannoitteesta, joka kuuluu johonkin liitteessä I lueteltuun lannoitetyyppiin ja joka täyttää tässä asetuksessa säädetyt edellytykset, saadaan käyttää nimitystä "EY-lannoite".

Nimitystä "EY-lannoite" ei saa käyttää lannoitteesta, joka ei ole tämän asetuksen mukainen.

4 artikla

Yhteisöön sijoittautuminen

Valmistajan on oltava yhteisöön sijoittautunut. Valmistaja on vastuussa siitä, että "EY-lannoite" on tämän asetuksen säännösten mukainen.

5 artikla

Vapaa liikkuvuus

1. Jäsenvaltiot eivät saa lannoitteen koostumuksen, tunnistaja- ja pakkausmerkintöjen tai pakkauksen taikka muiden tähän asetukseen sisältyvien säännösten perusteella kieltää, rajoittaa tai vaikeuttaa niiden "EY-lannoite" -merkinnällä varustettujen lannoitteiden saattamista markkinoille, jotka ovat tämän asetuksen säännösten mukaisia, sanotun kuitenkaan rajoittamatta 15 artiklan ja yhteisön muun lainsäädännön soveltamista.

2. Lannoitteet, jotka on varustettu "EY-lannoite" -merkinällä tämän asetuksen mukaisesti, liikkuvat vapaasti yhteisössä.

6 artikla

Pakolliset tiedot

1. Jäsenvaltiot voivat 9 artiklan vaatimusten täyttämiseksi määrätä, että niiden markkinoille saatettavien lannoitteiden typpi-, fosfori- ja kaliumpitoisuudet on ilmoitettava seuraavasti:

- typpi pelkästään alkuaineena (N), ja
- joko fosfori ja kalium pelkästään alkuaineina (P, K), tai
- fosfori ja kalium pelkästään oksideina (P_2O_5 , K_2O), tai
- fosfori ja kalium samanaikaisesti sekä alkuaineina että oksideina.

Jos käytetään mahdollisuutta määrätä, että fosfori- ja kaliumpitoisuudet on ilmoitettava alkuaineina, kaikki liitteissä olevat viittaukset oksidimuotoihin on katsottava viittauksiksi alkuaineisiin ja numeroarvot on muunnettava seuraavasti:

- fosfori (P) = fosforipentoksidi (P_2O_5) \times 0,436,
- kalium (K) = kaliumoksidi (K_2O) \times 0,830.

2. Jäsenvaltiot voivat määrätä, että niiden markkinoille saatettavien sivuravinnelannoitteiden ja, jos 17 artiklan edellytykset täyttyvät, pääravinnelannoitteiden kalsium-, magnesium-, natrium- ja rikki-pitoisuudet on ilmoitettava:

- oksideina (CaO , MgO , Na_2O , SO_3), tai
- alkuaineina (Ca, Mg, Na, S), tai
- molemmilla mainituilla tavoilla.

Muunnettaessa kalsiumoksidi-, magnesiumoksidi-, natriumoksidi- ja rikkioksidipitoisuudet kalsium-, magnesium-, natrium- ja rikkipitoisuuksiksi on käytettävä seuraavia kertoimia:

- kalsium (Ca) = kalsiumoksidi (CaO) \times 0,715,
- magnesium (Mg) = magnesiumoksidi (MgO) \times 0,603,
- natrium (Na) = natriumoksidi (Na_2O) \times 0,742,
- rikki (S) = rikkioksidipitoisuus (SO_3) \times 0,400.

Lasketun oksidi- tai alkuainepitoisuuden ilmoitettava luku pyöristetään lähimpään desimaaliin.

3. Jäsenvaltiot eivät saa estää molemmilla 1 ja 2 kohdassa mainituilla tavoilla merkityn "EY-lannoitteen" saattamista markkinoille.

4. Kun liitteessä I olevassa A, B, C ja D jaksossa lueteltuihin lannoitetyyppeihin kuuluvat EY-lannoitteet sisältävät yhtä tai useampaa hivenravinteista boori, koboltti, kupari, rauta, man-

gaani, molybdeeni tai sinkki, on niiden pitoisuudet ilmoitettava, jos seuraavat edellytykset täyttyvät:

- lannoitteeseen on lisätty hivenravinteita vähintään liitteessä I olevan E jakson 2 kohdan 2 ja 3 alakohdassa määritellyt vähimmäismäärät,
- EY-lannoite on edelleen liitteessä I olevassa A, B, C ja D jaksossa asetettujen vaatimusten mukainen.

5. Jos hivenravinteet ovat lannoitteen pääravinteiden (N, P, K) ja sivuravinteiden (Ca, Mg, Na, S) valmistukseen käytettävien raaka-aineiden tavanomaisia ainesosia, ne voidaan ilmoittaa, jos niitä on lannoitteessa vähintään liitteessä I olevan E jakson 2 kohdan 2 ja 3 alakohdassa määritellyt vähimmäismäärät.

6. Lannoitteen hivenravinnepitoisuus on ilmoitettava seuraavasti:

- liitteessä I olevan E jakson 1 kohdassa lueteltuihin lannoitetyyppeihin kuuluvien lannoitteiden osalta kyseisen jakson 1 kohdan 6 sarakkeen vaatimusten mukaisesti;
- edellä a alakohdassa tarkoitettujen lannoitteiden sellaisten seosten osalta, jotka sisältävät vähintään kahta hivenravinnetta ja jotka täyttävät liitteessä I olevan E jakson 2 kohdan 1 alakohdassa asetetut vaatimukset, ja liitteessä I olevassa A, B, C ja D kohdassa lueteltuihin lannoitetyyppeihin kuuluvien lannoitteiden osalta ilmoitetaan:
 - kokonaispitoisuus prosentteina lannoitteen massasta, ja
 - vesiliukoisien ainesosan pitoisuus prosentteina lannoitteen massasta, jos vesiliukoisien ainesosan pitoisuus on vähintään puolet kokonaispitoisuudesta.

Jos hivenravinne on täysin vesiliukoinen, on ilmoitettava ainoastaan vesiliukoisien ainesosan pitoisuus.

Jos hivenravinne on kemiallisesti sitoutunut orgaaniseen molekyyliin, lannoitteessa oleva tämän hivenravinteen pitoisuus ilmoitetaan prosentteina tuotteen massasta välittömästi vesiliukoisien ainesosan pitoisuuden jälkeen, minkä jälkeen seuraa jompikumpi ilmaisuista "kelatoituna" tai "kompleksoituna" ja orgaanisen molekyylin nimi, siten kuin liitteessä I olevan E jakson 3 kohdassa on esitetty. Orgaanisen molekyylin nimen sijasta voidaan käyttää sen lyhennettä.

7 artikla

Tunnistemerkin

1. Valmistajan on varustettava EY-lannoitteet 9 artiklassa luetelluilla tunnistemerkinneillä.

2. Jos lannoitteet toimitetaan pakkauksissa, nämä tunnistemerkinneet on tehtävä pakkauksiin tai pakkauksiin kiinnitettuihin etiketteihin. Irtolannoitteiden osalta merkintöjen on oltava tavarana mukana seuraavissa asiakirjoissa.

8 artikla

Jäljitettävyys

Valmistajan on EY-lannoitteiden jäljitettävyuden varmistamiseksi säilytettävä tiedot lannoitteiden alkuperästä, sanotun kuitenkaan rajoittamatta 26 artiklan 3 kohdan soveltamista. Tietojen on oltava jäsenvaltioiden tarkastettavissa niin kauan kuin lannoitetta toimitetaan markkinoille ja tämän jälkeen kahden vuoden ajan siitä, kun valmistaja on lopettanut lannoitteen toimittamisen.

9 artikla

Merkinnät

1. Asetuksen 7 artiklassa tarkoitetuissa pakkauksissa, etiketeissä ja tavarankirjoissa seuraavissa asiakirjoissa on oltava seuraavat merkinnät, sanotun kuitenkaan rajoittamatta muiden yhteisön säännösten soveltamista:

a) Pakolliset tunnistemerkinnot:

- ilmaisu "EY-LANNOITE" suuraakkosin;
- jos sellainen on olemassa, lannoitetyypin nimi liitteen I mukaisesti;
- lannoiteseosten osalta tyyppinimen jälkeen merkintä "mekaaninen seos";
- jäljempänä 19, 21 tai 23 artiklassa tarkoitettujen lisämerkinnät;
- ravinteet on ilmaistava sekä sanoin että kemiallisin merkein, esimerkiksi: typpi (N), fosfori (P), fosforipentoksidi (P_2O_5), kalium (K), kaliumoksidi (K_2O), kalsium (Ca), kalsiumoksidi (CaO), magnesium (Mg), magnesiumoksidi (MgO), natrium (Na), natriumoksidi (Na_2O), rikki (S), rikkiatrioksidi (SO_3), boori (B), kupari (Cu), koboltti (Co), rauta (Fe), mangaani (Mn), molybdeeni (Mo) ja sinkki (Zn);
- jos lannoite sisältää hivenravinteita, joista osa tai kaikki ovat kemiallisesti sitoutuneena orgaaniseen molekyyliin, hivenravinteen nimen jälkeen on lisättävä jokin seuraavista määritteistä:
 - i) ". . -kelaatti" (kelatoivan aineen nimi tai sen lyhennys liitteessä I olevan E jakson 3 kohdan 1 alakohdan mukaisesti);
 - ii) ". . -kompleksi" (kompleksoivan aineen nimi liitteessä I olevan E jakson 3 kohdan 2 alakohdan mukaisesti);
- lannoitteen sisältämät hivenravinteet on lueteltava niiden kemiallisten merkkien mukaisessa aakkosjärjestyksessä: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn;
- liitteessä I olevan E jakson 1 ja 2 kohdassa olevien tuotteiden yksityiskohtaiset käyttöohjeet;

— nestemäisten lannoitteiden määrät on ilmaistava massana. Nestemäisten lannoitteiden määrien ilmaiseminen tilavuutena tai massana tilavuutta kohti (kilogrammaa/hehtolitra tai grammaa/litra) on vapaaehtoista;

— netto- tai bruttomassa ja valinnaisesti nestemäisten lannoitteiden osalta tilavuus. Jos ilmoitetaan bruttomassa, sen ohella on ilmoitettava myös taaramassa;

— valmistajan nimi tai toiminimi ja osoite.

b) Valinnaiset tunnistemerkinnot:

- kuten liitteessä I;
- varastointi- ja käsittelyohjeet ja niiden lannoitteiden osalta, joita ei ole lueteltu liitteessä I olevan E jakson 1 ja 2 kohdassa, lannoitteen tarkat käyttöohjeet;
- tiedot lannoitteen käyttömäärästä ja -edellytyksistä niissä maaperä- ja viljelyolosuhteissa, joissa lannoitetta on tarkoitus käyttää;
- valmistajan oma tunnus ja tuotteen kaupan nimi.

Edellä b alakohdassa mainitut merkinnät eivät saa olla ristiriidassa a alakohdassa tarkoitettujen merkintöjen kanssa, ja ne on selvästi pidettävä erillään toisistaan.

2. Kaikki 1 kohdassa tarkoitettujen merkinnät on selvästi erotettava kaikista muista pakkauksissa, etiketeissä ja tuotteiden mukana seuraavissa asiakirjoissa olevista tiedoista.

3. Nestemäisiä lannoitteita saa saattaa markkinoille ainoastaan, jos valmistaja antaa asiaa koskevat lisäohjeet. Näissä ohjeissa on erityisesti oltava tiedot säilytyslämpötilasta ja varastoinnin aikaisesta onnettomuuksien ehkäisystä.

4. Tämän artiklan soveltamista koskevat yksityiskohtaiset säännöt annetaan 32 artiklan 2 kohdassa tarkoitettua menettelyä noudattaen.

10 artikla

Pakkausmerkinnät

1. Pakkaukseen kiinnitettävät etiketit tai siihen tehtävät muut merkinnät, joista 9 artiklassa tarkoitettujen tiedot ilmenevät, on sijoitettava helposti havaittavaan paikkaan. Etiketit on kiinnitettävä pakkaukseen tai sen sulkemiseen käytettävään mekanismiin. Jos mekanismina käytetään suljinta, sulkimessa on oltava pakkaajan nimi tai merkki.

2. Edellä 1 kohdassa tarkoitettujen merkintöjen on oltava pysyviä ja selvästi luettavissa ja säilyttävä sellaisina.

3. Kun on kyse 7 artiklan 2 kohdan toisessa virkkeessä tarkoitetuista irtolannoitteista, tuotteiden mukana on oltava tunnistemerkinnot sisältävät asiakirjat. Näiden asiakirjojen on oltava helposti saatavilla tarkastusta varten.

11 artikla

Kielet

Etiketti, pakkausmerkinnät ja tavaran mukana seuraavat asiakirjat on laadittava ainakin sen jäsenvaltion virallisella kielellä tai virallisilla kielillä, jossa EY-lannoitteen markkinoille saattaminen tapahtuu.

12 artikla

Pakkaus

Pakattuina toimitettavien EY-lannoitteiden pakkaus on suljettava sellaisella tavalla tai sellaisella välineellä, että pakkausta avattaessa kiinnitys, kiinnityssulkija tai itse pakkaus rikkoutuu korjauskelvottomaksi. Venttiilisäkkien käyttö on sallittua.

13 artikla

Sallitut poikkeamat

1. EY-lannoitteiden ravinnepitoisuuksien on noudatettava liitteessä II vahvistettuja sallittuja poikkeamia. Sallittujen poikkeamien tarkoituksena on ottaa huomioon valmistus-, näytteenotto- ja analyysimenetelmissä ilmenevät vaihtelut.
2. Valmistaja ei saa järjestelmällisesti käyttää hyväkseen liitteessä II määriteltyjä sallittuja poikkeamia.
3. Liitteessä I määriteltyihin vähimmäis- ja enimmäispitoisuuksiin ei sallita poikkeamia.

14 artikla

Lannoitteita koskevat vaatimukset

Lannoitetyyppi voidaan sisällyttää liitteeseen I ainoastaan,

- a) jos ravinteet liukenevat siitä tehokkaasti,
- b) jos sitä varten on käytettävissä asianmukaiset näytteenotto- ja analyysi- sekä vaadittaessa testimenetelmät,
- c) jos se ei tavanomaisissa käyttöoloissa vaikuta haitallisesti ihmisten, eläinten tai kasvien terveyteen taikka ympäristöön.

15 artikla

Suojalauseke

1. Jos jäsenvaltiolla on perusteltua aihetta epäillä, että tietty EY-lannoite on vaaraksi ihmisten, eläinten tai kasvien turvallisuudelle tai terveydelle taikka ympäristölle, vaikka kyseinen lannoite täyttää tämän asetuksen vaatimukset, jäsenvaltio voi väliaikaisesti kieltää tämän lannoitteen markkinoille saattamisen

alueellaan tai asettaa sitä varten erityisehtoja. Sen on välittömästi ilmoitettava tästä muille jäsenvaltioille ja komissiolle sekä ilmoitettava samalla päätöksensä perusteet.

2. Komissio tekee asiassa päätöksen 90 päivän kuluessa tietojen vastaanottamisesta 32 artiklan 2 kohdassa tarkoitettua menettelyä noudattaen.

3. Tämän asetuksen säännöksillä ei estetä komissiota tai jäsenvaltioita toteuttamasta yleisen turvallisuuden vuoksi perusteltuja toimenpiteitä EY-lannoitteiden markkinoille saattamisen kieltämiseksi, rajoittamiseksi tai estämiseksi.

II OSASTO

ERI LANNOITETYYPEJÄ KOSKEVAT SÄÄNNÖKSET

I LUKU

Epäorgaaniset pääravinnelannoitteet

16 artikla

Sovelletamisala

Tämän luvun säännöksiä sovelletaan sellaisiin kiinteisiin ja nestemäisiin, sekä yksi- että moniravinteisiin epäorgaanisiin pääravinnelannoitteisiin, mukaan luettuna sivuravinteita ja/tai hivenravinteita sisältävät pääravinnelannoitteet, joissa ravinteiden vähimmäispitoisuus on liitteessä I olevan A, B ja C jakson sekä E jakson 2.2.3 kohdan mukainen.

17 artikla

Pääravinteita sisältävien lannoitteiden sivuravinteita koskeva tuoteseloste

Liitteessä I olevassa A, B ja C jaksossa lueteltuihin lannoitetyyppeihin kuuluvien EY-lannoitteiden sisältämä kalsium, magnesium, natrium ja rikki voidaan ilmoittaa sivuravinnepitoisuutena, jos mainittuja alkuaineita on lannoitteessa vähintään seuraavat vähimmäispitoisuudet:

- a) 2 prosenttia kalsiumoksidia (CaO), eli 1,4 prosenttia Ca,
- b) 2 prosenttia magnesiumoksidia (MgO), eli 1,2 prosenttia Mg,
- c) 3 prosenttia natriumoksidia (Na₂O), eli 2,2 prosenttia Na,
- d) 5 prosenttia rikki-trioksidia (SO₃), eli 2 prosenttia S.

Näissä tapauksissa tyyppinimeen on lisättävä 19 artiklan 2 kohdan ii alakohdan mukainen lisämerkintä.

18 artikla

Kalsium, magnesium, natrium ja rikki

1. Liitteessä I olevassa A, B ja C jaksossa lueteltujen lannoitteiden magnesium-, natrium- ja rikkipitoisuudet on ilmoitettava jollakin seuraavista tavoista:
- kokonaispitoisuus, joka ilmoitetaan prosentteina lannoitteen massasta;
 - jos liukoisen ainesosan pitoisuus on vähintään neljäsosa kokonaispitoisuudesta, ilmoitetaan alkuaineen kokonaispitoisuus ja vesiliukoisen ainesosan pitoisuus prosentteina lannoitteen massasta;
 - jos alkuaine on täysin vesiliukoinen, ilmoitetaan ainoastaan vesiliukoisen ainesosan pitoisuus prosentteina lannoitteen massasta.
2. Jollei liitteessä I toisin säädetä, kalsiumpitoisuus on ilmoitettava ainoastaan, jos kalsium on vesiliukoisessa muodossa, jolloin pitoisuus ilmoitetaan prosentteina lannoitteen massasta.

19 artikla

Tunnistemerkinnot

1. Edellä 9 artiklan 1 kohdan a alakohdassa tarkoitettujen pakollisten tunnistemerkinnot lisäksi on tehtävä tämän artiklan 2, 3, 4, 5 ja 6 kohdan mukaiset merkinnät.
2. Moniravinteiden lannoitteiden osalta on tyyppinimen jälkeen lisättävä:
- ilmoitettavien sivuravinteiden kemialliset merkit sulkeissa pääravinteiden kemiallisten merkkin jälkeen;
 - luvut, jotka osoittavat pääravinnepitoisuudet. Ilmoitettavat sivuravinnepitoisuudet on esitettävä sulkeissa pääravinnepitoisuuksien jälkeen.
3. Tyyppinimen jälkeen saadaan ilmoittaa ainoastaan sellaisia lukuja, jotka osoittavat pää- ja sivuravinnepitoisuuksia.
4. Hivenravinnepitoisuuksia ilmoitettaessa on merkittävä sanat "sisältää hivenravinteita" tai sana "sisältää", jonka jälkeen on merkittävä lannoitteen sisältämän yhden tai useamman hivenravinteiden nimi ja niiden kemialliset merkit.
5. Pää- ja sivuravinteiden ilmoitettu pitoisuus on ilmoitettava kokonaislukuina tai tarvittaessa, jos käytettävissä on asianmukainen analyysimenetelmä, yhden desimaalin tarkkuudella prosenttiosuutena lannoitteen massasta.

Lannoitteiden, jotka sisältävät useampaa kuin yhtä ilmoitettavaa ravinnettä, pääravinteet on ilmoitettava seuraavassa järjestyksessä: N, P₂O₅ ja/tai P, K₂O ja/tai K, ja sivuravinteet seuraavassa järjestyksessä: CaO ja/tai Ca, MgO ja/tai Mg, Na₂O ja/tai Na, SO₃ ja/tai S.

Ilmoitettavissa hivenravinnepitoisuuksissa on nimettävä kukin hivenaine ja annettava kunkin kemiallinen merkki ja ilmoitettava sen prosenttiosuus lannoitteen massasta liitteessä I olevan E jakson 2 kohdan 2 ja 3 alakohdan ja hivenravinteiden liukoisuuksien mukaisesti.

6. Ravinteiden eri muodot ja liukoisuudet on myös ilmaisettava prosentteina lannoitteen massasta, paitsi jos liitteessä I nimenomaan määrätään, että tämä pitoisuus ilmoitetaan muulla tavalla.

Luvut on ilmoitettava yhden desimaalin tarkkuudella lukuun ottamatta hivenravinteita, jotka on esitettävä liitteessä I olevan E jakson 2 kohdan 2 ja 3 alakohdan määräysten mukaisella tarkkuudella.

II LUKU

Epäorgaaniset sivuravinnelannoitteet

20 artikla

Soveltamisala

Tätä lukua sovelletaan sellaisiin kiinteisiin ja nestemäisiin epäorgaanisiin sivuravinnelannoitteisiin, mukaan luettuina hivenravinteita sisältävät sivuravinnelannoitteet, joissa ravinteiden vähimmäispitoisuus on liitteessä I olevan D jakson ja E jakson 2 kohdan 2 ja 3 alakohdan mukainen.

21 artikla

Tunnistemerkinnot

1. Edellä 9 artiklan 1 kohdan a alakohdassa tarkoitettujen pakollisten tunnistemerkinnot lisäksi on tehtävä tämän artiklan 2, 3, 4 ja 5 kohdan mukaiset merkinnät.
2. Hivenravinteita ilmoitettaessa on merkittävä sanat "sisältää hivenravinteita" tai sana "sisältää", jonka jälkeen on merkittävä lannoitteen sisältämän yhden tai useamman hivenravinteiden nimi ja niiden kemialliset merkit.
3. Sivuravinteiden pitoisuus on ilmoitettava kokonaislukuina tai tarvittaessa, jos käytettävissä on asianmukainen analyysimenetelmä, yhden desimaalin tarkkuudella prosenttiosuutena lannoitteen massasta.

Useampaa kuin yhtä sivuravinnetta sisältävissä lannoitteissa järjestys on seuraava:

CaO ja/tai Ca, MgO ja/tai Mg, Na₂O ja/tai Na, SO₃ ja/tai S.

Ilmoitettavissa hivenravinnepitoisuuksissa on nimettävä kukin hivenravinne ja annettava sen kemiallinen merkki ja ilmoitettava sen prosenttiosuus lannoitteen massasta liitteessä I olevan E jakson 2 kohdan 2 ja 3 alakohdan ja hivenravinteiden liukoisuuksien mukaisesti.

4. Ravinteiden eri muodot ja liukoisuudet on myös ilmoitettava prosentteina lannoitteen massasta, paitsi jos liitteessä I nimenomaan määrätään, että tämä pitoisuus ilmoitetaan muulla tavalla.

Luvut on ilmoitettava yhden desimaalin tarkkuudella lukuun ottamatta hivenravinteita, jotka on ilmoitettava liitteessä I olevan E jakson 2 kohdan 2 ja 3 alakohdan määräysten mukaisella tarkkuudella.

5. Jollei liitteessä I toisin säädetä, kalsiumpitoisuus on ilmoitettava ainoastaan, jos kalsium on vesiliukoisessa muodossa, jolloin pitoisuus ilmoitetaan prosentteina lannoitteen massasta.

III LUKU

Epäorgaaniset hivenravinnelannoitteet

22 artikla

Soveltamisala

Tätä lukua sovelletaan kiinteisiin ja nestemäisiin epäorgaanisiin hivenravinnelannoitteisiin, joissa ravinteiden vähimmäispitoisuus on liitteessä I olevan E jakson 1 kohdan ja 2 kohdan 1 alakohdan säännösten mukainen.

23 artikla

Tunnistemerkinnot

1. Edellä 9 artiklan 1 kohdan a alakohdassa tarkoitettujen pakollisten tunnistemerkinnoton lisäksi on tehtävä tämän artiklan 2, 3, 4 ja 5 kohdan mukaiset merkinnot.

2. Jos lannoite sisältää useampaa kuin yhtä hivenravinnetta, ilmoitetaan tyyppinimi ”hivenravinneseos”, jonka jälkeen merkitään lannoitteen sisältämien hivenravinteiden nimet ja niiden kemialliset merkit.

3. Ilmoitettava hivenravinnepitoisuus on ilmaistava kokonaislukuina tai tarvittaessa yhden desimaalin tarkkuudella prosentiosuutena lannoitteen massasta, kun kyseessä on ainoastaan yhtä hivenravinnetta (liitteessä I olevan E jakson 1 kohta) sisältävä lannoite.

4. Hivenravinteiden muodot ja liukoisuudet on ilmoitettava prosentteina lannoitteen massasta, paitsi jos liitteessä I nimenomaan määrätään, että tämä pitoisuus ilmoitetaan muulla tavalla.

Desimaalien lukumäärä hivenravinteiden pitoisuuksia ilmoitettaessa on liitteessä I olevan E jakson 2 kohdan 1 alakohdan mukainen.

5. Liitteessä I olevan E jakson 1 kohdassa ja 2 kohdan 1 alakohdassa mainittujen tuotteiden etiketteihin ja näiden tuotteiden mukana seuraaviin asiakirjoihin on liitettävä seuraava teksti pakollisten ja valinnaisten ilmoitusten alapuolelle:

”Käytettäväksi ainoastaan todettuun tarpeeseen. Asianmukaisia käyttömääriä ei saa ylittää.”

24 artikla

Pakkaus

Tämän luvun säännösten soveltamisalaan kuuluvien EY-lannoitteiden on oltava pakattuja.

IV LUKU

Runsastyyppiset ammoniumnitraattilannoitteet

25 artikla

Soveltamisala

Tässä luvussa yksi- ja moniravinteisilla runsastyyppisillä ammoniumnitraattilannoitteilla tarkoitetaan lannoitteina käytettäväksi valmistettuja ammoniumnitraattipohjaisia tuotteita, joiden tyyppipitoisuus ammoniumnitraatista laskettuna on yli 28 painoprosenttia.

Tämäntyyppinen lannoite voi sisältää epäorgaanisia tai inerttejä aineita.

Tämäntyyppisen lannoitteen valmistuksessa käytettävät aineet eivät saa lisätä lannoitteen lämpöherkkyyttä tai sen räjähtävyyttä.

26 artikla

Turvatoimet ja -tarkastukset

1. Valmistajan on varmistettava, että yksiravinteiset runsastyyppiset ammoniumnitraattilannoitteet ovat liitteessä III olevan I jakson säännösten mukaisia.

2. Yksiravinteisten runsastyyppisten ammoniumnitraattilannoitteiden virallista valvontaa varten tehtävät tässä luvussa säädetty tarkastukset, analyysit ja kokeet on suoritettava liitteessä III olevassa 3 jaksossa selostettuja menetelmiä noudattaen.

3. Valmistajan on markkinoille saatettujen runsastyyppisten EY-ammoniumnitraattilannoitteiden jäljitettävyyden varmistamiseksi säilytettävä tiedot niiden paikkojen sekä niissä paikoissa toimineiden nimistä ja osoitteista, joissa lannoitteet ja niiden olennaiset aineosat on tuotettu. Tietojen on oltava jäsenvaltion tarkastettavissa niin kauan kuin lannoitetta toimitetaan markkinoille ja tämän jälkeen kahden vuoden ajan siitä, kun valmistaja on lopettanut lannoitteen toimittamisen.

27 artikla

Räjähämättömyyskoe

Valmistajan on varmistettava, että kaikki markkinoille saatetut runsastyyppiset EY-ammoniumnitraattilannoitetyypit ovat läpäisseet tämän asetuksen liitteessä III olevissa jaksoissa 2, 3 (menetelmä 1, 3 kohta) ja 4 kuvatun räjähtämättömyyskokeen, sanotun kuitenkin rajoittamatta 26 artiklassa tarkoitettujen toimenpiteiden soveltamista. Koe on tehtävä jossakin 30 artiklan 1 kohdassa tai 33 artiklan 1 kohdassa tarkoitettussa hyväksytyssä laboratorioissa. Valmistajan on toimitettava kokeen tulokset asianomaisen jäsenvaltion toimivaltaisille viranomaisille vähintään viisi päivää ennen lannoitteen markkinoille saattamista tai tuonnin osalta vähintään viisi päivää ennen lannoitteen saapumista Euroopan yhteisön rajoille. Sen jälkeen valmistajan on edelleen taattava, että kaikki markkinoille saatetut lannoite-erät voivat läpäistä edellä mainitun kokeen.

28 artikla

Pakkaus

Runsastyyppisiä ammoniumnitraattilannoitteita saadaan toimittaa lopulliselle käyttäjälle ainoastaan asianmukaisesti pakattuina.

III OSASTO

LANNOITTEIDEN VAATIMUSTENMUKAISUUDEN ARVIOINTI

29 artikla

Valvontatoimet

1. Jäsenvaltiot voivat valvoa "EY-lannoite" -merkinnöin varustettuja lannoitteita virallisin valvontatoimin sen todentamiseksi, että ne ovat tämän asetuksen mukaisia.

Jäsenvaltioilla on mahdollisuus periä tällaisista valvontatoimenpiteistä maksuja, jotka eivät ylitä niitä varten tarvittavista kokeista aiheutuvia kustannuksia, mutta tämä ei saa velvoittaa valmistajia toistamaan kokeita eikä maksamaan kokeiden toistamisesta, jos ensimmäisen kokeen on tehnyt laboratorio, joka on täyttänyt 30 artiklan edellytykset, ja jos testi on osoittanut lannoitteen olevan vaatimusten mukainen.

2. Jäsenvaltioiden on varmistettava, että liitteessä I lueteltuihin lannoitetyyppeihin kuuluvien EY-lannoitteiden virallista valvontaa varten suoritettava näytteenotto ja sitä varten tehtävät analyysit toteutetaan noudattamalla liitteissä III ja IV selostettuja menetelmiä.

3. Se, että lannoite vastaa asetuksessa säädettyjen lannoitetyyppejä ja ilmoitettavia ravinnepitoisuuksia ja/tai ravinteiden eri muotoina ja liukoisuuksina ilmoitettuja pitoisuuksia koskevia vaatimuksia, voidaan osoittaa virallisissa tarkastuksissa ainoastaan liitteiden III ja IV mukaisilla näytteenotto- ja analyysimenetelmillä, joissa otetaan huomioon liitteessä II määritellyt sallitut poikkeamat.

4. Mittaus-, näytteenotto- ja analyysimenetelmien mukauttamisessa ja ajanmukaistamisessa noudatetaan 32 artiklan 2 kohdassa tarkoitettua menettelyä, ja tällöin on aina kun se on mahdollista käytettävä eurooppalaisia standardeja. Samaa menettelyä on noudatettava tässä artiklassa ja tämän asetuksen 8, 26 ja 27 artiklassa tarkoitettuja tarkastustoimenpiteitä varten laadittuja täytäntöönpanosääntöjä hyväksyttäessä. Nämä säännöt koskevat erityisesti sitä, kuinka usein kokeet on uusittava, sekä niitä toimenpiteitä, joiden avulla varmistetaan, että markkinoille saatettu lannoite on samanlainen kuin testattu lannoite.

30 artikla

Laboratoriot

1. Jäsenvaltioiden on toimitettava komissiolle luettelo niistä alueellaan sijaitsevista hyväksytyistä laboratorioista, joilla on pätevyys tarjota tarvittavat palvelut sen tarkastamiseksi, että EY-lannoitteet ovat tämän asetuksen vaatimusten mukaisia.

Näiden laboratorioiden on oltava liitteessä V olevassa B jaksossa tarkoitettujen standardien mukaisia. Kyseinen luettelo on toimitettava 11 päivään kesäkuuta 2004 mennessä sekä aina, kun sitä myöhemmin muutetaan.

2. Komissio julkaisee luettelon hyväksytyistä laboratorioista *Euroopan unionin virallisessa lehdessä*.

3. Jos jäsenvaltiolla on perusteltua aihetta epäillä, ettei hyväksytty laboratorio ole 1 kohdassa tarkoitettujen standardien mukainen, sen on otettava asia esille 32 artiklassa tarkoitettussa komiteassa. Jos komitea katsoo, ettei laboratorio ole standardien mukainen, komissio poistaa sen nimen 2 kohdassa mainitusta luettelosta.

4. Komissio tekee asiasta päätöksen 32 artiklan 2 kohdassa tarkoitettua menettelyä noudattaen 90 päivän kuluessa siitä, kun se on vastaanottanut asiasta tiedon.

5. Komissio julkaisee muutetun luettelon *Euroopan unionin virallisessa lehdessä*.

IV OSASTO

LOPPUSÄÄNNÖKSET

I LUKU

Liitteiden mukauttaminen

31 artikla

Uudet EY-lannoitteet

1. Uuden lannoitetyypin sisällyttämisestä tämän asetuksen liitteeseen I päätetään 32 artiklan 2 kohdassa tarkoitettua menettelyä noudattaen.

2. Valmistajan tai valmistajan edustajan, joka haluaa ehdottaa uutta lannoitetyyppeä lisättäväksi liitteeseen I ja jonka on tätä varten laadittava tekniset asiakirjat, on tällöin otettava huomioon liitteessä V olevassa A jaksossa tarkoitettavat tekniset asiakirjat.

3. Muutokset, jotka tarvitaan liitteiden mukauttamiseksi tekniikan kehitykseen, tehdään 32 artiklan 2 kohdassa tarkoitettua menettelyä noudattaen.

32 artikla

Komiteamenettely

1. Komissiota avustaa komitea.

2. Jos tähän kohtaan viitataan, sovelletaan päätöksen 1999/468/EY 5 ja 7 artiklassa säädettyä menettelyä ottaen huomioon mainitun päätöksen 8 artiklan säännökset.

Päätöksen 1999/468/EY 5 artiklan 6 kohdassa tarkoitettu määräaika vahvistetaan kolmeksi kuukaudeksi.

3. Komitea vahvistaa työjärjestyksensä.

II LUKU

Siirtymäsäännökset

33 artikla

Toimivaltaiset laboratoriot

1. Jäsenvaltiot voivat siirtymäkauden ajan 11 päivään joulukuuta 2007 saakka jatkaa kansallisten säännöstensä soveltamista sellaisten toimivaltaisten laboratorioden hyväksymiseen, jotka tarjoavat tarvittavat palvelut sen tarkastamiseksi, että EY-lannoitteet ovat tämän asetuksen vaatimusten mukaisia, sanotun kuitenkaan rajoittamatta 30 artiklan 1 kohdan säännösten soveltamista.

2. Jäsenvaltioiden on toimitettava komissiolle luettelo näistä laboratorioista sekä annettava tarkat tiedot hyväksymismenettelystään. Tämä luettelo on toimitettava 11 päivään kesäkuuta 2004 mennessä ja aina, kun sitä myöhemmän muutetaan.

34 artikla

Pakkaukset ja merkinnät

Poiketen siitä, mitä 35 artiklan 1 kohdassa säädetään, aiemmissa direktiiveissä tarkoitettujen EY-lannoitteiden merkintöjä, pakkauksia, etikettejä ja tuotteiden mukana toimitettavia asiakirjoja voidaan käyttää edelleen 11 päivään kesäkuuta 2005 saakka.

III LUKU

Loppusäännökset

35 artikla

Kumotut direktiivit

1. Kumotaan direktiivit 76/116/ETY, 77/535/ETY, 80/876/ETY ja 87/94/ETY.

2. Viittaukset kumottuihin direktiiveihin katsotaan viittauksiksi tähän asetukseen. Erityisesti komission perustamissopimuksen 95 artiklan 6 kohdan nojalla myöntämät poikkeukset direktiivin 76/116/ETY 7 artiklaan katsotaan poikkeuksiksi tämän asetuksen 5 artiklaan, ja niillä on vaikutuksia myös tämän asetuksen voimaantulon jälkeen. Kunnes seuraamukset on vahvistettu 36 artiklan mukaisesti, jäsenvaltiot voivat edelleen soveltaa 1 kohdassa mainittujen direktiivien täytäntöönpanemiseksi annettujen kansallisten säännösten rikkomisesta säädettyjä seuraamuksia.

36 artikla

Seuraamukset

Jäsenvaltioiden on säädettävä tämän asetuksen rikkomiseen sovellettavista seuraamuksista, ja toteutettava kaikki tarvittavat toimenpiteet seuraamusten soveltamisen varmistamiseksi. Säädettyjen seuraamusten on oltava tehokkaita, oikeasuhteisia ja varoittavia.

37 artikla

Kansalliset säännökset

Jäsenvaltioiden on ilmoitettava komissiolle 11 päivään kesäkuuta 2005 mennessä tämän asetuksen 6 artiklan 1 ja 2 kohdan, 29 artiklan 1 kohdan ja 36 artiklan nojalla hyväksymänsä kansalliset säännökset ja viipymättä kaikki niiden muutokset.

38 artikla

Voimaantulo

Tämä asetus tulee voimaan 20 päivän kuluttua siitä, kun se on julkaistu *Euroopan unionin virallisessa lehdessä* lukuun ottamatta 8 artiklaa ja 26 artiklan 3 kohtaa, jotka tulevat voimaan 11 päivään kesäkuuta 2005.

Tämä asetus on kaikilta osiltaan velvoittava, ja sitä sovelletaan sellaisenaan kaikissa jäsenvaltioissa.

Tehty Luxemburgissa 13 päivänä lokakuuta 2003.

Euroopan parlamentin puolesta

Puhemies

P. COX

Neuvoston puolesta

Puheenjohtaja

G. ALEMANN

SISÄLLYS

	Sivu
LIITE I – EY-lannoitetyyppien luettelo	15
A Epäorgaaniset yksiravinteiset pääravinnelannoitteet	15
A.1 Tyypilannoitteet	15
A.2 Fosfaattilannoitteet	19
A.3 Kaliumlannoitteet	22
B Epäorgaaniset moniravinteiset pääravinnelannoitteet	23
B.1 NPK-lannoitteet	23
B.2 NP-lannoitteet	27
B.3 NK-lannoitteet	30
B.4 PK-lannoitteet	32
C Epäorgaaniset nestemäiset lannoitteet	34
C.1 Yksiravinteiset nestemäiset lannoitteet	34
C.2 Moniravinteiset nestemäiset lannoitteet	36
D Epäorgaaniset sivuravinnelannoitteet	42
E Epäorgaaniset hivenravinnelannoitteet	43
E.1 Yhtä hivenravinnetta sisältävät lannoitteet	43
E.1.1 Boori	43
E.1.2 Koboltti	44
E.1.3 Kupari	45
E.1.4 Rauta	46
E.1.5 Mangaani	46
E.1.6 Molybdeeni	47
E.1.7 Sinkki	48
E.2 Hivenravinteiden vähimmäispitoisuus lannoitteessa painoprosenttina	49
E.3 Luettelo hyväksytyistä, hivenravinteiden kanssa kelaatteja ja komplekseja muodostavista orgaanisista yhdisteistä	50
LIITE II – Sallitut poikkeamat	51
1. Epäorgaaniset yksiravinteiset pääravinnelannoitteet N:nä, P ₂ O ₅ :na, K ₂ O:na, MgO:na, Cl:na ilmoitettu absoluuttinen arvo massaprosentteina	51
2. Epäorgaaniset moniravinteiset pääravinnelannoitteet	52
3. Lannoitteiden sisältämät sivuravinteet	52
4. Lannoitteiden sisältämät hivenravinteet	52
LIITE III – Runsastyyppisiä ammoniumnitraattilannoitteita koskevat tekniset määräykset	53
1. Yksiravinteisten runsastyyppisten ammoniumnitraattilannoitteiden ominaisuudet ja raja-arvot	53

2. Runsastyyppisten ammoniumnitraattilannoitteiden räjähtävyyden määrittämiseksi tehtävän kokeen kuvaus	53
3. Menetelmät, joilla tarkistetaan, noudatetaanko liitteessä III olevassa 1 ja 2 jaksossa määriteltyjä raja-arvoja	54
4. Räjähtävyyden määrittäminen	66
LIITE IV – Näytteenotto- ja analyysimenetelmät	73
A Lannoitteiden valvonnassa käytettävä näytteenottomenetelmä	73
1. Tarkoitus ja soveltamisala	73
2. Näytteenottajat	73
3. Määritelmät	73
4. Välineistö	73
5. Määrää koskevat vaatimukset	74
6. Ohjeet näytteen ottoa, esikäsittelyä ja pakkaamista varten	75
7. Lopullisen näytteen pakkaaminen	76
8. Näytteenottopöytäkirja	76
9. Näytteiden lähettäminen	76
B Lannoitteiden analyysimenetelmät	76
Yleistä	76
Lannoitteiden analyysimenetelmiä koskevat yleiset määräykset	76
Menetelmä 1 – Näytteen esikäsittely analysointia varten	76
Menetelmät 2 – Typpi	78
Menetelmä 2.1 – Ammoniumtyypen määrittäminen	78
Menetelmät 2.2 – Nitraatti- ja ammoniumtyypen määrittäminen	87
Menetelmä 2.2.1 – Nitraatti- ja ammoniumtyypen määrittäminen Ulschin menetelmällä	87
Menetelmä 2.2.2 – Nitraatti- ja ammoniumtyypen määrittäminen Arndin menetelmällä	88
Menetelmä 2.2.3 – Nitraatti- ja ammoniumtyypen määrittäminen Devardan menetelmällä	90
Menetelmät 2.3 – Kokonaistyyppipitoisuuden määrittäminen	94
Menetelmä 2.3.1 – Nitraatittoman kalsiumsyanamidin tyyppipitoisuuden määrittäminen	94
Menetelmä 2.3.2 – Kokonaistyyppipitoisuuden määrittäminen nitraatteja sisältävässä kalsiumsyanamidissa	95
Menetelmä 2.3.3 – Urean sisältämän tyypin kokonaismäärän määrittäminen	98
Menetelmä 2.4 – Syanamidityypin määrittäminen	99
Menetelmä 2.5 – Urean biureetin spektrometrinen määrittäminen	101
Menetelmät 2.6 – Eri tyyppimuotojen määrittäminen samasta näytteestä	104
Menetelmä 2.6.1 – Eri tyyppimuotojen sisältämän tyypin määrittäminen samasta lannoitenäytteestä, joka sisältää tyypeä nitraatti-, ammonium-, urea- ja syanamidityypinä	104

Menetelmä 2.6.2	– Eri typpimuotojen määrittäminen lannoitteista, jotka sisältävät typpeä ainoastaan nitraatti-, ammonium- ja ureatypen muodossa	116
Menetelmät 3	– Fosfori	122
Menetelmät 3.1	– Uuttaminen	122
Menetelmä 3.1.1	– Mineraalihappoihin liukenevan fosforin uuttaminen	122
Menetelmä 3.1.2	– Prosenttiseen muurahaishappoon (20 g/l) liukenevan fosforin uuttaminen	123
Menetelmä 3.1.3	– Prosenttiseen sitruunahappoon (20 g/l) liukenevan fosforin uuttaminen	123
Menetelmä 3.1.4	– Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin uuttaminen	124
Menetelmät 3.1.5	– Emäksisellä ammoniumsitraatilla uuttaminen	126
Menetelmä 3.1.5.1	– Liukoisen fosforin uuttaminen Petermannin mukaisesti 65 °C:ssa	126
Menetelmä 3.1.5.2	– Liukoisen fosforin uuttaminen Petermannin menetelmällä huoneenlämpötilassa	128
Menetelmä 3.1.5.3	– Joulien emäksiseen ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin uuttaminen	129
Menetelmä 3.1.6	– Vesiliukoisen fosforin uuttaminen	130
Menetelmä 3.2	– Uutetun fosforin määrittäminen (gravimetrinen menetelmä, jossa käytetään kinoliinifosfomolybdaattia)	131
Menetelmä 4	– Kalium	134
Menetelmä 4.1	– Vesiliukoisen kaliumin pitoisuuden määrittäminen	134
Menetelmä 5	–	137
Menetelmä 6	– Kloori	137
Menetelmä 6.1	– Kloridien määrittäminen orgaanisen aineksen puuttuessa	137
Menetelmät 7	– Jauhatuksen hienous	139
Menetelmä 7.1	– Jauhatuksen hienouden määrittäminen (kuivamenetelmä)	139
Menetelmä 7.2	– Pehmeiden luonnonfosfaattien jauhatushienouden määrittäminen	140
Menetelmät 8	– Sivuravinteet	141
Menetelmä 8.1	– Kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja sulfaattimuodossa olevan rikin kokonaismäärän uuttaminen	141
Menetelmä 8.2	– Eri muodoissa olevan rikin kokonaismäärän uuttaminen	142
Menetelmä 8.3	– Vesiliukoisen kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja (sulfaattimuotoisen) rikin uuttaminen	143
Menetelmä 8.4	– Eri muodoissa olevan vesiliukoisen rikin uuttaminen	144
Menetelmä 8.5	– Alkuainerikin uuttaminen ja määrittäminen	145
Menetelmä 8.6	– Uutetun kalsiumin manganometrinen määrittäminen oksalaattina saostamisen jälkeen	147
Menetelmä 8.7	– Magnesiumin atomiabsorptiospektrometrinen määrittäminen	148
Menetelmä 8.8	– Magnesiumin kompleksometrinen titraus	150
Menetelmä 8.9	– Sulfaattien määrittäminen	153
Menetelmä 8.10	– Uutetun natriumin määrittäminen	154

Menetelmät 9	– Hivenravinteet, joiden pitoisuus on enintään 10 prosenttia	156
Menetelmä 9.1	– Hivenravinteiden kokonaismäärän uuttaminen	156
Menetelmä 9.2	– Vesiliukoisten hivenravinteiden uuttaminen	158
Menetelmä 9.3	– Orgaanisten aineiden poistaminen lannoiteuutteista	159
Menetelmä 9.4	– Lannoiteuutteiden hivenravinteiden määrittäminen atomiabsorptiospektrometrisesti (yleinen menetelmä)	160
Menetelmä 9.5	– Boorin määrittäminen lannoiteuutteista spektrometrinen menetelmä atsetiini-h:llä	162
Menetelmä 9.6	– Kobolttin määrittäminen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti	164
Menetelmä 9.7	– Kuparin määrittäminen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti	166
Menetelmä 9.8	– Raudan määrittäminen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti	167
Menetelmä 9.9	– Mangaanin määrittäminen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti	169
Menetelmä 9.10	– Molybdeenin määrittäminen lannoiteuutteista ammoniumtiosyanaattikompleksin spektrometrisellä määrittäyksellä	171
Menetelmä 9.11	– Sinkin määrittäminen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti	173
Menetelmät 10	– Hivenravinteet joiden pitoisuus on suurempi kuin 10 prosenttia	175
Menetelmä 10.1	– Hivenravinteiden kokonaismäärän uuttaminen	175
Menetelmä 10.2	– Vesiliukoisten hivenravinteiden uuttaminen	176
Menetelmä 10.3	– Orgaanisten yhdisteiden poistaminen lannoiteuutteista	178
Menetelmä 10.4	– Lannoiteuutteiden hivenravinteiden määrittäminen atomiabsorptiospektrometrisesti (yleinen menetelmä)	179
Menetelmä 10.5	– Boorin määrittäminen lannoiteuutteesta asidometrisellä titrauksella	181
Menetelmä 10.6	– Kobolttin määrittäminen lannoiteuutteista gravimetrisellä menetelmällä 1-nitroso-2-naftolilla	183
Menetelmä 10.7	– Kuparin määrittäminen lannoiteuutteesta titrimetrisellä menetelmällä	184
Menetelmä 10.8	– Raudan määrittäminen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti	186
Menetelmä 10.9	– Mangaanin määrittäminen lannoiteuutteesta titraamalla	188
Menetelmä 10.10	– Molybdeenin määrittäminen lannoiteuutteista gravimetrisellä menetelmällä 8-hydroksikinoliinillä	190
Menetelmä 10.11	– Sinkin määrittäminen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti	191
LIITE V		194
A Luettelo asiakirjoista, joihin valmistajien tai niiden edustajien on tutustuttava laatiakseen tekniset asiakirjat uuden lannoitetyypin lisäämiseksi tämän asetuksen liitteeseen I		194
B Akkreditointistandardit niitä laboratorioita varten, joilla on pätevyys ja valtuudet tarjota palvelut sen tarkastamiseksi, että EY-lannoitteet ovat tämän asetuksen ja sen liitteiden vaatimusten mukaisia		194

EY-LANNOITETYYPPIEN LUETTELO

A. Epäorgaaniset yksiravinteiset pääravinnelannoitteet

A.1 Typpilannoitteet

N:o	Tyypinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyypinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
1 (a)	Kalsiumnitraatti	Kemiallinen valmiste, jonka keskeisenä aineosana on kalsiumnitraatti ja joka sisältää mahdollisesti myös ammoniumnitraattia	15 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyyppinä tai nitraatti- ja ammoniumtyypinä Ammoniumtyypen enimmäispitoisuus: 1,5 %		Kokonaistyyppi <i>Haluttaessa ilmoitettavat lisäaineet:</i> Nitraattityppi Ammoniumtyppi
1 (b)	Kalsiummagnesiumnitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa kalsiumnitraattia ja magnesiumnitraattia	13 % N Typpi ilmoitetaan nitraattityypinä. Vesiliukaisen magnesiumin pitoisuus ilmoitetaan magnesiumoksidina; vähimmäispitoisuus: 5 % MgO		Nitraattityppi Vesiliukoinen magnesiumoksidi
1 (c)	Magnesiumnitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa heksahydratoitua magnesiumnitraattia	10 % N Typpi ilmoitetaan nitraattityypinä 14 % MgO Magnesium ilmoitetaan vesiliukoisena magnesiumoksidina	Kun valmistetta pidetään kaupan kide- muodossa, tyypinimeen voidaan lisätä maininta "kiteinen"	Nitraattityppi Vesiliukoinen magnesiumoksidi
2 (a)	Natriumnitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa natriumnitraattia	15 % N Typpi ilmoitetaan nitraattityypinä		Nitraattityppi
2 (b)	Chilensalpietari	Caliche'sta (luonnon Chilensalpietari) valmistettu tuote, joka sisältää pääasiassa natriumnitraattia	15 % N Typpi ilmoitetaan nitraattityypinä		Nitraattityppi
3 (a)	Kalsiumsyanamidi	Kemiallinen valmiste, jonka keskeisenä aineosana on kalsiumsyanamidi ja joka sisältää myös kalsiumoksidia ja mahdollisesti pieniä määriä ammoniumsuoloja ja ureaa	18 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyyppinä; vähintään 75 % ilmoitetusta tyyppistä on sitoutuneena syanamidimuotoon		Kokonaistyyppi

1	2	3	4	5	6
3 (b)	Typipitoinen kalsiumsyanamidi	Kemiallinen valmiste, jonka keskeisenä aineosana on kalsiumsyanamidi ja joka sisältää myös kalsiumoksidia ja mahdollisesti pieniä määriä ammoniumsuoloja ja ureaa sekä lisättyä nitraattia	18 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyyppinä. Vähintään 75 % ilmoitetusta ei-nitraattitypeistä on sitoutuneena syanamidimuotoon. Nitraattityypipitoisuus: — vähimmäispit. 1 % N — enimmäispit. 3 % N		Kokonaistyyppi Nitraattityppi
4	Ammoniumsulfaatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa ammoniumsulfaattia	20 % N Typpi ilmoitetaan ammoniumtyypinä		Ammoniumtyppi
5	Ammoniumnitraatti tai kalsiumammoniumnitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa ammoniumnitraattia ja joka voi sisältää täyteaineita, esim. jauhettua kalkkikiveä, kalsiumsulfaattia, jauhettua dolomiittia, magnesiumsulfaattia tai kiseriittiä	20 % N Typpi ilmoitetaan nitraatti- ja ammoniumtyypinä. Kumpikin näistä kattaa noin puolet mukana olevasta tyypestä. Katso tarvittaessa tämän asetuksen liitteessä III oleva 1 ja 2 jakso.	Kalsiumammoniumnitraattimerkintä varataan lannoitteille, jotka sisältävät vain kalsiumkarbonaattia (esim. kalkkikiveä) ja/tai magnesiumkarbonaattia ja kalsiumkarbonaattia (esim. dolomiittia) ammoniumnitraatin lisäksi. Karbonaattien vähimmäispitoisuuden on oltava 20 % ja puhtausasteen vähintään 90 %.	Kokonaistyyppi Nitraattityppi Ammoniumtyppi
6	Ammoniumsulfaattinitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa ammoniumnitraattia ja ammoniumsulfaattia	25 % N Typpi ilmoitetaan ammonium- ja nitraattityypinä. Nitraattitypen vähimmäispitoisuus: 5 %		Kokonaistyyppi Ammoniumtyppi Nitraattityppi
7	Magnesiumsulfonitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa ammoniumnitraattia, ammoniumsulfaattia ja magnesiumsulfaattia	19 % N Typpi ilmoitetaan ammonium- ja nitraattityypinä. Nitraattitypen vähimmäispitoisuus: 6 % N 5 % MgO Vesiliukoinen magnesium ilmoitetaan magnesiumoksidina		Kokonaistyyppi Ammoniumtyppi Nitraattityppi Vesiliukoinen magnesiumoksidi
8	Magnesiumammoniumnitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa ammoniumnitraatteja ja eräitä magnesiumsuoloja, kuten dolomiittimagnesiumkarbonaattia ja/tai magnesiumsulfaattia	19 % N Typpi ilmoitetaan ammonium- ja nitraattityypinä. Nitraattitypen vähimmäispitoisuus: 6 % N 5 % MgO Magnesium ilmoitetaan magnesiumoksidin kokonaispitoisuutena		Kokonaistyyppi Ammoniumtyppi Nitraattityppi Magnesiumoksidin kokonaispitoisuus ja mahdollisesti vesiliukoinen magnesiumoksidi

1	2	3	4	5	6
9	Urea	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa karbonyylidiamidia (karbamiidia)	44 % N Kokonaisureatyyppi (biureetti mukaan luettuna) Biureetin enimmäispitoisuus: 1,2 %		Kokonaistyyppi, joka ilmoitetaan ureatyyppinä
10	Krotonylideenidiurea	Tuote, joka saadaan urean ja krotonaldehydin reagoidessa Monomeeriyhdiste	28 % N Tyyppi ilmoitetaan kokonaistyyppinä Vähintään 25 % N krotonylideenidiureasta Ureatypen enimmäispitoisuus: 3 %		Kokonaistyyppi Ureatyyppi, jos sen pitoisuus on vähintään 1 paino- % Krotonylideenidiurean tyyppi
11	Isobutylideenidiurea	Tuote, joka saadaan urean ja isobutyraldehydin reagoidessa Monomeeriyhdiste	28 % N Tyyppi ilmoitetaan kokonaistyyppinä Vähintään 25 % N isobutylideenidiureasta Ureatypen enimmäispitoisuus: 3 %		Kokonaistyyppi Ureatyyppi, jos sen pitoisuus on vähintään 1 paino- % Isobutylideenidiurean tyyppi
12	Ureaformaldehydi	Tuote, joka saadaan urean ja formaldehydin reagoidessa ja joka sisältää pääasiassa ureaformaldehydi-molekyylejä Polymeeriyhdiste	Kokonaistyyppi 36 % Tyyppi ilmoitetaan kokonaistyyppinä Vähintään 3/5:n ilmoitetusta kokonaistyyppistä on oltava kuumaan veteen liukoista Vähintään 31 % N ureaformaldehydistä peräisin Ureatypen enimmäispitoisuus: 5 %		Kokonaistyyppi Ureatyyppi, jos sen pitoisuus on vähintään 1 paino- % Kylmään veteen liukoinen ureaformaldehydin tyyppi Ainoastaan kuumaan veteen liukoinen ureaformaldehydin tyyppi
13	Tyypilannoite, joka sisältää krotonylideenidiureaa	Kemiallinen valmiste, joka sisältää krotonylideenidiureaa ja yksiravinteista tyypilannoitetta [luettelo A.1, lukuun ottamatta tuotteita 3 a, 3 b ja 5]	18 % N Tyyppi ilmoitetaan kokonaistyyppinä Vähintään 3 % tyyppiä ammonium- ja/ tai nitraatti- ja/ tai ureamuodossa Vähintään 1/3:n ilmoitetusta kokonaistyyppistä on oltava peräisin krotonylideenidiureasta Biureetin enimmäispitoisuus: (N urea + N krotonylideenidiurea) × 0,026		Kokonaistyyppi Kaikki muodot, joiden pitoisuus on vähintään 1 %: nitraattityppi ammoniumtyppi ureatyyppi Krotonylideenidiurean tyyppi

1	2	3	4	5	6
14	Typpilannoite, joka sisältää isobutylideeniureaa	Kemiallinen valmiste, joka sisältää isobutylideeniureaa ja yksiravinteista typpilannoitetta [luettelo A.1, lukuun ottamatta tuotteita 3 a, 3 b ja 5]	18 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyyppenä Vähintään 3 % tyyppiä ammonium- ja/ tai nitraatti- ja/ tai ureamuodossa Vähintään 1/3:n ilmoitetusta kokonaistyyppistä on oltava peräisin isobutylideeniureasta Biureetin enimmäispitoisuus: (N urea + N isobutylideeniurea) × 0,026		Kokonaistyyppi Kaikki muodot, joiden pitoisuus on vähintään 1 %: nitraattityppi ammoniumtyppi ureatyyppi Isobutylideeniurean tyyppi
15	Typpilannoite, joka sisältää ureaformaldehydiä	Kemiallinen valmiste, joka sisältää ureaformaldehydiä ja yksiravinteista typpilannoitetta [luettelo A.1, lukuun ottamatta tuotteita 3 a, 3 b ja 5]	18 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyyppenä Vähintään 3 % tyyppiä ammonium- ja/ tai nitraatti- ja/ tai ureamuodossa Vähintään 1/3:n ilmoitetusta kokonaistyyppistä on oltava peräisin ureaformaldehydistä Ureaformaldehydin tyyden on sisällettävä vähintään 3/5 kuumaan veteen liukoista tyyppiä Biureetin enimmäispitoisuus: (N urea + N urea-formaldehydi) × 0,026		Kokonaistyyppi Kaikki muodot, joiden pitoisuus on vähintään 1 %: — nitraattityppi — ammoniumtyppi — ureatyyppi Ureaformaldehydin tyyppi Kylmään veteen liukoinen ureaformaldehydin tyyppi Ainoastaan kuumaan veteen liukoinen ureaformaldehydin tyyppi
16	Ammoniumsulfaatti, jossa on nitrifikaation estoine (disyaanidiamidi)	Kemiallinen valmiste, joka sisältää ammoniumsulfaattia ja disyaanidiamidia	20 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyyppenä Ammoniumtyypen vähimmäispitoisuus: 18 % Disyaanidiamidin tyyden vähimmäispitoisuus: 1,5 %		Kokonaistyyppi Ammoniumtyppi Disyaanidiamidin tyyppi Selittävä huomautus (a)
17	Ammoniumsulfonitraatti, jossa on nitrifikaation estoine (disyaanidiamidi)	Kemiallinen valmiste, joka sisältää ammoniumsulfonitraattia ja disyaanidiamidia	24 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyyppenä Nitraattityypen vähimmäispitoisuus: 3 % Disyaanidiamidin tyyden vähimmäispitoisuus: 1,5 %		Kokonaistyyppi Nitraattityppi Ammoniumtyppi Disyaanidiamidin tyyppi Selittävä huomautus (a)

1	2	3	4	5	6
18	Ureaammoniumsulfaatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää ureaa ja ammoniumsulfaattia	30 % N Typpi ilmoitetaan ammonium- ja ureatyyppinä Ammoniumtyypen vähimmäispitoisuus: 4 % Rikki ilmoitetaan rikkiatrioksidina: rikkiatrioksidin vähimmäispitoisuus 12 % Biureetin enimmäispitoisuus: 0,9 %		Kokonaistyyppi Ammoniumtyppi Ureatyyppi Vesiliukoinen rikkiatrioksidi

(a) Markkinoille saattamisesta vastuussa olevan on toimitettava jokaisen pakkauksen yhteydessä, tai kun kyseessä on toimitus irtotavarana, kaikkien saateasiakirjojen yhteydessä, mahdollisimman täydelliset tekniset tiedot. Näiden tietojen perusteella lannoitteen käyttäjän on pystyttävä erityisesti määrittelemään kasvatettaville kasveille soveltuvat käyttömäärät ja -ajoitukset.

A.2 Fosfaattilannoitteet

Kun hiukkaskoko on määrätty sellaisille lannoitteiden raaka-aineille, joita myydään rakeisena (lannoitteet 1, 3, 4, 5, 6 ja 7), se määritetään asianmukaisella analyysimenetelmällä.

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
1	Emäksinen kuona: — Tuomasfosfaatit — Tuomaskuona	Raudanvalmistuksessa fosforisulatetta käsittelemällä aikaansaatu valmiste, joka sisältää pääasiassa kalsiumsilikofosfaatteja	12 % P ₂ O ₅ Fosfori ilmoitetaan mineraalihappoihin liukoisena fosforipentoksidina, kun vähintään 75 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen sitruunahappoon; tai 10 % P ₂ O ₅ Fosfori ilmoitetaan 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukoisena fosforipentoksidina. Hiukkaskoko: — vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan — vähintään 96 % läpäisee 0,630 mm seulan		Mineraalihappoihin liukoinen kokonaisfosforipentoksidi, josta 75 % (painoprosentteina ilmoitettuna) liukenee 2-prosenttiseen sitruunahappoon (myynti Ranskaan, Italiaan, Espanjaan, Portugaliin ja Kreikkaan). Mineraalihappoihin liukoinen kokonaisfosforipentoksidi ja 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukoinen fosforipentoksidi (myynti Yhdistyneeseen kuningaskuntaan) 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukoinen fosforipentoksidi (myynti Saksaan, Belgiaan, Tanskaan, Irlantiin, Luxemburgiin, Alankomaihin ja Itävaltaan).

1	2	3	4	5	6
2 (a)	Normaali superfosfaatti	Valmiste, joka saadaan, kun jauhettu mineraalifosfaatti reagoi rikkihapon kanssa, ja jonka keskeisenä aineosana on monokalsiumfosfaatti ja joka sisältää myös kalsiumsulfaattia	16 % P ₂ O ₅ Fosfori ilmoitetaan neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoisena P ₂ O ₅ :na, vähintään 93 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta on vesiliukoista Analyysinäyte: 1 g		Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen fosforipentoksidi Vesiliukoinen fosforipentoksidi
2 (b)	Väkevä superfosfaatti	Valmiste, joka saadaan, kun jauhettu raakafosfaatti reagoi rikkihapon ja fosforihapon kanssa, ja jonka keskeisenä aineosana on monokalsiumfosfaatti ja joka sisältää myös kalsiumsulfaattia	25 % P ₂ O ₅ Fosfori ilmoitetaan neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoisena P ₂ O ₅ :na, vähintään 93 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta on vesiliukoista Analyysinäyte: 1 g		Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen fosforipentoksidi Vesiliukoinen fosforipentoksidi
2 (c)	Kaksoissuperfosfaatti	Valmiste, joka saadaan, kun jauhettu raakafosfaatti reagoi fosforihapon kanssa, ja joka sisältää pääasiassa monokalsiumfosfaattia	38 % P ₂ O ₅ Fosfori ilmoitetaan neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoisena P ₂ O ₅ :na, vähintään 93 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta on vesiliukoista Analyysinäyte: 3 g		Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen fosforipentoksidi Vesiliukoinen fosforipentoksidi
3	Osittain liuennut raakafosfaatti	Valmiste, joka saadaan, kun raakafosfaatti liukenee osittain rikki- tai fosforihappoon ja joka sisältää pääasiassa monokalsiumfosfaattia, trikalsiumfosfaattia ja kalsiumsulfaattia	20 % P ₂ O ₅ Fosfori ilmoitetaan mineraalihappoihin liukoisena P ₂ O ₅ :na, vähintään 40 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta on vesiliukoista. Hiukkaskoko: — vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan — vähintään 98 % läpäisee 0,630 mm seulan		Mineraalihappoihin liukoinen kokonaisfosforipentoksidi Vesiliukoinen fosforipentoksidi
4	Dikalsiumfosfaatti	Valmiste, joka saadaan saostamalla fosforihaposta, joka on valmistettu raakafosfaateista tai luista ja joka sisältää pääasiassa dikalsiumfosfaattidihydraattia	38 % P ₂ O ₅ Fosfori ilmoitetaan emäksiseen ammoniumsitraattiin (Petermann) liukoisena P ₂ O ₅ :na, Hiukkaskoko: — vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan — vähintään 98 % läpäisee 0,630 mm seulan		Emäksiseen ammoniumsitraattiin liukoinen fosforipentoksidi

1	2	3	4	5	6
5	Kalsinoitu fosfaatti	Valmiste, joka saadaan kuumentamalla jauhettua raakafosfaattia emäksisten yhdisteiden ja pihapon kanssa ja jonka keskeisinä aineosina ovat emäksinen kalsiumfosfaatti ja kalsiumsilikaatti	25 % P ₂ O ₅ Fosfori ilmoitetaan emäksiseen ammoniumsitraattiin (Petermann) liukoisena P ₂ O ₅ :na, Hiukkaskoko: — vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan — vähintään 96 % läpäisee 0,630 mm seulan		Emäksiseen ammoniumsitraattiin liukoinen fosforipentoksidi
6	Alumiinikalsiumfosfaatti	Amorfisessa muodossa oleva valmiste, joka saadaan kuumentamalla ja jauhamalla ja joka sisältää pääasiassa alumiini- ja kalsiumfosfaattia	30 % P ₂ O ₅ Fosfori ilmoitetaan mineraalihappoihin liukoisena P ₂ O ₅ :na, vähintään 75 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta liukenee emäksiseen ammoniumsitraattiin (Joulie) Hiukkaskoko: — vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan — vähintään 98 % läpäisee 0,630 mm seulan		Mineraalihappoihin liukoinen kokonaisfosforipentoksidi Emäksiseen ammoniumsitraattiin liukoinen fosforipentoksidi
7	Pehmeä, jauhettu raakafosfaatti	Valmiste, joka saadaan jauhamalla pehmeitä mineraalifosfaatteja ja joka sisältää pääasiassa trikalsiumfosfaattia ja kalsiumkarbonaattia	25 % P ₂ O ₅ Fosfori ilmoitetaan mineraalihappoihin liukoisena P ₂ O ₅ :na, vähintään 55 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen muurahaishappoon. Hiukkaskoko: — vähintään 90 % läpäisee 0,063 mm seulan — vähintään 99 % läpäisee 0,125 mm seulan		Mineraalihappoihin liukoinen kokonaisfosfori 2-prosenttiseen muurahaishappoon liukoinen fosforipentoksidi 0,063 mm seulan läpäisevä materiaali painoprosentteina

A.3 Kaliumlannoitteet

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
1	Kainiitti	Luonnon kaliumsuoloista saatava valmiste	10 % K ₂ O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K ₂ O:na 5 % MgO Magnesium ilmoitetaan vesiliukoisena magnesiumoksidina	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen kaliumoksidi Vesiliukoinen magnesiumoksidi
2	Rikastettu kainiittisuola	Luonnon kaliumsuoloja ja kaliumkloridia sekoittamalla saatu valmiste	18 % K ₂ O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K ₂ O:na	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen kaliumoksidi Haluttaessa voidaan ilmoittaa vesiliukoisen magnesiumoksidin pitoisuus, kun se on yli 5 %.
3	Kalisuola	Luonnon kaliumsuoloista saatu valmiste, joka sisältää pääasiassa kaliumkloridia	37 % K ₂ O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K ₂ O:na	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen kaliumoksidi
4	Magnesiumsuoloja sisältävä kaliumkloridi	Luonnon kaliumsuoloista magnesiumsuoloja lisäämällä saatu valmiste, joka sisältää pääasiassa kaliumkloridia ja magnesiumsuoloja	37 % K ₂ O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K ₂ O:na 5 % MgO Magnesium ilmoitetaan vesiliukoisena magnesiumoksidina		Vesiliukoinen kaliumoksidi Vesiliukoinen magnesiumoksidi
5	Kaliumsulfaatti	Kaliumsuoloista kemiallisesti saatu valmiste, joka sisältää pääasiassa kaliumsulfaattia	47 % K ₂ O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K ₂ O:na. Enimmäisklooripitoisuus: 3 % Cl		Vesiliukoinen kaliumoksidi Haluttaessa voidaan ilmoittaa klooripitoisuus

1	2	3	4	5	6
6	Magnesiumsuolaa sisältävä kaliumsulfaatti	Kemiallinen valmiste, joka saadaan kaliumsuoloista mahdollisesti magnesiumsuoloja lisäämällä ja joka sisältää pääasiassa kaliumsulfaattia ja magnesiumsulfaattia	22 % K ₂ O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K ₂ O:na 8 % MgO Magnesium ilmoitetaan vesiliukoisena magnesiumoksidina Enimmäisklooripitoisuus: 3 % Cl	Tavanomaiset kaupanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen kaliumoksidi Vesiliukoinen magnesiumoksidi Haluttaessa voidaan ilmoittaa klooripitoisuus
7	Kaliumsulfaattia sisältävä kiseriitti	Tuote, joka saadaan lisäämällä kaliumsulfaattia kiseriittiin	8 % MgO Magnesium ilmoitetaan vesiliukoisena MgO:na 6 % K ₂ O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K ₂ O:na Kokonaispitoisuus (MgO + K ₂ O): 20 % Enimmäisklooripitoisuus: 3 % Cl	Tavanomaiset kaupanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen magnesiumoksidi Vesiliukoinen kaliumoksidi Haluttaessa voidaan ilmoittaa klooripitoisuus

B. Epäorgaaniset moniravinteiset pääravinnelannoitteet

B.1 NPK-lannoitteet

B.1.1	Tyyppinimi:	NPK-lannoitteet
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti tai sekoittamalla valmistettu tuote, johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %)	— Yhteensä: 20 % (N + P ₂ O ₅ + K ₂ O); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % P ₂ O ₅ , 5 % K ₂ O.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi	(1) Vesiliukoinen P ₂ O ₅	Vesiliukoinen K ₂ O	(1) Kokonaistyyppi	1. NPK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, alumiinikalsiumfosfaattia, osittain liuennutta raakafosfaattia eikä pehmeää, jauhettua raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuus 1, 2 tai 3: — kun vesiliukoinen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2, — kun vesiliukoinen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3; myös vesiliukoinen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on ilmoitettava (liukoisuus 1). Ainoastaan mineraalihappoihin liukoinen P ₂ O ₅ :n pitoisuus ei saa ylittää 2:ta prosenttia. Määritettäessä lannoitetyypin 1 osalta liukoisuutta 2 ja 3 näytemäärä on 1 g.	1. Vesiliukoinen kaliumoksidi
(2) Nitraattityppi	(2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P ₂ O ₅		(2) Jos jonkin tyyppi-muodon 2–5 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava.		2. Merkintä ”vähäkloorinen”, kun Cl-pitoisuus enintään 2 %.
(3) Ammoniumtyppi	(3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P ₂ O ₅		(3) Jos pitoisuus on yli 28 %, ks. liitteessä III oleva 2 jakso.	2 (a) Pehmeää, jauhettua raakafosfaattia tai osittain liuennutta raakafosfaattia sisältävästä NPK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia eikä alumiinikalsiumfosfaattia, on ilmoitettava liukoisuudet 1, 3 ja 4. Tämän lannoitetyypin tulee sisältää: — vähintään 2 % ainoastaan mineraalihappoihin liukoista P ₂ O ₅ :a (liukoisuus 4); — vähintään 5 % veteen ja neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoista P ₂ O ₅ :a (liukoisuus 3); — vähintään 2,5 % vesiliukoista P ₂ O ₅ :a (liukoisuus 1). Tämä lannoitetyppi on kaupan pidettäessä varustettava merkinnällä ”pehmeää, jauhettua raakafosfaattia sisältävä NPK-lannoite” tai ”osittain liuennutta raakafosfaattia sisältävä NPK-lannoite”. Määritettäessä lannoitetyypin 2a osalta liukoisuutta 3 näytemäärä on 3 g.	3. Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.
(4) Ureatyyppi	(4) Ainoastaan mineraalihappoihin liukoinen P ₂ O ₅				
(5) Syanamidityppi	(5) Emäksiseen ammoniumsitraattiin (Petermann) liukoinen P ₂ O ₅				
	(6a) Mineraalihappoihin liukoinen P ₂ O ₅ , kun vähintään 75 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen sitruunahappoon				
	(6b) 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukoinen P ₂ O ₅				
	(7) Mineraalihappoihin liukoinen P ₂ O ₅ , kun vähintään 75 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta liukenee emäksiseen ammoniumsitraattiin (Joulie)				
	(8) Mineraalihappoihin liukoinen P ₂ O ₅ , kun vähintään 55 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen muurahaishappoon.				

1	2	3	4	5	6
<p>Fosfaattiraaka-aineiden hiukkaskoko:</p> <p>Tuomaskuona: vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan</p> <p>Alumiinikalsiumfosfaatti: vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan</p> <p>Kalsinoitu fosfaatti: vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan</p> <p>Pehmeä, jauhettu raakafosfaatti: vähintään 90 % läpäisee 0,063 mm seulan</p> <p>Osittain liennut raakafosfaatti: vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan</p>				<p>2 (b) Alumiinikalsiumfosfaattia sisältävästä NPK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, pehmeää, jauhetta raakafosfaattia eikä osittain liennuttua raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuudet 1 ja 7; jälkimmäinen vesiliukoisuuden vähentämisen jälkeen.</p> <p>Tämän lannoitetyypin tulee sisältää:</p> <ul style="list-style-type: none"> — vähintään 2 % vesiliukoista P₂O₅:a (liukoisuus 1); — vähintään 5 % P₂O₅:a liukoisuuden 7 mukaan. <p>Tämä lannoitetyyppi on kaupan pidettäessä varustettava merkinnällä ”alumiinikalsiumfosfaattia sisältävä NPK-lannoite”.</p> <p>3. Mikäli NPK-lannoite sisältää vain yhtä seuraavista fosfaattilannoitteista: Tuomaskuona, kalsinoitu fosfaatti, alumiinikalsiumfosfaatti tai pehmeä, jauhettu raakafosfaatti, tyyppinimen jäljessä on oltava maininta fosfaattiaineksesta.</p> <p>P₂O₅:n liukoisuus on ilmoitettava seuraavien liukoisuuksien mukaisesti:</p> <ul style="list-style-type: none"> — Tuomaskuonaa lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 6a (Ranska, Italia, Espanja, Portugali ja Kreikka), 6b (Saksa, Belgia, Tanska, Irlanti, Luxemburg, Alankomaat, Yhdistynyt kuningaskunta ja Itävalta); — kalsinoituja fosfaatteja lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 5; — alumiinikalsiumfosfaattia lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 7; — pehmeitä, jauhettuja raakafosfaatteja lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 8. 	

B.1 NPK-lannoitteet (jatkuu)

B.1.2	Tyyppinimi:	NPK-lannoite, joka sisältää (tapauksen mukaan) krotonylideeniureaa tai isobutylideeniureaa tai ureaformaldehydiä
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallinen valmiste, joka sisältää krotonylideeniureaa tai isobutylideeniureaa tai ureaformaldehydiä ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipärisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	<ul style="list-style-type: none"> — Yhteensä: 20 % (N + P₂O₅ + K₂O); — Kukin ravinne: <ul style="list-style-type: none"> — 5 % N. Vähintään ¼:n ilmoitetusta kokonaistyyppipitoisuudesta on oltava peräisin tyyppimuodosta 5 tai 6 tai 7. Vähintään 3/5:n ilmoitetusta tyyppipitoisuudesta 7 on oltava lämpimään veteen liukoista. — 5 % P₂O₅, — 5 % K₂O.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnyt Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyyppi (5) Krotonylideeniurean tyyppi (6) Isobutylideeniurean tyyppi (7) Ureaformaldehydin tyyppi (8) Ainoastaan kuumaan veteen liukoinen ureaformaldehydin tyyppi (9) Kylmään veteen liukoinen ureaformaldehydin tyyppi	(1) Vesiliukoinen P ₂ O ₅ (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P ₂ O ₅ (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P ₂ O ₅	Vesiliukoinen K ₂ O	(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin tyyppimuodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino-%, se on ilmoitettava. (3) Jokin tyyppimuodoista 5–7 (tapauksen mukaan). Tyyppimuoto 7 on ilmoitettava tyyppimuotona 8 ja 9.	NPK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, alumiinikalsiumfosfaattia, osittain liuennutta raakafosfaattia eikä raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuus 1, 2 tai 3: — kun vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2, — kun vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3; myös vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on ilmoitettava (liukoisuus 1). Ainoastaan mineraalihappoihin liukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus ei saa ylittää 2:ta prosenttia. Liukoisuuksia 2 ja 3 määritettäessä näytemäärä on 1 g.	(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) Merkintä ”vähäkloorinen”, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

B.2.1	Tyyppinimi:	NP-lannoitteet
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti tai sekoittamalla valmistettu tuote, johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipärisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % (N + P ₂ O ₅); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % P ₂ O ₅ .

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinät Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyyppi (5) Syanamidityppi	(1) Vesiliukoinen P ₂ O ₅ (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P ₂ O ₅ (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P ₂ O ₅ (4) Ainoastaan mineraalihappoihin liukoinen P ₂ O ₅ (5) Emäksiseen ammoniumsitraattiin (Petermann) liukoinen P ₂ O ₅ (6a) Mineraalihappoihin liukoinen P ₂ O ₅ , kun vähintään 75 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen sitruunahappoon (6b) 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukoinen P ₂ O ₅ (7) Mineraalihappoihin liukoinen P ₂ O ₅ , kun vähintään 75 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta liukenee emäksiseen ammoniumsitraattiin (Joulie) (8) Mineraalihappoihin liukoinen P ₂ O ₅ , kun vähintään 55 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen muurahaihappoon.		(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin tyyppi-muodon 2–5 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava.	1. NP-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, alumiinikalsiumfosfaattia, osittain liuennutta raakafosfaattia eikä pehmeää, jauhettua raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuus 1, 2 tai 3: — kun vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2, — kun vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3; myös vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on ilmoitettava (liukoisuus 1). Ainoastaan mineraalihappoihin liukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus ei saa ylittää 2:ta prosenttia. Määritettäessä lannoitetyypin 1 osalta liukoisuutta 2 ja 3 näytettä on 1 g. 2 (a) Pehmeää, jauhettua raakafosfaattia tai osittain liuennutta raakafosfaattia sisältävästä NP-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia eikä alumiinikalsiumfosfaattia, on ilmoitettava liukoisuudet 1, 3 ja 4. Tämän lannoitetyypin tulee sisältää: — vähintään 2 % ainoastaan mineraalihappoihin liukoista P ₂ O ₅ :a (liukoisuus 4); — vähintään 5 % veteen ja neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoista P ₂ O ₅ :a (liukoisuus 3);	

1	2	3	4	5	6
<p>Fosfaattiraaka-aineiden hiukkaskoko:</p> <p>Tuomaskuona vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan</p> <p>Alumiinikalsiumfosfaatti vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan</p> <p>Kalsinoitu fosfaatti vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan</p> <p>Pehmeä, jauhettu raakafosfaatti vähintään 90 % läpäisee 0,063 mm seulan</p> <p>Osittain liennut raakafosfaatti vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan</p>				<p>— vähintään 2,5 % vesiliukoista P₂O₅:a (liukoisuus 1).</p> <p>Tämä lannoitetyyppi on kaupan pidettäessä varustettava merkinnällä ”pehmeää, jauhetta raakafosfaattia sisältävä NP-lannoite” tai ”osittain liennuttua raakafosfaattia sisältävä NP-lannoite”.</p> <p>Määritettäessä lannoitetyypin 2a osalta liukoisuutta 3 näytemäärä on 3 g.</p> <p>2 (b) Alumiinikalsiumfosfaattia sisältävästä NP-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, pehmeää, jauhetta raakafosfaattia eikä osittain liennuttua raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuudet 1 ja 7; jälkimmäinen vesiliukoisuuden vähentämisen jälkeen.</p> <p>Tämän lannoitetyypin tulee sisältää:</p> <p>— vähintään 2 % vesiliukoista P₂O₅:a (liukoisuus 1)</p> <p>— vähintään 5 % P₂O₅:a liukoisuuden 7 mukaan.</p> <p>Tämä lannoitetyyppi on kaupan pidettäessä varustettava merkinnällä ”alumiinikalsiumfosfaattia sisältävä NP-lannoite”.</p> <p>3. Mikäli NP-lannoite sisältää vain yhtä seuraavista fosfaattilannoitteista: Tuomaskuona, kalsinoitu fosfaatti, alumiinikalsiumfosfaatti tai pehmeä, jauhettu raakafosfaatti, tyyppinimen jäljessä on oltava maininta fosfaattiaineksesta.</p> <p>P₂O₅:n liukoisuus on ilmoitettava seuraavien liukoisuuksien mukaisesti:</p> <p>— Tuomaskuonaa lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 6a (Ranska, Italia, Espanja, Portugali ja Kreikka), 6b (Saksa, Belgia, Tanska, Irlanti, Luxemburg, Alankomaat, Yhdistynyt kuningaskunta ja Itävalta);</p>	

1	2	3	4	5	6
				<ul style="list-style-type: none"> — kalsinoituja fosfaatteja lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 5; — alumiinikalsiumfosfaattia lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 7; — pehmeitä, jauhettuja raakafosfaatteja lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 8. 	

B.2 NP-lannoitteet (jatkuu)

B.2.2	Tyypinimi:	NP-lannoite, joka sisältää (tapauksen mukaan) krotonylideenidiureaa tai isobutylideenidiureaa tai ureaformaldehydiä
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallinen valmiste, joka sisältää krotonylideenidiureaa tai isobutylideenidiureaa tai ureaformaldehydiä ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipärisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	<ul style="list-style-type: none"> — Yhteensä: 18 % (N + P₂O₅); — Kukin ravinne: <ul style="list-style-type: none"> — 5 % N. Vähintään ¼:n ilmoitetusta kokonaistyyppipitoisuudesta on oltava peräisin typpimuodosta 5 tai 6 tai 7. — Vähintään ⅓/5:n ilmoitetusta typpipitoisuudesta 7 on oltava lämpimään veteen liukoista. — 5 % P₂O₅,

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnot Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi	(1) Vesiliukoinen P ₂ O ₅		(1) Kokonaistyyppi	NP-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, alumiinikalsiumfosfaattia, osittain liuennutta raakafosfaattia eikä raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuus 1, 2 tai 3: <ul style="list-style-type: none"> — kun vesiliukaisen P₂O₅:n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2, — kun vesiliukaisen P₂O₅:n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3; myös vesiliukaisen P₂O₅:n pitoisuus on ilmoitettava (liukoisuus 1). 	
(2) Nitraattityppi	(2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P ₂ O ₅		(2) Jos jonkin typpimuodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava.		
(3) Ammoniumtyppi	(3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P ₂ O ₅		(3) Jokien typpimuodoista 5–7 (tapauksen mukaan). Typpimuoto 7 on ilmoitettava typpimuotona 8 ja 9.		
(4) Ureatyyppi					
(5) Krotonylideenidiurean tyyppi					
(6) Isobutylideenidiurean tyyppi					
(7) Ureaformaldehydin tyyppi					

1	2	3	4	5	6
(8) Ainoastaan kuumaan veteen liukoinen ureaformaldehydin tyyppi				Ainoastaan mineraalihappoihin liukoisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus ei saa ylittää 2:ta prosenttia.	
(9) Kylmään veteen liukoinen ureaformaldehydin tyyppi				Liukoisuuksia 2 ja 3 määritettäessä näytettä on 1 g.	

B.3 NK-lannoitteet

B.3.1	Tyyppinimi:	NK-lannoitteet
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti tai sekoittamalla valmistettu tuote, johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % (N + K ₂ O); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % K ₂ O.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnot Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyyppi (5) Syanamidityppi		Vesiliukoinen K ₂ O	(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin tyyppimuodon 2–5 pitoisuus on vähintään 1 paino-%, se on ilmoitettava.		(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) Merkintä ”vähäkloorinen”, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

B.3 NK-lannoitteet (jatkuu)

B.3.2	Tyypinimi:	NK-lannoite, joka sisältää (tapauksen mukaan) krotonylideenidiureaa tai isobutylideenidiureaa tai ureaformaldehydiä
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallinen valmiste, joka sisältää krotonylideenidiureaa tai isobutylideenidiureaa tai ureaformaldehydiä ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipärisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	<ul style="list-style-type: none"> — Yhteensä: 18 % (N + K₂O); — Kukin ravinne <ul style="list-style-type: none"> — 5 % N <p>Vähintään 1/4:n ilmoitetusta kokonaistyyppipitoisuudesta on oltava peräisin tyypimuodosta 5 tai 6 tai 7.</p> <p>Vähintään 3/5:n ilmoitetusta tyypipitoisuudesta 7 on oltava kuumaan veteen liukoista.</p> <ul style="list-style-type: none"> — 5 % K₂O.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinät Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyyppi (5) Krotonylideenidiurean tyyppi (6) Isobutylideenidiurean tyyppi (7) Ureaformaldehydin tyyppi (8) Ainoastaan kuumaan veteen liukoinen ureaformaldehydin tyyppi (9) Kylmään veteen liukoinen ureaformaldehydin tyyppi		Vesiliukoinen K ₂ O	(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin tyypimuodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino-%, se on ilmoitettava. (3) Jokin tyypimuodoista 5–7 (tapauksen mukaan). Tyypimuoto 7 on ilmoitettava tyypimuotona 8 ja 9.		(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) Merkintä ”vähäkloorinen”, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

Tyyppinimi:	PK-lannoitteet
Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti tai sekoittamalla valmistettu tuote, johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipärisiä orgaanisia ravinteita
Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % (P ₂ O ₅ + K ₂ O); — Kukin ravinne: 5 % P ₂ O ₅ , 5 % K ₂ O.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinntät Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vesiliukoinen P ₂ O ₅ (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P ₂ O ₅ (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P ₂ O ₅ (4) Ainoastaan mineraalihappoihin liukoinen P ₂ O ₅ (5) Emäksiseen ammoniumsitraattiin (Petermann) liukoinen P ₂ O ₅ (6a) Mineraalihappoihin liukoinen P ₂ O ₅ , kun vähintään 75 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen sitruunahappoon (6b) 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukoinen P ₂ O ₅ (7) Mineraalihappoihin liukoinen P ₂ O ₅ , kun vähintään 75 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta liukenee emäksiseen ammoniumsitraattiin (Joulie) (8) Mineraalihappoihin liukoinen P ₂ O ₅ , kun vähintään 55 % ilmoitetusta P ₂ O ₅ -pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen muurahaishappoon.	Vesiliukoinen K ₂ O		1. PK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, alumiinikalsiumfosfaattia, osittain liuennutta raakafosfaattia eikä pehmeää, jauhettua raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuus 1, 2 tai 3: — kun vesiliukoisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2, — kun vesiliukoisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3; myös vesiliukoisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on ilmoitettava (liukoisuus 1). Ainoastaan mineraalihappoihin liukoisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus ei saa ylittää 2:ta prosenttia. Määritettäessä lannoitetyypin 1 osalta liukoisuutta 2 ja 3 näytemäärä on 1 g. 2 (a) Pehmeää, jauhettua raakafosfaattia tai osittain liuennutta raakafosfaattia sisältävästä PK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia eikä alumiinikalsiumfosfaattia, on ilmoitettava liukoisuudet 1, 3 ja 4. Tämän lannoitetyypin tulee sisältää: — vähintään 2 % ainoastaan mineraalihappoihin liukoista P ₂ O ₅ :a (liukoisuus 4); — vähintään 5 % veteen ja neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoista P ₂ O ₅ :a (liukoisuus 3); — vähintään 2,5 % vesiliukoista P ₂ O ₅ :a (liukoisuus 1).	(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) Merkintä "vähäkloorinen", kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

1	2	3	4	5	6
	<p>Fosfaattiraaka-aineiden hiukkaskoko:</p> <p>Tuomaskuona vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan</p> <p>Alumiinikalsiumfosfaatti vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan</p> <p>Kalsinoitu fosfaatti vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan</p> <p>Pehmeä, jauhettu raakafosfaatti vähintään 90 % läpäisee 0,063 mm seulan</p> <p>Osittain liennut raakafosfaatti vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan</p>			<p>Tämä lannoitetyyppi on kaupan pidettäessä varustettava merkinnällä "pehmeää, jauhetta raakafosfaattia sisältävä PK-lannoite" tai "osittain liuennutta raakafosfaattia sisältävä PK-lannoite".</p> <p>Määritettäessä lannoitetyypin 2a osalta liukoisuutta 3 näytemäärä on 3 g.</p> <p>2 (b) Alumiinikalsiumfosfaattia sisältävästä PK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia eikä osittain liuennutta raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuudet 1 ja 7; jälkimmäinen vesiliukoisuuden vähentämisen jälkeen.</p> <p>Tämän lannoitetyypin tulee sisältää:</p> <ul style="list-style-type: none"> — vähintään 2 % vesiliukoista P₂O₅:a (liukoisuus 1) — vähintään 5 % P₂O₅:a liukoisuuden 7 mukaan. <p>Tämä lannoitetyyppi on kaupan pidettäessä varustettava merkinnällä "alumiinikalsiumfosfaattia sisältävä PK-lannoite".</p> <p>3. Mikäli PK-lannoite sisältää vain yhtä seuraavista fosfaattilannoitteista: Tuomaskuona, kalsinoitu fosfaatti, alumiinikalsiumfosfaatti tai pehmeä, jauhettu raakafosfaatti, tyyppinimen jäljessä on oltava maininta fosfaattiaineksesta.</p> <p>P₂O₅:n liukoisuus on ilmoitettava seuraavien liukoisuuksien mukaisesti:</p> <ul style="list-style-type: none"> — Tuomaskuonaa lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 6a (Ranska, Italia, Espanja, Portugali ja Kreikka), 6b (Saksa, Belgia, Tanska, Irlanti, Luxemburg, Alankomaat, Yhdistynyt kuningaskunta ja Itävalta); — kalsinoituja fosfaatteja lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 5; — alumiinikalsiumfosfaattia lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 7; — pehmeitä, jauhettuja raakafosfaatteja lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 8. 	

C. Epäorgaaniset nestemäiset lannoitteet

C.1 Yksiravinteiset nestemäiset lannoitteet

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
1	Typpilannoiteliuos	Kemiallisesti ja veteen liuottamalla aikaansaatu valmiste, joka säilyy stabiilina ilmanpaineen muutoksista huolimatta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipärisiä orgaanisia ravinteita	15 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyyppinä tai, jos tyyppiä on vain yhdessä muodossa, se ilmoitetaan nitraattityppinä, ammoniumtyppinä tai ureatyyppinä Biureetin enimmäispitoisuus: urea-N × 0,026 %.		Kokonaistyyppi sekä, jos jotain muotoa on vähintään 1 %, nitraattityppi, ammoniumtyppi ja/tai ureatyyppi. Jos biureettipitoisuus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana "vähäbiureettinen".
2	Urea-ammoniumnitraattilannoiteliuos	Kemiallisesti ja veteen liuottamalla aikaansaatu valmiste, joka sisältää ammoniumnitraattia ja ureaa	26 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyyppinä silloin, kun ureatyyppiä on noin puolet kaikesta tyyppistä Biureetin enimmäispitoisuus: 0,5 %		Kokonaistyyppi Nitraattityppi, ammoniumtyppi ja ureatyyppi Jos biureettipitoisuus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana "vähäbiureettinen".
3	Kalsiumnitraattiliuos	Valmiste, joka saadaan liuottamalla veteen kalsiumnitraattia	8 % N Typpi ilmoitetaan nitraattityppinä, tyyppiä ammoniummuodossa enintään 1 % Kalsium ilmoitetaan vesiliukoisena kalsiumoksidina (CaO).	Tyyppinimeen voidaan tarpeen mukaan liittää yksi seuraavista ilmaisuista: — lehtilannoitteeksi — ravinneliuosten valmistamiseen — kastelulannoitteeksi.	Kokonaistyyppi Vesiliukoinen kalsiumoksidi sarakkeen 5 mukaisia käyttötarkoituksia varten Haluttaessa: — nitraattityppi — ammoniumtyppi
4	Magnesiumnitraattiliuos	Valmiste, joka saadaan kemiallisesti ja liuottamalla magnesiumnitraattia veteen	6 % N Typpi ilmoitetaan nitraattityppinä 9 % MgO Magnesium ilmoitetaan vesiliukoisena magnesiumoksidina pH vähintään: 4		Nitraattityppi Vesiliukoinen magnesiumoksidi

1	2	3	4	5	6
5	Kalsiumnitraattisuspensio	Tuote, joka saadaan suspendoimalla veteen kalsiumnitraattia	8 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyyppinä tai nitraattityypinä ja ammoniumtyypinä. Ammoniumtyypen enimmäispitoisuus: 1,0 % 14 % CaO Kalsium ilmoitetaan vesiliukoisena kalsiumoksidina (CaO).	Tyyppinimeen voidaan liittää yksi seuraavista ilmaisuista: — lehtilannoitteeksi — ravinneliuosten ja suspensioiden valmistamiseen; — kastelulannoitteeksi.	Kokonaistyyppi Nitraattityppi Vesiliukoinen kalsiumoksidi sarakkeen 5 mukaisia käyttötarkoituksia varten
6	Ureaformaldehydiä sisältävä typpilannoitelius	Tuote, joka saadaan kemiallisesti tai liuottamalla veteen ureaformaldehydiä ja tämän asetuksen luetteloon A.1 sisältyvää typpilannoitetta, lukuun ottamatta tuotteita 3 a, 3 b ja 5	18 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyyppinä Vähintään 1/3:n ilmoitetusta kokonaistyyppistä on oltava peräisin ureaformaldehydistä. Biureetin enimmäispitoisuus: (urea- N + urea- formaldehydi- N) × 0,026		Kokonaistyyppi Kaikki muodot, joiden pitoisuus on vähintään 1 %: — Nitraattityppi — Ammoniumtyppi — Ureatyyppi Urea-formaldehydin tyyppi
7	Ureaformaldehydiä sisältävä typpilannoitesuspensio	Tuote, joka saadaan kemiallisesti tai suspendoimalla veteen ureaformaldehydiä ja tämän asetuksen luetteloon A.1 sisältyvää typpilannoitetta, lukuun ottamatta tuotteita 3 a, 3 b ja 5	18 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyyppinä. Vähintään 1/3:n ilmoitetusta kokonaistyyppistä on oltava peräisin ureaformaldehydistä, josta vähintään 3/5:n on oltava lämpimään veteen liukoista. Biureetin enimmäispitoisuus: (urea- N + urea- formaldehydi- N) × 0,026		Kokonaistyyppi Kaikki muodot, joiden pitoisuus on vähintään 1 %: — Nitraattityppi — Ammoniumtyppi — Ureatyyppi Urea-formaldehydin tyyppi Kylmään veteen liukoinen urea-formaldehydin tyyppi Ainoastaan kuumaan veteen liukoinen urea-formaldehydin tyyppi

C.2 Moniravinteiset nestemäiset lannoitteet

C.2.1	Tyypinimi:	NPK-lannoitelius
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti ja veteen liuottamalla aikaansaatu valmiste, joka säilyy stabiilina ilmanpaineen muutoksista huolimatta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) ja muut vaatimukset:	— Yhteensä: 15 %, (N + P ₂ O ₅ + K ₂ O); — Kukin ravinne: 2 % N, 3 % P ₂ O ₅ , 3 % K ₂ O; — Biureetin enimmäispitoisuus: urea-N × 0,026.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnt Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyyppi	Vesiliukoinen P ₂ O ₅	Vesiliukoinen K ₂ O	(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin tyyppi- muodon 2–4 pitoi- suus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava. (3) Jos biureetipitoi- suus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana ”vähä- biureettinen”.	Vesiliukoinen P ₂ O ₅	(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) ”Vähäkloori- nen”-merkintää voi- daan käyttää vain, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voi- daan ilmoittaa.

C.2 Moniravinteiset nestemäiset lannoitteet (jatkuu)

C.2.2	Tyypinimi:	NPK-lannoitesuspensio
	Valmistusmenetelmä:	Nestemäisessä muodossa oleva valmiste, jonka ravinteet ovat peräisin sekä vesiliuoksesta että suspensiosta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) ja muut vaatimukset:	— Yhteensä: 20 %, (N + P ₂ O ₅ + K ₂ O); — Kukin ravinne: 3 % N, 4 % P ₂ O ₅ , 4 % K ₂ O; — Biureetin enimmäispitoisuus: urea-N × 0,026.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinät Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyyppi	(1) Vesiliukoinen P ₂ O ₅ (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P ₂ O ₅ (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P ₂ O ₅	Vesiliukoinen K ₂ O	(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin tyyppi-muodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino-%, se on ilmoitettava. (3) Jos biurettipitoisuus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana ”vähäbiurettinen”.	Lannoitteet eivät saa sisältää Tuomaskuonaa, alumiinikalsiumfosfaattia, kalsinoituja fosfaatteja, osittain liuenneita fosfaatteja tai raakafosfaatteja. (1) Jos vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2 (2) Jos vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3 ja vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus.	(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) ”Vähäkloorinen”-merkintää voidaan käyttää vain, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

C.2 Moniravinteiset nestemäiset lannoitteet (jatkuu)

C.2.3	Tyyppinimi:	NP-lannoiteliuos
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti ja veteen liuottamalla aikaansaatu valmiste, joka säilyy stabiilina ilmanpaineen muutoksista huolimatta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipärisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino-%)	— Yhteensä: 18 %, (N + P ₂ O ₅); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % P ₂ O ₅ ; — Biureetin enimmäispitoisuus: urea-N × 0,026.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinät Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyyppi	Vesiliukoinen P ₂ O ₅		(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin tyyppi-muodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino-%, se on ilmoitettava	Vesiliukoinen P ₂ O ₅	

1	2	3	4	5	6
			(3) Jos biurettipitoisuus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana "vähäbiurettinen".		

C.2 Moniravinteiset nestemäiset lannoitteet (jatkuu)

C.2.4	Tyyppinimi:	NP-lannoitesuspensio
	Valmistusmenetelmä:	Nestemäisessä muodossa oleva valmiste, jonka ravinteet ovat peräisin sekä vesiliuoksesta että -suspensiosta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipärisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 %, (N + P ₂ O ₅); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % P ₂ O ₅ ; — Biureetin enimmäispitoisuus: urea-N × 0,026.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnot Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyyppi	(1) Vesiliukoinen P ₂ O ₅ (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P ₂ O ₅ (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P ₂ O ₅		(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin tyyppi-muodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava (3) Jos biurettipitoisuus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana "vähäbiurettinen".	(1) Jos vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2. (2) Jos vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3 ja vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus. Lannoitteet eivät saa sisältää Tuomaskuonaa, alumiinikalsiumfosfaattia, kalsinoituja fosfaatteja, osittain liuenneita fosfaatteja tai raakafosfaatteja.	

C.2 Moniravinteiset nestemäiset lannoitteet (jatkuu)

C.2.5	Tyyppinimi:	NK-lannoitelius
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti ja veteen liuottamalla aikaansaatu valmiste, joka säilyy stabiilina ilmanpaineen muutoksista huolimatta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipärisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 15 % (N + K ₂ O); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % K ₂ O; — Biureetin enimmäispitoisuus: urea-N × 0,026.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnot Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyyppi		Vesiliukoinen K ₂ O	(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin tyyppi- muodon 2–4 pitoi- suus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava. (3) Jos biureettipitoi- suus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana "vähä- biureettinen".		(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) "Vähäkloorinen"-mer- kintää voidaan käyt- tää vain, kun Cl-pi- toisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voi- daan ilmoittaa.

C.2 Moniravinteiset nestemäiset lannoitteet (jatkuu)

C.2.6	Tyyppinimi:	NK-lannoitesuspensio
	Valmistusmenetelmä:	Nestemäisessä muodossa oleva valmiste, jonka ravinteet ovat peräisin sekä vesiliuoksesta että -suspensiosta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipärisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % (N + K ₂ O); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % K ₂ O; — Biureetin enimmäispitoisuus: urea-N × 0,026

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnyt Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyyppi		Vesiliukoinen K ₂ O	(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin tyyppi- muodon 2–4 pitoi- suus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava. (3) Jos biurettipitoi- suus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana ”vähä- biurettinen”.		(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) ”Vähäkloori- nen”-merkintää voi- daan käyttää vain, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voi- daan ilmoittaa.

C.2 Moniravinteiset nestemäiset lannoitteet (jatkuu)

C.2.7	Tyyppinimi:	PK-lannoiteliuos
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti ja veteen liuottamalla aikaansaatu valmiste, johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipärisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % (P ₂ O ₅ + K ₂ O); — Kukin ravinne: 5 % P ₂ O ₅ , 5 % K ₂ O.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnyt Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
	Vesiliukoinen P ₂ O ₅	Vesiliukoinen K ₂ O		Vesiliukoinen P ₂ O ₅	(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) ”Vähäkloorinen”-mer- kintää voidaan käyt- tää vain, kun Cl-pi- toisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoi- suus voi- daan ilmoittaa.

C.2 Moniravinteiset nestemäiset lannoitteet (jatkuu)

C.2.8	Tyyppinimi:	PK-lannoitesuspensio
	Valmistusmenetelmä:	Nestemäisessä muodossa oleva valmiste, jonka ravinteet ovat peräisin sekä vesiliuoksesta että -suspensiosta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasvipäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % (P ₂ O ₅ + K ₂ O); — Kukin ravinne: 5 % P ₂ O ₅ , 5 % K ₂ O.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinät Muita vaatimuksia		
N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vesiliukoinen P ₂ O ₅ (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P ₂ O ₅ (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P ₂ O ₅	Vesiliukoinen K ₂ O		(1) Jos vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2. (2) Jos vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3 ja vesiliukaisen P ₂ O ₅ :n pitoisuus. Lannoitteet eivät saa sisältää Tuomaskuonaa, alumiinikalsiumfosfaattia, kalsinoituja fosfaatteja, osittain liuenneita fosfaatteja tai raakafosfaatteja.	(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) "Vähäkloorinen"-merkintää voidaan käyttää vain, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

D. Epäorgaaniset sivuravinneaineet

N:o	Tyypinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino-%) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyypinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
1	Kalsiumsulfaatti	Kalsiumsulfaattia sisältävä luonnontuote tai teollinen valmiste, jossa vaihteleva vesipitoisuus	25 % CaO 35 % SO ₃ Kalsium ja rikki ilmoitetaan kokonaispitoisuutena CaO + SO ₃ Hiukkaskoko: — vähintään 80 % läpäisee 2 mm seulan — vähintään 99 % läpäisee 10 mm seulan	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Rikkitrioksidin kokonaispitoisuus Haluttaessa: kalsiumoksidin kokonaispitoisuus
2	Kalsiumkloridiliuos	Teollinen kalsiumkloridiliuos	12 % CaO Kalsium ilmoitetaan vesiliukoisena CaO:na		Kalsiumoksidi Haluttaessa: lehtilannoitteeksi
3	Rikki (alkuaineena)	Suhteellisen puhdas luonnontuote tai teollinen valmiste	98 % S (245 %: SO ₃) Rikki ilmoitetaan kokonais-SO ₃ :na		Rikkitrioksidin kokonaispitoisuus
4	Kiseriitti	Kivennäisperäinen tuote, joka sisältää pääasiassa magnesiumisulfaattimonohydraattia	24 % MgO 45 % SO ₃ Magnesium ja rikki ilmoitetaan vesiliukoisena MgO:na ja SO ₃ :na	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen magnesiumoksidi Haluttaessa: vesiliukoinen rikkitrioksidi
5	Magnesiumsulfaatti	Tuote, joka sisältää pääasiassa magnesiumisulfaattiheptahydraattia	15 % MgO 28 % SO ₃ Magnesium ja rikki ilmoitetaan vesiliukoisena MgO:na ja SO ₃ :na	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen magnesiumoksidi Haluttaessa: vesiliukoinen rikkitrioksidi
5.1	Magnesiumsulfaattiliuos	Tuote, joka saadaan liuottamalla veden teollista alkuperää olevaa magnesiumisulfaattia	5 % MgO 10 % SO ₃ Magnesium ja rikki ilmoitetaan vesiliukoisena MgO:na ja SO ₃ :na	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen magnesiumoksidi Haluttaessa: vesiliukoinen rikkitrioksidi
5.2	Magnesiumhydroksidi	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa magnesiumhydroksidia	60 % MgO Hiukkaskoko: vähintään 99 % läpäisee 0,063 mm seulan		Kokonaismagnesiumoksidi

1	2	3	4	5	6
5.3	Magnesiumhydroksidisuspensio	Kemiallinen valmiste, joka saadaan suspendoimalla tyyppi 5.2	24 % MgO		Kokonaismagnesiumoksidi
6	Magnesiumkloridiliuos	Tuote, joka saadaan teollista magnesiumkloridia liuottamalla	13 % MgO Magnesium ilmoitetaan MgO:na Kalsiumin enimmäispitoisuus: 3 % CaO		Magnesiumoksidi

E. Epäorgaaniset hivenravinnelannoitteet

Selittävä huomautus: Jäljempänä olevia huomautuksia sovelletaan E osaan kokonaisuudessaan.

Huomautus 1: Kelaatinmuodostaja voidaan E.3 kohdan mukaisesti merkitä alkukirjaimin.

Huomautus 2: Jos tuotteesta ei veteen liuottamisen jälkeen jää sakkaa, tuote voidaan nimetä "liukenevaksi".

Huomautus 3: Kun hivenravinne on kelatoituneessa muodossa, on ilmoitettava ne pH-arvot, joissa kelatoituneen aineen hyväksyttävä stabiilisuus on taattu.

E.1 Thtä hivenravinnetta sisältävät lannoitteet

E.1.1 Boori

N:o	Tyypinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyypinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
1(a)	Boorihappo	Tuote, joka saadaan, kun happo reagoi boraatin kanssa	Booria (B) vesiliukoisena 14 %	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä.	Vesiliukoinen boori (B)
1(b)	Natriumboraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa natriumboraattia	Booria (B) vesiliukoisena 10 %	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä.	Vesiliukoinen boori (B)
1(c)	Kalsiumboraatti	Kolemaniitista tai pandermiitista saatu tuote, joka sisältää pääasiassa kalsiumboraattia	Kokonaisboori (B) 7 % Hiukkaskoko: vähintään 98 % läpäisee 0,063 mm seulan	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä.	Kokonaisboori (B)
1(d)	Boorietanoliamiini	Tuote, joka saadaan, kun boorihappo reagoi etanoliamiinin kanssa	Booria (B) vesiliukoisena 8 %		Vesiliukoinen boori (B)

1	2	3	4	5	6
1(e)	Boratoitu lannoite liuksena	Tuote, joka saadaan liuottamalla veteen lannoitteita 1(a) ja/tai 1(b) ja/tai 1(d)	Booria (B) vesiliukoisena 2 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava aineosien nimet	Vesiliukoinen boori (B)
1(f)	Boratoitu lannoite suspensiona	Tuote, joka saadaan suspendoimalla veteen lannoitteita 1(a) ja/tai 1(b) ja/tai 1(d)	Booria (B) vesiliukoisena 2 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava aineosien nimet	Vesiliukoinen boori (B)

E.1.2 Koboltti

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus; muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
2(a)	Kobolttisuola	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa kobolttin mineraalisuolaa	Kobolttia (Co) vesiliukoisena 19 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava kivennäisanionin nimi	Vesiliukoinen koboltti (Co)
2(b)	Kobolttikelaatti	Vesiliukoinen tuote, joka saadaan koboltista ja kelaatinmuodostajasta kemiallisen reaktion tuloksena	Kobolttia (Co) vesiliukoisena 2 %, josta vähintään $\frac{8}{10}$ on kelatoitunut	Kelaatinmuodostajan nimi	Vesiliukoinen koboltti (Co) Kelatoitunut koboltti (Co)
2(c)	Kobolttilannoiteliuos	Tuote, joka saadaan liuottamalla veteen lannoitteita 2(a) ja/tai 2(b):n yhtä tyyppiä	Kobolttia (Co) vesiliukoisena 2 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava: (1) kivennäisanionin nimi tai kivennäisanionien nimet; (2) kelaatinmuodostajan nimi, jos sitä on käytetty.	Vesiliukoinen koboltti (Co) Kelatoitunut koboltti (Co), jos sitä on käytetty

E.1.3 Kupari

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
3(a)	Kuparisuola	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa kuparin mineraalisuolaa	Kuparia (Cu) vesiliukoisena 20 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava kivennäisanionin nimi.	Vesiliukoinen kupari (Cu)
3(b)	Kuparioksidi	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa kuparioksidia	Kokonaiskupari (Cu) 70 % Hiukkaskoko: vähintään 98 % läpäisee 0,063 mm seulan		Kokonaiskupari (Cu)
3(c)	Kuparihydroksidi	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa kuparihydroksidia	Kokonaiskupari (Cu) 45 % Hiukkaskoko: vähintään 98 % läpäisee 0,063 mm seulan		Kokonaiskupari (Cu)
3(d)	Kuparikelaaatti	Vesiliukoinen tuote, joka saadaan kuparista ja kelaatinmuodostajasta kemiallisen reaktion tuloksena	Kuparia (Cu) vesiliukoisena 9 %, josta vähintään $\frac{8}{10}$ on kelatoitunut	Kelaatinmuodostajan nimi	Vesiliukoinen kupari (Cu) Kelatoitunut kupari (Cu)
3(e)	Kuparipohjainen lannoite	Tuote, joka saadaan sekoittamalla lannoitteita 3(a) ja/tai 3(b) ja/tai 3(c) ja/tai 3(d):n yhtä tyyppiä ja, tarvittaessa, myrkytöntä täyteainetta, joka ei sisällä ravinteita	Kokonaiskupari (Cu) 5 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava: (1) kupariyhdisteen nimi tai kupariyhdisteiden nimet; (2) kelaatinmuodostajan nimi, jos sitä on käytetty.	Kokonaiskupari (Cu) Vesiliukoinen kupari (Cu), jos sen pitoisuus on vähintään $\frac{1}{4}$ kokonaiskuparista Kelatoitunut kupari (Cu), jos sitä on käytetty
3(f)	Kuparilannoiteliuos	Tuote, joka saadaan liuottamalla veden lannoitteita 3(a) ja/tai 3(d):n yhtä tyyppiä	Kuparia (Cu) vesiliukoisena 3 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava: (1) kivennäisanionin nimi tai kivennäisanionien nimet; (2) kelaatinmuodostajan nimi, jos sitä on käytetty.	Vesiliukoinen kupari (Cu) Kelatoitunut kupari (Cu), jos sitä on käytetty
3(g)	Kuparikloridioksidi	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa kuparikloridioksidia [Cu ₂ Cl(OH) ₃]	Kokonaiskupari (Cu) 50 % Hiukkaskoko: vähintään 98 % läpäisee 0,063 mm seulan		Kokonaiskupari (Cu)
3(h)	Kuparikloridioksidi suspensio	Tuote, joka saadaan suspendoimalla lannoitetta 3 g	Kokonaiskupari (Cu) 17 %		Kokonaiskupari (Cu)

E.1.4 Rauta

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
4(a)	Rautasuola	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa raudan kivennäissuolaa	Rautaa (Fe) vesiliukoisena 12 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava kivennäisanionin nimi	Vesiliukoinen rauta (Fe)
4(b)	Rautakelaatti	Vesiliukoinen tuote, joka saadaan raudasta ja ja luvun E.3 liitteessä I luetelluista kelaatinmuodostajista kemiallisen reaktion tuloksena	Rautaa vesiliukoisena 5 %, josta vähintään 80 % on kelatoitunut	Kelaatinmuodostajan nimi	— Vesiliukoinen rauta (Fe) — Kelatoitunut osuus (EN 13366) — Kunkin kelaatinmuodostajan kelaatoima rauta (Fe), kun kelatoitunut osuus ylittää 2 % (EN 13368 osat 1 ja 2)
4(c)	Rautapohjainen lannoiteliuos	Tuote, joka saadaan liuottamalla veden lannoitteita 4(a) ja/tai 4(b):n yhtä tyyppiä	Rautaa (Fe) vesiliukoisena 2 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava: (1) kivennäisanionin nimi tai kivennäisanionien nimet; (2) kelaatinmuodostajan nimi, jos sitä on käytetty.	Vesiliukoinen rauta (Fe) Kelatoitunut rauta (Fe), jos sitä on käytetty

E.1.5 Mangaani

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
5(a)	Mangaanisuolet	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa mangaanipitoista suolaa (Mn II)	Mangaania (Mn) vesiliukoisena 17 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava kivennäisanionin nimi.	Vesiliukoinen mangaani (Mn)
5(b)	Mangaanikelaatti	Vesiliukoinen tuote, joka saadaan mangaanista ja kelaatinmuodostajasta kemiallisen reaktion tuloksena	Mangaania (Mn) vesiliukoisena 5 %, josta vähintään 8/10 on kelatoitunut	Kelaatinmuodostajan nimi	Vesiliukoinen mangaani (Mn) Kelatoitunut mangaani (Mn)
5(c)	Mangaanioksidi	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa mangaanioksidia	Kokonaismangaani (Mn) 40 % Hiukkaskoko: vähintään 80 % läpäisee 0,063 mm seulan		Kokonaismangaani (Mn)

1	2	3	4	5	6
5(d)	Mangaanipohjainen lannoite	Tuote, joka saadaan sekoittamalla lannoitteita 5(a) ja 5(c)	Kokonaismangaani (Mn) 17 %	Tyypinimessä on ilmoitettava mangaaniyhdisteiden nimet	Kokonaismangaani (Mn) Vesiliukoinen mangaani (Mn), jos sen pitoisuus on vähintään $\frac{1}{4}$ kokonaismangaanista
5(e)	Mangaanipohjainen lannoiteliuos	Tuote, joka saadaan liuottamalla veden lannoitteita 5(a) ja/tai 5(b):n yhtä tyyppiä	Mangaania (Mn) vesiliukoisena 3 %	Tyypinimessä on ilmoitettava: (1) kivennäisanionin nimi tai kivennäisanionien nimet; (2) kelaatinmuodostajan nimi, jos sitä on käytetty.	Vesiliukoinen mangaani (Mn) Kelatoitunut mangaani (Mn), jos sitä on käytetty

E.1.6 Molybdeeni

N:o	Tyypinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyypinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
6(a)	Natriummolybdaatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa natriummolybdaattia	Molybdeenia (Mo) vesiliukoisena 35 %		Vesiliukoinen molybdeeni (Mo)
6(b)	Ammoniummolybdaatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa ammoniummolybdaattia	Molybdeenia (Mo) vesiliukoisena 50 %		Vesiliukoinen molybdeeni (Mo)
6(c)	Molybdeenipohjainen lannoite	Tuote, joka saadaan sekoittamalla lannoitteita 6(a) ja 6(b)	Molybdeenia (Mo) vesiliukoisena 35 %	Tyypinimessä on ilmoitettava molybdeenyhdisteiden nimet	Vesiliukoinen molybdeeni (Mo)
6(d)	Molybdeenilannoiteliuos	Tuote, joka saadaan liuottamalla veden lannoitteita 6(a) ja/tai 6(b):n yhtä tyyppiä	Molybdeenia (Mo) vesiliukoisena 3 %	Tyypinimessä on ilmoitettava molybdeenyhdisteen/-yhdisteiden nimi/nimet	Vesiliukoinen molybdeeni (Mo)

E.1.7 Sinkki

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
7(a)	Sinkkisuola	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa sinkkipitoista suolaa	Sinkkiä (Zn) vesiliukoisena 15 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava kivennäisanionin nimi	Vesiliukoinen sinkki (Zn)
7(b)	Sinkkikelaatti	Vesiliukoinen tuote, joka saadaan sinkistä ja kelaatinmuodostajasta kemiallisen reaktion tuloksena	Sinkkiä (Zn) vesiliukoisena 5 %, josta vähintään $\frac{8}{10}$ on kelatoitunut	Kelaatinmuodostajan nimi	Vesiliukoinen sinkki (Zn) Kelatoitunut sinkki (Zn)
7(c)	Sinkkioksidi	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa sinkkioksidia	Kokonaissinkki (Zn) 70 % Hiukkaskoko: vähintään 80 % läpäisee 0,063 mm seulan		Kokonaissinkki (Zn)
7(d)	Sinkkipohjainen lannoite	Tuote, joka saadaan sekoittamalla lannoitteita 7(a) ja 7(c)	Kokonaissinkki (Zn) 30 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava sinkkiyhdisteiden nimet	Kokonaissinkki (Zn) Vesiliukoinen sinkki (Zn), jos sen pitoisuus on vähintään $\frac{1}{4}$ kokonaissinkistä
7(e)	Sinkkipohjainen lannoiteliuos	Tuote, joka saadaan liuottamalla veden lannoitteita 7(a) ja/tai 7(b):n yhtä tyyppiä	Sinkkiä (Zn) vesiliukoisena 3 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava: (1) kivennäisanionin nimi tai kivennäisanionien nimet; (2) kelaatinmuodostajan nimi, jos sitä on käytetty.	Vesiliukoinen sinkki (Zn) Kelatoitunut sinkki (Zn), jos sitä on käytetty

E.2 Hivenravinteiden vähimmäispitoisuus lannoitteessa painoprosenttina

E.2.1 Kiinteät tai nestemäiset hivenravinnelannoiteseokset

	Hivenravinnetta on lannoitteessa	
	pelkästään epäorgaanisena	kelatoituna tai kompleksoituna
Hivenravinne:		
Boori (B)	0,2	0,2
Koboltti (Co)	0,02	0,02
Kupari (Cu)	0,5	0,1
Rauta (Fe)	2,0	0,3
Mangaani (Mn)	0,5	0,1
Molybdeeni (Mo)	0,02	—
Sinkki (Zn)	0,5	0,1

Hivenravinteiden kokonaismäärä kiinteässä seoksessa vähintään: 5 % lannoitteen massasta.

Hivenravinteiden kokonaismäärä nestemäisessä seoksessa vähintään: 2 % lannoitteen massasta.

E.2.2 Maahan levitettävät EY-lannoitteet, jotka sisältävät pää- ja/tai sivuravinteita sekä hivenravinteita

	Viljalle tai nurmelle tarkoitettuja	Puutarhakäyttöön
Boori (B)	0,01	0,01
Koboltti (Co)	0,002	—
Kupari (Cu)	0,01	0,002
Rauta (Fe)	0,5	0,02
Mangaani (Mn)	0,1	0,01
Molybdeeni (Mo)	0,001	0,001
Sinkki (Zn)	0,01	0,002

E.2.3 Lehtisumutteina käytettävät EY-lannoitteet, jotka sisältävät pää- ja/tai sivuravinteita sekä hivenravinteita

Boori (B)	0,010
Koboltti (Co)	0,002
Kupari (Cu)	0,002
Rauta (Fe)	0,020
Mangaani (Mn)	0,010
Molybdeeni (Mo)	0,001
Sinkki (Zn)	0,002

E.3 Luettelo hyväksytyistä, hivenravinteiden kanssa kelaatteja ja komplekseja muodostavista orgaanisista yhdisteistä

Seuraavat tuotteet hyväksytään, jos ne täyttävät direktiivin 67/548/ETY⁽¹⁾, sellaisena kuin se on muutettuna, vaatimukset:

E.3.1 Kelaatinmuodostajat⁽²⁾

Seuraavien happojen natrium-, kalium- tai ammoniumsuolat:

etyleenidiamiinitetraetikkahappo	EDTA	C ₁₀ H ₁₆ O ₈ N ₂
dietyleenitriamiinipentaetikkahappo	DTPA	C ₁₄ H ₂₃ O ₁₀ N ₃
[o,o]: etyleenidiamiini-di(O-hydroksifenylyietikkahappo)	EDDHA	C ₁₈ H ₂₀ O ₆ N ₂
[o,p]: etyleenidiamiini-N-(O-hydroksifenylyietikkahappo) -N'-(P-hydroksifenylyietikkahappo)	EDDHA	C ₁₈ H ₂₀ O ₆ N ₂
2-hydroksietyyli-etyleenidiamiini-trietikkahappo	HEEDTA	C ₁₀ H ₁₈ O ₇ N ₂
[o,o]: etyleenidiamiini-di(O-hydroksi-O-metyylifenylyihappo)	EDDHMA	C ₂₀ H ₂₄ O ₆ N ₂
[o,p]: etyleenidiamiini-di(O-hydroksi-P-metyylifenylyihappo)	EDDHMA	C ₂₀ H ₂₄ O ₆ N ₂
[p,o] etyleenidiamiini-di(P-hydroksi-O-metyylifenylyihappo)	EDDHMA	C ₂₀ H ₂₄ O ₆ N ₂
[2,4]: etyleenidiamiini-di(2-hydroksi-4-karboksifenylyietikkahappo)	EDDHMA	C ₂₀ H ₂₀ O ₁₀ N ₂
[2,5]: etyleenidiamiini-di(2-karboksi-5-hydroksifenylyietikkahappo)	EDDCHA	C ₂₀ H ₂₀ O ₁₀ N ₂
[5,2]: etyleenidiamiini-di(5-karboksi-2-hydroksifenylyietikkahappo)	EDDCHA	C ₂₀ H ₂₀ O ₁₀ N ₂

E.3.2 Kompleksinmuodostajat

Luettelo laaditaan jatkossa.

⁽¹⁾ EYVL L 196, 16.8.1967, s. 1.

⁽²⁾ Kelaatinmuodostajat on määriteltävä eurooppalaisen standardin EN 13368 osan 1 ja osan 2 perusteella siltä osin kuin standardi kattaa edellä mainitut aineet

LIITE II

SALLITUT POIKKEAMAT

Tässä liitteessä esitetyt sallitut poikkeamat ovat massaprosentteina ilmoitettuja negatiivisia arvoja.

Erityyppisten EY-lannoitteiden ilmoitettujen ravinnepitoisuuksien sallitut poikkeamat ovat seuraavat:

1. **Epäorgaaniset yksiravinteiset pääravinnelannoitteet n:nä, P₂O₅:na, K₂O:na, MgO:na ja Cl:na ilmoitettu absoluuttinen arvo massaprosentteina**

1.1 *Typpilannoitteet*

kalsiumnitraatti	0,4
kalsiummagnesiumnitraatti	0,4
natriumnitraatti	0,4
chilensalpietari	0,4
kalsiumsyanamidi	1,0
typpipitoinen kalsiumsyanamidi	1,0
ammoniumsulfaatti	0,3
ammoniumnitraatti tai kalsiumammoniumnitraatti	
— enintään 32 %	0,8
— enemmän kuin 32 %	0,6
ammoniumsulfaatti-nitraatti	0,8
magnesiumsulfonynitraatti	0,8
magnesiumammoniumnitraatti	0,8
urea	0,4
kalsiumnitraattisuspensio	0,4
urea-formaldehydiä sisältävä typpilannoiteliuos	0,4
urea-formaldehydiä sisältävä typpilannoitesuspensio	0,4
urea-ammoniumsulfaatti	0,5
typpilannoiteliuos	0,6
urea-ammoniumnitraattiliuos	0,6

1.2 *Fosfaattilannoitteet*

Tuomaskuona	
— pitoisuus ilmoitettuna 2 massa- prosentina vaihteluvälinä	0,0
— pitoisuus ilmoitettuna yhdellä luvulla	1,0

Muut fosfaattilannoitteet

P ₂ O ₅ -liukoisuus:	(lannoitteen nro liitteessä I)	
— mineraalihappoon	(3, 6, 7)	0,8
— muurahaishappoon	(7)	0,8
— neutraaliin ammoniumsitraattiin	(2a, 2b, 2c)	0,8
— emäksiseen ammoniumsitraattiin	(4, 5, 6)	0,8
— veteen	(2a, 2b, 3)	0,9
	(2c)	1,3

1.3 *Kaliumlannoitteet*

Kainiitti	1,5
rikastettu kainiittisuola	1,0
Kalisuola	
— enintään 55 %	1,0
— enemmän kuin 55 %	0,5
magnesiumsuoloja sisältävä kaliumkloridi	1,5
Kaliumsulfaatti	0,5
magnesiumsuolaa sisältävä kaliumsulfaatti	1,5

1.4 *Muut aineosat*

kloridi	0,2
---------	-----

2. **Epäorgaaniset moniravinteiset pääravinnelannoitteet**2.1 *Ravinteet*

N	1,1
P ₂ O ₅	1,1
K ₂ O	1,1

2.2 *Negatiivinen kokonaispoikkeama ilmoitetusta arvosta*

kaksiravinteiset lannoitteet	1,5
kolmiravinteiset lannoitteet	1,9

3. **Lannoitteiden sisältämät sivuravinteet**

Kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja rikin ilmoitettujen pitoisuuksien sallitut poikkeamat ovat yksi neljäsosa näiden ravinteiden ilmoitetusta pitoisuudesta, absoluuttiselta arvoltaan kuitenkin enintään 0,9 % CaO:n, MgO:n, Na₂O:n, ja SO₃:n osalta eli 0,64 kalsiumin (Ca) osalta, 0,55 magnesiumin (Mg) osalta, 0,67 natriumin (Na) osalta ja 0,36 rikin (S) osalta.

4. **Lannoitteiden sisältämät hivenravinteet**

Hivenravinteiden ilmoitetun pitoisuuden sallittu poikkeama on

- absoluuttiselta arvoltaan 0,4 %, kun pitoisuus on yli 2 %,
- yksi viidesosa ilmoitetusta arvosta, kun pitoisuus on enintään 2 %.

Eri typpimuotojen ilmoitettujen pitoisuuksien tai fosforipentoksidin ilmoitettujen liukoisuuksien sallittu poikkeama on yksi kymmenesosa kyseisen ravinteen kokonaispitoisuudesta (enimmäisarvo 2 massa-%) edellyttäen, että kyseisen ravinteen kokonaispitoisuus pysyy liitteessä I ja edellä esitetyissä sallituissa poikkeamissa asetetuissa rajoissa.

LIITE III

RUNSASTYYPPIÄ AMMONIUMNITRAATILANNOITTEITA KOSKEVAT TEKNISET MÄÄRÄYKSET**1. Yksiravinteisten runsastyyppisten ammoniumnitraatilannoitteiden ominaisuudet ja raja-arvot****1.1 Huokoisuus (öljynpidätyskyky)**

Kaksi tämän liitteen 3 jakson 2 kohdan määräysten mukaista lämpökäsittelyä 25 °C:n ja 50 °C:n lämpötiloissa läpikäyneen lannoitteen öljynpidätyskyky ei saa ylittää 4:ää massaprosenttia.

1.2 Palavat aineet

Hiilenä mitatun palavan aineksen massaprosentti ei saa ylittää 0,2:ta prosenttia niiden lannoitteiden osalta, joiden tyyppipitoisuus on vähintään 31,5 massaprosenttia, eikä 0,4:ää prosenttia niiden lannoitteiden osalta, joiden tyyppipitoisuus on vähintään 28 massaprosenttia, mutta alle 31,5 massaprosenttia.

1.3 pH

Lannoiteliuoksen pH:n, joka sisältää 10 g lannoitetta sekoitettuna 100 ml:aan vettä, on oltava vähintään 4,5.

1.4 Seula-analyysi

Enintään 5 massaprosenttia lannoitteesta saa läpäistä 1 mm:n seulan ja enintään 3 massaprosenttia lannoitteesta saa läpäistä 0,5 mm:n seulan.

1.5 Kloori

Suurin sallittu klooripitoisuus on 0,02 massaprosenttia.

1.6 Raskasmetallit

Raskasmetalleja ei tulisi lisätä lannoitteeseen tarkoituksella, eikä tuotantoprosessista peräisin olevien jäämien tulisi ylittää komission määräämää raja-arvoa.

Kuparipitoisuus saa olla enintään 10 mg/kg.

Muille raskasmetalleille ei määrätä raja-arvoja.

2. Runsastyyppisten ammoniumnitraatilannoitteiden räjähtämättömyyden määrittämiseksi tehtävän kokeen kuvaus

Koe on suoritettava edustavalle lannoitenäytteelle. Ennen räjähtämättömyyskoetta koko näytteen on käytävä läpi viisi lämpökäsittelyä tämän liitteen 3 jakson 3 kohdan mukaisesti.

Lannoitteelle on tehtävä räjähtämättömyyskoe vaaka-asennossa olevassa teräsputkessa seuraavien olosuhteiden vallitessa:

— saumaton teräsputki

— putken pituus: vähintään 1 000 mm,

— nimellishalkaisija ulkopuolelta mitattuna: vähintään 114 mm,

— seinän nimellispaksuus: vähintään 5 mm,

— tehostin: valitun tehostimen tyyppin ja massan tulisi olla sellaiset, että ne maksimoivat näytteeseen kohdistetun räjähdyspaineen, jotta näytteen räjähdysensiirtoalttius voitaisiin määrittää,

— koelämpötila: 15–25 °C,

— räjähdysen toteamiseksi käytettävät lyijysylinterit: halkaisija 50 mm ja korkeus 100 mm,

— sijoitettuna 150 mm välein tukemaan putkea horisontaalisesti. Koe on suoritettava kahdesti. Koetta pidetään ratkaisevana, jos yksi tai useampi putkea vasten olevista lyijysylintereistä painuu kokoon molemmissa kokeissa alle 5 %.

3. Menetelmät, joilla tarkistetaan, noudatetaanko liitteessä III olevassa 1 ja 2 jaksossa määriteltyjä raja-arvoja

Menetelmä 1

Lämpökäsittelyjen soveltamismenetelmät

1. Tarkoitus ja soveltamisala

Tässä asiakirjassa määritellään runsastyyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden öljynpidätyskykykoetta ja runsastyyppisten, sekä yksi- että moniravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden räjähtämättömyyskoetta edeltävien lämpökäsittelyjen suorittaminen.

Tässä jaksossa selostettujen lämpökäsittelymenetelmien katsotaan simuloivan riittävän hyvin olosuhteita, jotka on otettava huomioon sovellettaessa II osaston IV luvun määräyksiä, vaikka nämä menetelmät eivät välttämättä simuloi kaikkia kuljetuksen ja varastoinnin aikaisia olosuhteita.

2. Liitteessä III olevassa 1 jaksossa tarkoitettujen lämpökäsittelyt

2.1 Soveltamisala

Tätä menetelmää käytetään lämpökäsittelyyn ennen lannoitteen öljynpidätyskyvyn määrittämistä.

2.2 Periaate ja määritelmä

Näyte lämmitetään Erlenmeyer-pullossa huoneen lämpötilasta 50 °C:seen ja pidetään tässä lämpötilassa kahden tunnin ajan (50 °C:n vaihe). Tämän jälkeen näytettä jäädytetään, kunnes saavutetaan 25 °C:n lämpötila, ja näyte pidetään tässä lämpötilassa kahden tunnin ajan (25 °C:n vaihe). Peräkkäiset 50 °C:n ja 25 °C:n vaiheet muodostavat yhden lämpökäsittelyn. Kun näyte on läpikäynyt kaksi lämpökäsittelyä, se pidetään 20 ± 3 °C:n lämpötilassa öljynpidätyskykyä mittaavan arvon määrittämiseksi.

2.3 Välineistö

Tavalliset laboratoriovälineet, erityisesti:

— vesialtaat, joiden lämpötila voidaan termostaatin avulla säätää $25 (\pm 1)$ ja $50 (\pm 1)$ °C:seen

— erlenmeyerpulloja, joiden tilavuus on 150 ml.

2.4 Menettely

Kukin $70 (\pm 5)$ gramman näyte pannaan erlenmeyerpulloon, joka sen jälkeen suljetaan tulpalla.

Kukin pullo siirretään kahden tunnin välein 50 °C:n altaasta 25 °C:n altaaseen ja päinvastoin.

Allasveden lämpötila pidetään vakiona ja vesi pidetään liikkeessä sekoittamalla sitä nopeasti, jotta vedenpinta ulottuu näytteen pinnan yläpuolelle. Tulppa suojataan kondensaatiolta vaahtokumisuojuksella.

3. Liitteessä III olevassa 2 jaksossa tarkoitettujen lämpökäsittelyt

3.1 Soveltamisala

Tätä menetelmää käytetään räjähtävyyskoetta edeltävässä lämpökäsittelyssä.

3.2 Periaate ja määritelmä

Näyte lämmitetään vedenpitävässä laatikossa huoneen lämpötilasta 50 °C:seen ja pidetään tässä lämpötilassa tunnin ajan (50 °C:n vaihe). Tämän jälkeen näytettä jäädytetään, kunnes saavutetaan 25 °C:n lämpötila, ja näyte pidetään tässä lämpötilassa tunnin ajan (25 °C:n vaihe). Peräkkäiset 50 °C:n ja 25 °C:n vaiheet muodostavat yhden lämpökäsittelyn. Kun näyte on läpikäynyt vaadittavan määrän lämpökäsittelyä, se pidetään 20 ± 3 °C:n lämpötilassa räjähtämättömyyskokeeseen saakka.

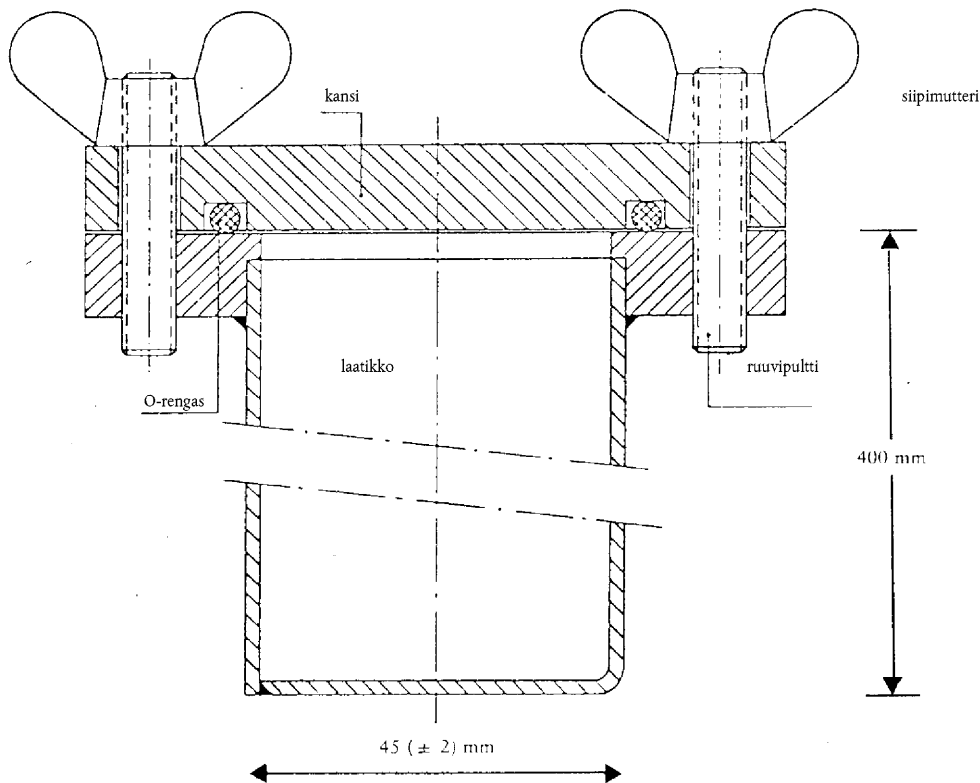
3.3 Välineistö

- vesiallas, jonka lämpötilaa voidaan säädellä termostaatilla 20 °C:sta 51 °C:seen ja jonka lämpenemis- ja jäähtymisnopeus on vähintään 10 °C/h, tai kaksi vesiallasta, joista toisen lämpötila on termostaatilla säädetty 20 °C:seen ja toisen 51 °C:seen. Altaiden vettä sekoitetaan koko ajan; altaan pitäisi olla tilavuudeltaan niin suuri, että vesi pääsee kiertämään riittävästi.
- ruostumattomasta teräksestä valmistettu laatikko, joka on kaikkialta vedenpitävä ja jonka keskellä on lämpöanturi. Laatikon ulkoleveys on 45 (± 2) mm ja seinämien paksuus 1,5 mm (katso kuva 1). Laatikon korkeus ja pituus voidaan valita niin, että ne sopivat vesihautteen mittoihin, esim. pituus 600 mm, korkeus 400 mm.

3.4 Menettely

Yhteen räjähdykseen riittävä määrä lannoitetta pannaan laatikkoon ja kansi suljetaan. Laatikko asetetaan vesialtaaseen. Vesi lämmitetään 51 °C:seen ja mitataan lämpötila lannoitteen keskeltä. Vesi jäädytetään tunti sen jälkeen, kun lämpötila keskellä on noussut 50 °C:seen. Tunti sen jälkeen, kun lämpötila keskellä on 25 °C, aloitetaan jälleen veden lämmittäminen ja toinen lämpökierto. Jos käytetään kahta vesiallasta, laatikko siirretään altaasta toiseen kunkin lämmitys/jäähdytysjakson jälkeen.

Kuvio 1



Menetelmä 2

Öljynpidätyskyvyn määrittäminen

1. Tarkoitus ja soveltamisala

Tässä asiakirjassa määritellään runsastyyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden öljynpidätyskyvyn määrittämisessä käytettävä menetelmä.

Tätä menetelmää voidaan soveltaa sekä pellettimuotoisiin että rakeisiin lannoitteisiin, jotka eivät sisällä öljyyn liukenevia ainesosia.

2. Määritelmä

Lannoitteen öljynpidätyskyky: Lannoitteeseen jäävän öljyn määrä, joka määritetään tietyissä käyttöolosuhteissa ja ilmaistaan massaprosentteina.

3. Periaate

Koe-erän upottaminen kokonaan kaasuöljyyn tietyksi ajaksi ja sitä seuraava ylijäämäöljyn suodattaminen tietyissä olosuhteissa. Koe-erän massan lisäyksen mittausta.

4. Reagenssit

Kaasuöljy

Viskositeetti enimmillään: 5 mPas 40 °C:ssa

Tiheys: 0,8–0,85 g/ml 20 °C:ssa

Rikkipitoisuus: ≤ 1,0 % (m/m)

Tuhka: ≤ 0,1 % (m/m)

5. Välineistö

Tavalliset laboratoriovälineet ja:

5.1 Vaaka, jolla voidaan punnita 0,01 gramman tarkkuudella

5.2 Dekanterilasi, jonka tilavuus on 500 ml

5.3 Muovisuppilo, yläpäässä mielellään lieriömäinen seinämä, halkaisija noin 200 mm

5.4 Koeseula, 0,5 mm:n aukot, suppiloon sopiva (5.3)

Huom: Tämä suppilon ja seulan koko takaa, että vain muutamia rakeita on päällekkäin ja että öljy suodattuu helposti.

5.5 Suodatinpaperia, nopeaa suodatuslaatua, poimutettua, pehmeää, massa 150 g/m²

5.6 Imupaperia (laboratoriolaatua)

6. Menettely

6.1 Saman koenäytteen eri osista suoritetaan kaksi erillistä määrittystä nopeasti peräkkäin.

6.2 0,5 mm:ä pienemmät hiukkaset poistetaan koeseulalla (5.4). Näytettä punnitaan 50 grammaa 0,01 gramman tarkkuudella dekanterilasiin (5.2). Lisätään niin paljon kaasuöljyä (kohta 4), että se peittää rakeet kokonaan. Sekoitetaan varovasti ja varmistetaan, että kaikkien rakeiden pinta on kokonaan kastunut. Dekanterilasi peitetään kellolasilla ja jätetään tunniksi 25 (± 2) °C:seen.

6.3 Dekanterilasin sisältö suodatetaan kokonaan suppilon läpi (5.3), jossa on koeseula (5.4). Aines jätetään seulaan tunniksi, jotta suurin osa ylimääräisestä öljystä pääsee suodattumaan pois.

6.4 Kaksi suodatinpaperia (5.5) (noin 500 x 500 mm) asetetaan päällekkäin tasaiselle pinnalle; molempien suodatinpapereiden neljä reunaa taitetaan ylöspäin noin 40 mm:n leveydeltä, jotta rakeet eivät pyöri pois. Suodatinpapereiden keskelle asetetaan kaksi kerrosta imupaperia (5.6). Seulan (5.4) koko sisältö kaadetaan imupapereille ja rakeet levitetään tasaisesti pehmeällä, laakealla harjalla. Kahden minuutin kuluttua imupapereita nostetaan toiselta laidalta ja rakeet siirretään alla oleville suodatinpapereille ja levitetään niille tasaisesti harjalla. Toinen suodatinpaperi asetetaan reunat samalla tavoin ylös käännettyinä näytteen päälle ja rakeita pyöritetään papereiden välissä pyörivin liikkein hiukan painaen. Pysähdytään aina kahdeksan pyörättävän liikkeen jälkeen ja nostetaan suodatinpapereiden vastakkaisia reunoja niin, että reunoille pyörineet rakeet palaavat keskustaan. Menetellään seuraavasti: Pyöritetään neljä täyttä ympyrää, ensin myötäpäivään ja sitten vastapäivään. Vieritetään sitten rakeet takaisin keskelle edellä kuvatulla tavalla. Koko sarja toistetaan kolme kertaa (24 pyöritystä, reunoja nostetaan kaksi kertaa). Uusi suodatinpaperi asetetaan varovasti alimman ja sen yllä olevan paperin väliin ja rakeet vieritetään uudelle paperille nostamalla ylemmän paperin reunoja. Rakeet peitetään uudella suodatinpaperilla ja yllä kuvattu sarja toistetaan. Rakeet kaadetaan taarattuun kulhoon välittömästi pyörittämisen jälkeen ja ne punnitaan uudelleen 0,01 gramman tarkkuudella niiden sisältämän kaasuöljyn massan määrittämiseksi.

6.5 Pyörytyksen toistaminen ja uudelleenpunnitus

Jos erän sisältämän kaasuoiljyn määrä ylittää 2,00 grammaa, erä levitetään uusille suodatinpapereille, pyörittäminen toistetaan ja kulmia nostetaan kohdan 6.4 mukaisesti (kaksi kertaa kahdeksan pyörytystä, nosto kerran). Sen jälkeen erä punnitaan uudelleen.

7. Tuloksen laskeminen

7.1 Laskentamenetelmä ja -kaava

Jokaisessa määrittäyksessä (6.1) öljynpidätyskyky ilmoitettuna prosentteina seulotun koe-erän massasta saadaan yhtälöstä:

$$\text{Öljynpidätyskyky} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

jossa

m_1 on seulotun erän (6.2) massa grammoina,

m_2 on kohdan 6.4 tai 6.5 mukainen viimeisessä punnituksessa saatu koe-erän massa grammoina.

Tulokseksi otetaan kahden määrittäyksen aritmeettinen keskiarvo.

Menetelmä 3

Palavien ainesosien määrittäminen

1. Tarkoitus ja soveltamisala

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä runsastyyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden sisältämien palavien ainesosien määrittämiseksi.

2. Periaate

Epäorgaanisten täyteaineiden tuottama hiilidioksidi poistetaan etukäteen hapolla. Orgaaniset yhdisteet hapetetaan kromihapon ja rikkihapon seoksella. Muodostuva hiilidioksidi absorboidaan bariumhydroksidiliuokseen. Sakka liuotetaan suolahappoliuokseen ja mitataan titraamalla se takaisin natriumhydroksidiliuoksen kanssa.

3. Reagenssit

3.1 Kromi(VI)trioksidi CrO_3 , analyysilaatua

3.2 Rikkihappo, laimennettu 60 tilavuusprosenttiin: kaadetaan 360 ml vettä yhden litran denkanterilasiin ja lisätään varovasti 640 ml rikkihappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,83 g/ml).

3.3 Hopeanitraattiliuos: 0,1 mol/l

3.4 *Bariumhydroksidi*

Punnitaan 15 grammaa bariumhydroksidia $[\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}]$ ja liuotetaan se kuumaan veteen. Annetaan jäähtyä ja siirretään yhden litran pulloon. Täytetään merkkiin ja sekoitetaan. Suodatetaan taitetun suodatinpaperin läpi.

3.5 Suolahapon standardiliuos: 0,1 mol/l

3.6 Natriumhydroksidin standardiliuos: 0,1 mol/l

3.7 Bromifenolisininen: liuos, jossa 0,4 grammaa litrassa vettä

3.8 Fenoltaleiini: liuos, jossa 2 g/l 60-prosenttisessä etanolissa (tilavuus/tilavuus)

3.9 Natronkalkki: hiukkaskoko noin 1,0–1,5 mm

3.10 Demineralisoitu vesi, juuri keitetty hiilidioksidin poistamiseksi

4. Välineistö

4.1 Tavalliset laboratoriovälineet, etenkin

— suodatinupokas, jossa on sinterilevy (= lasisuodatin) ja jonka tilavuus on 15 ml; levyn läpimitta: 20 mm; kokonaiskorkeus 50 mm; huokoisuus 4 (huokosen läpimitta 5–15 µm),

— 600 ml:n dekanterilasi

4.2 Paineistettua tyypeä.

4.3 Laitteisto, joka on valmistettu seuraavista osista ja koottu, jos mahdollista, pallohioksilla (ks. kuvio 2)

4.3.1 Noin 200 mm pitkä ja noin 30 mm:n läpimittainen absorptioputki A, joka on täytetty natronkalkilla (3.9) joka pysyy paikallaan lasivillatuppojen avulla

4.3.2 500 ml:n pyöreäpohjainen reaktiopullo B, jossa on sivuputki

4.3.3 Noin 150 mm:n pituinen Vigreux-jakotislauskolonni (C')

4.3.4 Kaksipintalauhdutin C, 200 mm:n pituinen

4.3.5 Drechsel-pullo D, johon kertyy ylimääräinen, ylitihkuva happo

4.3.6 Jäähaude E, joka pitää Drechsel-pullon viileänä

4.3.7 Kaksi absorptioastiaa F₁ ja F₂, läpimitaltaan 32–35 mm, joiden kaasunjakajana on 10 mm:n pienihuokoinen lasisintteri

4.3.8 Imupumppu ja imunsäätölaite g, T-haara, jonka sivuputki on yhdistetty ohueen kapillaariputkeen, jossa on jatkona kumiletku ja letkunkiristin.

Varoitus: Kiehuvan kromihappoliuoksen käyttö laitteistossa alhaisessa paineessa on vaarallinen toimenpide ja vaatii asiaankuuluvia varotoimia.

5. Menettely

5.1 Analyysinäyte

Punnitaan noin 10 grammaa ammoniumnitraattia 0,001 gramman tarkkuudella.

5.2 Karbonaattien poisto

Analyysinäyte pannaan reaktiopulloon B. Lisätään 100 ml H₂SO₄:a (3.2). Rakeet liukenevat noin 10 minuutissa huoneen lämpötilassa. Laitteisto kootaan kaavakuvan mukaan: absorptioputken (A) toinen pää liitetään tyypisäiliöön (4.2) 5–6 mm elohopeaa vastaavan paineen sisältävän yksisuuntaisen virtauslaitteen kautta ja toinen pää sisääntuloputkeen, joka johtaa reaktiopulloon. Vigreux-jakotislauskolonni (C') ja lauhdutin (C) vesikiertoineen asennetaan paikoilleen. Typen virtaus säädetään niin, että sitä virtaa kohtuullinen määrä liuoksen läpi, liuos kuumennetaan kiehumispisteeseen ja sitä lämmitetään kaksi minuuttia. Tämän ajan kuluttua ei enää pitäisi esiintyä kuplintaa. Jos kuplintaa kuitenkin näkyy, jatketaan lämmittämistä 30 minuuttia. Liuoksen annetaan jäähtyä ainakin 20 minuuttia typen virratessa sen läpi.

Laitteisto kootaan valmiiksi kaavakuvan mukaisesti yhdistämällä lauhdutinputki Drechsel-pulloon (D) ja pullo absorptioastioihin F₁ ja F₂. Typen on virratava liuoksen läpi kokoamisenkin aikana. Kumpaankin absorptioastiaan (F₁ ja F₂) kaadetaan nopeasti 50 ml bariumhydroksidiliuosta (3.4).

Typpekuplien annetaan virrata noin 10 minuuttia. Liuoksen on pysyttävä kirkkaana absorptioastioissa. Jos näin ei tapahdu, karbonaatinpoistoprosessi on toistettava.

5.3 Hapetus ja absorptio

Kun typen sisääntuloputki on vedetty pois, kaadetaan joukkoon nopeasti 20 grammaa kromitrioksidia (3.1) ja 6 ml hopeanitraattiliuosta (3.3) reaktiopullon (B) sivuhaaran kautta. Laitteisto yhdistetään imupumpuun ja typpivirtaa säädetään niin, että absorptioastioiden F1 ja F2 sinttereiden kautta kulkee tasainen virta kaasukuplia.

Reaktiopulloa (B) lämmitetään, kunnes neste kiehuu, ja se pidetään kiehumistilassa puolitoista tuntia ⁽¹⁾. Imua säätelevää venttiiliä (G) on ehkä säädettävä typpivirran ohjaamiseksi, sillä kokeen aikana sakkautuva bariumkarbonaatti saattaa tukkia sintterilevyt. Toimenpide on suoritettu tyydyttävästi, kun absorptioastiassa F2 oleva bariumhydroksidiliuos pysyy kirkkaana. Muutoin koe on toistettava. Lämmittäminen lopetetaan ja laitteisto puretaan. Jokainen jakaja pestään sekä sisä- että ulkopuolelta bariumhydroksidin poistamiseksi ja pesuvesi kerätään vastaavaan absorptioastiaan. Jakajat pannaan yksitellen 600 ml:n dekanterilasiin, jota myöhemmin käytetään määrittämisessä.

Suodatetaan nopeasti imusuodatuksella ensin absorptioastian F₂ sisältö ja sen jälkeen astian F₁ sisältö käyttäen sintteriupokasta. Sakka kerätään huuhtelemalla absorptioastiat vedellä (3.10) ja upokas pestään 50 ml:lla samaa vettä. Upokas asetetaan 600 ml:n dekanterilasiin ja lisätään noin 100 ml keitettyä vettä (3.10). Kumpaankin absorptioastiaan kaadetaan 50 ml keitettyä vettä ja typen annetaan kulkea jakajien läpi viiden minuutin ajan. Vesi yhdistetään dekanterilasissa olevan veden kanssa. Toimenpide toistetaan, kunnes jakajat on huuhdeltu perusteellisesti.

5.4 Orgaanisesta aineksestä peräisin olevien karbonaattien mittaaminen

Lisätään viisi tippaa fenolftaleiinia (3.8) dekanterilasin sisältöön. Liuoksesta tulee väriltään punaista. Titraataan suolahapolla (3.5), kunnes vaaleanpunainen väri katoaa. Upokkaassa olevaa liuosta sekoitetaan hyvin ja tarkistetaan näin, ettei vaaleanpunainen väri ilmesty uudelleen. Lisätään viisi tippaa bromifenolisinistä (3.7) ja titraataan suolahapolla (3.5), kunnes liuos muuttuu keltaiseksi. Lisätään vielä 10 ml suolahappoa.

Liuos lämmitetään kiehumispisteeseen ja kiehumisen annetaan jatkua enintään minuutin. Varmistetaan, ettei nesteeseen jää sakkaa.

Annetaan jäähtyä ja titraataan takaisin natriumhydroksidiliuoksella (3.6).

6. Nollakoe

Nollakoe suoritetaan samaa menettelyä noudattaen ja käyttäen samoja määriä kaikkia reagensseja.

7. Tuloksen laskeminen

Palavien aineiden määrä (C) ilmaistuna hiilen massaprosentteina näytteestä saadaan yhtälöstä:

$$C \% = 0,06 \times \frac{V_1 - V_2}{E}$$

jossa

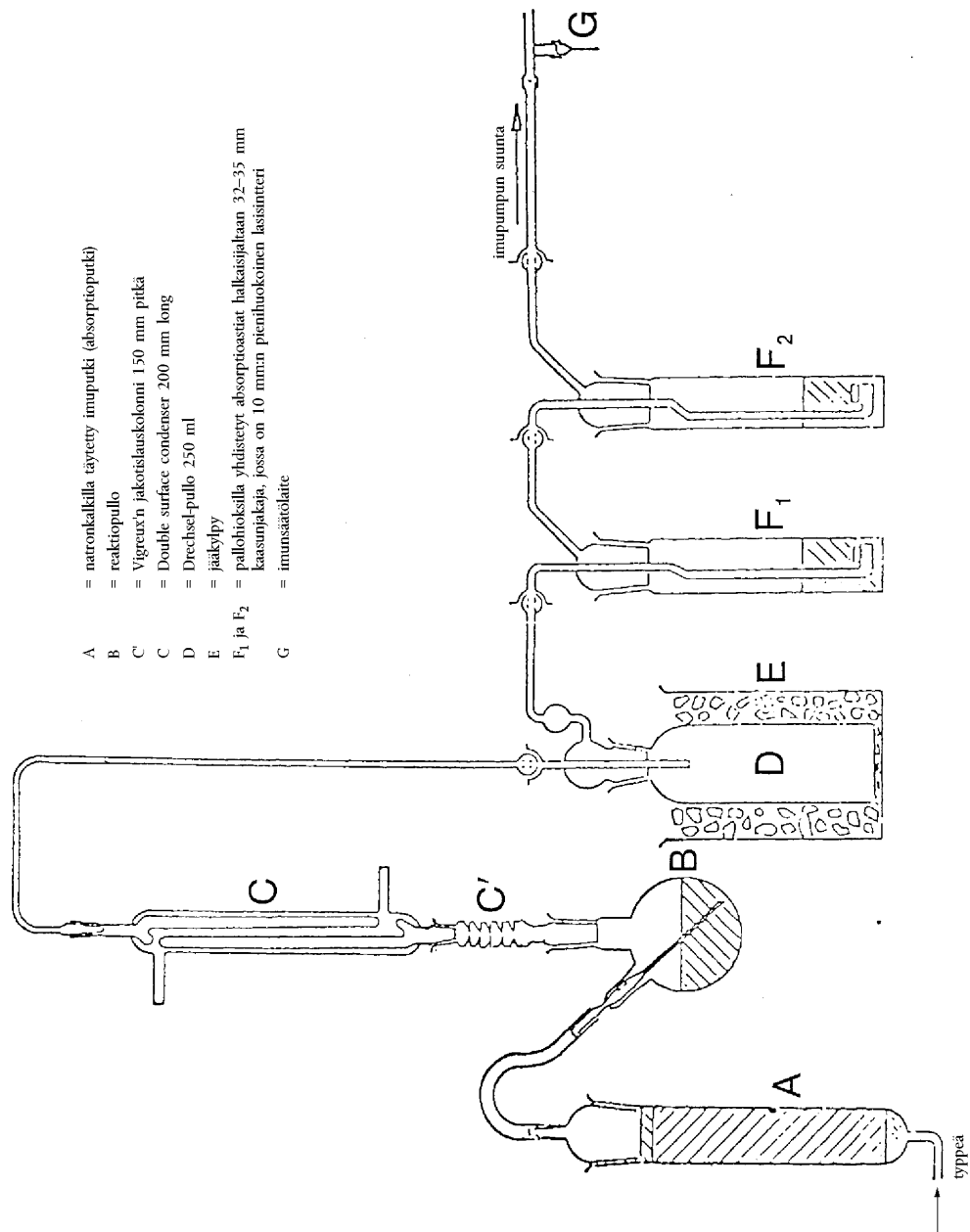
E = koe-erän massa grammoina,

V₁ = lisätyn 0,1-molaarisen suolahapon kokonaistilavuus ml:ina fenolftaleiinin värinmuutoksen jälkeen,

V₂ = takaisintitrauksessa käytetyn 0,1-molaarisen natriumhydroksidiliuoksen tilavuus ml:ina.

⁽¹⁾ Puolentoista tunnin reaktioaika riittää useimmille orgaanisille aineille, kun katalysaattorina käytetään hopeanitraattia.

Kuvio 2



Menetelmä 4

pH-arvon määrittäminen

1. Tarkoitus ja soveltamisala

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä runsastyyppisen yksiravinteisen ammoniumnitraattilannoiteliuoksen pH-arvon mittaamiseksi.

2. Periaate

Ammoniumnitraattiliuoksen pH-arvo mitataan pH-mittarilla.

3. Reagenssit

Hiilidioksiditon tislattu vesi tai hiilidioksiditon demineralisoitu vesi.

3.1 Puskuriliuos, pH 6,88 20 °C:ssa

Liuetetaan $3,4 \pm 0,01$ grammaa kaliumvetyortofosfaattia (KH_2PO_4) noin 400 ml:aan vettä. Liuetetaan $3,55 \pm 0,01$ grammaa dinatriumvetyrotofosfaattia (Na_2HPO_4) noin 400 ml:aan vettä. Liukset kaadetaan 1 000 ml:n mittapulloon, täytetään merkkiin ja sekoitetaan. Liuosta säilytetään ilmatiiviissä astiassa.

3.2 Puskuriliuos, pH 4,00 20 °C:ssa

Liuetetaan $10,21 \pm 0,01$ grammaa kaliumvetyftalaattia ($\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$) veteen, siirretään 1 000 ml:n mittapulloon, täytetään merkkiin ja sekoitetaan.

Liuosta säilytetään ilmatiiviissä astiassa.

3.3 Kaupallisilta markkinoilta saatavaa pH-standardiliuosta voidaan käyttää.

4. Välineistö

pH-mittari, varustettu lasi- ja kalomelielektrodilla tai vastaavalla, herkkyys 0,05 pH-yksikköä.

5. Menettely

5.1 pH-mittarin kalibrointi

pH-mittari (4) kalibroidaan 20 (± 1) °C:ssa käyttämällä puskuriliuosta (3.1), (3.2) tai (3.3). Liuoksen pintaan johdetaan hidas tyypivirta ja virtausta pidetään yllä koko kokeen ajan.

5.2 Määrittely

Kaadetaan 100,0 ml vettä 250 ml:n dekantterilasiin, jossa on 10 ($\pm 0,01$) grammaa näytettä. Liukenematomat ainekset poistetaan suodattamalla, dekantoimalla tai sentrifugoimalla. Kirkkaan liuoksen pH-arvo mitataan 20 (± 1) °C:ssa samalla tavalla kuin mittaria kalibroitaessa.

6. Tuloksen laskeminen

Tulos ilmoitetaan pH-yksikkönä pyöristettynä lähimpään kymmenesosayksikköön ja käytetty lämpötila mainitaan.

Menetelmä 5

Hiukkaskoon määrittäminen

1. Tarkoitus ja soveltamisala

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä runsastyyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden seulomiseksi.

2. Periaate

Näyte seulotaan kolmesta sisäkkäisestä seulasta muodostuvassa yksikössä joko käsin tai koneellisesti. Kukaan seulaan jäävä massa merkitään muistiin ja seulan läpäisseen materiaalin prosenttiosuus lasketaan.

3. Välineistö

3.1 200 mm:n läpimittaiset metallilangasta valmistetut koeseulat, joiden aukot ovat 2,0 mm, 1,00 mm ja 0,5 mm; näillä seuloilla on yksi kansi ja säiliö

3.2 Vaaka, jolla voidaan punnita 0,1 gramman tarkkuudella

3.3 Mekaaninen seulantäristin (jos käytettävissä), joka liikuttaa koekappaletta sekä pysty- että vaakasuunnassa

4. Menettely

4.1 Näyte jaetaan edustavasti noin 100 gramman eriin.

4.2 Yksi eristä punnitaan 0,1 gramman tarkkuudella.

4.3 Seulat asetetaan suuruusjärjestykseen seuraavasti: säiliö, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm ja punnittu koeannos pannaan ylimpään seulaan. Kansi ja pohjasäiliö kiinnitetään.

- 4.4 Seulaa ravistetaan joko käsin tai koneella sekä pysty- että vaakasuunnassa. Jos ravistetaan käsin, seulaa kopautetaan toisinaan. Tätä jatketaan 10 minuuttia tai siihen asti, että määrä, joka läpäisee kunkin seulan minuutissa, jää alle 0,1 gramman.
- 4.5 Seulat irrotetaan kukin vuorollaan ja niihin kasaantunut materiaali kerätään. Tarvittaessa harjataan kevyesti pehmeällä harjalla seulan kääntöpuolelta.
- 4.6 Kuhunkin seulaan sekä säiliöön kertynyt aines punnitaan 0,1 gramman tarkkuudella.
5. **Tulosten arviointi**
- 5.1 Muunnetaan hiukkasmassat kokonaishiukkasmassan (ei alkuperäismäärän) prosenttiosaksi.
- Lasketaan säiliössä olevan materiaalin prosenttiosuus (ts. > 0,5 mm): A %.
- Lasketaan 0,5 mm:n seulalla saadun materiaalin prosenttiosuus: B %.
- Lasketaan 1,0 mm:n seulan läpäisseen materiaalin prosenttiosuus ts. (A + B) %.
- Hiukkasmassojen summan tulisi olla enintään 2 % alkuperäisestä massasta.
- 5.2 On tehtävä vähintään kaksi erillistä analyysia. A:n rinnakaistulosten ei tulisi erota enempää kuin 1,0 % toisistaan eikä B:n enempää kuin 1,5 % (absoluuttisesti). Jos näin ei ole, koe toistetaan.
6. **Tuloksen ilmoittaminen**
- Tulos ilmoitetaan kahden määrittämisen keskiarvona A:lle ja A + B:lle.

Menetelmä 6

Klooripitoisuuden määrittäminen (kloridi-ioneina)

1. Tarkoitus ja soveltamisala

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä runsastyyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden sisältämän, kloridi-ioneina olevan kloorin pitoisuuden määrittämiseksi.

2. Periaate

Veteen liuenneet kloridi-ionit määritetään potentiometrisellä titrauksella hopeanitraatilla happamassa liuoksessa.

3. Reagenssit

Kloriditon tislattu vesi tai kloriditon demineralisoitu vesi.

3.1 Asetoni AR.

3.2 Väkevä typpihappo (tiheys 20 °C:ssa = 1,40 g/ml)

3.3 Hopeanitraatin standardiliuos: 0,1 mol/l. Liuosta säilytetään ruskeassa lasipullossa

3.4 Hopeanitraatin standardiliuos 0,004 mol/l. Liuos valmistetaan käyttöhetkellä.

3.5 Kaliumkloridi, 0,1-molaarinen standardireferenssiliuos. Punnitaan 0,1 mg:n tarkkuudella 3,7276 grammaa kaliumkloridia a.p., jota on kuivattu tunnin ajan 130 °C:ssa uunissa ja joka on jäähdetty eksikkaattorissa huoneenlämpöiseksi. Liuotetaan pieneen vesimäärään, kaadetaan liuos 500 ml:n mittapulloon, laimennetaan merkkiin ja sekoitetaan.

3.6 Kaliumkloridi, 0,004-molaarinen standardireferenssiliuos. Liuos valmistetaan käyttöhetkellä.

4. Välineistö

4.1 Potentiometri, jossa on hopeaindikaattori- ja kalomelireferenssielektrodi, herkkyys 2 mV, joka kattaa alueen -500 – + 500 mV

4.2 Kyllästettyä kaliumnitraattiliuosta sisältävä mittasilta, joka on kytketty kalomelielektrodiin (4.1.) ja jonka päissä on huokoiset tulpat

4.3 Magneettisekoitin, jossa on teflonpeitteinen sauva

4.4 Ohutkärkinen mikrobyretti, jonka asteikossa on 0,01 ml:n välit

5. Menettely

5.1 Hopeanitraattiliuoksen standardointi

Pipetoidaan 5,00 ml ja 10,00 ml standardireferenssi-kaliumkloridiliuosta (3.6) kahteen matalaan, esim. 250 ml:n dekantterilasiin. Kummankin dekantterilasian sisältö titrataan seuraavasti:

Dekantterilasiin lisätään 5 ml typpihappoliuosta (3.2), 120 ml asetonia (3.1) ja riittävästi vettä niin, että nesteen kokonaismäärä on noin 150 ml. Magneettisekoittimen sauva (4.3) asetetaan dekantterilasiin ja sekoitin käynnistetään. Hopeaelektrodi (4.1) sekä mittasillan vapaa pää (4.2) upotetaan liuokseen. Elektrodit yhdistetään potentiometriin (4.1) ja kun laitteen 0-kohta on varmistettu, merkitään aloitusjännitteen arvo.

Titrataan mikrobyretillä (4.4) ja lisätään aluksi 4 ml (5 ml:n pipetointi) tai 9 ml (10 ml:n pipetointi) hopeanitraattiliuosta. Jatketaan lisäämällä 0,1 ml:n annoksina 0,004-molaarista liuosta tai 0,05 ml annoksina 0,1-molaarista liuosta. Kunkin lisäyksen jälkeen odotetaan, kunnes jännite on tasaantunut.

Lisätyt määrät sekä niitä vastaavat jännitearvot merkitään taulukon kahteen ensimmäiseen sarakkeeseen.

Merkitään taulukon kolmanteen sarakkeeseen peräkkäiset jännitteen E lisäykset (Δ_1E). Neljänteen sarakkeeseen merkitään jännitteen lisäysten (Δ_1E) positiiviset tai negatiiviset erot (Δ_2E). Titraustulos vastaa 0,1 tai 0,05 ml:n annoksen (V_1) hopeanitraattiliuoksen lisäystä, jonka maksimiarvo on Δ_1E .

Titrauksen päätepisteen tulosta vastaavan hopeanitraattiliuoksen tarkan määrän (V_{eq}) laskemiseksi käytetään seuraavaa kaavaa:

$$V_{eq} = V_0 + (V_1 \times \frac{b}{B})$$

jossa

V_0 on hopeanitraattiliuoksen kokonaismäärä millilitroina suurinta potentiaalinhypystä Δ_1E edeltävässä kohdassa,

V_1 on viimeisen lisätyn hopeanitraattiliuosannoksen (0,1 tai 0,05) määrä millilitroina,

b on Δ_2E :n viimeinen positiivinen arvo,

B on Δ_2E :n viimeisen positiivisen arvon ja ensimmäisen negatiivisen arvon itseisarvojen summa (ks. taulukko 1).

5.2 Nollakoe

Suoritetaan nollakoe ja otetaan se huomioon lopputulosta laskettaessa.

Reagenssien nollakokeen tulos V_4 millilitroina ilmoitettuna saadaan seuraavasta yhtälöstä:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

jossa

V_2 on käytetyn 10 ml kaliumkloridistandardireferenssiliuoksen titrausta vastaavan hopeanitraattiliuoksen tarkan määrän (V_{eq}) arvo millilitroina,

V_3 on käytetyn 5 ml kaliumkloridistandardireferenssiliuoksen titrausta vastaavan hopeanitraattiliuoksen tarkan määrän (V_{eq}) arvo millilitroina.

5.3 Tarkistuskoe

Nollakoetta voidaan käyttää myös tarkistettaessa, että laitteisto toimii asianmukaisesti ja että menetelmää sovelletaan oikein.

5.4 Määrittäminen

Punnitaan 250 ml:n dekantterilasiin 10–20 g näytettä 0,01 g:n tarkkuudella. Lisätään 20 ml vettä, 5 ml typpihappoliuosta (3.2), 120 ml asetonia (3.1) ja riittävästi vettä, niin että liuoksen kokonaistilavuus on noin 150 ml.

Pannaan magneettisekoittimen sauva (4.3) dekantterilasiin, asetetaan dekantterilasi sekoittimeen ja käynnistetään sekoitin. Asetetaan hopeaelektrodi (4.1) ja mittasillan (4.2) vapaa pää liuokseen, yhdistetään elektrodit potentiometriin (4.1) ja, sen jälkeen kun laitteen 0-kohta on todettu, merkitään ylös alkujännitteen arvo.

Titraataan hopeanitraattiliuoksella lisäämällä sitä mikrobyretillä (4.4) 0,1 ml. Kunkin lisäyksen jälkeen odotetaan, kunnes jännite on tasaantunut.

Jatketaan titrausta kohdan 5.1 mukaisesti alkaen 4. kappaleesta: "Merkitään lisätyt määrät sekä vastaavat jännitearvot taulukon kahteen ensimmäiseen sarakkeeseen".

6. Tuloksen laskeminen

Tulos ilmoitetaan analyysin tuloksena saatuna näytteen klooriprosenttina. Kloorin (Cl) prosenttiosuus saadaan seuraavasta yhtälöstä:

$$\text{Cl \%} = \frac{0,3545 \times T \times (V_5 - V_4) \times 100}{m}$$

jossa

T on käytetyn hopeanitraattiliuoksen konsentraatio, mol/l,

V_4 on nollakokeen (5.2) tulos millilitroina,

V_5 on määrittäystä (5.4) vastaavan V_{eq} :n arvo millilitroina,

m on koeannoksen massa grammoina.

Taulukko 1 – Esimerkki

Hopeanitraattiliuoksen määrä V (ml)	Jännite E (mV)	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	- 49
5,10	306	23	- 10
5,20	319	13	

$$V_{\text{eq}} = 4,9 + 0,1 \times \frac{37}{37 + 49} = 4,943$$

Menetelmä 7

Kuparin määrittäminen

1. Tarkoitus ja soveltamisala

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä runsaasti tyypeä sisältävien yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden kuparipitoisuuden määrittämiseksi.

2. Periaate

Näyte liuotetaan laimeaan suolahappoon ja kuparipitoisuus määritetään atomiabsorptiospektrofotometrillä.

3. Reagenssit

- 3.1 Suolahappo (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml)
- 3.2 Suolahappo, 6 mol/l liuos
- 3.3 Suolahappo, 0,5 mol/l liuos
- 3.4 Ammoniumnitraatti
- 3.5 Vetyperoksidi, 30-prosenttinen (massa/tilavuus)
- 3.6 Kupariliuos ⁽¹⁾ (varastoliuos): punnitaan 1 gramma puhdasta kuparia 0,001 g:n tarkkuudella, liuotetaan 25 ml:aan 6-molaarista suolahappoa (3.2), lisätään 5 ml vetyperoksidia (3.5) annoksittain ja laimennetaan 1 litraksi vedellä. 1 ml tätä liuosta sisältää 1 000 mikrogrammaa kuparia (Cu).
- 3.6.1 Kupariliuos (laimennettu): pipetoidaan 10 ml varastoliuosta (3.6) 100 ml:aan vettä ja pipetoidaan 10 ml tätä liuosta 100 ml:aan vettä. 1 ml lopullista liuosta sisältää 10 mikrogrammaa kuparia (Cu).

Valmistetaan liuos käyttöhetkellä.

4. Välineistö

Atomiabsorptiospektrofotometri, johon kuuluu kuparilamppu (324,8 nm)

5. Menettely

5.1 *Analysiliuoksen valmistaminen*

Punnitaan 25 grammaa näytettä 0,001 g:n tarkkuudella 400 ml:n dekanterilasiin, lisätään varovasti 20 ml suolahappoa (3.1) (hiilidioksidin muodostuminen voi aiheuttaa voimakkaan reaktion). Lisätään tarvittaessa suolahappoa. Kun kuohunta on päättynyt, haihdutetaan näyte kuivaksi höyryhauteessa sekoitetaan joskus lasisauvalla. Lisätään dekanterilasiin 15 ml 6-molaarista suolahappoa (3.2) sekä 120 ml vettä. Sekoitetaan lasisauvalla, joka pitäisi jättää dekanterilasiin, ja peitetään astia kellonlasilla. Keitetään liuosta varovasti, kunnes näyte on täysin liennut, ja jäädytetään.

Siirretään liuos kvantitatiivisesti 250 ml:n mittapulloon huuhtomalla dekanterilasi 5 ml:lla 6-molaarista suolahappoa (3.2) ja kaksi kertaa 5 ml:lla kiehuvaa vettä, täytetään 0,5-molaarisella suolahapolla (3.3) merkkiin ja sekoitetaan huolellisesti.

Suodatetaan kuparittoman suodatinpaperin ⁽²⁾ läpi ja hylätään ensimmäiset 50 ml.

5.2 *Nollaliuos*

Valmistetaan nollaliuos, josta on jätetty pois ainoastaan näyte, ja otetaan se huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

5.3 *Määrittäminen*

5.3.1 *Näyte- ja nollakoeliuoksen valmistaminen*

Laimennetaan analysiliuos (5.1) ja nollaliuos (5.2) 0,5-molaarisella suolahapolla (3.3) kuparikonsentraatioltaan sopivaksi spektrometrin optimaaliselle mitta-alueelle. Laimentamista ei tavallisesti tarvita.

5.3.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Standardiliuos (3.6.1) laimennetaan 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (3.3) ja valmistetaan näin vähintään viisi standardiliuosta, jotka vastaavat spektrometrin optimaalista mitta-alueetta (0–5,0 µg/ml Cu). Ennen kuin mittapullot täytetään merkkiin, jokaiseen lisätään ammoniumnitraattiliuosta (3.4) niin, että lopullinen konsentraatio on 100 mg/ml.

⁽¹⁾ Kaupallisesti saatavaa kuparistandardiliuosta voidaan käyttää.

⁽²⁾ Whatman 541 tai vastaava.

5.4 Mittaaminen

Spektrofotometri (4) säädetään aallonpituudelle 324,8 nm. Käytetään hapettavaa ilma-asetyleenilekkiä. Suihkutetaan peräkkäin kolme kertaa kalibrointi-liuosta (5.3.2), analyysiliuosta ja nollaliuosta (5.3.1). Laite huuhdotaan tislatulla vedellä jokaisen suihkutuksen välillä. Kalibrointikäyrä piirretään käyttämällä ordinaattana kunkin käytetyn standardin absorbanssien keskiarvoa sekä abskissana vastaavaa kuparikonsentraatiota ($\mu\text{g/ml}$).

Määritetään näyte- ja nollaliuoksen kuparipitoisuus kalibrointikäyrän avulla.

6. Tuloksen laskeminen

Näytteen kuparipitoisuus lasketaan ottamalla huomioon näytteen massa, analyysin aikana tehdyt laimennukset sekä nollakokeen tulos. Tulos ilmoitetaan mg Cu/kg.

4. Räjähämättömyyden määrittäminen

4.1 Tarkoitus ja soveltamisala

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä runsaasti typpeä sisältävien ammoniumnitraattilannoitteiden räjähtämättömyyden määrittämiseksi.

4.2 Periaate

Näytekappale suljetaan teräsputkeen, jossa se altistetaan räjähdyspanoksen aiheuttamalle tärähdykselle. Räjähdyksen eteneminen määritetään niiden lyijysylinterien kokoonpainumisesta, joiden päälle putki on asetettuna vaakatasossa kokeen aikana.

4.3 Materiaalit

4.3.1 83–86 % pentriittiä sisältävä muoviräjähde

Tiheys: 1 500–1 600 kg/m^3

Räjähdysnopeus: 7 300–7 700 m/s

Massa: 500 \pm 1 grammaa.

4.3.2 Seitsemän pituussuunnassa joustavaa sytytyslankaa, joiden päällyys ei sisällä metallia

Täyttömassa: 11–13 g/m

Kunkin langan pituus: 400 \pm 2 mm.

4.3.3 Sekundaarisesta räjähdysaineesta puristettu pelletti sytyttimen asettamista varten

Räjähde: heksogeeni/vaha 95/5 tai tetrahyli tai samankaltainen sekundääriräjähde, voi sisältää grafiittia

Tiheys: 1 500–1 600 kg/m^3

Halkaisija: 19–21 mm

Korkeus: 19–23 mm

Keskussyvennys sytytintä varten: halkaisija 7–7,3 mm, syvyys 12 mm.

4.3.4 ISO 65 – 1981 – Raskaat sarjat -standardin mukainen saumaton putki, jonka nimellisulottuvuudet DN 100 (4")

Ulkohalkaisija: 113,1–115,0 mm

Seinän paksuus: 5,0–6,5 mm

Pituus: 1 005 (\pm 2) mm.

4.3.5 Pohjalevy

Materiaali: hyvin hitsautuva teräs

Ulottuvuudet: 160 \times 160 mm

Paksuus: 5–6 mm.

- 4.3.6 Kuusi lyijysylinteriä
Halkaisija: 50 (\pm 1) mm
Korkeus: 100–101 mm
Materiaali: pehmeä lyijy, jonka puhtausaste on vähintään 99,5 %.
- 4.3.7 Teräsharkko
Pituus: vähintään 1 000 mm
Leveys: vähintään 150 mm
Korkeus: vähintään 150 mm
Massa: vähintään 300 kg, jollei teräsharkolla ole vakaata perustaa.
- 4.3.8 Lisälataukseen tarvittava muovi- tai pahvisylinteri
Seinän paksuus: 1,5–2,5 mm
Halkaisija: 92–96 mm
Korkeus: 64–67 mm.
- 4.3.9 Sytytin (sähköinen tai muu kuin sähköinen), jonka sytytysvoima on 8–10
- 4.3.10 Puukiekkko
Halkaisija: 92–96 mm, jonka on sovittava muovi- tai pahvisylinterin (4.3.8) sisähalkaisijaan.
Paksuus: 20 mm.
- 4.3.11 Puusauva, jonka ulottuvuudet ovat samat kuin sytyttimellä (4.3.9)
- 4.3.12 Nuppineuloja (maksimipituus 20 mm)
- 4.4 *Menettely*
- 4.4.1 Teräsputkeen työnnettävän räjähdyspanoksen valmistaminen
Tarvikkeiden mukaan räjähdyspanos voidaan sytyttää kahdella tavalla.
- 4.4.1.1 Seitsemän kohdan samanaikainen sytytys
Käyttövalmis räjähdyspanos esitetään kuvassa 1.
- 4.4.1.1.1 Porataan puukiekkoon (4.3.10) reiät kiekon akselin keskuksen läpi sekä rinnakkain symmetrisesti 55 mm halkaisijasta sijaitsevan samankeskisen kehän läpi. Reikien halkaisijan tulee olla 6–7 mm (ks. kuvion 1 sarakkeet A–B) käytettävän sytytyslangan halkaisijan mukaan (4.3.2).
- 4.4.1.1.2 Leikataan seitsemän 400 mm:n mittaista joustavaa sytytyslankaa (4.3.2). Räjähdysaineen valumista sytytyslangan päistä vältetään leikkaamalla lanka siististi ja sulkemalla leikkauspäät liimalla. Kukin lanka työnnetään puukiekkossa (4.3.10) olevien reikien läpi siten, että lankojen päät työntyvät muutaman senttimetrin päähän kiekon toiselta puolelta. Pieni nuppineula (4.3.12) työnnetään poikittain kunkin sytytyslangan tekstiilisuojukseen 5–6 mm päähän langan päästä ja langan ympärille pannaan liimaa 2 cm:n leveydeltä nuppineulan vieressä olevaan kohtaan. Lopuksi vedetään jokaista lankaa sen pitkästä päästä, niin että nuppineula ja puukiekkko koskevat toisiaan.
- 4.4.1.1.3 Muotoillaan muoviräjähde (4.3.1) 92–96 mm:n läpimitäiseksi sylinteriksi siten, että se mahtuu sylinteriin (4.3.8). Tämä sylinteri asetetaan pystyasentoon tasaiselle alustalle ja työnnetään muovailtu räjähdde sisään. Työnnetään tämän jälkeen sylinterin yläosaan puukiekkko⁽¹⁾, johon on kiinnitetty seitsemän sytytyslankaa, ja painetaan se alas räjähteeseen. Sylinterin korkeus (64–67 mm) säädetään siten, että sen yläreuna ei ulotu puutason yläpuolelle. Lopuksi sylinteri kiinnitetään koko ympärykseltään puukiekkoon esim. niiteillä tai pienillä nauvoilla.
- 4.4.1.1.4 Ryhmitetään sytytyslankojen vapaat päät puusauvan (4.3.11) ympärille siten, että lankojen päät ovat kaikki sauvan kanssa samassa sauvaan nähden kohtisuorassa tasossa. Kiinnitetään langat kimpuksi sauvan ympärille teipillä⁽²⁾.

(¹) Puukiekkon halkaisijan täytyy vastata sylinterin sisähalkaisijaa.

(²) Kun kuutta ulompaa lankaa kiristetään asennuksen jälkeen, keskuslanka on oltava hieman löysä.

4.4.1.2 Puristepallon keskussytytys

Käyttövalmis räjähdyspanos esitetään kuvassa 2.

4.4.1.2.1 Puristepallon valmistaminen

Noudattaen tarpeellista varovaisuutta pannaan 10 grammaa sekundaarista räjähdettä (4.3.3) muottiin, jonka sisähalkaisija on 19–21 mm, ja painetaan räjähde muodoltaan ja tiheydeltään oikeaksi.

(Läpimitan suhteen korkeuteen pitäisi olla likimain 1:1)

Muotin pohjan keskiosassa on 12 mm:n korkuinen ja halkaisijaltaan 7,0–7,3 mm suuruinen tappi/naula (suuruus riippuu käytettävän sytyttimen halkaisijasta), joka muodostaa puristettuun hylsyyn sylinterin muotoisen syvennyksen sytyttimen lopulliseksi sisääntyöntämiseksi.

4.4.1.2.2 Räjähdyspanoksen valmistaminen

Räjähde (4.3.1) pannaan pystyasennossa tasaisella alustalla olevaan sylinteriin (4.3.8), räjähde painetaan alaskäyttään puumuottia, jotta se muotoutuu sylinteriksi, jonka keskellä on syvennys. Puristepelletti työnnetään tähän syvennykseen. Sylinterinmuotoinen räjähde, joka sisältää puristepelletin, peitetään puukiekolla (4.3.10), jonka keskellä, 7,0–7,3 mm:n päässä halkaisijasta, on reikä, johon sytytin pannaan. Puukiekko ja sylinteri kiinnitetään toisiinsa teipillä. Varmistetaan, että kiekkoon poratut reiät ja puristepelletin syvennys ovat samankeskiisiä työntämällä puusauva (4.3.11) niiden läpi.

4.4.2 Räjähättämättömyyskokeisiin tarvittavien teräsputkien valmistaminen

Porataan teräsputken (4.3.4) toiseen päähän kaksi halkaisijaltaan 4 mm:n mittaista vastakkain olevaa reikää reunaseinän läpi 4 mm:n päähän reunasta.

Hitsataan puskusaumaan pohjalaatta (4.3.5) putken vastakkaiseen päähän siten, että pohjalaatan ja putken seinän välinen suorassa kulmassa oleva hitsausauma täyttyy kokonaan hitsausmetallilla kauttaaltaan putken ympäri.

4.4.3 Teräsputken täyttäminen ja lataaminen

(Ks. kuvat 1 ja 2)

4.4.3.1 Näyte, teräsputki ja räjähdyspanos tulee olla säädetty 20 (± 5) °C:seen. Kahteen räjähdykokeeseen tarvitaan 16–18 kg:n näyte.

4.4.3.2 Asetetaan putki pystysuoraan asentoon siten, että sen nelikulmainen pohja lepää vakaata, tasaista, mielellään betonista alustaa vasten. Täytetään noin kolmasosa putkesta näytteellä ja pudotetaan putki viisi kertaa maahan pystysuorassa asennossa noin 10 cm:n korkeudelta, jotta rakeet saataisiin mahdollisimman tiiviisti putkeen. Tiivistymisen edistämiseksi putkea täristetään iskemällä sen sivuseinää 750–1 000 gramman vasaralla aina pudotusten välillä yhteensä 10 kertaa.

Lataaminen toistetaan toisella näyte-erällä. Lopuksi lisätään näytettä vielä niin paljon, että tiivistämisen jälkeen, eli kun putki on nostettu ja pudotettu kymmenen kertaa ja kun sitä on isketty vasaralla yhteensä 20 kertaa, putkessa on tyhjää tilaa 70 mm.

Näytteen täyttökorkeus tulee sovittaa teräsputkeen siten, että räjähdyspanos (4.4.1.1 tai 4.4.1.2), joka työnnetään sisään myöhemmin, tulee tiiviiseen kosketukseen näytteen kanssa koko pinnaltaan.

4.4.3.3 Työnnetään räjähdyspanos putkeen siten, että se on kosketuksissa näytteen kanssa; puukiekon yläpinnan tulee olla 6 mm putken reunan alapuolella. On varmistettava, että räjähde ja näyte koskettavat toisiaan, lisäämällä tai poistamalla vähän näytettä. Kuvien 1 ja 2 mukaisesti sokat on työnnettävä reikien läpi putken avoimen pään lähellä ja niiden haarat on avattava putken seiiniä myöten.

4.4.4 Teräsputken ja lyijysylinterien asettaminen (ks. kuvio 3)

4.4.4.1 Numeroidaan lyijysylinterien (4.3.6) pohjat yhdestä kuuteen. Tehdään 6 merkkiä 150 mm välein tasaisella alustalla makaavan teräsharkon (4.3.7) keskilinjalle siten, että ensimmäinen merkki on vähintään 75 mm:n päässä harkon reunasta. Lyijysylinteri asetetaan pystyyn kuhunkin merkkiin siten, että kunkin sylinterin pohja on merkin keskellä.

- 4.4.4.2 Asetetaan kohdan 4.4.3 mukaan valmistettu sylinteri vaakatasoon lyijysylinterien päälle siten, että putken pituusakseli on teräsharkon keskilinan suuntainen ja putken hitsattu pää ylittää 50 mm:llä lyijysylinteri nro 6:n. Putken pyörimisen estämiseksi työnnetään pieniä puukiiloja lyijysylinterien yläosien ja putken seinän väliin (yksi kullakin puolella) tai putken ja teräsharkon väliin pannaan puuristi.

Huomautus: Varmistetaan, että putki koskettaa jokaista kuutta sylinteriä; putken pinnan vähäistä kaarevuutta voidaan tasata pyörittämällä putkea pituusakselinsa ympäri; jos jokin lyijysylintereistä on liian korkea, kyseistä sylinteriä kopautetaan varovasti vasaralla, kunnes se on toivotun mittainen.

4.4.5 Räjähdyksen valmistelu

- 4.4.5.1 Sijoitetaan laite 4.4.4. kohdan mukaisesti bunkkeriin tai sopivaan maanalaiseen tilaan, esim. kaivokseen tai tunneliin. Varmistetaan, että ennen räjäytystä teräsputken lämpötila pysyy 20 (\pm 5) °C:ssa.

Huomautus: Jollei tällaista räjäytyspaikkaa ole, räjäytys voidaan tehdä betonivuoratussa kuopassa, joka on peitetty puutukeilla. Räjähdyksessä voi syntyä suurella nopeudella lentäviä terässirpaleita, joten räjäytys on tehtävä riittävän etäisyyden päässä asunnoista ja läpikulkuteistä.

- 4.4.5.2 Jos seitsemän kohdan samanaikaista räjähdysmenetelmää käytetään, on varmistettava, että sytytyslangat on asetettu kohdan 4.4.1.1.4 alaviitteen mukaisesti ja että ne on asetettu vaakatasoon.

- 4.4.5.3 Poistetaan lopuksi puusauva ja pannaan sen tilalle sytytin. Ei saa räjäyttää ennen kuin vaaravyöhyke on evakuoitu ja kokeeseen osallistuva henkilöstö on suojassa.

- 4.4.5.4 Räjätetään räjähde.

- 4.4.6 Annetaan savujen haihtua riittävän kauan (kaasut ja joskus toksiset hajaantumistuotteet kuten typenoksidikaasut) ja kerätään lyijysylinterit ja mitataan niiden pituudet mikrometrillä.

Merkitään kunkin merkityn sylinterin kokoonpainuma prosentteina alkuperäisestä 100 mm:n pituudesta. Jos sylinterit ovat painuneet kokoon vinosti, merkitään korkeimman ja matalimman kohdan arvot ja lasketaan niiden keskiarvo.

- 4.4.7 Räjähdyksenopeuden jatkuvaan mittaukseen tarkoitettua koetinta voidaan käyttää; koetin tulisi työntää sisään akselin pituussuunnassa tai sivuseinää pitkin.

- 4.4.8 Kutakin näytettä kohti on suoritettava kaksi räjähdyskoetta.

4.5 Koeraportti

Seuraavien muuttujien arvot on ilmaistava kunkin räjähdyskokeen koeraportissa:

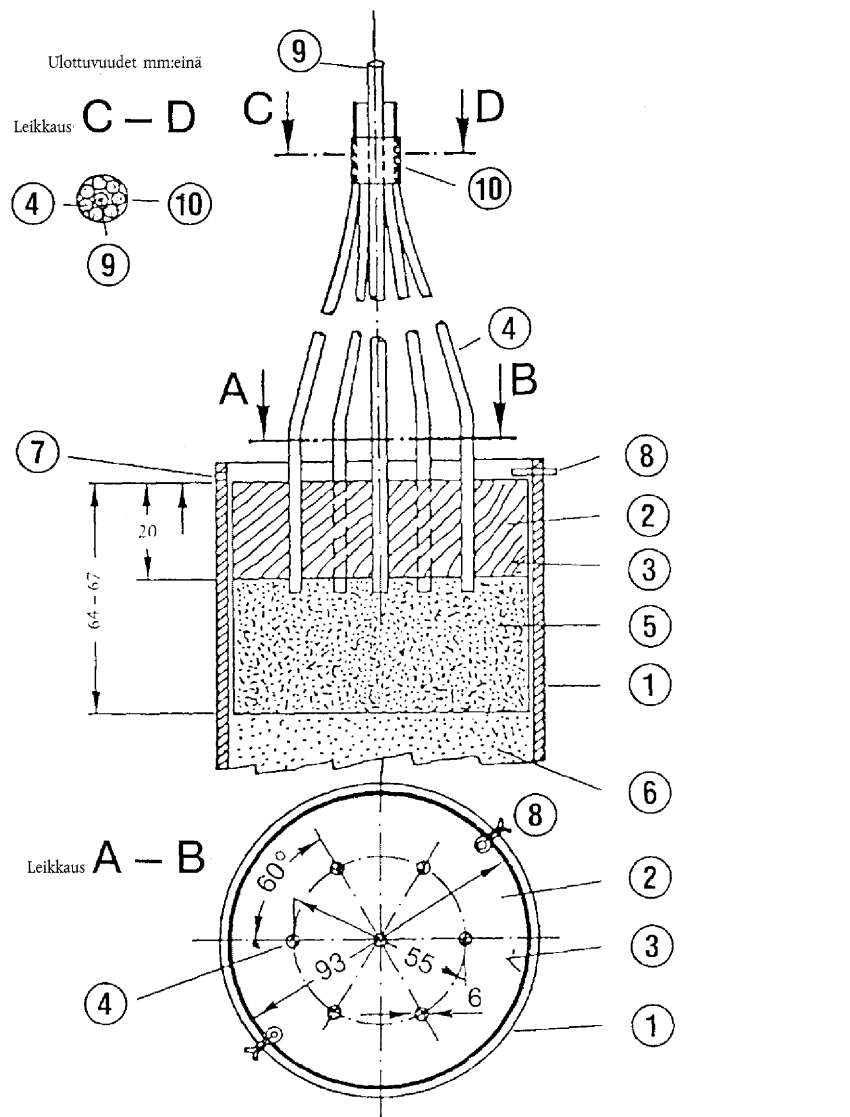
- teräsputken ulkohalkaisijan ja seinän paksuuden mitatut arvot,
- teräsputken Brinell-kovuus,
- putken ja näytteen lämpötila hiukan ennen räjäyttämistä,
- näytteen pakkaustiheys (kg/m^3) teräsputkessa,
- kunkin lyijysylinterin korkeus räjäytyksen jälkeen erittelemällä vastaava sylinterinumero,
- räjähdyspanokseen käytetty sytytysmenetelmä.

4.5.1 Koetulosten arvioiminen

Jos jokaisessa räjäytyksessä vähintään yhden sylinterin kokoonpainuma on alle 5 %, koetta voidaan pitää lopullisena, ja näyte täyttää liitteessä III olevassa 2 jaksossa asetetut vaatimukset.

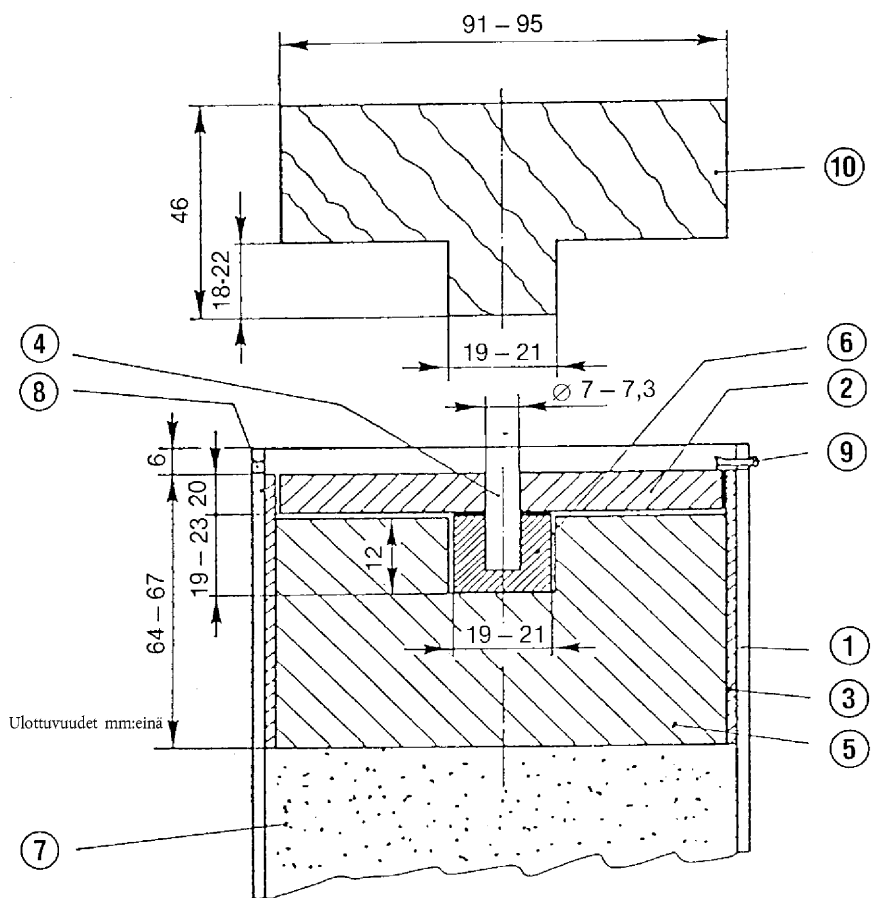
Kuvio 1

Seitsemän kohdan samanaikainen tehostinlataus



Kuvio 2

Keskeltä sytytettävä tehostinlataus



① Teräsputki

② Puukiekkö

③ Muovi- tai pahvisylinteri

④ Putsausauva

⑤ Muoviräjähdde

⑥ Puristepelletti

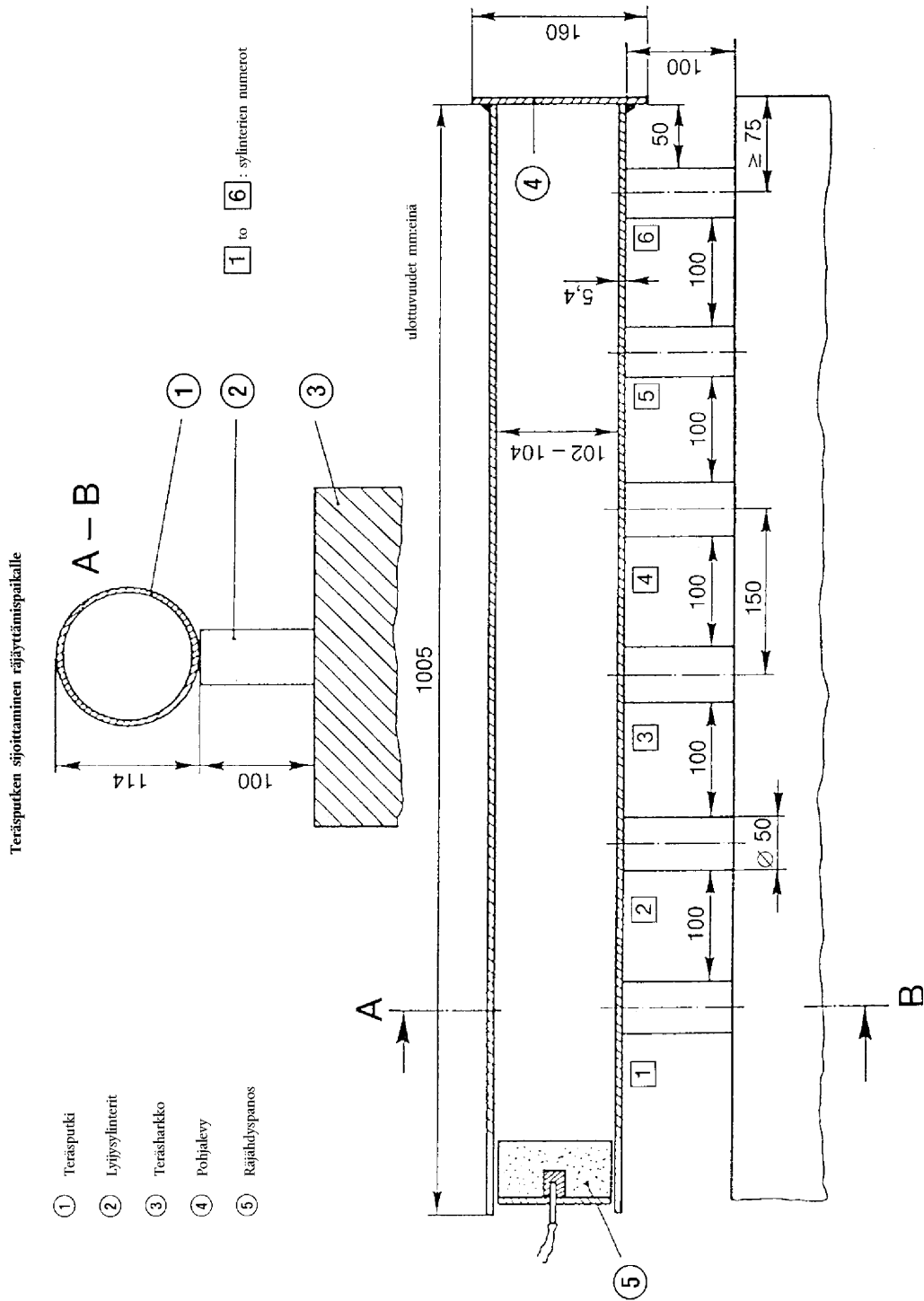
⑦ Näyte

⑧ Saksisokkaa varten ⑧ porattu, halkaisijaltaan 4 mm:n reikä

⑨ Saksisokka

⑩ Puumuotti muoviräjähdettä ⑤ varten

Kuvio 3



LIITE IV

NÄYTTEENOTTO- JA ANALYYSIMENETELMÄT

A. LANNOITTEIDEN VALVONNASSA KÄYTETTÄVÄ NÄYTTEENOTTOMENETELMÄ

JOHDANTO

Oikein suoritettu näytteenotto on vaikea tehtävä, joka vaatii mitä suurinta huolellisuutta. Lannoitteiden virallisessa testauksessa ei voida liikaa korostaa tarvetta hankkia riittävän edustava näyte.

Asiantuntevien näytteenottajien, joilla on kokemusta tavanomaisesta näytteenotosta, tulee soveltaa seuraavassa esitettyä näytteenottomenetelmää erittäin tarkasti.

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Näytteet, joita on tarkoitus käyttää lannoitteiden laadun ja koostumuksen virallisessa valvonnassa, otetaan seuraavassa esitettyjen menetelmien mukaisesti. Näin saatujen näytteiden katsotaan edustavan koko tutkittavaa erää.

2. **Näytteenottajat**

Näytteitä saavat ottaa vain jäsenvaltioiden kyseiseen tehtävään valtuuttamat erikoistuneet näytteenottajat.

3. **Määritelmät**

Tutkittava erä: tuoteyksikkömäärä, jonka katsotaan olevan ominaisuuksiltaan tasalaatuinen.

Osanäyte: ainemäärä, joka on otettu tutkittavan erän yhdestä kohdasta.

Kokoomanäyte: tutkittavan erän eri kohdista otetuista osanäytteistä muodostettu kokonaisnäyte.

Supistettu näyte: kokoomanäytteen edustava osa, joka on saatu kokoomanäytteestä jakomenettelyn avulla.

Lopullinen näyte: edustava näyte, joka on saatu supistettua näytettä edelleen jakamalla.

4. **Välineistö**

4.1 Näytteenottovälineet on valmistettava materiaaleista, jotka eivät voi vaikuttaa näytteenoton kohteena olevien tuotteiden ominaisuuksiin. Nämä näytteenottovälineet voivat olla jäsenvaltioiden virallisesti hyväksymiä

4.2 *Kiinteiden lannoitteiden näytteenottoon tarkoitetut välineet*4.2.1 *Käsinäytteenotto*

4.2.1.1 Tasapohjainen kauha, jossa on pystysuorat sivuseinämät

4.2.1.2 Näytteenottokaira, jossa on yhtenäinen tai osastoihin jaettu ura. Kairan mittojen tulee olla oikeassa suhteessa tutkittavaan erään (astian syvyys, säkin mitat, jne.) sekä lannoitteiden raekokoon

4.2.2 *Mekaaninen näytteenotto*

Liikkuvan lannoitteen näytteenotossa voidaan käyttää hyväksytyä mekaanista laitetta.

4.2.3 *Näytteenjakolaitteet*

Osanäytteiden ottamiseen sekä supistettujen ja lopullisten näytteiden valmistukseen voidaan käyttää laitetta, joka on suunniteltu jakamaan näyte yhtä suuriin osiin.

4.3 *Nestemäisten lannoitteiden näytteenottoon tarkoitetut välineet*4.3.1 *Käsinäytteenotto*

Avonainen putki, koetin, pullo tai jokin muu tarkoitukseen sopiva väline satunnaistetun näytteen ottamiseksi tutkittavasta erästä.

4.3.2 *Mekaaninen näytteenotto*

Liikkuvien nestemäisten lannoitteiden näytteenottoon voidaan käyttää hyväksytyä mekaanista laitetta.

5. Määrää koskevat vaatimukset

5.1 Tutkittava erä

Tutkittavan erän tulee olla sen kokoinen, että näyte voidaan ottaa erän mistä kohdasta tahansa.

5.2 Osanäytteet

5.2.1 Kiinteät irtolannoitteet tai nestemäiset lannoitteet yli 100 kg:n vetoisissa astioissa

5.2.1.1 Tutkittava erä enintään 2,5 tonnia:

Pienin sallittu osanäytteiden lukumäärä: seitsemän.

5.2.1.2 Tutkittava erä yli 2,5 tonnia mutta enintään 80 tonnia:

Pienin sallittu osanäytteiden lukumäärä: $\sqrt{20 \times \text{tonnien lukumäärä tutkittavassa erässä}}^{(1)}$

5.2.1.3 Tutkittava erä yli 80 tonnia:

Pienin sallittu osanäytteiden lukumäärä: 40.

5.2.2 Pakatut kiinteät tai nestemäiset lannoitteet enintään 100 kg:n vetoisissa astioissa (= pakkauksissa)

5.2.2.1 Yli 1 kg:n pakkaukset

5.2.2.1.1 Tutkittavassa erässä alle 5 pakkausta:

Pienin sallittu tutkittavien pakkausten lukumäärä, joista otetaan osanäyte (?): kaikki pakkaukset.

5.2.2.1.2 Tutkittavassa erässä 5–16 pakkausta:

Pienin sallittu tutkittavien pakkausten lukumäärä, joista otetaan osanäyte (?): neljä.

5.2.2.1.3 Tutkittavassa erässä 17–400 pakkausta:

Pienin sallittu tutkittavien pakkausten lukumäärä, joista otetaan osanäyte (?):

$$\sqrt{\text{tutkittavassa erässä olevien pakkausten määrä}}^{(1)}$$

5.2.2.1.4 Tutkittavassa erässä yli 400 pakkausta:

Pienin sallittu tutkittavien pakkausten lukumäärä, joista otetaan osanäyte (?): 20.

5.2.2.2 Enintään 1 kg:n pakkaukset:

Pienin sallittu tutkittavien pakkausten lukumäärä, joista otetaan osanäyte (?): neljä.

5.3 Kokoomanäyte

Tutkittavaa erää kohden riittää yksi kokoomanäyte. Yhden kokoomanäytteen muodostavien osanäytteiden kokonaisuus tulee olla vähintään seuraava:

5.3.1 Kiinteät irtolannoitteet tai nestemäiset lannoitteet yli 100 kg:n vetoisissa astioissa: 4 kg.

5.3.2 Pakatut kiinteät tai nestemäiset lannoitteet enintään 100 kg:n vetoisissa astioissa (= pakkauksissa).

5.3.2.1 Yli 1 kg:n pakkaukset: 4 kg.

5.3.2.2 Enintään 1 kg:n pakkaukset: neljän alkuperäispakkauksen sisällön massa.

5.3.3 Näyte ammoniumnitraatilannoitteesta liitteessä III olevan 2 jakson mukaisia kokeita varten: 75 kg.

(1) Mikäli saatu luku ei ole kokonaisluku, se pyöristetään ylöspäin lähimpään kokonaislukuun.

(2) Jos pakkauksen sisällön paino on enintään 1 kg, osanäyte on yhden alkuperäispakkauksen sisältö.

- 5.4 *Lopullinen näyte*
- Lopullinen näyte on kokoomanäyte tarpeen mukaan supistettuna. Analyysi tehdään vähintään yhdestä lopullisesta näytteestä. Analyysia varten valmistetun lopullisen näytteen on oltava massaltaan vähintään 500 g.
- 5.4.1 Kiinteät ja nestemäiset lannoitteet
- 5.4.2 Näyte ammoniumnitraattilannoitteesta
- Tarvittaessa kokoomanäytteestä saadaan lopullinen näyte kokeita varten määrää pienentämällä.
- 5.4.2.1 Pienin sallittu lopullisen näytteen massa liitteessä III olevan 1 jakson kokeissa: 1 kg.
- 5.4.2.2 Pienin sallittu lopullisen näytteen massa liitteessä III olevan 2 jakson kokeissa: 25 kg.
6. **Ohjeet näytteen ottoon, esikäsittelyä ja pakkaamista varten**
- 6.1 *Yleistä*
- Näytteet otetaan ja valmistetaan mahdollisimman nopeasti noudattaen varotoimenpiteitä, joilla varmistetaan, että näytteet pysyvät tutkittavana olevaa lannoitetta edustavina. Kaikkien välineiden sekä pintojen ja astioiden, jotka joutuvat kosketuksiin näytteiden kanssa, tulee olla puhtaat ja kuivat.
- Nestemäisen lannoitteen ollessa kyseessä tutkittava erä olisi mahdollisuuksien mukaan sekoitettava ennen näytteenottoa.
- 6.2 *Osanäytteet*
- Osanäytteet otetaan satunnaistetusti koko tutkittavasta erästä ja niiden tulee olla likimain samansuuruisia.
- 6.2.1 Kiinteät irtolannoitteet tai nestemäiset lannoitteet yli 100 kg:n vetoisissa astioissa
- Tutkittava erä jaetaan kuviteltuihin suunnilleen samansuuruisiin osiin. Osien lukumäärä valitaan satunnaistetusti siten, että se vastaa 5.2 kohdan mukaista osanäytteiden määrää. Jokaisesta osasta otetaan vähintään yksi näyte. Milloin yli 100 kg:n vetoisissa astioissa olevien irtolannoitteiden tai nestemäisten lannoitteiden näytteenotossa ei voida noudattaa kohdan 5.1 vaatimuksia, näytteenotto tulisi suorittaa tutkittavaa erää siirrettäessä (lastauksen tai purkamisen yhteydessä). Tässä tapauksessa näytteet otetaan edellä mainitulla tavalla satunnaisesti valituista, kuvitelluista osista.
- 6.2.2 Pakatut kiinteät tai nestemäiset lannoitteet enintään 100 kg:n vetoisissa astioissa (= pakkauksissa)
- Kun 5.2 kohdan mukainen lukumäärä pakkauksia on valittu näytteenottoa varten, poistetaan osa jokaisen pakkauksen sisällöstä. Tarvittaessa näytteet on otettava vasta sitten, kun pakkaukset on erikseen tyhjennetty.
- 6.3 *Kokoomanäytteen esikäsittely*
- Kokoomanäyte on muodostettava sekoittamalla osanäytteet keskenään huolellisesti.
- 6.4 *Lopullisen näytteen esikäsittely*
- Kokoomanäyte on muodostettava sekoittamalla osanäytteet keskenään huolellisesti ⁽¹⁾.
- Tarvittaessa kokoomanäyte supistetaan ensin ainakin kahden kilogramman painoiseksi (supistettu näyte) käyttämällä joko mekaanista näytteenjakolaitetta tai neljään osaan jakamisen periaatetta.
- Valmistetaan vähintään kolme suunnilleen saman kokoista lopullista näytettä 5.4 kohdan määrällisten vaatimusten mukaisesti. Kukin näyte pannaan sopivaan ilmatiiviiseen astiaan. Jotta vältettäisiin näytteen ominaisuuksien muuttuminen, noudatetaan kaikkia tarpeellisia varotoimia.
- Liitteessä III olevan 1 ja 2 jakson mukaisiin kokeisiin tarkoitettuja lopullisia näytteitä on säilytettävä 0–25 °C:n lämpötilassa.

⁽¹⁾ Kaikki kokkareet on hajotettava (tarvittaessa ottamalla ne erilleen näytteestä ja panemalla ne hajotettuna näytteeseen takaisin).

7. Lopullisen näytteen pakkaaminen

Astiat tai pakkaukset suljetaan tiiviisti sulkimella ja varustetaan nimilapulla siten, että niitä ei voi avata suljinta vahingoittamatta (koko nimilapun on oltava osa suljinta).

8. Näytteenottopöytäkirja

Jokaisesta näytteenotosta tehdään näytteenottopöytäkirja, josta jokainen tutkittava erä on helppo tunnistaa.

9. Näytteiden lähettäminen

Jokaisesta tutkittavasta erästä lähetetään vähintään yksi lopullinen näyte mahdollisimman nopeasti viralliseen laboratorioon tai tarkastuslaitokseen; mukaan liitetään analysoinnissa tai testauksessa tarvittavat tiedot.

B. LANNOITTEIDEN ANALYYSIMENETELMÄT

(Katso sisällysluettelo s. 2.)

Yleistä**Laboratoriovälineet**

Menetelmiä koskevilla selostuksilla ei ole tarkasti määritelty tavanomaisia laboratoriovälineitä lukuun ottamatta pulloja ja pipettejä, joiden koot on annettu. Kaikissa kokeissa laboratoriovälineiden on oltava hyvin puhdistettuja, erityisesti pieniä ainemääriä määritettäessä.

Tarkistusmittaukset

Ennen analysointia on välttämätöntä varmistaa, että kaikki välineet toimivat moitteettomasti ja että analyysit suoritetaan oikein käyttämällä, mikäli tarkoituksenmukaista, kemiallisia yhdisteitä, joiden koostumus on tiedossa (esim. ammoniumsulfattia, monokaliumfosfaattia jne.). Lannoitteiden analyysit saattavat kuitenkin antaa tulokseksi väärän kemiallisen koostumuksen, mikäli analyysimenetelmiä ei noudateta huolellisesti. Joissakin määrittelyissä taas määritetään aineita, joiden koostumus voi vaihdella. On suositeltavaa, että laboratoriot käyttävät mahdollisuuksien mukaan standardivertailulannoitteita, joiden koostumus on tarkkaan määritetty.

Lannoitteiden analyysimenetelmiä koskevat yleiset määräykset**1. Reagenssit**

Jollei analyysimenetelmässä toisin määrätä, kaikkien reagenssien on oltava analyysilaatua (p.a.). Hivenravinteita analysoitaessa reagenssien puhtaus on tarkistettava nollakokeella. Saadusta tuloksesta riippuu, onko aineiden lisäpuhdistus tarpeen.

2. Vesi

Kun analyysimenetelmässä ei liuottamisen, laimentamisen, huuhtelun tai pesun yhteydessä ilmoiteta käytettävää nestettä, liuotinta tai laimenninta, käytetään vettä. Vedessä ei yleensä saa olla mineraaleja tai sen on oltava tislattua. Erikoistapauksissa, jotka mainitaan analyysimenetelmän yhteydessä, vesi on puhdistettava erityistoimenpitein.

3. Laboratoriovälineet

Ottaen huomioon tutkimuslaboratorioissa tavanomaisesti olevan laitteiston, analyysimenetelmien yhteydessä selostetaan vain muutamia välineitä tai laitteistoja koskevia erityisvaatimuksia. Välineiden on oltava täysin puhtaita, erityisesti pieniä määriä analysoitaessa. Laboratorion on varmistuttava siitä, että kaikkien käytettävien mitta-astoiden ja pipettien tarkkuus vastaa asianmukaisia metrologisia standardeja.

Menetelmä 1**Näytteen esikäsittely analysointia varten****1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä, jolla lopullisesta näytteestä otettu näyte esikäsitellään analysointia varten.

2. Periaate

Lopullinen näyte, joka on saatu laboratoriossa eri työvaiheiden, tavallisesti seulonnan, jauhamisen ja sekoittamisen jälkeen, esikäsitellään siten että:

- toisaalta analyysimenetelmissä määrätty pienin punnitus edustaa laboratorionäytettä
- toisaalta lannoitteen hiukkaskoko ei ole voinut näytteen esikäsitelyssä muuttua niin, että lannoitteen liukoisuus eri uuttoreagensseissa muuttuu merkittävästi.

3. Välineistö

Näytteenjakolaite (ei välttämätön).

Seuloja, joiden aukot ovat 0,2 ja 0,5 mm.

250 ml:n vetoisia ilmatiiviisti suljettavia pulloja.

Posliinisurvin ja huhmare tai jauh-in.

4. Käytettävän käsittelytavan valinta

Alkuhuomautus:

Mikäli tuote on sovelias, lopullisesta näytteestä tarvitsee säilyttää vain sen edustava osa.

4.1 Lopulliset näytteet, joita ei saa jauhaa

Kalsiumnitraatti, kalsiummagnesiumnitraatti, natriumnitraatti, chilennitraatti, kalsiumsyanamidi, nitraattipitoinen kalsiumsyanamidi, ammoniumsulfaatti, ammoniumnitraatit, joiden typpipitoisuus on yli 30 %, urea, Tuomaskuona, osittain liukoinen luonnonfosfaatti, saostettu dihydroitu dikalsiumfosfaatti, kalsinoitu fosfaatti, alumiinikalsiumfosfaatti, hienoksi jauhettu raakafosfaatti.

4.2 Lopulliset näytteet, jotka on jaettava ja joista osa on jauhettava

Nämä ovat valmisteita, joille tehdään tietyt määritykset ennen jauhamista (esimerkiksi seula-analyysi) ja loput määritykset jauhamisen jälkeen. Näihin kuuluvat kaikki moniravinteiset lannoitteet, jotka sisältävät seuraavia fosfaattiainesosia: Tuomaskuona, alumiinikalsiumfosfaatti, kalsinoitu fosfaatti, hienoksi jauhettu raakafosfaatti ja osittain liukeneva luonnonfosfaatti. Tämän vuoksi lopullinen näyte jaetaan kahteen osaan, jotka ovat mahdollisimman samanlaiset, käyttämällä näytteenjakolaitetta tai jakamalla näyte neljään osaan.

4.3 Lopulliset näytteet, joiden kaikki määritykset tehdään jauhetulle valmisteelle

Vain lopullisen näytteen edustava osa jauhetaan. Tähän ryhmään kuuluvat kaikki ne lannoitteet, joita ei ole lueteltu 4.1 ja 4.2 kohdassa.

5. Menettely

Kohdissa 4.2 ja 4.3 mainitun lopullisen näytteen osa seulotaan nopeasti seulalla, jonka aukot ovat 0,5 mm. Jäännös jauhetaan karkeasti, jotta saataisiin valmiste, jossa on mahdollisimman vähän hienoja hiukkasia; tämän jälkeen jäännös seulotaan. Jauhaminen tehdään siten, ettei aine kuumene merkittävästi. Toimenpide toistetaan tarpeen mukaan, kunnes jäljelle ei enää jää jäännöstä, ja toimenpide on suoritettava mahdollisimman nopeasti, jotta välttyttäisiin ainesosien lisääntymiseltä tai hukalta (vesi, ammoniakki). Kokonaan jauhettu ja seulottu valmiste pannaan puhtaaseen pulloon, jossa on tulppa.

Ennen kuin analysoitava näyte punnitaan, koko näyte on sekoitettava huolellisesti.

6. Erityistapaukset

a) Lannoitteet, jotka koostuvat useisiin eri luokkiin kuuluvien kiteiden seoksesta

Tässä tapauksessa tapahtuu usein erottumista. Tämän vuoksi näyte on ehdottomasti murskattava ja seulottava seulalla, jonka aukot ovat 0,200 mm. Esimerkki: ammoniumfosfaatin ja kaliumnitraatin seos. Tällaisten valmisteiden kohdalla kannattaa jauhaa koko lopullinen näyte.

b) Jäännös, joka on vaikea jauhaa ja jossa ei ole lannoittavia ainesosia

Jäännös punnitaan ja sen massa otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

c) Valmisteet, jotka hajoavat kuumennettaessa

Jauhaminen on tehtävä niin, ettei valmiste pääse kuumenemaan. Tällöin on suositeltavaa käyttää jauhamiseen huhmaria. Esimerkki: moniravinteiset lannoitteet, jotka sisältävät kalsiumsyanamidia ja ureaa.

d) Valmisteet, jotka ovat poikkeuksellisen kosteita tai jotka voivat muuttua tahnamaisiksi jauhettaessa

Jotta varmistettaisiin näytteen homogeenisuus, on valittava pienin tarkoitukseen sopiva seula, joka sopii kokkareiden hajottamiseen käsin tai survimella. Tällaisia valmisteita saattavat olla seokset, joiden tietyt ainesosat sisältävät kidevettä.

Menetelmät 2

Typpi

Menetelmä 2.1

Ammoniumtyypen määrittäminen

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä ammoniumtyypen määrittämiseksi.

2. Soveltamisala

Kaikki typpilannoitteet, mukaan luettuina moniravinteiset lannoitteet, joissa typpi esiintyy ainoastaan joko ammoniumsuoloina tai ammoniumsuoloina yhdessä nitraattien kanssa.

Tätä menettelyä ei voida soveltaa lannoitteisiin, jotka sisältävät ureaa, syanamidia tai muita orgaanisia typpiyhdisteitä.

3. Periaate

Ammoniikki vapautetaan ylimääräisellä natriumhydroksidilla; tislataan tiettyyn määrään standardirikkihappoa ja titrataan hapon ylimäärä natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksella.

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi, joka ei sisällä hiilidioksidia eikä typpiyhdisteitä.

4.1 Laimennettu suolahappo: yksi tilavuusosa HCl:a (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) sekä yksi tilavuusosa vettä

4.2 Rikkihappo: 0,1 mol/l

4.3 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaattiton:
0,1 mol/l

} muunnokseen a

4.4 Rikkihappo: 0,2 mol/l

4.5 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaattiton:
0,2 mol/l

} muunnokseen b (ks. huomautus 2)

4.6 Rikkihappo: 0,5 mol/l

4.7 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaattiton:
0,5 mol/l

} muunnokseen c (ks. huomautus 2)

4.8 Natriumhydroksidiliuos, noin 30-prosenttinen NaOH (tiheys 20 °C:ssa = 1,33 g/ml), ammoniakkivapaa

4.9 Indikaattoriliuokset

4.9.1 Seosindikaattori

Liuos A: Liuotetaan 1 g metyyliipunaa 37 ml:aan 0,1-molaarista natriumhydroksidiliuosta ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.

Liuos B: Liuotetaan 1 g metyleenisineä veteen ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

Tämä indikaattori on violetti happamassa liuoksessa, harmaa neutraalissa liuoksessa ja vihreä emäksisessä liuoksessa. Indikaattoriliuosta käytetään 0,5 ml (10 tippaa).

4.9.2 Metyylipunaindikaattoriliuos

Liuotetaan 0,1 g metyylipunaa 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia. Lisätään vettä, kunnes liuosta on 100 ml ja suodatetaan tarvittaessa. Tätä indikaattoria voidaan käyttää (4–5 tippaa) edellisessä kohdassa mainitun indikaattorin sijasta.

4.10 Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

4.11 Ammoniumsulfaatti, analyysia varten

5. Välineistö

5.1 Tislauslaitteisto, johon kuuluu sopivan kokoinen pyörökolvi, joka on liitetty jäähdyttimeen pisarankokoojalla

Huomautus 1:

Erityyppisiä laitteistoja, jotka hyväksytään ja joita suositellaan tämän määrityksen tekemiseksi, on kuvattu kuvioissa 1, 2, 3 ja 4, joista käyvät ilmi laitteistojen kaikki rakennepiirteet.

5.2 10, 20, 25, 50, 100 ja 200 ml:n pipetit

5.3 500 ml:n mittapullo

5.4 Pyörivä ravistin (35–40 kierrosta minuutissa)

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Liuoksen valmistaminen

Näytteen liukoisuuskoe suoritetaan huoneenlämpöisessä vedessä 2 %:n mittasuhteessa (paino/tilavuus). Punnitetaan 0,001 g:n tarkkuudella taulukon 1 mukaisesti 5 tai 7 tai 10 g valmistettua näytettä, joka pannaan 500 ml:n mittapulloon. Liukoisuuskokeen tuloksen mukaisesti toimitaan seuraavasti:

a) Täydellisesti veteen liukenevat valmisteet

Lisätään pulloon näytteen liukenemiseen tarvittava määrä vettä; ravistetaan, ja kun näyte on täydellisesti liennut, täytetään merkkiin ja sekoitetaan huolellisesti.

b) Valmisteet, jotka eivät liukene kokonaan veteen

Lisätään mittapulloon 50 ml vettä ja tämän jälkeen 20 ml suolahappoa (4.1). Ravistetaan. Annetaan liuoksen seistä kunnes hiilidioksidia ei enää kehity. Lisätään 400 ml vettä ja ravistetaan pyörivällä ravistimella (5.4) puoli tuntia. Täytetään vedellä merkkiin, sekoitetaan ja suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan.

7.2 Liuoksen analysoiminen

Keruupulloon pannaan valitun vaihtoehdon mukaan taulukossa 1 esitetty määrä standardirikkihappoa. Lisätään sopiva määrä valittua indikaattoriliuosta (4.9.1 tai 4.9.2) ja tarvittaessa lisätään vettä, kunnes liuosta on vähintään 50 ml. Jäähdyttimen jatkoputken pään on oltava liuoksen pinnan alapuolella.

Pipetoidaan taulukossa annettujen yksityiskohtaisten ohjeiden mukaisesti sopiva määrä⁽¹⁾ kirkasta liuosta laitteiston tislauspulloon. Lisätään vettä, kunnes liuosta on noin 350 ml, sekä useita kiehumakiviä kuohumisen estämiseksi.

⁽¹⁾ Pipetoidun erän sisältämän ammoniumtyypen määrä on taulukon 1 mukaan noin:

- 0,05 g muunnoksessa a,
- 0,10 g muunnoksessa b,
- 0,20 g muunnoksessa c.

Kootaan tisluslaitteisto ja ammoniakkin karkaamista varoen lisätään tisluspulloon 10 ml tai, mikäli testi-näytteen liuottamiseksi on käytetty 20 ml suolahappoa (4.1), 20 ml väkevää natriumhydroksidiliuosta (4.8). Kuumennetaan pulloa hitaasti välttämättä kovaa kiehumista. Kun liuos alkaa kiehua, tislataan noin 100 ml 10–15 minuutissa; tislattua liuosta tulisi olla noin 250 ml⁽¹⁾. Kun ammoniakkin kehittyminen on todennäköisesti lakannut, lasketaan keruupulloon niin, että jäädyttimen jatkoputken pää on nesteen pinnan yläpuolella.

Saatu tisle testataan asianmukaisella reagenssilla, jotta varmistuttaisiin siitä, että kaikki ammoniakki on täysin tislautunut. Pestään jäädyttimen jatkoputki pienellä vesimäärällä ja titrataan ylimääräinen happo natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksella valitun muunnoksen mukaisesti (katso huomautus 2).

Huomautus 2:

Erivahvuisia standardiliuoksia voidaan käyttää takaisintitrauksessa edellyttäen, etteivät titraukseen käytetyt määrät ylitä 40–45 ml:aa.

7.3 Nollakoe

Nollakoe tehdään samoissa olosuhteissa ja se otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

7.4 Tarkistusmittaus

Ennen analyysin suorittamista tarkistetaan, että laitteisto toimii kunnolla ja että menetelmää sovelletaan oikein, analysoimalla vasta valmistetusta ammoniumsulfatiliuoksesta pipetoitu sopiva määrä (4.11), joka sisältää valitulle muunnokselle sallitun enimmäismäärän tyyppiä.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Analyysin tuloksena saadun ammoniumtyypin määrä lannoitteesta ilmoitetaan prosentteina.

9. Liitteet

Kuten 5.1 kohdan ("välineistö") huomautuksessa 1 mainitaan, kuvioissa 1, 2, 3 ja 4 esitetään tässä asiakirjassa käytettävien erityyppisten laitteiden rakennepiirteitä.

Taulukko 1

Lannoitteiden sisältämän ammoniumtyypin ja ammonium- ja nitraattityypin määrittäminen

Punnitus-, laimennus- ja laskentataulukko menetelmien kaikille muunnoksille a, b ja c

Muunnos a

Tislattavan ammoniumtyypin suurin sallittu määrä noin: 50 mg.

Keruupulloon pantavan 0,1-molaarisen rikkihapon määrä: 50 ml.

Takaisintitraus NaOH:lla tai KOH:lla, 0,1 mol/l.

Vakuutus (% N)	Punnittava määrä (g)	Laimennus (ml)	Tislattava näyteliuos (ml)	Tuloksen ilmoittaminen (a) (N % = (50 - A) × F)
0–5	10	500	50	(50 - A) × 0,14
5–10	10	500	25	(50 - A) × 0,28
10–15	7	500	25	(50 - A) × 0,40
15–20	5	500	25	(50 - A) × 0,56
20–40	7	500	10	(50 - A) × 1,00

(a) Tuloksen ilmoittamisessa tarvittavaa kaavaa varten:

— 50 tai 35 = millilitraa rikkihapon standardiliuosta, joka pannaan keruupulloon;

— A = millilitraa natrium- tai kaliumhydroksidia takaisintitrauksessa;

— F = kerroin, joka käsittää punnittavan määrän, laimennuksen, tislauksen pipetoidun näyteliuoksen määrän ja sitä vastaavan tilavuuden.

⁽¹⁾ Jäähdytys on säädettävä niin, että ainetta kondensoituu jatkuvasti. Tislauksen tulisi olla valmis 30–40 minuutissa.

Muunnos b

Tislattavan ammoniumtyypen suurin sallittu määrä noin: 100 mg.

Keruupulloon pantavan 0,2-molaarisen rikkihapon määrä: 50 ml.

Takaisintitraus NaOH:lla tai KOH:lla, 0,2 mol/l.

Vakuutus (% N)	Punnittava määrä (g)	Laimennus (ml)	Tislattava näyteliuos (ml)	Tuloksen ilmoittaminen (a) (N % = (50 - A) × F)
0-5	10	500	100	(50 - A) × 0,14
5-10	10	500	50	(50 - A) × 0,28
10-15	7	500	50	(50 - A) × 0,40
15-20	5	500	50	(50 - A) × 0,56
20-40	7	500	20	(50 - A) × 1,00

- (a) Tuloksen ilmoittamisessa tarvittavaa kaavaa varten:
- 50 tai 35 = millilitraa rikkihapon standardiliuosta, joka pannaan keruupulloon;
 - A = millilitraa natrium- tai kaliumhydroksidia takaisintitrauksessa;
 - F = kerroin, joka käsittää punnittavan määrän, laimennuksen, tislauksen pipetoidun näytelioksen määrän ja sitä vastaavan tilavuuden.

Muunnos c

Tislattavan ammoniumtyypen suurin sallittu määrä noin: 200 mg.

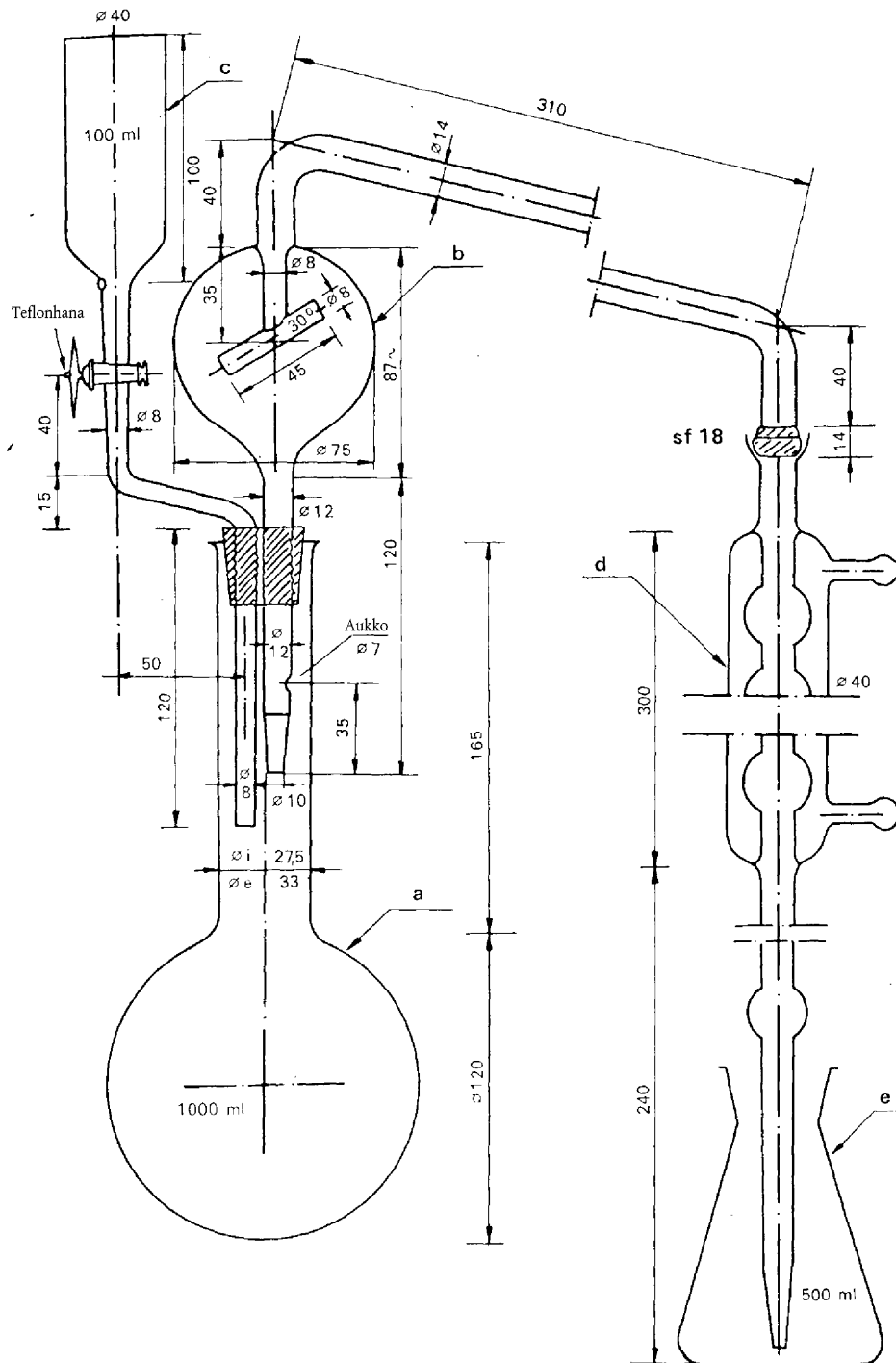
Keruupulloon pantavan 0,5-molaarisen rikkihapon määrä: 35 ml.

Takaisintitraus NaOH:lla tai KOH:lla, 0,5 mol/l.

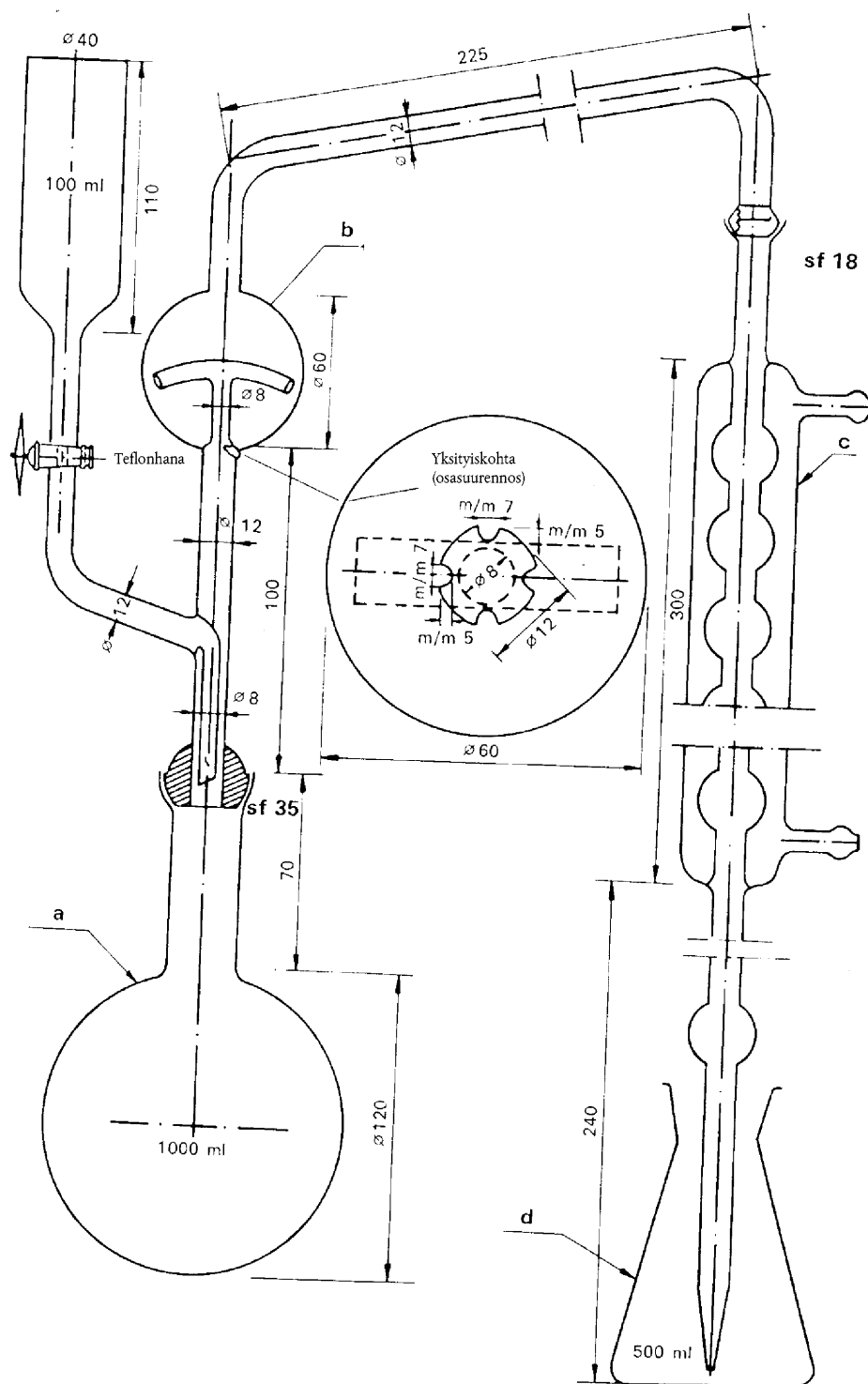
Vakuutus (% N)	Punnittava määrä (g)	Laimennus (ml)	Tislattava näyteliuos (ml)	Tuloksen ilmoittaminen (a) (N % = (35 - A) × F)
0-5	10	500	200	(35 - A) × 0,175
5-10	10	500	100	(35 - A) × 0,350
10-15	7	500	100	(35 - A) × 0,500
15-20	5	500	100	(35 - A) × 0,700
20-40	5	500	50	(35 - A) × 1,400

- (a) Tuloksen ilmoittamisessa tarvittavaa kaavaa varten:
- 50 tai 35 = millilitraa rikkihapon standardiliuosta, joka pannaan keruupulloon;
 - A = millilitraa natrium- tai kaliumhydroksidia takaisintitrauksessa;
 - F = kerroin, joka käsittää punnittavan määrän, laimennuksen, tislauksen pipetoidun näytelioksen määrän ja sitä vastaavan tilavuuden.

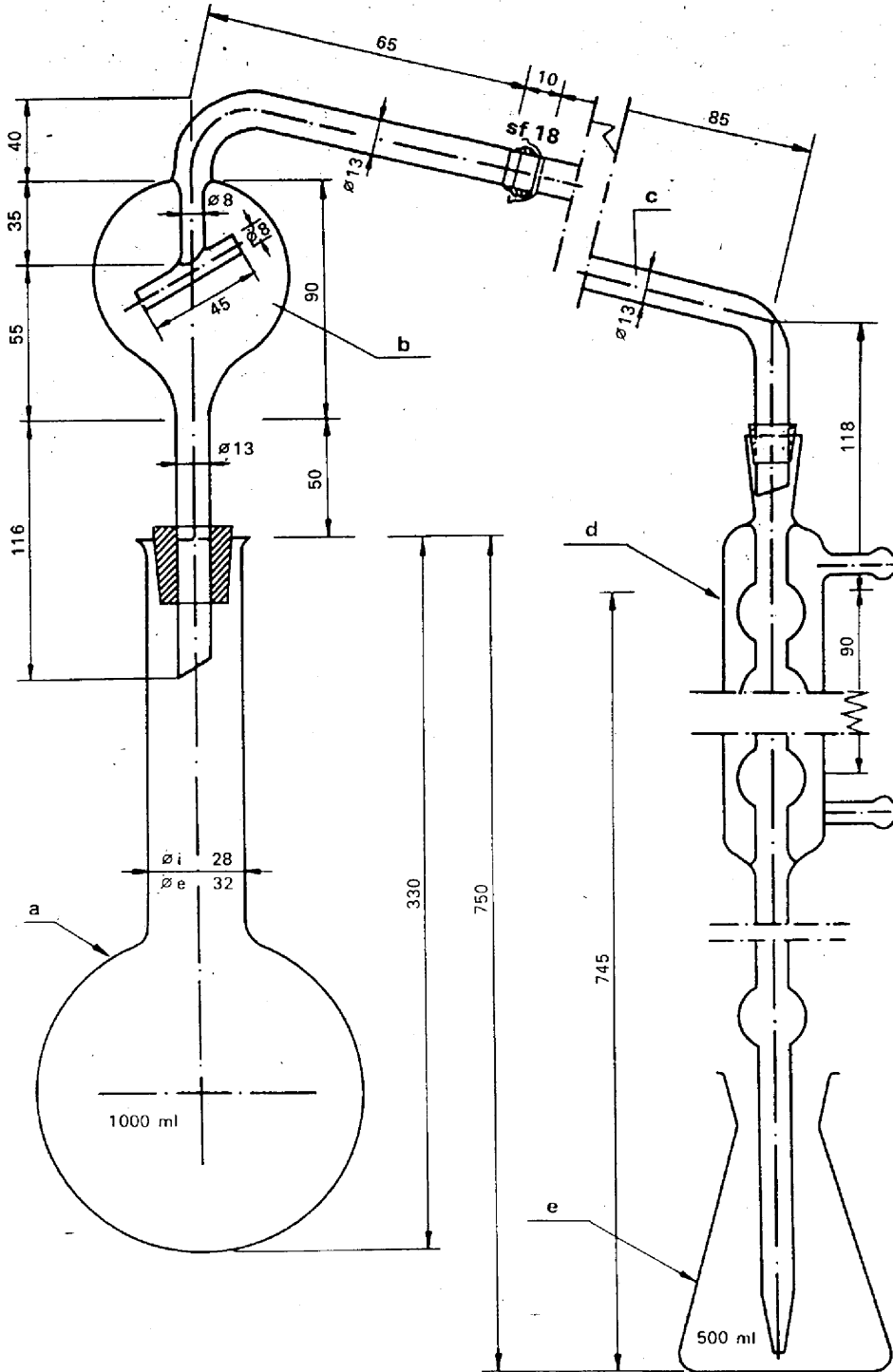
Kuvio 1



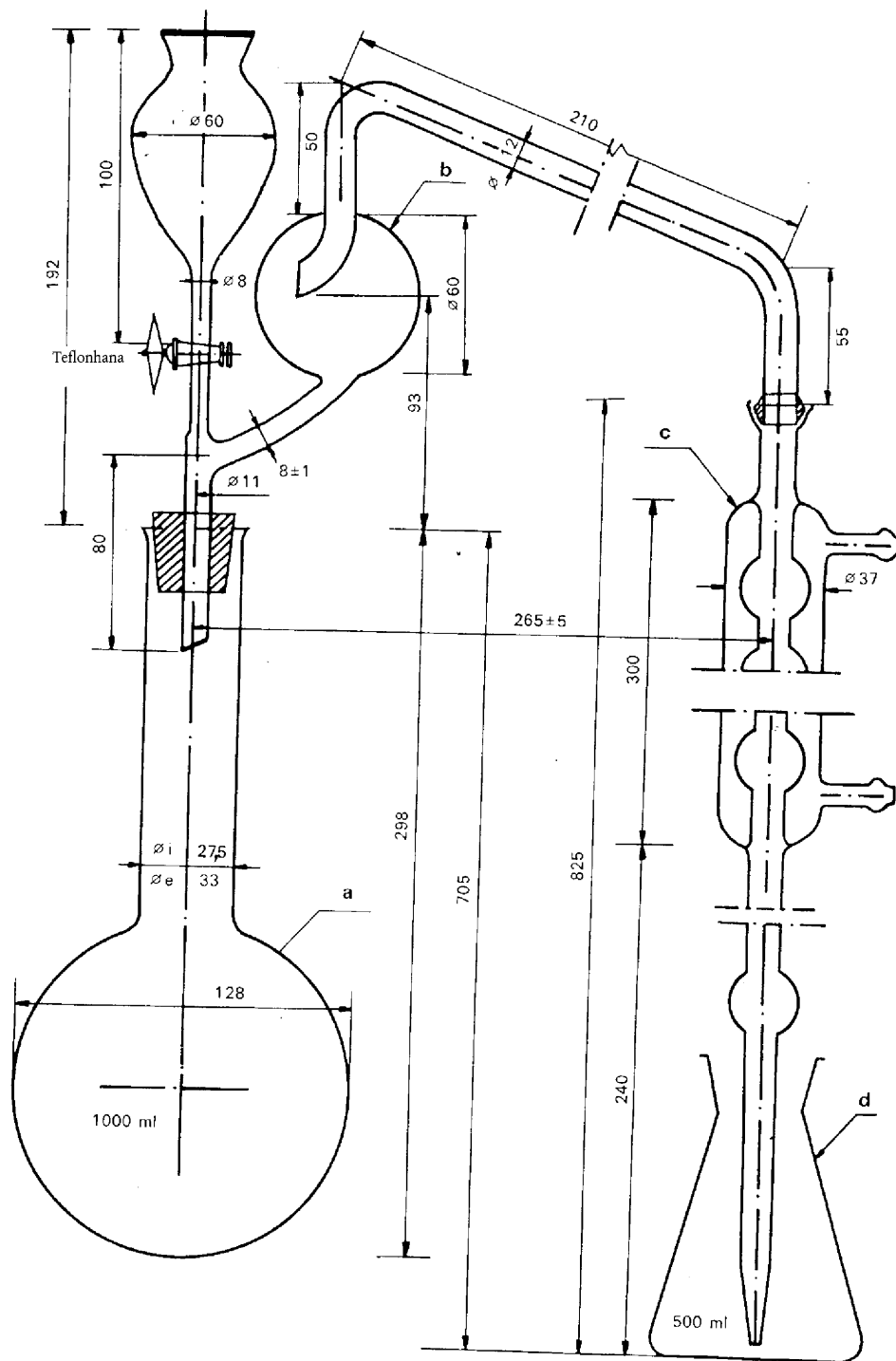
Kuvio 2



Kuvio 3



Kuvio 4



Kuvioiden 1, 2, 3 ja 4 selitykset

Kuvio 1

- a) 1 000 ml:n vetoinen pitkäkaulainen pyörökolvi.
- b) Tislausputki, jossa on roiskeenestokupu ja joka on liitetty jäähdyttimeen pallohioksella (No 18) (jäähdyttimen liitoksena käytettävä pallohios voidaan korvata tarkoitukseen sopivalla kumiliitoksella).
- c) Suppilo, jossa on teflonhana natriumhydroksidin lisäämistä varten (myös korkki voidaan korvata kumiletkulla, jossa on sulkija).
- d) Kuusipalloinen jäähdytin, jonka sisäänvirtauskohdassa on pallohios (No 18) ja joka on liitetty ulosvirtauskohdassa lasiseen jatkoputkeen pienellä kumiliitoksella (mikäli jäähdytin on liitetty tislausputkeen kumiletkulla, pallohios voidaan korvata tarkoitukseen sopivalla kumitulpalla).
- e) 500 ml:n pullo, johon tisle kerääntyy.

Laitteisto on valmistettu borosilikaattilasista.

Kuvio 2

- a) 1 000 ml:n vetoinen lyhytkaulainen pyörökolvi, jossa on pallohios (No 35).
- b) Tislausputki, jossa on pisarankokooja ja jonka sisäänvirtauskohdassa on pallohios (No 35) sekä jonka ulosvirtauskohdassa on pallohios (No 18); tislausputki on liitetty sivusta suppiloon, jossa on teflonhana natriumhydroksidin lisäämistä varten.
- c) Kuusipalloinen jäähdytin, jonka sisäänvirtauskohdassa on pallohios (No 18) ja joka on liitetty ulosvirtauskohdassa lasiseen jatkoputkeen pienellä kumiliitoksella.
- d) 500 ml:n pullo, johon tisle kerääntyy.

Laitteisto on valmistettu borosilikaattilasista.

Kuvio 3

- a) 750 tai 1 000 ml:n vetoinen pitkäkaulainen ja leveneväsuinen pyörökolvi.
- b) Tislausputki, jossa on pisarankokooja ja pallohios (No 18) ulosvirtauskohdassa.
- c) Kulmaputki, jonka sisäänvirtauskohdassa on pallohios (No 18) ja jossa on pisarankokooja (liitokseksi tislausputkeen voidaan pallohioksen sijasta laittaa kumiletku).
- d) Kuusipalloinen jäähdytin, joka on liitetty ulosvirtauskohdassa lasiseen jatkoputkeen pienellä kumiliitoksella.
- e) 500 ml:n pullo, johon tisle kerääntyy.

Laitteisto on valmistettu borosilikaattilasista.

Kuvio 4

- a) 1 000 ml:n vetoinen pitkäkaulainen leveneväsuinen pyörökolvi.
- b) Tislausputki, jonka ulosvirtauskohdassa on pisarankokooja ja pallohios (No 18) ja joka on sivusta liitetty suppiloon, jossa on teflonhana natriumhydroksidin lisäämistä varten (pallohioksen sijasta voidaan käyttää tarkoitukseen sopivaa kumitulppaa; hana voidaan korvata kumiletkulla, jossa on asianmukainen sulkija).
- c) Kuusipalloinen jäähdytin, jonka sisäänvirtauskohdassa on pallohios (No 18) ja joka on liitetty ulosvirtauskohdassa kumiliitoksella lasiseen jatkoputkeen (mikäli jäähdytin on liitetty tislausputkeen kumiletkulla, pallohios voidaan korvata tarkoituksenmukaisella kumitulpalla).
- d) 500 ml:n pullo tisleen keräämistä varten.

Laitteisto on valmistettu borosilikaattilasista.

Menetelmät 2.2

Nitraatti- ja ammoniumtyypen määrittäminen

Menetelmä 2.2.1

Nitraatti- ja ammoniumtyypen määrittäminen Ulschin menetelmällä**1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä nitraatti- ja ammoniumtyypen määrittämiseksi pelkistämällä Ulschin menetelmällä.

2. Soveltamisala

Kaikki typpilannoitteet, mukaan luettuna moniravinteiset lannoitteet, joissa typpi esiintyy ainoastaan nitraatin muodossa tai ammonium- ja nitraattimuodossa.

3. Periaate

Nitraatit ja nitriitit pelkistetään ammoniakiksi happamassa liuoksessa metallisella raudalla ja ammoniakkin ylimäärä vapautetaan natriumhydroksidia lisäämällä; ammoniakki tislataan ja määritetään tietyssä määrässä standardirikkihappoliuosta. Ylimäärärikkihappo titrataan natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksella.

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi, joka ei sisällä hiilidioksidia eikä typpiyhdisteitä.

4.1 Laimennettu suolahappo: yksi tilavuusosa HCl:a (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) sekä yksi tilavuusosa vettä
4.2 Rikkihappo: 0,1 mol/l

4.3 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,1 mol/l

4.4 Rikkihappoliuos, noin 30-prosenttia H₂SO₄:a (paino/tilavuus), ammoniakkivapaa

4.5 Vedyssä pelkistetty rautajauhe (ilmoitetulla määrällä rautaa täytyy pystyä pelkistämään vähintään 0,05 g nitraattityyppiä)

4.6 Natriumhydroksidiliuos, noin 30-prosenttinen NaOH (tiheys 20 °C:ssa = 1,33 g/ml), ammoniakkivapaa

4.7 Indikaattoriliuokset**4.7.1 Seosindikaattori**

Liuos A: Liuotetaan 1 g metyyliipunaa 37 ml:aan 0,1-molaarista natriumhydroksidiliuosta ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.

Liuos B: Liuotetaan 1 g metyleenisineä veteen ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

Tämä indikaattori on violetti happamassa liuoksessa, harmaa neutraalissa liuoksessa ja vihreä emäksisessä liuoksessa. Indikaattoria käytetään 0,5 ml (10 tippaa).

4.7.2 Metyyliipunaindikaattoriliuos

Liuotetaan 0,1 g metyyliipunaa 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia. Lisätään vettä, kunnes liuosta on 100 ml, ja suodatetaan tarvittaessa.

Tätä indikaattoria voidaan käyttää (4–5 tippaa) edellisessä kohdassa mainitun indikaattorin sijasta.

4.8 Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

4.9 Natriumnitraatti, analyysia varten

5. Välineistö

Ks. menetelmä 2.1 "Ammoniumtyypen määrittäminen".

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1 "Näytteen esikäsittely".

7. Analyysimenetelmä**7.1 Liuoksen valmistaminen**

Ks. menetelmä 2.1 "Ammoniumtyypen määrittäminen".

7.2 Menettely

Keruupullon mitataan tarkalleen menetelmän 2.1 taulukossa 1 (muunnos a) ilmoitettu määrä standardirikkihappoa ja lisätään tarvittava määrä indikaattoriuosta 4.7.1 tai 4.7.2. Jäähdyttimen jatkoputken pään on oltava keruupullossa olevan standardihappoliuoksen pinnan alapuolella.

Pipetoidaan kirkasta näyteliuosta menetelmän 2.1 taulukon 1 (muunnos a) mukaisesti laitteiston tislaukseen. Lisätään 350 ml vettä, 20 ml 30-prosenttista rikkihappoliuosta (4.4), sekoitetaan ja lisätään 5 g pelkistettyä rautaa (4.5). Pullon kaula pestään pipetin avulla muutamalla millilitralla vettä, ja pullon suulle pannaan pieni, pitkäkartinen suppilo. Kuumennetaan kiehuvaan vesihauteeseen tunti ja pestään sen jälkeen suppilon varsi muutamalla millilitralla vettä.

Ammoniakin karkaamista varten lisätään tislaukseen 50 ml väkevää natriumhydroksidiliuosta (4.6), tai mikäli näytteen liuottamiseen on käytetty 20 ml suolahappoa (1 + 1), lisätään 60 ml väkevää natriumhydroksidiliuosta (4.6). Kootaan tislaukseen. Ammoniikki tislataan menetelmässä 2.1 selostetun menettelytavan mukaisesti.

7.3 Nollakoe

Nollakoe tehdään (ilman näytettä) samoissa olosuhteissa ja se otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

7.4 Tarkistusmittaus

Ennen analyysin suorittamista tarkistetaan, että laitteisto toimii kunnolla ja että menetelmää sovelletaan oikein, analysoimalla vasta valmistettua natriumnitraattiliuosta (4.9) määrä, joka sisältää 0,045–0,050 g tyyppiä.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Analyyssissä tuloksena saatu lannoitteen sisältämä nitraattityypen tai yhdistetyn ammonium- ja nitraattityypen määrä ilmoitetaan prosentteina.

Menetelmä 2.2.2**Nitraatti- ja ammoniumtyypen määrittäminen Arndin menetelmällä****1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä nitraatti- ja ammoniumtyypen määrittämiseksi pelkistämällä Arndin menetelmällä (muutettuna muunnoksina a, b ja c).

2. Soveltamisala

Ks. menetelmä 2.2.1.

3. Periaate

Nitraattien ja nitriittien pelkistäminen ammoniakiksi magnesiumkloridilla ($MgCl_2$) sisältävässä neutraalissa vesiliuoksessa lejeeringillä, joka sisältää 60 % kuparia (Cu) ja 40 % magnesiumia (Mg) (Arndin metalliseos).

Ammoniakin tislauksen, ammoniakin määrän määrittäminen tietyssä määrässä standardirikkihappoa. Ylimäärä hapon titraaminen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksella.

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi, joka ei sisällä hiilidioksidia eikä typpiyhdisteitä.

- 4.1 Laimennettu suolahappo: yksi tilavuusosa HCl:a (tiheys = 1,18) sekä yksi tilavuusosa vettä
- 4.2 Rikkihappo: 0,1 mol/l
- 4.3 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaattion: 0,1 mol/l
- 4.4 Rikkihappo: 0,2 mol/l
- 4.5 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaattion: 0,2 mol/l
- 4.6 Rikkihappo: 0,5 mol/l
- 4.7 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaattion: 0,5 mol/l
- 4.8 Natriumhydroksidiliuos: noin 2 mol/l
- 4.9 Arndin metalliseos, analyysia varten jauheena, jonka hiukkaskoko on alle 1 mm
- 4.10 20-prosenttinen magnesiumkloridiliuos
- Liutetaan litran keittopullossa 200 g magnesiumkloridia ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) noin 600–700 ml:aan vettä. Lisätään 15 g magnesiumsulfaattia ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) vaahtoamisen estämiseksi.
- Liukenemisen jälkeen lisätään 2 g magnesiumoksidia ja joitakin kiehumakiviä kuohumisen estämiseksi ja konsentroidaan suspensio 200 ml:ksi keittämällä ja poistaen samalla kaikki ammoniakki reagenssista. Jäähdytetään, laimennetaan vedellä litraksi ja suodatetaan.
- 4.11 *Indikaattoriliuokset*
- 4.11.1 Seosindikaattori
- Liuos A: Liutetaan 1 g metyyliipunaa 37 ml:aan 0,1-molaarista natriumhydroksidiliuosta ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.
- Liuos B: Liutetaan 1 g metyleenisineä veteen ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.
- Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.
- Tämä indikaattori on violetti happamassa liuoksessa, harmaa neutraalissa liuoksessa ja vihreä emäksisessä liuoksessa. Indikaattoria käytetään 0,5 ml (10 tippaa).
- 4.11.2 Metyylipunaindikaattoriliuos
- Liutetaan 0,1 g metyyliipunaa 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia. Lisätään vettä, kunnes liuosta on 100 ml, ja suodatetaan tarvittaessa. Tätä indikaattoria voidaan käyttää (4–5 tippaa) edellisessä kohdassa mainitun indikaattorin sijasta.
- 4.11.3 Kongonpunaindikaattoriliuos
- Liutetaan 3 g kongonpunaa 1 litraan lämmintä vettä ja suodatetaan liuoksen jäähtyttyä mikäli tarpeellista. Tätä indikaattoria voidaan käyttää kahdessa edellisessä kohdassa mainittujen indikaattorien sijasta happamien liuosten neutralisoimiseksi ennen tislaimista. Indikaattoria käytetään 0,5 ml neutralisoitavan liuoksen 100 ml:aa kohti.
- 4.12 Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu
- 4.13 Natriumnitraatti, analyysia varten
5. **Välineistö**
- Ks. menetelmä 2.1 "Ammoniumtypen määrittäminen".
6. **Näytteen esikäsittely**
- Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä**7.1 Liuoksen valmistaminen analyysia varten**

Ks. menetelmä 2.1 "Ammoniumtyypen määrittäminen".

7.2 Liuoksen analysoiminen

Keruupulloon mitataan valitun muunnoksen mukaan täsmälleen menetelmän 2.1 taulukossa 1 ilmoitettu määrä standardirikkihappoa. Lisätään tarvittava määrä valittua indikaattoriliuosta (4.11.1 tai 4.11.2) ja lisätään lopuksi vettä, kunnes liuosta on vähintään 50 ml. Jäähdyttimen jatkoputken pään on oltava liuoksen pinnan alapuolella.

Pipetoidaan taulukon 1 mukainen määrä kirkasta näyteliuosta tislaukspulloon.

Lisätään vettä, kunnes liuosta on noin 350 ml (ks. Huomautus 1), 10 g Arndin metalliseosta (4.9), 50 ml magnesiumkloridiliuosta (4.10) ja muutamia kiehumakiviä (4.12). Pullo liitetään nopeasti tislaukslaitteistoon. Kuumennetaan varovasti noin 30 minuuttia. Tämän jälkeen lisätään lämpöä ammoniakkiin tislaukseen. Tislaamista jatketaan noin tunti. Tämän jälkeen pullossa olevan jäännöksen tulisi olla siirappimaista. Kun tislaukset on suoritettu, titrataan keruupullossa oleva ylimäärä happo noudattaen menetelmässä 2.1 selostettua menettelyä.

Huomautus 1:

Mikäli näyteliuos on hapan (näytteen liuottamiseksi on lisätty 20 ml HCl:a (1 + 1) (4.1), se neutraloidaan seuraavasti: lisätään analyysiliuoksen sisältävään tislaukspulloon noin 250 ml vettä, tarvittava määrä yhtä mainituista indikaattoreista (4.11.1, 4.11.2 tai 4.11.3) ja ravistetaan huolellisesti.

Neutraloidaan 2-molaarisella hydroksidiliuoksella (4.8) ja happamoidaan jälleen tipalla suolahappoa (1 + 1) (4.1). Tämän jälkeen jatketaan 7.2 kohdan mukaisesti (toinen alakohta).

7.3 Nollakoe

Nollakoe tehdään (ilman näytettä) samoissa olosuhteissa ja se otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

7.4 Tarkistusmittaus

Ennen analysointia tarkistetaan, että laitteisto toimii kunnolla ja että menetelmää sovelletaan oikein, analysoimalla vasta valmistettua natriumnitraattiliuosta (4.13) määrää, joka sisältää valitun muunnoksen mukaisesti 0,050–0,150 g nitraattityyppiä.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Ks. menetelmä 2.2.1.

Menetelmä 2.2.3**Nitraatti- ja ammoniumtyypen määrittäminen Devardan menetelmällä****1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä nitraatti- ja ammoniumtyypen määrittämiseksi Devardan menetelmällä (muutettuna muunnoksien a, b ja c).

2. Soveltamisala

Ks. menetelmä 2.2.1

3. Periaate

Nitraattien ja nitriittien pelkistäminen ammoniakiksi vahvasti emäksisessä liuoksessa lejeeringillä, joka sisältää 45 % alumiinia (Al), 5 % sinkkiä (Zn) ja 50 % kuparia (Cu) (Devardan metalliseos). Ammoniakin tislaukset ja määrittäminen tietyssä määrässä standardirikkihappoa; ylimäärä rikkihapon titraaminen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksella.

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi, joka ei sisällä hiilidioksidia eikä typpiyhdisteitä.

4.1 Laimennettu suolahappo: yksi tilavuusosa HCl:a (tiheys = 1,18) sekä yksi tilavuusosa vettä

4.2 Rikkihappo: 0,1 mol/l

4.3 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton:
0,1 mol/l

} Muunnokseen a

4.4 Rikkihappo: 0,2 mol/l

4.5 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton:
0,2 mol/l

} Muunnokseen b (ks. Menetelmän
2.1 huomautus 2)

4.6 Rikkihappo: 0,5 mol/l

4.7 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton:
0,5 mol/l

} Muunnokseen c (ks. Menetelmän
2.1 huomautus 2)

4.8 *Devardan metalliseos, analyysia varten*

Jauheena, jonka hiukkasista 90–100 % on alle 0,25 mm ja 50–75 % on alle 0,075 mm.

Suosittelaa käytettäväksi valmiiksi pakattuja pulloja, jotka sisältävät jauhetta enintään 100 g.

4.9 Natriumhydroksidiliuos, noin 30-prosenttinen NaOH (tiheys 20 °C:ssa = 1,33 g/ml), ammoniakkipapaa

4.10 *Indikaattoriliuokset*

4.10.1 Seosindikaattori

Liuos A: Liuotetaan 1 g metyyliipunaa 37 ml:aan 0,1-molaarista natriumhydroksidiliuosta ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.

Liuos B: Liuotetaan 1 g metyleenisinää veteen ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

Tämä indikaattori on violetti happamassa liuoksessa, harmaa neutraalissa liuoksessa ja vihreä emäksisessä liuoksessa. Indikaattoria käytetään 0,5 ml (10 tippaa).

4.10.2 Metyyliipunaindikaattori

Liuotetaan 0,1 g metyyliipunaa 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia. Lisätään vettä, kunnes liuosta on yhteensä 100 ml ja suodatetaan tarvittaessa.

Tätä indikaattoria voidaan käyttää (4–5 tippaa) edellisessä kohdassa mainitun indikaattorin sijasta.

4.11 Etanoli, 95–96-prosenttinen

4.12 Natriumnitraatti analyysia varten

5. Välineistö

Ks. menetelmä 2.1.

5.1 Tislauslaitteisto, jossa on sopivan suuruinen pyörökolvi ja joka on liitetty jäähdyttimeen tislausputkella, jossa on pisarankokooja, sekä jonka keruupullossa on lisäksi kuplaloukku ammoniakkihukan välttämiseksi

Tähän määrittelyyn hyväksyttävä laitteistotyyppi on kuvattu kuviossa 5, josta käyvät ilmi kaikki rakennepiirteet.

5.2 10, 20, 25, 50, 100 ja 200 ml:n pipetit

5.3 500 ml:n mittapullo

5.4 Pyörivä ravistin (35–40 kierrosta minuutissa)

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Liuoksen valmistaminen analyysia varten

Ks. menetelmä 2.1 "Ammoniumtyypen määrittäminen".

7.2 Liuoksen analysoiminen

Tislauspulloon pipetoidussa näyteliuoksessa ei nitraattityypen määrä saa ylittää taulukossa 1 ilmoitettua suurinta sallittua pitoisuutta.

Keruupulloon pannaan valitun muunnoksen mukaan täsmälleen taulukossa 1 ilmoitettu määrä standardirikkihappoa. Lisätään tarvittava määrä valittua indikaattoriliuosta (4.10.1 tai 4.10.2) ja lisätään lopuksi vettä, kunnes liuosta on 50 ml. Jäähdyttimen jatkoputken pään on oltava liuoksen pinnan alapuolella. Kuplaloukku täytetään tislattulla vedellä.

Pipetoidaan menetelmän 2.1 taulukon 1 mukainen määrä liuosta tislauspulloon.

Lisätään vettä, kunnes tislauspullossa on liuosta 250–300 ml, sekä 5 ml etanolia (4.11) ja 4 g Devardan metalliseosta (4.8). (Ks. huomautus 2.)

Otetaan huomioon ammoniakkihukan välttämiseksi tarvittavat toimenpiteet ja lisätään tislauspulloon noin 30 ml 30-prosenttista natriumhydroksidiliuosta (4.9) sekä lisäksi näytteen liuotuksessa mahdollisesti käytetyn kloorivetyhapon (4.1) neutraloimiseen tarvittava lisämäärä liuosta. Tislauspullo liitetään laitteistoon ja liitosten pitävyys varmistetaan. Pulloa ravistetaan huolellisesti sisällön sekoittamiseksi.

Kuumennetaan hitaasti niin, että vedyn vapautuminen vähenee huomattavasti noin tunnin kuluttua ja neste alkaa kiehua. Tislaamista jatketaan ja lämpötilaa lisätään niin, että vähintään 200 ml nestettä tislautuu noin 30 minuutissa (tislausta jatketaan enintään 45 minuuttia).

Kun tislauks on suoritettu, keruupullo irrotetaan tisluslaitteistosta, jatkoputki ja kuplaloukku pestään huolellisesti ja huuhteluveesi kerätään titrauspulloon. Ylimääräinen happo titrataan menetelmän 2.1 mukaisesti.

Huomautus 2:

Mikäli liuoksessa on kalsiumsuoloja kuten kalsiumnitraattia ja kalsiumammoniumnitraattia, on ennen tislauksia lisättävä 0,700 g natriumfosfaattia ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) jokaista analysoitavaa näytetä kohti, jotta $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -n muodostuminen estettäisiin.

7.3 Nollakoe

Nollakoe tehdään (ilman näytettä) samoissa olosuhteissa ja se otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

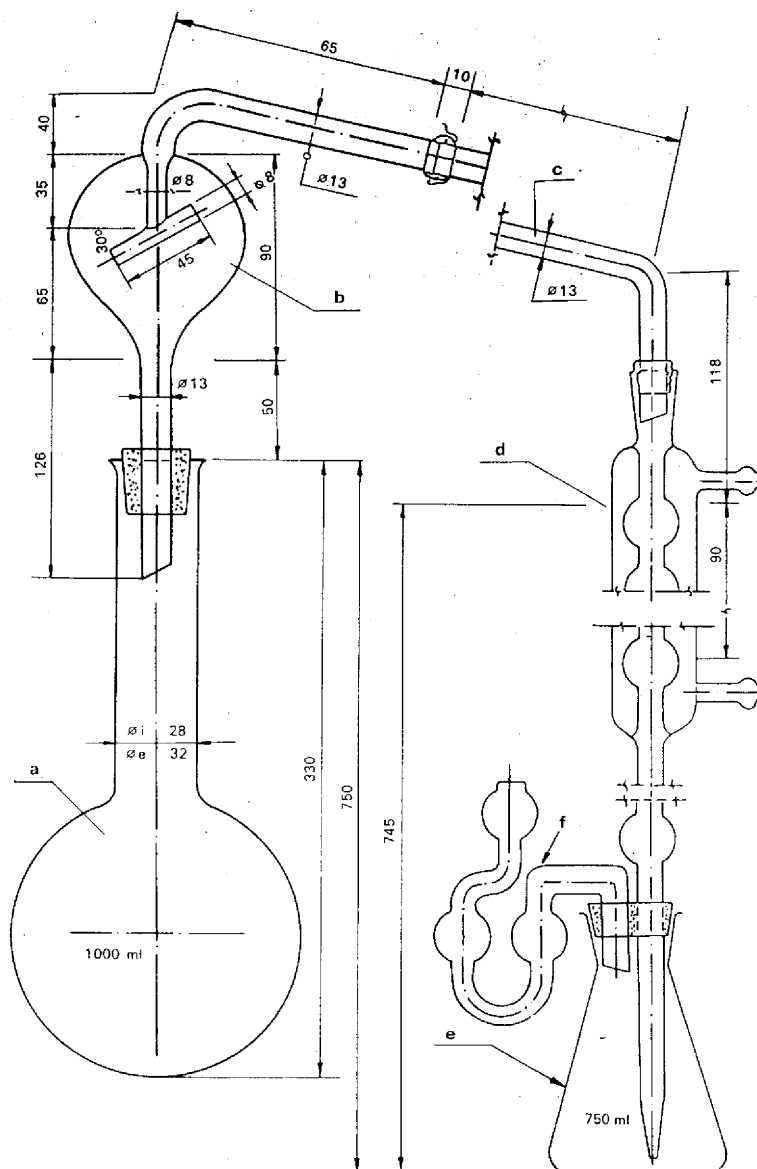
7.4 Tarkistusmittaus

Ennen analyysin suorittamista tarkistetaan, että laitteisto toimii kunnolla ja että menetelmää sovelletaan oikein, analysoimalla sellainen määrä vasta valmistettua natriumnitraattiliuosta (4.12), joka sisältää valitun muunnoksen mukaan 0,050–0,150 g nitraattityyppiä.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Ks. menetelmä 2.2.1.

Kuvio 5



Kuvion 5 selitys

- a) 750 ml:n (1 000 ml) vetoinen pitkäkaulainen ja levenäväsuinen pyörökolvi.
- b) Tislausputki, jossa on pisarankokooja ja pallohios No 18 ulosvirtauskohdassa.
- c) Kulmaputki, jonka sisäänvirtauskohdassa on pallohios No 18 sekä ulosvirtauskohdassa pisarankokooja (pallohioksen sijasta voidaan käyttää tarkoituksenmukaista kumiliitosta).
- d) Kuusipalloinen jäähdytin, jonka jatkoputki on kiinnitetty kuplaloukkua pitävään kumitulppaan.
- e) 750 ml:n keruupullo.
- f) Kuplaloukku ammoniakkihukan välttämiseksi.

Laitteisto on valmistettu borosilikaattilasista.

Menetelmät 2.3

Kokonaistyyppipitoisuuden määrittäminen

Menetelmä 2.3.1

Nitratittoman kalsiumsyanamidin tyyppipitoisuuden määrittäminen

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä nitratittoman kalsiumsyanamidin tyyppipitoisuuden määrittämiseksi.

2. Soveltamisala

Ainoastaan kalsiumsyanamidi (nitraatiton).

3. Periaate

Kjeldahlpolton jälkeen muodostunut ammoniumtyppi vapautetaan natriumhydroksidilla. Se kerätään ja mitataan rikkihapon standardiliuoksessa.

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi, joka ei sisällä hiilidioksidia eikä tyyppiyhdisteitä.

4.1 Laimennettu rikkihappo (tiheys 20 °C:ssa = 1,54 g/ml): yksi tilavuusosa rikkihappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml) sekä yksi tilavuusosa vettä

4.2 Kaliumsulfaatti, analyysia varten

4.3 Kuparioksidi (CuO): 0,3–0,4 g jokaista määrittystä varten, tai vastaava määrä kuparisulfaattipentahydraattia (CuSO₄ · 5 H₂O), noin 0,95–1,25 g jokaista määrittystä varten

4.4 Natriumhydroksidiliuos, noin 30-prosenttinen NaOH (tiheys 20 °C:ssa = 1,33 g/ml), ammoniakkivapaa

4.5 Rikkihappo: 0,1 mol/l

4.6 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton:
0,1 mol/l

} Muunnokseen a (ks. Menetelmä 2.1)

4.7 Rikkihappo: 0,2 mol/l

4.8 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton:
0,2 mol/l

} Muunnokseen b (ks. Menetelmän 2.1 huomautus 2)

4.9 Rikkihappo: 0,5 mol/l

4.10 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton:
0,5 mol/l

} Muunnokseen c (ks. Menetelmän 2.1 huomautus 2)

4.11 Indikaattoriliuokset

4.11.1 Seosindikaattori

Liuos A: Liuotetaan 1 g metyyliipunaa 37 ml:aan 0,1-molaarista natriumhydroksidiliuosta ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.

Liuos B: Liuotetaan 1 g metyleenisineä veteen ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

Tämä indikaattori on violetti happamassa liuoksessa, harmaa neutraalissa liuoksessa ja vihreä emäksisessä liuoksessa. Indikaattoria käytetään 0,5 ml (10 tippaa).

4.11.2 Metyyliipunaindikaattori

Liuotetaan 0,1 g metyyliipunaa 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 100 ml. Suodatetaan tarvittaessa. Tätä indikaattoria voidaan käyttää (4–5 tippaa) edellisessä kohdassa mainitun indikaattorin sijasta.

4.12 Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

4.13 Kaliumtiosyanaatti, analyysia varten

5. Välineistö

5.1 Tislauslaitteisto, ks. menetelmä 2.1 "Ammoniumtypen määrittäminen".

5.2 Pitkäkaulainen sopivan suuruinen kjeldahlkolvi

5.3 50, 100 ja 200 ml:n pipetit

5.4 250 ml:n mittalasi

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä

7.1 *Liuoksen valmistaminen analyysia varten*

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 1 g näytettä kjeldahlkolviin. Lisätään 50 ml laimennettua rikkihappoa (4.1), 10–15 g kaliumsulfaattia (4.2) ja katalysaattori (4.3). Kuumennetaan hitaasti, jotta vesi haihtuisi, keitetään hiljaisella lämmöllä kaksi tuntia, annetaan jäähtyä ja laimennetaan 100–150 ml:lla vettä. Jäähdytetään uudelleen, suspensio siirretään kvantitatiivisesti 250 ml:n mittapulloon, lisätään vettä, sekoitetaan ja suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan pulloon.

7.2 *Liuoksen analysoiminen*

Pipetoidaan valitun muunnoksen mukaisesti (ks. menetelmä 2.1) 50, 100 tai 200 ml edellä saatua liuosta, tislataan ammoniakki menetelmässä 2.1 kuvatulla tavalla ja lisätään niin paljon NaOH-liuosta (4.4), että sitä on runsas ylimäärä.

7.3 *Nollakoe*

Nollakoe tehdään (ilman näytettä) samoissa olosuhteissa ja se otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

7.4 *Tarkistusmittaus*

Ennen analyysin suorittamista tarkistetaan, että laitteisto toimii kunnolla ja että menetelmää sovelletaan oikein, analysoimalla sellainen määrä kaliumtiosyanaatin standardiliuosta (4.13), joka sisältää suunnilleen saman verran typpeä kuin analyysiin pipetoitu näyte.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Analyyysin tuloksena saatu lannoitteen sisältämän typen (N) määrä ilmoitetaan prosentteina.

Muunnos a: $\% N = (50 - A) \times 0,7$

Muunnos b: $\% N = (50 - A) \times 0,7$

Muunnos c: $\% N = (35 - A) \times 0,875$

Menetelmä 2.3.2

Kokonaistyyppipitoisuuden määrittäminen nitraatteja sisältävässä kalsiumsyanamidissa

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä typen kokonaismäärän analysoimiseksi kalsiumsyanamidissa.

2. Soveltamisala

Menetelmää voidaan soveltaa nitraatteja sisältäviin kalsiumsyanamideihin.

3. **Periaate**

Kjeldahl-menetelmää ei voida suoraan soveltaa nitraatteja sisältäviin kalsiumsyanamideihin. Tämän vuoksi nitraattityppi pelkistetään ammoniakiksi metallisella raudalla ja tinakloridilla ennen kjeldahlpoltoa.

4. **Reagenssit**

Tislattu tai demineralisoitu vesi, joka ei sisällä hiilidioksidia eikä typpiyhdisteitä.

4.1 Rikkihappo (tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml)

4.2 Vedyssä pelkistetty rautajauhe

4.3 Hienoksi jauhettu kaliumsulfaatti, analyysia varten

4.4 Rikkihappo: 0,1 mol/l

4.5 Natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuos, karbonaatiton: 0,1 mol/l

} Muunnokseen a (ks. Menetelmä 2.1)

4.6 Rikkihappo: 0,2 mol/l

4.7 Natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuos, karbonaatiton: 0,2 mol/l

} Muunnokseen b (ks. Menetelmän 2.1 huomautus 2)

4.8 Rikkihappo: 0,5 mol/l

4.9 Natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuos, karbonaatiton: 0,5 mol/l

} Muunnokseen c (ks. Menetelmän 2.1 huomautus 2)

4.10 *Indikaattoriliuokset*

4.10.1 Seosindikaattori

Liuos A: Liuotetaan 1 g metyyliipunaa 37 ml:aan 0,1-molaarista natriumhydroksidiliuosta ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.

Liuos B: Liuotetaan 1 g metyleenisinää veteen ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

Tämä indikaattori on violetti happamassa liuoksessa, harmaa neutraalissa liuoksessa ja vihreä emäksisessä liuoksessa. Tätä indikaattoriliuosta käytetään 0,5 ml (10 tippaa).

4.10.2 *Metyyliipunaindikaattori*

Liuotetaan 0,1 g metyyliipunaa 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 100 ml. Suodatetaan tarvittaessa. Tätä indikaattoria voidaan käyttää (4–5 tippaa) edellisessä kohdassa mainitun indikaattorin sijasta.

4.11 *Tinakloridiliuos*

Liuotetaan 120 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:a 400 ml:aan väkevää suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja lisätään vettä, kunnes liuosta on litra. Liuoksen on oltava täysin kirkasta ja se on valmistettava välittömästi ennen käyttöä. Tinakloridin pelkistyskyvyn tarkistaminen on tärkeää.

H u o m a u t u s :

Liuotetaan 0,5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:a 2 ml:aan väkevää suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 50 ml. Sitten lisätään 5 g Rochellen suolaa (kaliumnatriumtartraattia) ja niin paljon natriumbikarbonaattia, että lakmuspaperikokeessa havaitaan liuoksessa emäksinen reaktio.

Titraataan 0,1-molaarisella jodiliuoksella tarkkelysliuoksen toimiessa indikaattorina.

1 ml 0,1-molaarista jodiliuosta vastaa 0,01128 g:aa $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:a.

Näin valmistetussa liuoksessa olevasta tinasta vähintään 80 %:n on oltava kaksiarvoisessa muodossa. Titrauksessa on käytettävä vähintään 35 ml 0,1-molaarista jodiliuosta.

4.12 Natriumhydroksidiliuos, joka sisältää noin 30-prosenttia NaOH:a (tiheys 20 °C:ssa = 1,33 g/ml), ammoniak-kivapaa

4.13 *Nitraattiammoniakkistandardiliuos*

Punnitaan 2,5 g kaliumnitraattia a.p. ja 10,16 g ammoniumsulfaattia a.p. ja pannaan 250 ml:n mittapul-loon. Liuotetaan veteen ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 250 ml. 1 ml:ssa tätä liuosta on 0,01 g typpeä.

4.14 Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

5. Välineistö

Ks. menetelmä 2.3.1.

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä

7.1 *Liuoksen valmistaminen*

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 1 g näytettä kjeldahlkolviin. Lisätään 0,5 g rautajauhetta (4.2) ja 50 ml tinakloridiliuosta (4.11), sekoitetaan ja annetaan seistä puoli tuntia. Tänä aikana liuosta sekoitetaan uudelleen 10 ja 20 minuutin kuluttua. Tämän jälkeen lisätään 10 g kaliumsulfaattia (4.3) ja 30 ml rikkihappoa (4.1). Liuosta keitetään ja prosessia jatketaan tunnin ajan valkoisen höyryn ilmestymisen jälkeen. Annetaan jäähtyä ja laimennetaan 100–150 ml:lla vettä. Suspensio siirretään kvantitatiivisesti 250 ml:n mittapulloon, jäähytetään ja täytetään vedellä merkkiin asti, sekoitetaan ja suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan. Suodatus ei ole välttämätöntä, vaan tämän liuoksen ammoniakki voidaan myös tislata suoraan menetelmän 2.1 muunnoksen a, b tai c mukaan lisäämällä runsas ylimäärä natriumhydroksidia (4.12).

7.2 *Liuoksen analysoiminen*

Siirretään pipetillä menetelmän 2.1 muunnoksen a, b tai c mukaan joko 50, 100 tai 200 ml näin saatua liuosta. Ammoniakki tislataan menetelmässä 2.1 kuvatulla tavalla ja tislaukseen lisätään niin paljon NaOH-liuosta (4.12), että sitä on runsas ylimäärä.

7.3 *Nollakoe*

Nollakoe tehdään (ilman näytettä) samoissa olosuhteissa ja se otetaan huomioon lopullista tulosta lasketta-essa.

7.4 *Tarkistusmittaus*

Ennen analyysin suorittamista tarkistetaan, että laitteisto toimii kunnolla ja että menetelmää sovelletaan oikein, käyttämällä standardiliuosta, joka sisältää vastaavan määrän ammonium- ja nitraattityppeä kuin analysoitava nitraatteja sisältävä kalsiumsyanamidi.

Tätä varten pipetoidaan 20 ml standardiliuosta (4.13) kjeldahlkolviin.

Analyysi tehdään kohdissa 7.1 ja 7.2 esitetyn menetelmän mukaisesti.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Analyysin tulos on ilmaistava typen (N) kokonaisprosenttiosuutena analysoitavassa lannoitteessa.

Muunnos a: % N = (50 - A) × 0,7

Muunnos b: % N = (50 - A) × 0,7

Muunnos c: % N = (35 - A) × 0,875

Menetelmä 2.3.3

Urean sisältämän typen kokonaismäärän määrittäminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä urean sisältämän typen kokonaismäärän analysoimiseksi.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan ainoastaan niihin urealannoitteisiin, joissa ei ole nitraatteja.

3. **Periaate**

Urea muutetaan kvantitatiivisesti ammoniakiksi keittämällä sitä rikkihappossa. Näin saatu ammoniakki tislataan emäksisestä liuksesta ja tisle kerätään ylimäärään standardirikkihappoa. Happo titrataan emäksisen standardiliuksen avulla.

4. **Reagenssit**

Tislattu tai demineralisoitu vesi, joka ei sisällä hiilidioksidia eikä typpiyhdisteitä.

4.1 Rikkihappo, väkevä (tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml)

4.2 Natriumhydroksidiliuos, noin 30-prosenttinen NaOH (tiheys 20 °C:ssa = 1,33 g/ml), ammoniakkipapaa

4.3 Rikkihappo: 0,1 mol/l

4.4 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,1 mol/l

} Muunnokseen a (ks. Menetelmä 2.1)

4.5 Rikkihappo: 0,2 mol/l

4.6 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,2 mol/l

} Muunnokseen b (ks. Menetelmän 2.1 huomautus 2)

4.7 Rikkihappo: 0,5 mol/l

4.8 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,5 mol/l

} Muunnokseen c (ks. Menetelmän 2.1 huomautus 2)

4.9 **Indikaattoriliuokset**4.9.1 **Seosindikaattori**

Liuos A: Liuotetaan 1 g metyyliipunaa 37 ml:aan 0,1-molaarista natriumhydroksidiliuosta ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.

Liuos B: Liuotetaan 1 g metyleenisineä veteen ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

Tämä indikaattori on violetti happamassa liuksessa, harmaa neutraalissa liuksessa ja vihreä emäksisessä liuksessa. Indikaattoria käytetään 0,5 ml (10 tippaa).

4.9.2 **Metyyliipunaindikaattoriliuos**

Liuotetaan 0,1 g metyyliipunaa 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 100 ml. Suodatetaan tarvittaessa. Tätä indikaattoria voidaan käyttää (4–5 tippaa) edellisessä kohdassa mainitun indikaattorin sijasta.

4.10 Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

4.11 Urea, analyysia varten

5. **Välineistö**

5.1 Tislauslaitteisto, ks. menetelmä 2.1 "Ammoniumtypen määrittäminen"

5.2 500 ml:n mittapullo

5.3 25, 50 ja 100 ml:n pipetit

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä**7.1 Liuoksen valmistaminen**

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 2,5 g esikäsiteltyä näytettä 300 ml:n kjeldahlkolviin ja kostutetaan 20 ml:lilla vettä. Joukkoon sekoitetaan 20 ml väkevää rikkihappoa (4.1) ja lisätään muutama lasikuula kuohumisen estämiseksi. Kolvin kaulaan pannaan pitkävirtainen lasisuppilo roiskumisen estämiseksi. Lämmitetään ensin hitaasti ja lisätään sitten lämpöä, kunnes näkyy valkoista höyryä (30–40 minuuttia).

Jäähdytetään ja laimennetaan 100–150 ml:lilla vettä. Siirretään kvantitatiivisesti 500 ml:n mittapulloon. Mahdollinen sakka erotetaan. Annetaan jäähtyä huoneen lämpötilaan. Täytetään vedellä merkkiin, sekoitetaan ja suodatetaan tarvittaessa kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan.

7.2 Liuoksen analysoiminen

Siirretään näin saatua liuosta tarkkuuspipetillä tislauspulloon joko 25, 50 tai 100 ml sen mukaan, mikä muunnos on valittu (ks. menetelmä 2.1). Ammoniakki tislataan menetelmässä 2.1 kuvatulla tavalla ja tislauspulloon lisätään niin paljon NaOH:a (tiheys 20 °C:ssa = 1,33 g/ml) (4.2), että sitä on runsas ylimäärä.

7.3 Nollakoe

Nollakoe tehdään (ilman näytettä) samoissa olosuhteissa ja se otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

7.4 Tarkistusmittaus

Ennen analyysin suorittamista tarkistetaan, että laitteisto toimii kunnolla ja että menetelmää sovelletaan oikein, analysoimalla sopiva määrä vasta valmistettua urealiuosta (4.11).

8. Tuloksen ilmoittaminen

Analyysin tulos ilmaistaan typen (N) kokonaisprosenttiosuutena analysoitavassa lannoitteessa.

Muunnos a: $\% N = (50 - A) \times 1,12$

Muunnos b: $\% N = (50 - A) \times 1,12$

Muunnos c: $\% N = (35 - A) \times 1,40$

Menetelmä 2.4**Syanamiditypen määrittäminen****1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä syanamiditypen määrittämiseksi.

2. Soveltamisala

Kalsiumsyanamidi ja kalsiumsyanamidin ja nitraatin seokset.

3. Periaate

Syanamidityppi saostetaan hopeayhdisteenä ja arvioidaan sakkana Kjeldahlin menetelmällä.

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi, joka ei sisällä hiilidioksidia eikä typpiyhdisteitä.

- 4.1 Jäätikka
- 4.2 Ammoniakkiliuos, joka sisältää 10 massaprosenttia ammoniakkikaasua (tiheys 20 °C:ssa = 0,96 g/ml)
- 4.3 *Ammoniakkihopealiuos, Tollensin menetelmällä*
- Sekoitetaan 500 ml 10-prosenttista hopeanitraatin vesiliuosta (AgNO₃) 500 ml:aan 10-prosenttista ammoniakkia (4.2).
- Ei saa tarpeettomasti altistaa valolle, lämmölle tai ilmalle. Tavallisesti liuos säilyy vuosia. Reagenssi on hyvälaatuista niin kauan, kuin liuos pysyy kirkkaana.
- 4.4 Väkevä rikkihappo (tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml)
- 4.5 Kaliumsulfaatti, analyysia varten
- 4.6 Kuparioksidi (CuO), 0,3–0,4 g jokaiseen analyysiin tai vastaava määrä kuparisulfaattipentahydraattia, 0,95–1,25 g jokaiseen analyysiin
- 4.7 Natriumhydroksidiliuos, noin 30-prosenttia NaOH:a (tiheys 20 °C:ssa = 1,33 g/ml), ammoniakkivapaa
- 4.8 Rikkihappo: 0,1 mol/l
- 4.9 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos: 0,1 mol/l
- 4.10 *Indikaattoriliuokset*
- 4.10.1 Seosindikaattori
- Liuos A: Liuotetaan 1 g metyyliipunaa 37 ml:aan 0,1-molaarista natriumhydroksidiliuosta ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.
- Liuos B: Liuotetaan 1 g metyleenisineä veteen ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.
- Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.
- Tämä indikaattori on violetti happamassa liuoksessa, harmaa neutraalissa liuoksessa ja vihreä emäksisessä liuoksessa. Indikaattoria käytetään 0,5 ml (10 tippaa).
- 4.10.2 Metyyliipunaindikaattoriliuos
- Liuotetaan 0,1 g metyyliipunaa 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 100 ml. Suodatetaan tarvittaessa. Tätä indikaattoria voidaan käyttää (4–5 tippaa) edellisessä kohdassa mainitun indikaattorin sijasta.
- 4.11 Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu
- 4.12 Kaliumtiosyanaatti, analyysia varten
5. **Välineistö**
- 5.1 Tislauslaitteisto, ks. menetelmä 2.1 "Ammoniumtypen määrittäminen"
- 5.2 500 ml:n mittapullo (esim. Stohmann)
- 5.3 Sopivan kokoinen (300–500 ml), pitkäkaulainen kjeldahlkolvi
- 5.4 50 ml:n pipetti
- 5.5 Pyörivä ravistin (35–40 kierrosta minuutissa)
6. **Näytteen esikäsittely**
- Ks. menetelmä 1.
7. **Analyysimenetelmä**
- 7.1 *Turvallisuustoimenpide*
- Käsiteltäessä ammoniakkihopealiuosta on käytettävä suojalaseja. Kun nesteen pinnalle muodostuu ohut kalvo, voi pienikin täräys aiheuttaa räjähdyksen, joten on noudatettava suurta varovaisuutta.

7.2 *Analyyssiolioksen valmistaminen*

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 2,5 g esikäsiteltyä näytettä pieneen lasimortteliin. Näytettä hienonnetaan kolme eri kertaa veden kanssa ja joka jauhamiskerran jälkeen vesi kaadetaan 500 ml:n stohmannpulloon. Näyte siirretään kvantitatiivisesti 500 ml:n stohmannpulloon ja huhmare, survin ja suppilo pestään vedellä. Lisätään vettä, kunnes nestettä on noin 400 ml. Lisätään 15 ml etikkahappoa (4.1). Sekoitetaan pyörivällä ravistimella (5.5) kaksi tuntia (30–40 kierrosta minuutissa).

Lisätään vettä, kunnes nestettä on 500 ml, sekoitetaan ja suodatetaan.

Analyyysi on tehtävä mahdollisimman nopeasti.

7.3 *Liuoksen analysoiminen*

50 ml suodoksesta siirretään 250 ml:n dekantterilasiin.

Lisätään ammoniakkiliuosta (4.2), kunnes liuos on lievästi emäksistä, ja sen jälkeen lisätään 30 ml lämmintä ammoniakkihopeanitraattia (4.3), jotta syanamidin keltainen hopeayhdiste saostuisi.

Seoksen annetaan seistä yön yli, sakka suodatetaan ja pestään kylmällä vedellä, kunnes siinä ei enää ole ammoniakkia.

Suodatin ja sakka pannaan vielä kosteina kjeldahlkolviin, lisätään 10–15 g kaliumsulfaattia (4.5) ja kohdassa 4.6 ilmoitettu määrä katalyysaattoria ja sen jälkeen 50 ml vettä ja 25 ml väkevää rikkihappoa (4.4).

Kolvina lämmitetään hitaasti ja sitä ravistellaan samalla hiljaa, kunnes sisältö kiehuu. Lämpöä lisätään ja seosta keitetään, kunnes kolvin sisältö muuttuu värittömäksi tai hailakan vihreäksi.

Keittämistä jatketaan tunnin ajan, jonka jälkeen seoksen annetaan jäähtyä.

Neste siirretään kvantitatiivisesti kjeldahlkolvista tislauspulloon, lisätään muutama kiehumakivi estämään kuohuntaa (4.11) ja lisätään vettä, kunnes kokonaistilavuus on noin 350 ml. Sekoitetaan ja jäähdytetään.

Ammoniakki tislataan menetelmän 2.1 muunnoksen a mukaan ja NaOH-liuosta (4.7) lisätään runsas ylimäärä.

7.4 *Nollakoe*

Nollakoe tehdään (ilman näytettä) samoissa olosuhteissa ja se otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

7.5 *Tarkistusmittaus*

Ennen analyysin suorittamista tarkistetaan, että laitteisto toimii kunnolla ja että menetelmää sovelletaan oikein, analysoimalla sellainen määrä kalsiumtiosyanaatin standardiliuosta (4.12), joka vastaa 0,05 g:aa tyyppiä.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Analyyysin tulos ilmaistaan syanamiditypen kokonaisprosenttiosuutena analysoitavassa lannoitteessa.

$$\% N = (50 - A) \times 0,56$$

Menetelmä 2.5

Urean biureetin spektrometrinen määrittäminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä urean sisältämän biureetin määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan vain ureaan.

3. Periaate

Emäksisessä väliaineessa kaliumnatriumtartraatin kanssa biureetti ja kaksiarvoinen kupari muodostavat violetin kupariyhdisteen. Liuoksen absorbanssi mitataan noin 546 nm:n (nanometrin) aallonpituudella.

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi, joka ei sisällä hiilidioksidia eikä ammoniakkia. Veden laatu on erityisen tärkeä tässä määrityksessä.

4.1 Metanoli

4.2 Rikkihappoliuos, noin 0,1 mol/l

4.3 Natriumhydroksidiliuos, noin 0,1 mol/l

4.4 *Kaliumnatriumtartraatin emäksinen liuos*

Litran mittapullossa liuotetaan 40 g natriumhydroksidia 500 ml:aan vettä, jonka jälkeen liuoksen annetaan jäähtyä. Lisätään 50 g kaliumnatriumtartraattia ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$). Täytetään merkkiin asti. Annetaan seistä 24 tuntia ennen käyttöä.

4.5 *Kuparisulfaattiliuos*

Liuotetaan litran mittapullossa 15 g kuparisulfaattia ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 500 ml:aan vettä. Täytetään merkkiin asti.

4.6 *Vasta valmistettu biureetin standardiliuos*

Liuotetaan 250 ml:n mittapullossa 0,250 g puhdasta biureettia ⁽¹⁾ veteen. Lisätään vettä, kunnes liuosta on 250 ml. 1 ml:ssa tätä liuosta on 0,001 grammaa biureettia.

4.7 *Indikaattoriliuos*

Liuotetaan 100 ml:n mittapullossa 0,1 g metyylipunaa 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 100 ml. Mahdolliset liukenemattomat ainekset suodatetaan.

5. Välineistö5.1 Spektrometri tai fotometri, jossa on niin herkät tai tarkat suodattimet, että sillä voidaan toistettavasti mitata alle 0,5 % T:n arvoja ⁽²⁾

5.2 100, 250 ja 1 000 ml:n mittapullot

5.3 2, 5, 10, 20, 25 ja 50 ml:n mittapipetit tai 25 ml:n byretti, jonka mitta-asteikossa on 0,05 ml:n välit

5.4 250 ml:n dekantterilasi

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä7.1 *Kalibrointikäyrän piirtäminen*

Siirretään 0, 2, 5, 10, 20, 25 ja 50 ml biureetin standardiliuosta (4.6) seitsemään 100 ml:n mittapulloon. Täytetään vedellä, kunnes liuosta on noin 50 ml, lisätään yksi tippa indikaattoria (4.7) ja neutraloidaan tarvittaessa 0,1-molaarisella rikkihapolla (4.2). Joukkoon sekoitetaan 20 ml emäksistä tartraattiliuosta (4.4) ja sitten 20 ml kuparisulfaattiliuosta (4.5).

H u o m a u t u s :

Nämä liuokset on mitattava kahdella tarkkuusbyretillä tai mieluummin pipeteillä.

Lisätään tislattua vettä, kunnes liuosta on 100 ml, sekoitetaan ja annetaan seistä 15 minuuttia 30 ± 2 °C:ssa.

⁽¹⁾ Biureetti voidaan puhdistaa etukäteen pesemällä se ammoniakki-liuoksessa (10 %), sitten asetonissa ja kuivattamalla tyhjiössä.

⁽²⁾ Katso kohta 9 "Liite".

"0"-biureettistandardiliuos vertailuliuksena mitataan jokaisen liuoksen absorptio noin 546 nm:n aallonpituudella käyttäen aallonpituudeltaan sopivia kyvettejä.

Kalibrointikäyrä piirretään käyttäen ordinaattana absorptiota ja vastaavaa milligrammoina ilmaistua biureettimäärää abskissana.

7.2 Analyysiliuoksen valmistaminen

Punnitaan 10 g esikäsiteltyä näytettä 0,001 g:n tarkkuudella; liuotetaan noin 150 ml:aan vettä 250 ml:n mittapullossa ja täytetään merkkiin asti. Suodatetaan tarvittaessa.

Huomautus 1:

Jos analysoitava näyte sisältää yli 0,015 g ammoniumtyyppiä, se liuotetaan 250 ml:n dekanterilasissa 50 ml:aan metanolia (4.1). Nestettä haihdutetaan, kunnes sitä on jäljellä noin 25 ml. Siirretään kvantitatiivisesti 250 ml:n mittapulloon. Täytetään vedellä merkkiin. Suodatetaan tarvittaessa kuivan poimutetun suodattimen läpi kuivaan astiaan.

Huomautus 2:

Sameuden poistaminen: Jos nesteessä on kolloidisia aineita, voi suodatuksen aikana esiintyä ongelmia. Analysoitavaksi tarkoitettu liuos on silloin käsiteltävä seuraavasti: Analysoitava näyte liuotetaan 150 ml:aan vettä, lisätään 2 ml 1-molaarista suolahappoa ja suodatetaan liuos kahden tasaisen, hyvin hienon suodattimen läpi 250 ml:n mittapulloon. Suodattimet pestään vedellä ja mittapullo täytetään merkkiin. Toimenpidettä jatketaan kohdassa 7.3 "Määrittäminen" kuvatus menetelmän mukaisesti.

7.3 Määrittäminen

Oletetun biureettipitoisuuden mukaan siirretään 25 tai 50 ml kohdassa 7.2 mainittua liuosta pipetillä 100 ml:n mittapulloon ja neutraloidaan tarvittaessa 0,1-molaarisella reagenssilla (joko 4.2 tai 4.3) käyttäen metyyliipunaa ja lisätään kalibrointikäyrää laadittaessa käytetyllä tarkkuudella 20 ml emäksistä kaliumnatriumtartraattiliuosta (4.4) ja 20 ml kupariliuosta (4.5). Täytetään, sekoitetaan kunnolla ja annetaan seistä 15 minuuttia 30 (± 2) °C:ssa.

Tämän jälkeen suoritetaan fotometriset mittaukset ja lasketaan ureassa olevan biureetin määrä.

8. Tuloksen ilmoittaminen

$$\% \text{ biureetti} = \frac{C \times 2,5}{V}$$

jossa

"C" on biureetin massa milligrammoina, joka luetaan kalibrointikäyrältä,

"V" on pipetoidun näyteliuoksen tilavuus.

9. Liite

Kun "J₀" monokromaattisten (tiettyä aallonpituutta olevien) säteiden intensiteetti, ennen kuin ne kulkevat läpinäkyvän kappaleen läpi, ja "J" on säteiden intensiteetti läpikulun jälkeen, niin:

— läpäisykerroin: $T = \frac{J}{J_0}$

— läpäisemättömyys: $O = \frac{J_0}{J}$

— absorbanssi: $E = \log O$

— absorbanssi valotien yksikköä kohti: $k = \frac{E}{S}$

— spesifisen absorbanssin kerroin: $K = \frac{E}{C \times S}$

jossa

s = kerroksen paksuus senttimetreissä

c = konsentraatio milligrammoina litrassa

k = aineen spesifinen kerroin Lambert-Beerin laissa.

Menetelmät 2.6

Eri typpimuotojen määrittäminen samasta näytteestä

Menetelmä 2.6.1

Eri typpimuotojen sisältämän typen määrittäminen samasta lannoitteenäytteestä, joka sisältää typpeä nitraatti-, ammonium-, urea- ja syanamidityyppinä

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä eri typpiyhdisteiden määrittämiseksi minkä tahansa muun typpiyhdisteen läsnäollessa.

2. Soveltamisala

Kaikki liitteessä I mainitut lannoitteet, jotka sisältävät typpeä eri yhdisteinä.

3. Periaate

3.1 Liukoisien ja liukenemattoman typen kokonaismäärä

Standardilannoitteiden luettelon mukaan (liite I) tätä määrittäystä voidaan soveltaa kalsiumsyanamidia sisältäviin valmisteisiin.

3.1.1 Jos analyysinäytteessä ei ole nitraatteja, se hajotetaan suoralla kjeldahlpoltolla.

3.1.2 Jos analyysinäytteessä on nitraatteja, se hajotetaan kjeldahlpoltolla, kun se on ensin pelkistetty metallisen raudan ja tinakloridin avulla.

Molemmissa tapauksissa ammoniakki määritetään menetelmän 2.1 mukaisesti.

Huomautus:

Jos analyysissa todetaan, että liukenemattoman typen pitoisuus on yli 0,5 %, voidaan päätellä, että lannoite sisältää muita liukenemattoman typen yhdisteitä, joita ei ole liitteen I luettelossa.

3.2 Liukoisien typen yhdisteet

Samasta näyteliuksesta määritetään:

3.2.1 Liukoisien typen kokonaismäärä:

3.2.1.1 jos näytteessä ei ole nitraatteja, suoralla kjeldahlpoltolla,

3.2.1.2 jos näytteessä on nitraatteja, kjeldahlpoltolla osasta näyteliuosta sen jälkeen, kun liuos on pelkistetty Ulschin menetelmällä. Ammoniakki määritetään molemmissa tapauksissa menetelmässä 2.1 kuvatulla tavalla;

3.2.2 Liukoisien typen kokonaismäärä nitraattityppeä lukuun ottamatta kjeldahlpoltolla sen jälkeen, kun nitraattityppi on hävitetty happamassa liuoksessa ferrosulfaattilla; ammoniakki määritetään menetelmässä 2.1 kuvatulla tavalla.

3.2.3 Nitraattityyppi erotusmenetelmällä:

3.2.3.1 jos näytteessä ei ole kalsiumsyanamidia, 3.2.1.2:n ja 3.2.2:n erotuksella tai liukenevan typen kokonaismäärän (3.2.1.2) ja ammoniumtypen ja orgaanisen ureatypen (3.2.4 + 3.2.5) summan erotuksella,

3.2.3.2 jos näytteessä on kalsiumsyanamidia, 3.2.1.2:n ja 3.2.2:n erotuksella tai 3.2.1.2:n ja 3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6:n summan erotuksella.

3.2.4 Ammoniumtyppi:

3.2.4.1 vain, jos näytteessä on ammoniumtyppeä ja ammonium- ja nitraattityppeä, soveltamalla menetelmää 1,

3.2.4.2 jos näytteessä on ureatyyppiä ja/tai syanamidityppeä, kylmätilauksella, kun näytteestä on ensin tehty hieman emäksinen; ammoniakki absorboidaan rikkihapon standardiliuokseen ja määritetään menetelmässä 2.1 kuvatulla tavalla.

3.2.5 Ureatyyppi:

3.2.5.1 muuttamalla ureaasia käyttäen ammoniakiksi, joka titrataan suolahapon standardiliuoksella,
tai

3.2.5.2 gravimetrisesti ksanthydrolin kanssa: mukana saostuva biureetti voidaan laskea mukaan urean tyypeen ilman suurempaa virhettä, sillä sen määrä on yleensä pieni moniravinteisissa lannoitteissa.
tai

3.2.5.3 vähennyslaskulla seuraavan taulukon mukaisesti:

Tapaus	Nitraattityppi	Ammonium- typpi	Syanamidityppi	Urea-N
1	Ei	On	On	(3.2.1.1) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
2	On	On	On	(3.2.2) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
3	Ei	On	Ei	(3.2.1.1) – (3.2.4.2)
4	On	On	Ei	(3.2.2) – (3.2.4.2)

3.2.6 Syanamidityppi saostamalla hopeayhdisteenä; tyyppi arvioidaan sakasta Kjeldahlin menetelmällä.

4. **Reagenssit**

Tislattu tai demineralisoitu vesi

4.1 Kaliumsulfaatti, analyysia varten

4.2 Rautajauhe, joka on pelkistetty vedyllä (määrätyn määrän rautaa on pystyttävä pelkistämään vähintään 50 mg nitraattityppeä)

4.3 Kaliumtiosyanaatti, analyysia varten

4.4 Kaliumnitraatti, analyysia varten

4.5 Ammoniumsulfaatti, analyysia varten

4.6 Urea, analyysia varten

4.7 Laimennettu rikkihappo, tilavuussuhde 1 : 1: yksi tilavuusosa rikkihappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml) sekä yksi tilavuusosa vettä

4.8 Rikkihapon standardiliuos: 0,2 mol/l

4.9 Väkevä natriumhydroksidiliuos, noin 30-prosenttinen (paino/tilavuus) NaOH:n vesiliuos, ammoniakkipapaa

4.10 Natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuos: 0,2 mol/l, karbonaatiton

4.11 *Tinakloridiliuos*

Liuotetaan 120 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:a 400 ml:aan väkevää suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja lisätään vettä, kunnes liuosta on litra. Liuoksen on oltava täysin kirkasta ja se on valmistettava välittömästi ennen käyttöä.

H u o m a u t u s :

Tinakloridin pelkistyskyvyn tarkistaminen on tärkeää: Liuotetaan 0,5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:a 2 ml:aan väkevää suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 50 ml. Sen jälkeen lisätään 5 g Rochellen suolaa (kaliumnatriumtartraattia) ja niin paljon natriumbikarbonaattia, että liuoksessa havaitaan emäksinen reaktio lakmuspaperikokeessa.

Titraataan 0,1-molaarisella jodiliuoksella tärkkelyksen toimiessa indikaattorina.

1 ml 0,1-molaarista jodiliuosta vastaa 0,01128 g:aa $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:a.

Näin valmistetussa liuoksessa olevasta tinasta vähintään 80 prosentin on oltava kaksiarvoisessa muodossa. Titrauksessa on siksi käytettävä vähintään 35 ml 0,1-molaarista jodiliuosta.

- 4.12 Rikkihappo (tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml)
- 4.13 Laimennettu suolahappo: yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) sekä yksi tilavuusosa vettä
- 4.14 Etikkahappo: 96–100-prosenttinen
- 4.15 Rikkihappoliuos, joka sisältää noin 30 % H₂SO₄:a (paino/tilavuus)
- 4.16 Ferrosulfaatti: kiteinen FeSO₄ · 7H₂O
- 4.17 Rikkihapon standardiliuos: 0,1 mol/l
- 4.18 Oktyylialkoholi
- 4.19 Kyllästetty kaliumkarbonaattiliuos
- 4.20 Natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuos: 0,1 mol/l (karbonaatiton)
- 4.21 Kyllästetty bariumhydroksidiliuos
- 4.22 Natriumkarbonaattiliuos: 10-prosenttinen (paino/tilavuus)
- 4.23 Suolahappo: 2 mol/l
- 4.24 Suolahapon standardiliuos: 0,1 mol/l
- 4.25 *Ureaasiliuos*
Suspendoidaan 0,5 g aktiivista ureaasia 100 ml:aan tislattua vettä. Säädetään pH-arvo 5,4:ään pH-mittarilla mitattuna käyttämällä 0,1-molaarista suolahappoa (4.24).
- 4.26 *Ksanthidrioli*
5-prosenttinen liuos, liuotettu etanoliin tai metanoliin (4.31) (ei käytetä aineita, joista jää paljon liukenemattonta ainesta). Liuosta voidaan säilyttää kolme kuukautta pullossa, jossa on tiivis tulppa ja joka on suojattu valolta.
- 4.27 Kuparioksidi (CuO): 0,3–0,4 g määritystä kohti tai vastaava määrä kuparisulfaattipentahydraattia 0,95–1,25 g määritystä kohti
- 4.28 Kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu
- 4.29 *Indikaattoriliuokset*
- 4.29.1 Liuos A: Liuotetaan 1 g metyyliipunaa 37 ml:aan 0,1-molaarista natriumhydroksidiliuosta ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.
Liuos B: Liuotetaan 1 g metyleenisineä veteen ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.
Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.
Tämä indikaattori on violetti happamassa liuoksessa, harmaa neutraalissa liuoksessa ja vihreä emäksisessä liuoksessa. Indikaattoriliuosta käytetään 0,5 ml (10 tippaa).
- 4.29.2 *Metyyliipunaindikaattoriliuos*
Liuotetaan 0,1 g metyyliipunaa 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia. Lisätään vettä, kunnes liuosta on 100 ml, ja suodatetaan tarvittaessa. Tätä indikaattoria voidaan käyttää (4–5 tippaa) edellisessä kohdassa mainitun indikaattorin sijasta.
- 4.30 *Indikaattoripapereita*
Lakmuspaperi, bromotymolisinen (tai muut paperit, jotka ovat herkkiä pH-arvoilla 6–8)
- 4.31 Etanoli tai metanoli: 95-prosenttinen liuos
5. **Välineistö**
- 5.1 *Tislauslaitteisto*
Ks. menetelmä 2.1.

- 5.2 *Laitteisto, jolla määritetään ammoniumtyyppi analyysitekniikan 7.2.5.3 mukaan (katso kuvio 6)*
- Laitteisto muodostuu tietyn muotoisesta astiasta, jossa on hiottu lasikaula, sivussa kaula, liitosputki, jossa on roiskesuoja, sekä pystysuora putki, josta ilma virtaa laitteistoon. Putket voidaan liittää astiaan yksinkertaisten rei'itettyjen kumitulppien avulla. On tärkeää, että ilmaputkien päät ovat sopivan muotoiset, sillä kaasukuplien on levittävä tasaisesti astiassa ja absorptioastiassa oleviin liuoksiin. Paras järjestely on sellainen, että putkissa on pienet sienen muotoiset osat, joiden ulkohalkaisija on 20 mm ja joiden reunassa on kuusi 1 mm:n aukkoa.
- 5.3 *Laitteisto, jolla määritetään ureatyyppi ureasitekniikan mukaisesti (7.2.6.1)*
- Laitteistoon kuuluu 300 ml:n erlenmeyerpullo, jossa on erotussuppilo ja pieni absorptioastia (katso kuvio 7).
- 5.4 Pyörivä ravistin (35–40 kierrosta minuutissa)
- 5.5 pH-mittari
- 5.6 Säädettävä uuni
- 5.7 *Lasivälineet:*
- 2, 5, 10, 20, 25, 50 ja 100 ml:n pipetit,
- 300 ja 500 ml:n pitkäkaulaiset kjeldahlkolvit,
- 100, 250, 500 ja 1 000 ml:n mittapullot,
- sintratut lasiupokkaat, huokoisuustiheys 5–15 µm,
- huhmareet.
6. **Näytteen esikäsittely**
- Ks. menetelmä 1.
7. **Analyysimenetelmä**
- 7.1 *Liukoisen ja liukenemattoman typen kokonaismäärä*
- 7.1.1 Näytteet, joissa ei ole nitraatteja
- 7.1.1.1 Happohajotus
- Näytettä punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella määrä, joka sisältää korkeintaan 100 mg typpeä. Se pannaan tisluslaitteiston (5.1) pulloon. Lisätään 10–15 g kaliumsulfaattia (4.1), katalysaattori (4.27) ja muutamia kiehumakiviä (4.28). Sitten lisätään 50 ml laimennettua rikkihappoa (4.7) ja sekoitetaan kunnolla. Lämmitetään ensin varovasti ja sekoitetaan aina välillä, kunnes ei enää muodostu vaahtoa. Lämmitetään nestettä niin, että se kiehuu tasaisesti; liuoksen kirkastuttua sitä keitetään vielä tunti ja estetään orgaanisen aineksen tarttumisen pullon laitoihin. Annetaan jäähtyä. Lisätään varovasti sekoittaen noin 350 ml vettä. Varmistetaan sekoittamalla, että liukeneminen on mahdollisimman täydellistä. Annetaan jäähtyä ja liitetään pullo tisluslaitteistoon (5.1).
- 7.1.1.2 Ammoniakin tislaus
- Laitteiston keräysastiaan pipetoidaan 50 ml 0,2-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.8). Lisätään indikaattori (4.29.1 tai 4.29.2). Varmistetaan siitä, että jäädyttimen kärki on ainakin 1 cm liuoksen pinnan alapuolella.
- Huolehtien varotoimista, joiden tarkoituksena on estää ammoniakin häviäminen, lisätään tisluspulloon varovasti niin paljon väkevää natriumhydroksidiliuosta (4.9), että nesteestä tulee vahvasti emäksistä (tavallisesti riittää 120 ml; tarkistetaan lisäämällä muutama tippa fenolftaleiiniä. Tislauksen päätyttyä pullossa olevan liuoksen on yhä oltava selvästi emäksistä.). Pulloa lämmitetään niin, että puolessa tunnissa tislautuu 150 ml. Tarkistetaan indikaattoripaperilla (4.30), että tislauksen on suoritettu loppuun. Mikäli näin ei ole, tislataan vielä 50 ml ja koe toistetaan, kunnes lisätislaustuote reagoi neutraalisti indikaattoripaperiin (4.30). Keräysastia lasketaan alemmas, tislataan vielä muutama millimetri ja huuhdellaan jäädyttimen kärki. Loput haposta titrataan 0,2-molaarisella kalium- tai natriumhydroksidin standardiliuoksella (4.10), kunnes indikaattori muuttaa väriä.

7.1.1.3 Nollakoe

Nollakoe tehdään (ilman näytettä) samoissa olosuhteissa ja se otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

7.1.1.4 Tuloksen ilmoittaminen

$$\% N = \frac{(a - A) \times 0.28}{M}$$

jossa

a = nollakokeessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, kun laitteiston keräysastiaan (5.1) pipetoitiin 50 ml 0,2-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.8),

A = millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, joka kului analyysissä,

M = näytteen massa grammoina.

7.1.2 Näytteet, joissa on nitraatteja

7.1.2.1 Analyysinäyte

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella näytteestä määrä, joka sisältää enintään 40 mg nitraattityyppiä.

7.1.2.2 Nitraatin pelkistäminen

Näyte sekoitetaan pienessä huhmareessa 50 ml:aan vettä. Siirretään yhdessä mahdollisimman pienen vesimäärän kanssa 500 ml:n kjeldahlkolviin. Lisätään 5 g pelkistettyä rautaa (4.2) ja 50 ml tinakloridiliuosta (4.11). Ravistetaan ja annetaan seistä puoli tuntia. Tänä aikana näytettä sekoitetaan ensin 10 ja sitten 20 minuutin kuluttua.

7.1.2.3 Kjeldahlpoltto

Lisätään 30 ml rikkihappoa (4.12), 5 g kaliumsulfaattia (4.1), edellä esitetty määrä katalysaattoria (4.27) ja kiehumakiviä (4.28). Lämmitetään varovasti hieman kallellaan olevassa kolvissa. Lämpöä lisätään hitaasti ja liuosta ravistellaan usein, jotta seos pysyy suspendoituneena: neste tummuu ja sitten kirkastuu, kun muodostuu kellanvihreää vedetöntä ferrosulfaattisuspensiota. Lämmittämistä jatketaan kiehumispisteessä tunnin ajan, jonka jälkeen liuos on kirkas. Annetaan jäähtyä. Kolvin sisältö siirretään varovasti pieneen vesimäärään ja lisätään vähitellen 100 ml vettä. Sekoitetaan ja siirretään kolvin sisältö 500 ml:n mittapulloon. Täytetään vedellä. Sekoitetaan. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan.

7.1.2.4 Liuoksen analysoiminen

Tislauslaitteiston (5.1) pulloon siirretään pipetillä liuosta määrä, jossa on korkeintaan 100 mg tyyppiä. Laimennetaan tislattulla vedellä, kunnes liuosta on noin 350 ml, lisätään muutamia kiehumakiviä (4.28), liitetään pullo tislauslaitteistoon ja jatketaan määrittystä kohdassa 7.1.1.2 kuvatulla tavalla.

7.1.2.5 Nollakoe

Ks. 7.1.1.3.

7.1.2.6 Tuloksen ilmoittaminen

$$\% N = \frac{(a - A) \times 0.28}{M}$$

jossa

a = nollakokeessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, kun laitteiston keräysastiaan (5.1) pipetoitiin 50 ml 0,2-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.8),

A = millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, joka kului analyysissä,

M = kohdassa 7.1.2.4 pipetoidun näytteen massa grammoina

7.2 Liukoisen typen muodot

7.2.1 Analyysiliuoksen valmistaminen

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 10 g näytettä ja pannaan se 500 ml:n mittapulloon.

7.2.1.1 Lannoitteet, jotka eivät sisällä syanamidityppeä

Pulloon lisätään 50 ml vettä ja 20 ml laimennettua suolahappoa (4.13). Sekoitetaan ja annetaan seistä, kunnes hiilidioksidin muodostuminen päättyy. Sitten lisätään 400 ml vettä ja sekoitetaan pyörivässä ravistimessa (5.4) puoli tuntia. Täytetään vedellä merkkiin, sekoitetaan ja suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan.

7.2.1.2 Lannoitteet, jotka sisältävät syanamidityppeä

Pulloon lisätään 400 ml vettä ja muutama tippa metyyliipunaa (4.29.2). Tarvittaessa liuos tehdään happamaksi etikkahapolla (4.14). Lisätään 15 ml etikkahappoa (4.14). Sekoitetaan pyörivässä ravistimessa (5.4) kaksi tuntia. Tarvittaessa liuos tehdään uudelleen happamaksi toimenpiteen aikana etikkahapolla (4.14). Täytetään vedellä merkkiin, sekoitetaan, suodatetaan välittömästi kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan ja määritetään syanamidityppi välittömästi.

Molemmissa tapauksissa typen eri liukenevat muodot määritetään liuoksen valmistuspäivänä aloittaen syanamiditypeistä ja ureatyypeistä, jos niitä on näytteessä.

7.2.2 Liukoisen typen kokonaismäärä:

7.2.2.1 Näytteet, joissa ei ole nitraatteja

Pipetoidaan 300 ml:n kjeldahlkolviin suodosta (7.2.1.1 tai 7.2.1.2), joka sisältää enintään 100 mg typpeä. Lisätään 15 ml väkevää rikkihappoa (4.12), 0,4 g kuparioksidia tai 1,25 g kuparisulfaattia (4.27) ja muutamia kiehumakiviä (4.28). Lämmitetään ensin varovasti, jotta hajoaminen alkaa, ja sitten korkeammassa lämpötilassa, kunnes liuos muuttuu värittömäksi tai hailakan vihertäväksi ja nesteestä nousee selvästi valkoista höyryä. Jäähdyttämisen jälkeen liuos siirretään kvantitatiivisesti tislaukspulloon ja laimennetaan vedellä, kunnes liuosta on noin 500 ml, ja lisätään muutamia kiehumakiviä (4.28). Pullo liitetään tislauslaitteistoon (5.1) ja määrittämistä jatketaan kohdassa 7.1.1.2 kuvatulla tavalla.

7.2.2.2 Näytteet, joissa on nitraatteja

Siirretään 500 ml:n erlenmeyerpulloon täyspipetillä suodosta (7.2.1.1 tai 7.2.1.2), joka sisältää korkeintaan 40 mg nitraattityppeä. Tässä analyysivaiheessa typen kokonaismäärä ei ole tärkeä. Lisätään 10 ml 30-prosenttista rikkihappoa (4.15) ja 5 g pelkistettyä rautaa ja erlenmeyerpullo peitetään välittömästi kellonlasilla. Lämmitetään varovasti, kunnes reaktio on tasainen, mutta ei voimakas. Tässä vaiheessa lämmittäminen lopetetaan ja pullon annetaan seistä ainakin kolme tuntia huoneen lämpötilassa. Neste siirretään veden kanssa kvantitatiivisesti 250 ml:n mittapulloon lukuun ottamatta liukenematonta rautaa – täytetään vedellä merkkiin asti. Sekoitetaan kunnolla ja 300 ml:n kjeldahlkolviin siirretään täyspipetillä liuosta, joka sisältää korkeintaan 100 mg typpeä. Lisätään 15 ml väkevää rikkihappoa (4.12), 0,4 g kuparioksidia tai 1,25 g kuparisulfaattia (4.27) ja muutamia kiehumakiviä (4.28). Ensin lämmitetään varovasti niin, että hajoaminen alkaa, ja sitten korkeammassa lämpötilassa, kunnes neste muuttuu värittömäksi tai hailakan vihertäväksi ja näkyy selvästi valkoista höyryä. Liuoksen jäähdyttyä liuos siirretään kvantitatiivisesti tislaukspulloon ja laimennetaan vedellä 500 ml:ksi sekä lisätään muutamia kiehumakiviä (4.28). Pullo liitetään tislauslaitteistoon (5.1) ja määrittystä jatketaan kohdassa 7.1.1.2 kuvatulla tavalla.

7.2.2.3 Nollakoe

Ks. 7.1.1.3.

7.2.2.4 Tuloksen ilmoittaminen

$$\% N = \frac{(a - A) \times 0.28}{M}$$

jossa

a = nollakokeessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, kun laitteiston keräysastiaan (5.1) pipetoitiin 50 ml 0,2-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.8),

A = analyysissä kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä,

M = kohdassa 7.2.2.1 tai 7.2.2.2 pipetoidun näytteen massa grammoina.

7.2.3 Liukoisen typen kokonaismäärä lukuun ottamatta nitraattitypeä

Siirretään 300 ml:n kjeldahlkolviin täyspipetillä suodosta (7.2.1.1 tai 7.2.1.2), joka sisältää enintään 50 mg määritettävää tyyppiä. Laimennetaan vedellä, kunnes liuosta on 100 ml, lisätään 5 g ferrosulfaattia (4.16), 20 ml väkevää rikkihappoa (4.1) ja kiehumakiviä (4.28). Lämmitetään ensin varovasti ja lisätään sitten lämpöä, kunnes nesteestä nousee valkoista höyryä. Hajotusta jatketaan 15 minuuttia. Lämmittäminen lopetetaan, lisätään kuparioksidi (4.27) katalysaattoriksi ja näyte pidetään lämpötilassa, jossa syntyy valkoista höyryä vielä 10–15 minuuttia. Jäähdyttämisen jälkeen kjeldahlkolvin sisältö siirretään kvantitatiivisesti laitteiston (5.1) tislaukspulloon. Laimennetaan veteen niin, että liuosta on 500 ml, ja lisätään muutamia kiehumakiviä (4.28). Pullo liitetään tisluslaitteistoon ja määrittämistä jatketaan kohdassa 7.1.1.2 kuvatulla tavalla.

7.2.3.1 Nollakoe

Ks. 7.1.1.3.

7.2.3.2 Tuloksen ilmoittaminen

$$\% N = \frac{(a - A) \times 0.28}{M}$$

jossa

a = nollakokeessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, kun laitteiston keräysastiaan (5.1) pipetoitiin 50 ml 0,2-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.8),

A = analyysissä kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä,

M = määrittystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

7.2.4 Nitraattityppi

7.2.4.1 Näytteet, joissa ei ole kalsiumsyanaemia

Saadaan vähentämällä keskenään kohdissa 7.2.2.4 ja 7.2.3.2 saadut tulokset ja/tai kohdassa 7.2.2.4 saatu tulos sekä kohdissa 7.2.5.2 tai 7.2.5.5 ja 7.2.6.3 tai 7.2.6.5 tai 7.2.6.6 saatujen tulosten summa.

7.2.4.2 Näytteet, joissa on kalsiumsyanaemia

Saadaan vähentämällä keskenään kohdissa 7.2.2.4 ja 7.2.3.2 saadut tulokset sekä kohdassa 7.2.2.4 saatu tulos ja kohdassa 7.2.5.5 ja kohdassa 7.2.6.3 tai 7.2.6.5 tai 7.2.6.6 sekä kohdassa 7.2.7 saatujen tulosten summa.

7.2.5 Ammoniumtyppi

7.2.5.1 Vain näytteet, joissa on ammoniumtyppiä sekä ammonium- ja nitraattityppiä

Tisluslaitteiston (5.1) pulloon siirretään täyspipetillä suodoksesta (7.2.1.1) näyte, joka sisältää enintään 100 mg ammoniumtyppiä. Lisätään vettä niin, että kokonaistilavuudeksi tulee noin 350 ml, ja lisätään myös muutamia kiehumakiviä (4.28) nopeuttamaan kiehumista. Pullo liitetään tisluslaitteistoon, lisätään 20 ml natriumhydroksidiliuosta (4.9) ja tislataan kohdassa 7.1.1.2 kuvatulla tavalla.

7.2.5.2 Tuloksen ilmoittaminen

$$\% N = \frac{(a - A) \times 0.28}{M}$$

jossa

a = nollakokeessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, kun laitteiston keräysastiaan (5.1) pipetoitiin 50 ml 0,2-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.8),

A = analyysissä kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä,

M = määrittystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

7.2.5.3 Näytteet, joissa on ureaa ja/tai syanamidityppeä

Laitteiston (5.2) kuivaan pulloon siirretään täyspipetillä näyte suodoksesta (7.2.1.1 tai 7.2.1.2), joka sisältää enintään 20 mg ammoniumtyypeä. Tämän jälkeen kootaan laitteisto. Pipetoidaan 300 ml:n erlenmeyerpulloon 50 ml 0,1-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.17) ja niin paljon tislattua vettä, että nesteen pinta on noin 5 cm syöttöputken suun yläpuolella. Reaktiopullon sivukaulan kautta kaadetaan tislattua vettä niin, että tilavuudeksi tulee noin 50 ml. Sekoitetaan. Ilmastamisen aikana esiintyvän vaahtoamisen välttämiseksi lisätään muutama tippa oktyylialkoholia (4.18). Liuoksesta tehdään tämän jälkeen emäksistä 50 ml:lla kylästettyä kaliumkarbonaattiliuosta (4.19) ja kylmästä suspensiosta näin vapautuvan ammoniakkin erottaminen aloitetaan välittömästi. Tähän tarkoitukseen tarvittava voimakas ilmavirta (virtaus noin kolme litraa minuutissa) puhdistetaan etukäteen ohjaamalla se laimennettua rikkihappoa ja laimennettua natriumhydroksidia sisältävien pesupullojen kautta. Paineilman käyttämisen sijasta voidaan myös työskennellä tyhjiössä (vesipumppu), mikäli sisäänvirtausputki on liitetty riittävän ilmatiiviisti ammoniakkin keräysastiaan. Ammoniakki on yleensä poistunut kokonaan kolmen tunnin kuluttua. Kannattaa kuitenkin varmistaa asia vaihtamalla keräyspullo. Kun toimenpide on valmis, pullo irrotetaan laitteistosta, putken kärki ja pullon seinämät huuhdellaan vähäisellä määrällä tislattua vettä. Happoylimäärä titraataan 0,1-molaarisella natriumhydroksidin standardiliuoksella (4.20), kunnes indikaattori muuttuu harmaaksi (4.29.1).

7.2.5.4 Nollakoe

Ks. 7.1.1.3.

7.2.5.5 Tuloksen ilmoittaminen

$$\% \text{ N (ammonium-N)} = \frac{(a - A) \times 0.14}{M}$$

jossa

a = nollakokeessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,1-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, kun laitteiston (5.2) 300 ml:n erlenmeyerpulloon pipetoitiin 50 ml 0,1-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.17),

A = analyysissa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,1-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä,

M = määrittystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

7.2.6 Ureatyppi

7.2.6.1 Ureaasimenetelmä

500 ml:n mittapulloon siirretään täyspipetillä suodosta (7.2.1.1 tai 7.2.1.2), joka sisältää enintään 250 mg ureatyyppiä. Fosfaattien saostamiseksi lisätään hieman kyllästettyä bariumhydroksidiliuosta (4.21), kunnes saostumista ei enää esiinny. Poistetaan tämän jälkeen loput bariumionit (ja kaikki liuenneet kalsiumionit) 10-prosenttisen natriumkarbonaattiliuoksen avulla (4.22).

Annetaan laskeutua ja tarkistetaan, onko saostuminen tapahtunut täydellisesti. Täytetään merkkiin saakka, sekoitetaan ja suodatetaan poimutetun suodattimen läpi. 50 ml suodosta pipetoidaan laitteiston (5.3) 300 ml:n erlenmeyerpulloon. Suodos tehdään happamaksi 2-molaarisella suolahapolla (4.23), kunnes pH-arvoksi saadaan pH-mittarilla (5.5) mitattuna 3.0 pH-arvo nostetaan tämän jälkeen 5,4:ään 0,1-molaarisella natriumhydroksidilla (4.20).

Ammoniakin hävikin välttämiseksi erlenmeyerpullo suljetaan ureaasilla hajottamisen ajaksi tulpalla, jossa on erotussuppilo ja pieni kuplaloukku, joka sisältää tarkalleen 2 ml 0,1-molaarista suolahapon standardiliuosta (4.24). Erotussuppilon kautta kaadetaan 20 ml ureaasiluosta (4.25) ja liuoksen annetaan olla tunnin ajan 20–25 °C:n lämpötilassa. Sitten pipetoidaan 25 ml 0,1-molaarista suolahapon standardiliuosta (4.24) erotussuppiloon, annetaan sen valua liuokseen ja huuhdellaan sitten pienellä vesimäärällä. Samalla tavalla siirretään suoja-astian sisältö kvantitatiivisesti erlenmeyerpullosta olevaan liuokseen. Happoylimäärä titraataan 0,1-molaarisella natriumhydroksidin standardiliuoksella (4.20), kunnes pH-arvoksi pH-mittarilla mitattuna saadaan 5.4.

7.2.6.2 Nollakoe

Ks. 7.1.1.3.

7.2.6.3 Tuloksen ilmoittaminen

$$\% \text{ N (urea)} = \frac{(a - A) \times 0,14}{M}$$

jossa

a = Nollakokeessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,1-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, kun nollakoe suoritettiin tarkalleen samoissa olosuhteissa kuin analyysi,

A = analyysissa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,1-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä,

M = määrittystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

H u o m a u t u s :

- 1) Bariumhydroksidi- ja natriumkarbonaattiliuksilla saostamisen jälkeen täytetään merkkiin saakka, suodatetaan ja neutraloidaan mahdollisimman nopeasti.
- 2) Titrauskoe voidaan suorittaa myös indikaattorin (4.29.2) kanssa, mutta päätepipettä on silloin vaikeampi havaita.

7.2.6.4 Gravimetrinen menetelmä ksanthydroliilla

250 ml:n dekantterilasiin siirretään tarkkuuspipetillä suodosta (7.2.1.1 tai 7.2.1.2), joka sisältää enintään 20 mg ureaa. Lisätään 40 ml etikkahappoa (4.14). Sekoitetaan lasisauvalla minuutin ajan ja annetaan mahdollisen sakan laskeutua viisi minuuttia. Suodatetaan tasaisella alustalla 100 ml:n dekantterilasiin, pestään useilla millilitroilla etikkahappoa (4.14), lisätään sitten suodokseen tipoitain 10 ml ksanthydroliä (4.26) jatkuvasti lasisauvalla sekoittaen. Annetaan laskeutua, kunnes näkyy sakkaa, jolloin sekoitetaan jälleen yhden tai kahden minuutin ajan. Annetaan seistä puolitoista tuntia. Suodatetaan alentaen hieman painetta lasisen suodatinupokkaan läpi, joka on kuivattu ja punnittu; pestään kolme kertaa 5 ml:lla etanolia (4.31) yrittämättä poistaa kaikkea etikkahappoa. Pannaan uuniin ja pidetään 130 °C:n lämpötilassa tunnin ajan (lämpötila ei saa nousta yli 145 °C:n). Annetaan jäähtyä kuivauskaapissa ja punnitaan.

7.2.6.5 Tuloksen ilmoittaminen

$$\% \text{ urea N} + \text{biureetti} = \frac{6,67 \times m_1}{M_2}$$

jossa

m₁ = saadun sakan massa grammoina,

M₂ = määrittystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

Tulos korjataan nollakokeesta saadulla arvolla. Biureetti voidaan yleensä mitata urean typen mukana, ilman että siitä aiheutuu suurtakaan virhettä, sillä sen absoluuttinen määrä on pieni moniravinteisissa lannoitteissa.

7.2.6.6 Erotusmenetelmä

Urean tyyppi voidaan laskea myös seuraavan taulukon mukaan:

Tapaus	Nitraatti-N	Ammonium-N	Syanamidi-N	Urea-N
1	Ei	On	On	(7.2.2.4) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
2	On	On	On	(7.2.3.2) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
3	Ei	On	Ei	(7.2.2.4) – (7.2.5.5)
4	On	On	Ei	(7.2.3.2) – (7.2.5.5)

7.2.7 Syanamidityppi

Pipetoidaan suodoksesta (7.2.1.2) määrä, joka sisältää 10–30 mg syanamidityppeä, ja pannaan se 250 ml:n dekantterilasiin. Analyysia jatketaan menetelmän 2.4 mukaan.

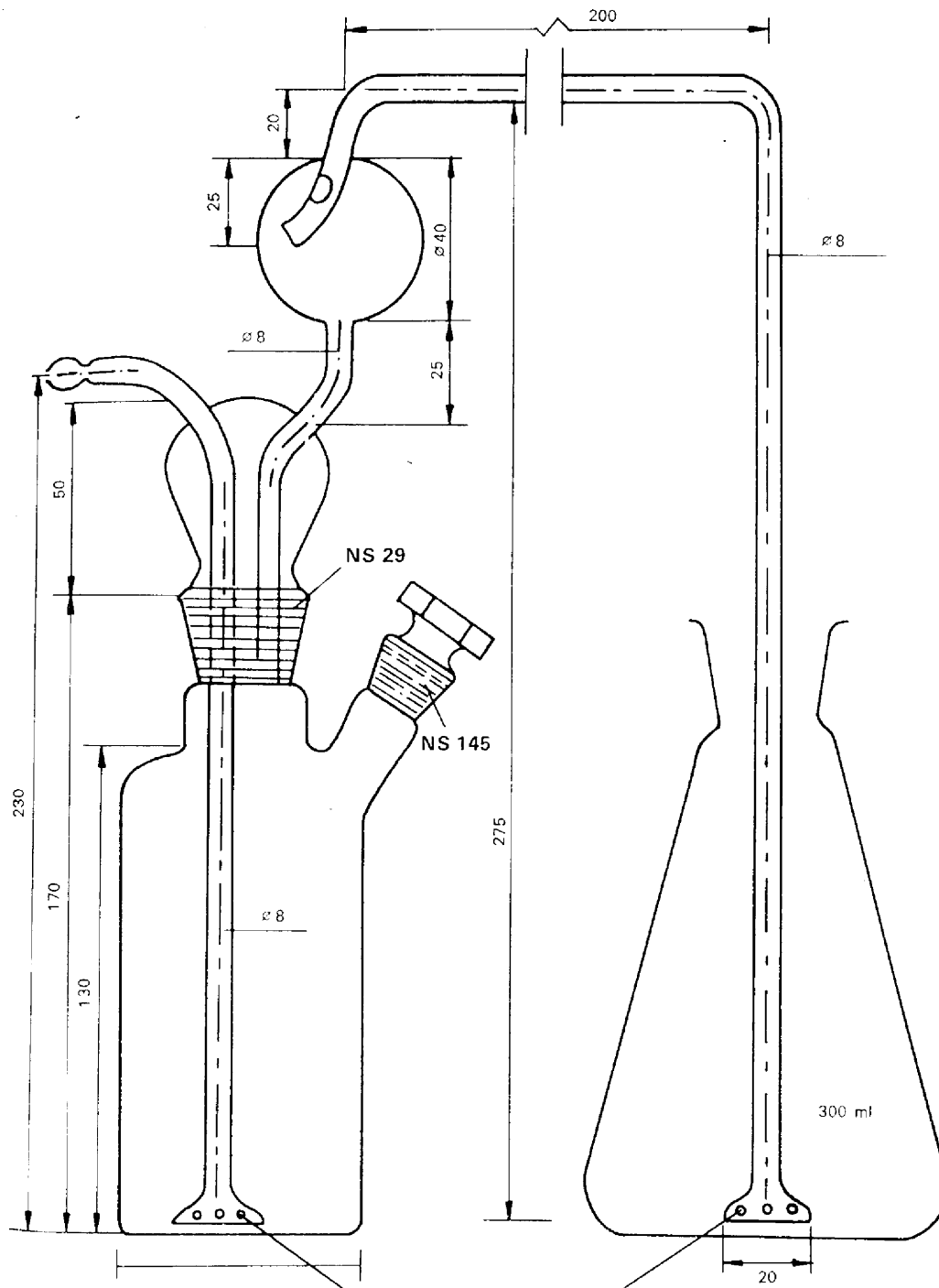
8. **Tulosten varmistaminen**

8.1 Tietyissä tapauksissa voi punnitusta näytteestä suoraan saadun typen kokonaismäärässä (7.1) ja liukaisen typen kokonaismäärässä (7.2.2) olla ero. Ero ei kuitenkaan saa olla suurempi kuin 0,5 %. Jos näin kuitenkin on, lannoite sisältää sellaisia liukenemattoman typen muotoja, joita ei ole liitteen I luettelossa.

8.2 Ennen jokaista analyysia on tarkistettava, että laitteisto toimii kunnolla ja että menetelmää sovelletaan oikein, käyttämällä standardiliuosta, joka sisältää eri tyypimuotoja samassa suhteessa kuin analysoitava näyte. Tämä standardiliuos valmistetaan kaliumtiosyanaatin (4.3), kaliumnitraatin (4.4), ammoniumsulfaatin (4.5) ja urean (4.6) standardiliuksista.

Kuvio 6

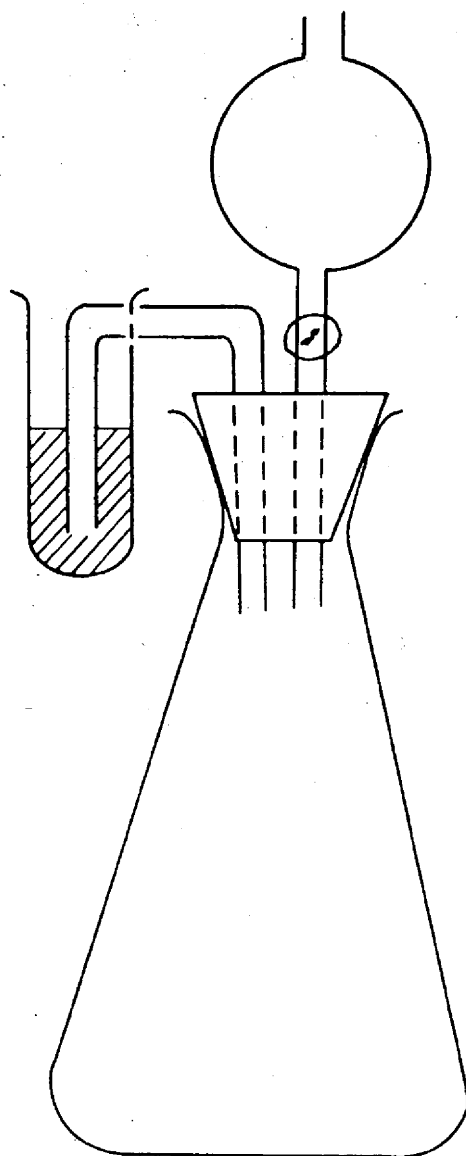
Laite ammoniumtypen määrittystä varten (7.2.5.3)



Kuusi aukkoa, joiden läpimitta on 1 mm

Kuvio 7

Laite ureatypen määrittystä varten (7.2.6.1)



Menetelmä 2.6.2

Eri typpimuotojen määrittäminen lannoitteista, jotka sisältävät typpeä ainoastaan nitraatti-, ammonium- ja ureatypen muodossa**1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään yksinkertaistettu menetelmä eri typpimuotojen määrittämiseksi lannoitteista, jotka sisältävät typpeä ainoastaan nitraatti-, ammonium- ja ureatypenä.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää voidaan soveltaa kaikkiin liitteessä I lueteltuihin lannoitteisiin, jotka sisältävät pelkästään nitraatti-, ammonium- tai ureatyppeä.

3. Periaate

Yhdestä näyteliuksesta otetuille osanäytteille tehdään seuraavat määrittäykset:

3.1 Liukoisien typen kokonaismäärä:

3.1.1 jos näytteessä ei ole nitraatteja, suoralla kjeldahlpoltolla

3.1.2 jos näytteessä on nitraatteja, kjeldahlpoltolla sen jälkeen, kun liuos on pelkistetty Ulschin menetelmällä. Ammoniikki määritetään kummassakin tapauksessa menetelmän 2.1 mukaisesti

3.2 Liukoinen kokonaistyyppi nitraattityppeä lukuun ottamatta kjeldahlpoltolla, kun nitraattityppi on poistettu ferrosulfaattilla. Ammoniikki määritetään menetelmän 2.1 mukaisesti

3.3 Nitraattityppi 3.1.2 ja 3.2 kohtien välisellä erotuksella tai liukoisien kokonaistypen (3.1.2) sekä ammoniumtypen ja ureatypen (3.4 + 3.5) summan välisellä erotuksella

3.4 Ammoniumtyppi kylmätislauksella, kun liuos on ensin tehty heikosti emäksiseksi. Ammoniakkia syntyy rikkihappoliuoksessa, ja se määritetään menetelmän 2.1 mukaisesti

3.5 Ureatyyppi joko:

3.5.1 ureaasia käyttäen muuttamalla se ammoniakiksi, joka määritetään titraamalla suolahapon standardiliuoksella

3.5.2 gravimetrisesti ksanthydrolia käyttäen. Saostettu biureetti voidaan määrittää yhdessä ureatypen kanssa varsin tarkasti. Sen pitoisuus on yleensä pieni moniravinteisissa lannoitteissa

3.5.3 erotuksena seuraavan taulukon mukaisesti:

Tapaus	Nitraattityppi	Ammoniumtyppi	Urea-N
1	Ei	On	(3.1.1) – (3.4)
2	On	On	(3.2) – (3.4)

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi

4.1 Kaliumsulfaatti, analyysia varten

4.2 Rauta, analyysia varten, vedyllä pelkistettyä (tietyn rautamäärän on pelkistettävä vähintään 50 mg nitraattityppeä)

4.3 Kaliumnitraatti, analyysia varten

4.4 Ammoniumsulfaatti, analyysia varten

4.5 Urea, analyysia varten

4.6 Rikkihappoliuos: 0,2 mol/l

4.7 Väkevä natriumhydroksidiliuos: noin 30-prosenttinen (paino/tilavuus) NaOH-vesiliuos, ammoniakkivapaa

- 4.8 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos: 0,2 mol/l, karbonaatiton
- 4.9 Rikkihappotiheys (tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml)
- 4.10 Laimennettu suolahappo: yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) sekä yksi tilavuusosa vettä
- 4.11 Etikkahappo: 96–100-prosenttinen
- 4.12 Rikkihappoliuos, noin 30-prosenttinen H₂SO₄ (paino/tilavuus), ammoniakkipapaa
- 4.13 Ferrosulfaatti: kiteinen FeSO₄ · 7H₂O
- 4.14 Titrattu rikkihappoliuos: 0,1 mol/l
- 4.15 Oktyylialkoholi
- 4.16 Kyllästetty kaliumkarbonaattiliuos
- 4.17 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos: 0,1 mol/l
- 4.18 Kyllästetty bariumhydroksidiliuos
- 4.19 Natriumkarbonaattiliuos: 10-prosenttinen (paino/tilavuus)
- 4.20 Suolahappo: 2 mol/l
- 4.21 Suolahappoliuos: 0,1 mol/l
- 4.22 *Ureaasiliuos*
Tehdään suspensio, jossa on 0,5 g aktiivista ureaasia 100 ml:ssa tislattua vettä, käyttämällä 0,1-molaarista suolahappoa (4.21) ja säädetään pH-mittarilla mitaten pH-arvoksi 5,4
- 4.23 *Ksanthydrol*
5-prosenttinen liuos etanolissa tai metanolissa (4.28). Ei saa käyttää valmisteita, joista syntyy runsaasti liukenematonta ainesta. Huolellisesti suljetussa pullossa liuosta voidaan säilyttää kolme kuukautta pimeässä.
- 4.24 *Katalysaattori*
Kuparioksidi (CuO): 0,3–0,4 g määritystä kohti tai vastaava määrä kuparisulfaattia 5H₂O 0,95–1,25 g määritystä kohti.
- 4.25 Kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu
- 4.26 *Indikaattoriliuokset*
- 4.26.1 *Seosindikaattori*
Liuos A: Liuotetaan 1 g metyyliipunaa 37 ml:aan 0,1-molaarista natriumhydroksidiliuosta ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.
Liuos B: Liuotetaan 1 g metyleenisinistä veteen ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 1 litra.
Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.
Tämä indikaattori on violetti happamassa liuoksessa, harmaa neutraalissa liuoksessa ja vihreä emäksisessä liuoksessa. Indikaattoria käytetään 0,5 ml (10 tippaa).
- 4.26.2 *Metyyliipunaindikaattoriliuos*
Liuotetaan 0,1 g metyyliipunaa 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia. Lisätään vettä, kunnes liuosta on yhteensä 100 ml ja suodatetaan tarvittaessa. Tätä indikaattoria voidaan käyttää (4–5 tippaa) edellisessä kohdassa mainitun indikaattorin sijasta.
- 4.27 *Indikaattoripapereita*
Lakmus, bromotymolisininen (tai muut paperit, jotka ovat herkkiä pH-arvoilla 6–8)
- 4.28 Etanoli tai metanoli: 95-prosenttinen (paino/tilavuus)

5. Välineistö

5.1 Tislauslaitteisto

Ks. menetelmä 2.1.

5.2 Ammoniumtyypen (7.5.1) määrittämislaite

Ks. menetelmä 2.6.1 ja kuvio 6.

5.3 Laite ureatypen määrittämiseksi ureaasimenetelmällä (7.6.1)

Ks. menetelmä 2.6.1 ja kuvio 7.

5.4 Pyörivä ravistin (35–40 kierrosta minuutissa)

5.5 pH-mittari

5.6 Lasivälineet:

- 2, 5, 10, 20, 25, 50 ja 100 ml:n täyspipetit,
- 300 ja 500 ml:n pitkäkaulaiset kjeldahlkolvit,
- 100, 250, 500 ja 1 000 ml:n mittalasit,
- sintratut lasiupokkaat, huokoisuustiheys 5–15 µm,
- huhmare.

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Analyysiliuoksen valmistaminen

Punnitaan 1 mg:n tarkkuudella 10 g näytettä ja siirretään se 500 ml:n mittapulloon. Lisätään 50 ml vettä ja sitten 20 ml laimennettua suolahappoa (4.10). Ravistetaan. Annetaan seistä, kunnes CO₂:ta ei enää muodostu. Lisätään 400 ml vettä, sekoitetaan puoli tuntia, täytetään pullo vedellä, homogenisoidaan ja suodatetaan kuivalla suodattimella kuivaan astiaan.

7.2 Kokonaistyyppi

7.2.1 Jos näytteessä ei ole nitraatteja

Pipetoidaan 300 ml:n kjeldahlkolviin suodosta (7.1), joka sisältää enintään 100 mg N. Lisätään 15 ml väkevää rikkihappoa (4.9), 0,4 g kuparioksidia tai 1,25 g kuparisulfaattia (4.24) sekä muutama lasihelmi kiehumisen säatelemiseksi. Lämmitetään ensin hitaasti, jotta reaktio saataisiin alkamaan, ja sitten korkeamassa lämpötilassa, kunnes neste muuttuu värittömäksi tai hieman vihertäväksi ja nesteestä nousee valkoista höyryä. Jäähdyttämisen jälkeen liuos siirretään tislaukolviin, laimennetaan vedellä 500 ml:ksi ja lisätään muutama kiehumakivi (4.25). Kolvi liitetään tisluslaitteistoon (5.1) ja määrittäminen suoritetaan 7.1.1.2 kohdan, menetelmän 2.6.1 mukaisesti.

7.2.2 Jos näytteessä on nitraatteja

Pipetoidaan 500 ml:n erlenmeyerpulloon suodosannos (7.1), joka sisältää alle 40 mg nitraattityyppiä. Analyysin tässä vaiheessa typen (N) kokonaismäärällä ei ole merkitystä. Lisätään 10 ml 30-prosenttista rikkihappoa (4.12) ja 5 g pelkistettyä rautaa (4.2) ja peitetään erlenmeyerpullo välittömästi kellonlasilla. Kuumennetaan hiukan, kunnes reaktio voimistuu mutta ei kuitenkaan muutu kiivaaksi. Kuumentaminen lopetetaan ja liuos jätetään vähintään 3 tunniksi huoneen lämpötilaan. Siirretään neste kvantitatiivisesti 250 ml:n mittalasiin siten, ettei liukenematonta rautaa oteta mukaan. Täytetään vedellä merkkiin. Sekoitetaan huolellisesti. Pipetoidaan liuosta määrä, joka sisältää enintään 100 mg typpeä (N), 300 ml:n kjeldahlkolviin. Lisätään 15 ml väkevää rikkihappoa (4.9), 0,4 g kuparioksidia tai 1,25 g kuparisulfaattia (4.24) ja muutama kiehumakivi kiehumisen kontrolloimiseksi. Lämmitetään ensin hitaasti, jotta reaktio saataisiin alkamaan, ja sen jälkeen korkeammassa lämpötilassa, kunnes neste muuttuu värittömäksi tai hieman vihertäväksi ja nesteestä nousee valkoista höyryä. Jäähdyttämisen jälkeen siirretään liuos kvantitatiivisesti tislaukolviin, laimennetaan vedellä 500 ml:ksi ja lisätään muutama kiehumakivi (4.25). Kolvi liitetään tisluslaitteistoon (5.1) ja määrittäminen suoritetaan 7.1.1.2 kohdan, menetelmän 2.6.1 mukaisesti.

7.2.3 Nollakoe

Nollakoe tehdään (ilman näytettä) samoissa olosuhteissa ja sen tulosta käytetään lopullista tulosta laskettaessa.

7.2.4 Tuloksen ilmoittaminen

$$\% \text{ N (kokonais - N) } = \frac{(a - A) \times 0.28}{M}$$

jossa

a = nollakokeen titrauksessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarinen natrium- tai kaliumhydroksidiliuos (4.8), kun laitteiston keräysastiaan pipetoitiin 50 ml titrattua 0,2-molaarista rikkihappoliuosta (4.6),

A = analyysiä varten tehdyssä titrauksessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarinen natrium- tai kaliumhydroksidiliuos (4.8),

M = näytteen massa grammoina (7.2.1 tai 7.2.2).

7.3 Kokonaistyyppi lukuun ottamatta nitraattityppeä

7.3.1 Analyysi

Pipetoidaan 300 ml:n kjeldahlkolviin suodosta (7.1), joka sisältää enintään 50 mg määritettävää tyyppiä. Laimennetaan vedellä niin että lopullinen tilavuus on 100 ml, lisätään 5 g ferrosulfaattia (4.13), 20 ml väkevää rikkihappoa (4.9) sekä muutama lasihelmi kiehumisen säätämiseksi. Kuumennetaan ensin hitaasti ja sen jälkeen korkeammassa lämpötilassa, kunnes nesteestä alkaa nousta valkoista höyryä. Reaktiota jatketaan 15 minuuttia. Kuumentaminen lopetetaan ja 0,4 g kuparioksidia tai 1,25 g kuparisulfaattia (4.24) lisätään katalyytiksi. Kuumentamista jatketaan, kunnes nesteestä on noussut valkoista höyryä 10–15 minuutin ajan. Jäähdyttämisen jälkeen liuos siirretään kjeldahlkolvista kvantitatiivisesti tislaukolviin (5.1). Laimennetaan vedellä 500 ml:ksi ja lisätään muutama kiehumakivi (4.2). Kolvi liitetään tisluslaitteistoon (5.1) ja määrittämistä jatketaan 7.1.1.2 kohdan, menetelmän 2.6.1 mukaisesti.

7.3.2 Nollakoe

Ks. 7.2.3.

7.3.3 Tuloksen ilmoittaminen

$$\% \text{ N (kokonais - N) } = \frac{(a - A) \times 0,28}{M}$$

jossa

a = nollakokeen titrauksessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarinen natrium- tai kaliumhydroksidiliuos (4.8), kun laitteiston keräysastiaan pipetoitiin 50 ml titrattua 0,2-molaarista rikkihappoliuosta (4.6),

A = analyysiä varten tehdyssä titrauksessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarinen natrium- tai kaliumhydroksidiliuos (4.8),

M = määrityksessä käytetyn näytteen massa grammoina.

7.4 Nitraattityppi

Sadaan laskemalla seuraavien kohtien tulosten erotus:

$$7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.3)$$

tai

$$7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.5)$$

tai

$$7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.6)$$

7.5 Ammoniumtyyppi

7.5.1 Analyysi

Pipetoidaan kuivaan lasiin (5.2) suodosta (7.1), joka sisältää enintään 20 mg ammoniumtyyppiä. Kootaan laitteisto. Siirretään pipetillä 300 ml:n erlenmeyerpulloon 50 ml titrattua 0,1-molaarista rikkihappoliuosta (4.14) sekä niin paljon tislattua vettä, että nesteen pinta ulottuu noin 5 cm sisäänpanoputken aukon yläpuolelle. Reaktiopullon sivulla olevasta kaulasta lisätään tislattua vettä niin että liuoksen kokonaismäärä on noin 50 ml. Ravistetaan. Kaasuvirran lisäämisen yhteydessä lisätään useita tippoja oktyylialkoholia (4.15), jotta vaahtoa ei muodostuisi. Lisätään 50 ml kyllästettyä kaliumkarbonaattiliuosta (4.16) ja aloitetaan kylmästä suspensiosta vapautuneen ammoniakkin poistaminen välittömästi. Tähän tarkoitukseen tarvittava voimakas ilmavirta (virtaus noin kolme litraa minuutissa) puhdistetaan etukäteen ohjaamalla se laimennettua rikkihappoa ja laimennettua natriumhydroksidia sisältävien pesupullojen kautta. Paineilman sijasta voidaan käyttää tyhjiötä (vesi-imupumppu), mikäli laitteen liitokset ovat ilmatiiviit.

Ammoniikki on tavallisesti poistunut kolmen tunnin kuluessa.

Tämä kannattaa kuitenkin varmistaa käyttämällä toista erlenmeyerpulloa. Kun prosessi on päättynyt, erlenmeyerpullo irrotetaan laitteesta ja sisäänpanoputken pää sekä erlenmeyerpullon seinämät huuhdotaan pienellä määrällä tislattua vettä. Ylimääräinen happo titrataan 0,1-molaarisella natriumhydroksidin standardiliuoksella (4.17).

7.5.2 Nollakoe

Ks. 7.2.3.

7.5.3 Tuloksen ilmoittaminen

$$\% \text{ N (ammonium - N) } = \frac{(a - A) \times 0.14}{M}$$

jossa

a = Nollakokeen titrauksessa kulunut 0,2-molaarinen millilitroina ilmoitettu natrium- tai kaliumhydroksidiliuos (4.17), kun laitteiston (5.2) 300 ml:n erlenmeyerpulloon pipetoitiin 50 ml titrattua 0,1-molaarista rikkihappoliuosta (4.14),

A = analyysiä varten tehdyssä titrauksessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,1-molaarinen natrium- tai kaliumhydroksidiliuos (4.17),

M = määrittystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

7.6 Ureatyyppi

7.6.1 Ureaasimenetelmä

Pipetoidaan 500 ml:n mittapulloon suodosta (7.1), joka sisältää enintään 250 mg ureatyyppiä. Fosfaattien saostamiseksi lisätään sopiva määrä kyllästettyä bariumhydroksidiliuosta (4.18), kunnes lisääminen ei enää tuota lisää sakkaa. Ylimääräiset bariumionit (sekä kaikki liuenneet kalsiumionit) poistetaan 10-prosenttisellä natriumkarbonaattiliuoksella (4.19). Annetaan tasaantua ja tarkistetaan, onko saostuminen täydellistä. Täytetään merkkiin asti, homogenisoidaan ja suodatetaan laskostetun suodattimen läpi. Pipetoidaan 50 ml suodosta laitteen 300 ml:n erlenmeyerpulloon (5.3). Tehdään happamaksi 2-molaarisella suolahapolla (4.20) säätämällä pH-arvo 3:een pH-mittarilla mitattuna. Nostetaan pH 5,4:ään 0,1-molaarisella natriumhydroksidilla (4.17). Jotta ammoniakkin menetykseltä vältyttäisiin ureaasilla toimivan hydrolyysin yhteydessä, erlenmeyerpullo suljetaan tulpalla, joka on kiinnitetty tiputussuppiloon ja pieneen suoja-säiliöön, joka sisältää täsmälleen 2 ml 0,1-molaarista suolahappoliuosta (4.21). Lisätään tiputussuppilon kautta 20 ml ureaasiliuosta (4.22). Jätetään kahdeksi tunniksi 20–25 °C:seen. Siirretään pipetillä 25 ml 0,1-molaarista suolahapon standardiliuosta (4.2) tiputussuppiloon, annetaan sen juosta liuokseen ja huuhdotaan sitten pienellä vesimäärällä. Suojasäiliön sisältö siirretään erlenmeyeriin. Happoylimäärä titrataan 0,1-molaarisella natriumhydroksidin standardiliuoksella (4.17), kunnes saavutetaan pH, joka pH-mittarilla mitattuna on 5,4.

Huomautus

1. Bariumhydroksidi- ja natriumkarbonaattiliuoksella saostamisen jälkeen täytetään merkkiin, suodatetaan ja neutraloidaan mahdollisimman nopeasti.
2. Titraus voidaan suorittaa myös käyttämällä indikaattoria (4.26), vaikkakin värin muutos on vaikeampi havaita.

7.6.2 Nollakoe

Ks. 7.2.3.

7.6.3 Tuloksen ilmoittaminen

$$\% \text{ N (ureea) } = \frac{(a - A) \times 0,14}{M}$$

jossa

a = Nollakokeen titrauksessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,1-molaarinen natrium- tai kaliumhydroksidiliuos (4.17), kun nollakoe on tehty täsmälleen samoissa olosuhteissa kuin analyysi,

A = analyysiä varten tehdyssä titrauksessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,1-molaarinen natrium- tai kaliumhydroksidiliuos (4.17),

M = määrittystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

7.6.4 Gravimetrinen menetelmä ksanthydroililla

Pipetoidaan 100 ml:n dekanterilasiin suodosta (7.1), joka sisältää enintään 20 mg ureaa. Lisätään 40 ml etikkahappoa (4.11). Hämmennetään minuutin ajan lasisauvalla. Annetaan sakan laskeutua 5 minuutin ajan. Suodatetaan, pestään muutamalla millilitralla etikkahappoa (4.11) ja lisätään suodokseen 10 ml ksanthydroliä tipoitain (4.23) sekoittaen samalla jatkuvasti lasisauvalla. Jätetään laskeutumaan, kunnes ilmestyy sakkaa, jolloin sekoitetaan uudelleen 1–2 minuutin ajan. Jätetään seisomaan puoleksitoista tunniksi. Suodatetaan kuivattuun ja punnittuun lasiseen suodatinupokkaaseen alentaen hiukan painetta. Pestään kolme kertaa 5 ml:lla etanolia (4.28) pyrkimättä kuitenkaan poistamaan kaikkea etikkahappoa. Siirretään uuniin 130 °C:n lämpötilaan yhdeksi tunniksi; lämpötila ei saa nousta yli 145 °C:seen. Annetaan jäähtyä eksikkaattorissa ja punnitaan.

7.6.5 Tuloksen ilmoittaminen

$$\% \text{ N (urea) } = \frac{6,67 \times m}{M}$$

jossa

m = saadun sakan massa grammoina,

M = määrittystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

Tulos korjataan nollakokeesta saadulla arvolla. Biureetti voidaan yleensä arvioida ureatypen mukana ilman suurta virhettä, koska sen absoluuttinen määrä on pieni moniravinteissa lannoitteissa.

7.6.6 Erotusmenetelmä

Urea-N voidaan laskea myös seuraavan taulukon mukaisesti:

Tapaus	Nitraattityppi	Ammoniumtyppi	Urea-N
1	Ei	On	(7.2.4) – (7.5.3)
2	On	On	(7.3.3) – (7.5.3)

8. Tuloksen varmistaminen

Ennen kunkin analyysin suorittamista tarkistetaan laitteiston toiminta sekä se, että menetelmiä sovelletaan oikein, käyttämällä standardiliuosta, joka sisältää eri tyypimuotoja samansuuruisina määrinä kuin näyte. Tämä standardiliuos valmistetaan kaliumnitraatin (4.3), ammoniumsulfaatin (4.4) ja urean (4.5) titratuista liuoksista.

Menetelmät 3

Fosfori

Menetelmät 3.1

Uuttaminen

Menetelmä 3.1.1

Mineraalihappoihin liukenevan fosforin uuttaminen**1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä mineraalihappoihin liukenevan fosforin määrittämiseksi.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan ainoastaan liitteessä I lueteltuihin fosfaattilannoitteisiin.

3. Periaate

Fosforin uuttaminen lannoitteesta typpihapon ja rikkihapon seoksella.

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi

4.1 Rikkihappo (tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml)

4.2 Typpihappo (tiheys 20 °C:ssa = 1,40 g/ml)

5. Välineistö

Peruslaboratoriolaitteisto

5.1 Vähintään 500 ml:n kjeldahlkolvi tai 250 ml:n pyörökolvi, varustettuna palautusjäähdyttimellä

5.2 500 ml:n mittapullo

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä**7.1 Näyte**

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 2,5 g esikäsiteltyä näytettä, joka pannaan kuivaan kjeldahlkolviin.

7.2 Uuttaminen

Lisätään 15 ml vettä ja sekoitetaan niin, että näyte suspendoituu. Lisätään 20 ml typpihappoa (4.2) sekä varovasti 30 ml rikkihappoa (4.1)

Kun voimakas alkureaktio on ohi, lasin sisältöä keitetään n. 30 minuutin ajan. Annetaan jäähtyä ja lisätään sitten varovasti sekoittaen n. 150 ml vettä. Keittämistä jatketaan 15 minuutin ajan.

Neste jäädytetään täydellisesti ja siirretään kvantitatiivisesti 500 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin asti, sekoitetaan ja suodatetaan kuivan, fosfaatittoman laskossuodattimen läpi. Suodoksen ensimmäinen annos hylätään.

7.3 Määrittäminen

Fosforin määrittäminen suoritetaan menetelmällä 3.2 osasta näin saatua liuosta.

Menetelmä 3.1.2

2-prosenttiseen muurahaishappoon (20 g/l) liukenevan fosforin uuttaminen**1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä 2-prosenttiseen muurahaishappoon (20 g/l) liukenevan fosforin määrittämiseksi.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan ainoastaan pehmeisiin luonnonfosfaatteihin.

3. Periaate

Muurahaishappoon liukeneva fosfori uutetaan erityisolosuhteissa kovien ja pehmeiden luonnonfosfaattien erottamiseksi.

4. Reagenssit**4.1 Muurahaishappo, 2-prosenttinen (20 g/l)**

Huomautus:

82 ml:aan muurahaishappoa (väkevyys 98–100 %; tiheys 20 °C:ssa = 1,22 g/ml) lisätään tislattua vettä, kunnes liuosta on yhteensä 5 litraa.

5. Välineistö

Peruslaboratoriolaitteisto

5.1 500 ml:n mittapullo (esim. Stohmann)**5.2 Pyörivä ravistin (35–40 kierrosta minuutissa)****6. Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä**7.1 Näyte**

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 5 g esikäsiteltyä näytettä, joka pannaan 500 ml:n kuivaan, leveäkaulaiseen Stohmann-mittapulloon.

7.2 Uuttaminen

Lisätään muurahaishappoa 20 (\pm 1) °C:ssa (4.1) pyörittäen pulloa jatkuvasti käsin, kunnes liuos ulottuu 1 cm päähän mittamerkistä, ja täytetään pullo. Pullo suljetaan kumitulpalla ja sitä ravistetaan pyörivässä ravistimessa (5.2) 30 minuutin ajan 20 (\pm 2) °C:ssa.

Liuos suodatetaan kuivan, fosfaatittoman laskossuodattimen läpi kuivaan lasiastiaan. Suodoksen ensimmäinen annos hylätään.

7.3 Määrittäminen

Fosfori määritetään menetelmän 3.2 mukaisesti osasta täysin kirkasta suodosta.

Menetelmä 3.1.3

2-Prosenttiseen sitruunahappoon (20 g/l) liukenevan fosforin uuttaminen**1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä 2-prosenttiseen sitruunahappoon (20 g/l) liukenevan fosforin määrittämiseksi.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan ainoastaan Tuomaskuonan tyypeihin (ks. liite I).

3. Periaate

Fosforin uuttaminen lannoitteesta erityisolosuhteissa 2-prosenttisellä sitruunahappoliuoksella (20 g/l).

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi

4.1 Kiteytetystä sitruunahaposta ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) valmistettu 2-prosenttinen sitruunahappoliuos (20 g/l)

Huomautus:

Sitruunahappoliuoksen väkevyys varmistetaan titraamalla 10 ml sitruunahappoa 0,1-molaarisella natriumhydroksidin standardiliuoksella käyttämällä indikaattorina fenolftaleiinia.

Jos liuos on ohjeen mukaista, standardiliuosta tulisi käyttää 28,55 ml.

5. Välineistö**5.1 Pyörivä ravistin (35–40 kierrosta minuutissa)****6. Näytteen esikäsittely**

Alkuperäinen näyte sekoitetaan huolellisesti homogeenisuuden varmistamiseksi. Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä**7.1 Näyte**

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 5 g esikäsiteltyä näytettä ja pannaan se 600 ml:n kuivaan, riittävän leveäkaulaiseen mittapulloon, jossa nestettä voi ravistaa kunnolla.

7.2 Uuttaminen

Lisätään 500 ± 1 ml sitruunahappoliuosta $20 (\pm 1)$ °C:ssa. Lisättäessä reagenssin ensimmäisiä millilitroja liuosta ravistetaan käsin voimakkaasti, jotta ei syntyisi kokkareita eikä aine tarttuisi seinämiin. Lasi suljetaan kumitulpalla ja sitä ravistetaan pyörivässä ravistimessa (5.1) täsmälleen 30 minuutin ajan $20 (\pm 2)$ °C:ssa.

Liuos suodatetaan välittömästi kuivan, fosfaattoman laskossuodattimen läpi kuivaan lasiastiaan ja suodoksen ensimmäinen 20 ml:n annos hylätään. Suodattamista jatketaan, kunnes on saatu riittävä määrä suodosta fosforin määrittämiseksi.

7.3 Määritys

Fosforiutteen määrittäminen tehdään osasta menetelmän 3.2 mukaisesti saatua liuosta.

Menetelmä 3.1.4**Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin uuttaminen****1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä neutraaliin ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin määrittämiseksi.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan kaikkiin lannoitteisiin, joiden liukoisuus neutraaliin ammoniumsitraattiin on todettu (ks. liite I).

3. Periaate

Fosforin uuttaminen erityisolosuhteissa 65 °C:n lämpötilassa käyttämällä neutraalia ammoniumsitraattiliuosta (pH = 7,0).

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi

4.1 Neutraali ammoniumsitraattiliuos (pH = 7,0)

Liuoksen tulee sisältää 185 g kiteytynyttä sitruunahappoa litraa kohti. Sen ominaispainon tulee olla 1,09 20 °C:ssa ja pH:n 7,0.

Reagenssi valmistetaan seuraavasti:

Liuotetaan 370 g kiteistä sitruunahappoa ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) noin 1,5 litraan vettä ja liuoksesta tehdään lähes neutraali lisäämällä siihen 345 ml ammoniumhydroksidiliuosta (28–29-prosenttista NH_3 :a). Jos NH_3 -pitoisuus on alle 28 %, liuokseen lisätään vastaavasti suurempi määrä ammoniumhydroksidiliuosta ja sitruunahappo liuotetaan pienempään vesimäärään.

Liuos jäädytetään ja tehdään täysin neutraaliksi pitämällä pH-mittarin elektrodeja upotettuna liuoksessa. Ammoniakki lisätään tipoitain (28–29-prosenttinen NH_3) hämmäntäen koko ajan (mekaanisella sekoittajalla), kunnes pH on täsmälleen 7,0 20 °C lämpötilassa. Tässä vaiheessa täytetään astia niin, että nestettä on yhteensä 2 litraa ja pH testataan uudelleen. Reagenssia säilytetään umpinaisessa astiassa ja sen pH tarkastetaan säännöllisin väliajoin.

5. Välineistö

5.1 2 l:n dekantterilasi

5.2 pH-mittari

5.3 200 tai 250 ml:n erlenmeyerpullo

5.4 500 ml:n mittapullot sekä yksi 2 000 ml:n mittapullo

5.5 Vesihaude, joka voidaan säätää termostaatilla 65 °C:seen ja johon kuuluu sopiva sekoitin (ks. kuva 8)

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Näyte

1 g tai 3 g analysoitavaa lannoitetta (ks. asetuksen liitteessä I oleva A ja B jakso) siirretään 200 tai 250 ml:n erlenmeyerpulloon, joka sisältää 100 ml 65 °C:seen kuumennettua ammoniumsitraattiliuosta.

7.2 Liuoksen analysoiminen

Erlenmeyerpullo suljetaan tulpalla ja sitä ravistetaan, jotta lannoite suspendoituisi paakkuuntumatta. Tulppa poistetaan hetkeksi paineen tasaamiseksi, minkä jälkeen erlenmeyerpullo suljetaan uudelleen. Pullo asetetaan vesihauteeseen, joka on säädetty pitämään lasin sisältö täsmälleen 65 °C:ssa, ja se yhdistetään sekoittimeen (ks. kuva 8). Pullossa olevan suspension pinnan tulee sekoittamisen aikana pysyä jatkuvasti vesihauteen vedenpinnan alapuolella⁽¹⁾. Mekaanista sekoittamista säädellään niin että täydellinen suspensio varmistuu.

Kun sekoittamista on jatkettu yhden tunnin ajan, erlenmeyerpullo poistetaan vesihauteesta.

Jäädytetään heti juoksevan veden alla huoneenlämpöiseksi ja siirretään erlenmeyerpullon sisältö välittömästi 500 ml:n mittapulloon vedellä huuhtoen (pesupullo). Täytetään vedellä. Sekoitetaan huolellisesti. Suodetaan kuivan, fosfaatittoman laskossuodattimen (keskinopea) läpi kuivaan dekantterilasiin ja suodoksen ensimmäinen, n. 50 ml:n annos hylätään.

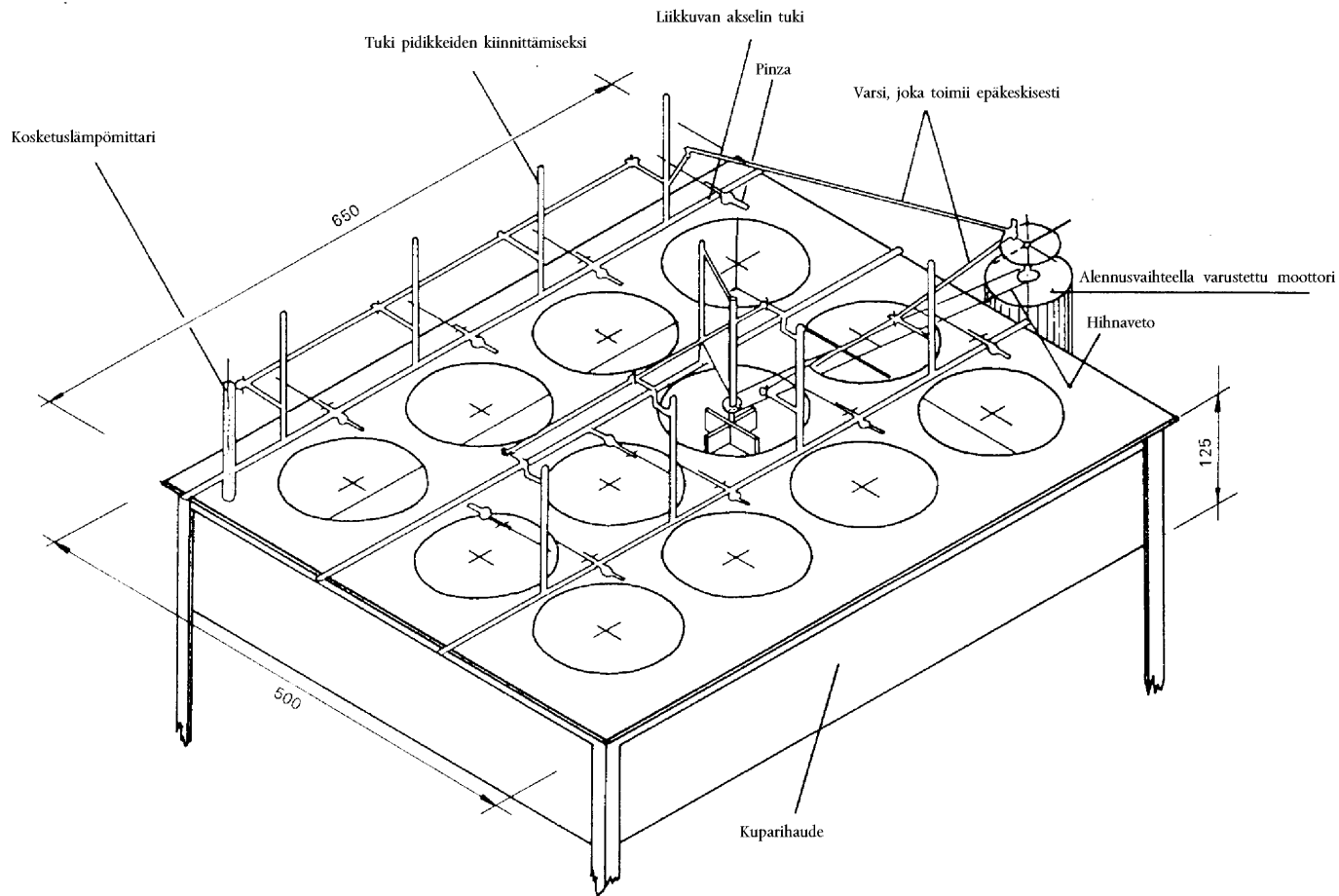
Tämän jälkeen kootaan noin 100 ml kirkasta suodosta.

7.3 Määrittäminen

Määritetään näin saadun uutteen fosfori menetelmän 3.2 mukaisesti.

⁽¹⁾ Jos mekaanista sekoitinta ei ole käytettävissä, lasia on ravistettava käsin joka viides minuutti.

Kuvio 8



Menetelmät 3.1.5

Emäksisellä ammoniumsitraatilla uuttaminen

Menetelmä 3.1.5.1

Liukoisen fosforin uuttaminen petermannin mukaisesti 65 °C:ssa**1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä liukenevan fosforin määrittämiseksi emäksisessä ammoniumsitraatissa.

2. Soveltamisala

Tämä menetelmä soveltuu ainoastaan saostetulle dikalsiumfosfaattihydraatille ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

3. Periaate

Fosforin uuttaminen erityisolosuhteissa 65 °C:n lämpötilassa emäksisen ammoniumsitraattiliuoksen (Petermannin liuos) kanssa.

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi, jonka ominaisuudet ovat samat kuin tislatulla vedellä

4.1 Petermannin liuos

4.2 Ominaisuudet

Sitruunahappo ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$): 173 g/l

Ammoniakki: 42 g/l ammoniumtyyppiä,

pH 9,4–9,7

Diammoniumsitraatista valmistaminen

Liuotetaan 931 g diammoniumsitraattia (molekyyli massa 226,19) n. 3 500 ml:aan vettä 5 litran mittapullossa. Seisotetaan juoksevassa vesihautteessa, sekoitetaan ja jäädytetään ja lisätään pieni määrä ammoniakkaa. Esimerkiksi tiheyttä (20 °C:ssa) 906 g/ml varten, mikä vastaa 20,81 massaprosenttia ammoniumtyyppiä, on tarpeen käyttää 502 ml ammoniakkiliuosta. Lämpötila säädetään 20 °C:seen, täytetään tislattulla vedellä merkkiin ja sekoitetaan.

Sitruunahaposta ja ammoniakista valmistaminen

Liuotetaan 865 g sitruunahapon monohydraattia n. 2 500 ml:aan tislattua vettä n. 5 litran dekantterilasissa. Dekantterilasi asetetaan jäähauteeseen ja ravistaen liuosta koko ajan lisätään ammoniakkiliuos pieninä määrinä suppilolla, jonka varsi on upotettu sitruunahappoliuokseen. Esimerkiksi tiheyttä (20 °C:ssa) 906 g/ml varten, mikä vastaa 20,81 massaprosenttia ammoniumtyyppiä, on tarpeen lisätä 1 114 ml ammoniakkiliuosta. Lämpötila säädetään 20 °C:seen, liuos siirretään 5 litran mittapulloon, täytetään tislattulla vedellä merkkiin ja sekoitetaan.

Ammoniumtyyppipitoisuus tarkistetaan seuraavasti

Siirretään 25 ml liuosta 250 ml:n mittapulloon ja täytetään tislattulla vedellä merkkiin. Sekoitetaan. Määritetään ammoniumtyyppipitoisuus 25 ml:sta tätä liuosta menetelmää 2.1 noudattaen. Jos liuos on ohjeiden mukainen, 0,5-molaarista H_2SO_4 :a kuluu 15 ml.

Jos ammoniumtyypin vahvuus on yli 42 g/l, NH_3 voidaan poistaa inertillä kaasuvirralla tai kohtuullisesti kuumentamalla, niin että pH:ksi saadaan 9,7. Määrittäminen suoritetaan toisen kerran.

Jos ammoniumtyypin vahvuus on alle 42 g/l, on tarpeen lisätä ammoniakkiliuoksen määrää:

$$M = (42 - n \times 2,8) \times \frac{500}{20,81} \text{ g}$$

$$\text{tai tilavuus } V = \frac{M}{0,906} \text{ 20 °C:ssa}$$

Jos V on alle 25 ml, sitä lisätään suoraan 5 litran pulloon hienoksijauhetun, $V \times 0,173$ g:n painoisen sitruunahappomäärän kanssa.

Jos V on yli 25 ml, on valmistettava uusi reagenssi seuraavalla tavalla:

Punnitaan 173 g sitruunahappoa. Liuotetaan se 500 ml:aan vettä. Asianmukaisia varotoimenpiteitä noudattaen lisätään enintään $225 + V \times 1 206$ ml ammoniakkiliuosta, jota käytettiin valmistettaessa 5 litraa reagenssia. Täytetään vedellä. Sekoitetaan.

Sekoitetaan tämä litran annos aikaisemmin valmistettuun 4 975 ml:n annokseen.

5. Välineistö

5.1 Vesihauhe, jonka lämpötila voidaan pitää 65 (\pm 1) °C:ssa

5.2 500 ml:n mittapullo (esim. Stohmann)

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**
- 7.1 *Näyte*
- Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 1 g esikäsiteltyä näytettä ja siirretään se 500 ml:n mittapulloon (5.2).
- 7.2 *Uuttaminen*
- Lisätään 200 ml emäksistä ammoniumsitraattiliuosta (4.1). Pullo suljetaan ja sitä ravistellaan voimakkaasti käsin, ettei kokkareita muodostuisi eikä ainetta tarttuisi reunoihin.
- Pullo asetetaan vesihauteeseen, joka on säädetty 65 °C:seen, ja lasia ravistetaan joka viides minuutti seuraavan puolen tunnin ajan. Aina ravistamisen jälkeen tulppa poistetaan paineen vapauttamiseksi. Vesihauteen vedenpinnan tulee olla pullossa olevan liuoksen pinnan yläpuolella. Pullo jätetään vesihauteeseen vielä 1 tunniksi 65 °C:n lämpötilaan ja sitä ravistetaan joka 10. minuutti. Pullo poistetaan vesihauteesta ja jäähdetetään n. 20 °C:seen sekä täytetään 500 ml:aan vedellä. Sekoitetaan ja suodatetaan kuivan, fosfaatittoman laskostetun suodatinpaperin läpi ja hylätään suodoksen ensimmäinen erä.
- 7.3 *Määrittäminen*
- Uutettu fosfaatti määritetään menetelmällä 3.2 osasta näin saatua liuosta.

Menetelmä 3.1.5.2

Liukoisen fosforin uuttaminen Petermannin menetelmällä huoneenlämpötilassa

1. **Tarkoitus**
- Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä kylmään, emäksiseen ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin määrittämiseksi.
2. **Soveltamisala**
- Menetelmää sovelletaan ainoastaan hienofosfaatteihin.
3. **Periaate**
- Fosforin uuttaminen erityisolosuhteissa 20 °C:n lämpötilassa emäksisellä ammoniumsitraattiliuoksella (Petermannin liuos).
4. **Reagenssi**
- Ks. menetelmä 3.1.5.1.
5. **Välineistö**
- 5.1 Peruslaboratoriolaitteisto ja 250 ml:n mittapullo (esim. Stohmann)
- 5.2 Pyörivä ravistin (35–40 kierrosta minuutissa)
6. **Näytteen esikäsitely**
- Ks. menetelmä 1.
7. **Analyysimenetelmä**
- 7.1 *Näyte*
- Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 2,5 g esikäsiteltyä näytettä ja pannaan se 250 ml:n mittapulloon (5.1).
- 7.2 *Uuttaminen*
- Lisätään hiukan Petermannin liuosta 20 °C:n lämpötilassa, ravistetaan voimakkaasti kokkareiden muodostumisen ja aineen reunoihin tarttumisen estämiseksi. Lasi täytetään merkkiin asti Petermannin liuoksella ja suljetaan tulpalla.

Sekoitetaan pyörivällä ravistimella (5.2) kahden tunnin ajan. Suodatetaan välittömästi kuivan, fosfaatittoman, laskostetun suodatinpaperin läpi kuivaan säiliöön ja hylätään suodoksen ensimmäinen erä.

7.3 Määrittäminen

Fosfori määritetään menetelmällä 3.2 osasta näin saatua liuosta.

Menetelmä 3.1.5.3

Joulien emäksiseen ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin uuttaminen

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä Joulien emäksiseen ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin määrittämiseksi.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan kaikkiin yksi- ja moniravinteisiin fosfaattilannoitteisiin, joissa fosfaatti on alumiinia ja kalsiumia sisältävässä muodossa.

3. Periaate

Uuttaminen voimakkaasti ravistaen tarkasti spesifioidun emäksisen ammoniumsitraattiliuoksen (tarvittaessa oksiiinin) kanssa n. 20 °C:n lämpötilassa.

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi

4.1 Joulien emäksinen ammoniumsitraattiliuos

Litra tätä liuosta sisältää 400 g sitruunahappoa ja 153 g NH₃:a. Sen vapaan ammoniakkin pitoisuus on noin 55 g/l. Liuos voidaan valmistaa jollakin jäljempänä kuvatulla menetelmällä.

4.1.1 Liuotetaan 1 litran mittapullossa 400 g sitruunahappoa (C₆H₈O₇ · H₂O) noin 600 ml:aan ammoniakkia (tiheys 20 °C:ssa = 0,925 g/ml, ts. 200 g NH₃/l). Sitruunahappo lisätään 50–80 g:n annoksina pitäen lämpötila alle 50 °C:ssa. Täytetään 1 litraksi ammoniakilla.

4.1.2 Liuotetaan 1 litran mittapullossa 432 g kaksiemäksistä ammoniumsitraattia (C₆H₁₄N₂O₇) 300 ml:aan vettä. Lisätään 440 ml ammoniakkia (tiheys 20 °C:ssa = 0,925 g/ml). Täytetään 1 litraksi vedellä.

Huomautus:

Kokonaisammoniakkipitoisuuden varmistaminen

Otetaan 10 ml:n sitraattiliuosnäyte 250 ml:n pulloon. Täytetään tislattulla vedellä. Ammoniumtyppipitoisuus määritetään menetelmän 2.1 mukaisesti 25 ml:sta tätä liuosta.

$$1 \text{ ml } 0,5\text{-molaarista } \text{H}_2\text{SO}_4\text{:a} = 0,008516 \text{ g NH}_3\text{:a}$$

Näissä olosuhteissa reagenssia voidaan pitää ohjeiden mukaisena, kun titrauksessa kuluu 17,7–18 ml liuosta.

Jos näin ei ole, lisätään 4,25 ml ammoniakkia (tiheys 20 °C:ssa = 0,925 g/l)/0,1 ml alle edellä mainitun 18 ml:n.

4.2 Hienoksi jauhettu 8-hydroksikinoliini (oksiini)

5. Välineistö

5.1 Peruslaboratoriolaitteisto ja pieni lasi tai posliinihuhmare sekä survin

5.2 500 ml:n mittapullot

5.3 1 000 ml:n mittapullo

5.4 Pyörivä ravistin (35–40 kierrosta minuutissa)

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Menettely**7.1 Näyte**

Punnitaan 0,0005 g:n tarkkuudella 1 g esikäsiteltyä näytettä ja pannaan se pieneen huumareen. Lisätään noin 10 tippaa sitraattia (4.1) näytteen kostuttamiseksi ja murskataan näyte huolellisesti survimella.

7.2 Uuttaminen

Lisätään 20 ml ammoniumsitraattia (4.1), sekoitetaan tahnaksi ja jätetään tasaantumaan noin minuutiksi.

Dekantoidaan liuos 500 ml:n mittapulloon suodattamalla pois hiukkaset, jotka eivät ole hajonneet edeltävän murskaamisen aikana. Lisätään 20 ml sitraattiliuosta (4.1) sakkaan, jauhetaan kuten edellä ja kaadetaan neste mittapulloon. Tämä toistetaan neljä kertaa, niin että viidennen kerran lopulla mittapulloon voidaan kaataa koko valmiste. Käytetyn sitraatin kokonaismäärän tulee olla noin 100 ml.

Survin ja huumare huuhdotaan mittapullon yllä 40 ml:lla tislattua vettä.

Suljettua mittapulloa ravistetaan pyörivällä ravistimella (5.4) 3 tuntia.

Pullo jätetään seisomaan 15–16 tunniksi, ravistetaan uudelleen samoissa olosuhteissa kolmen tunnin ajan. Lämpötilan tulisi pysyä 20 (± 2) °C:ssa koko prosessin ajan.

Täytetään tislattulla vedellä merkkiin. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi ja hylätään suodoksen ensimmäinen erä. Kerätään kirkas suodos kuivaan pulloon.

7.3 Määrittäminen

Uutettu fosfori määritetään menetelmän 3.2 mukaisesti osasta näin saatua liuosta.

8. Liite

Oksiinin käyttäminen mahdollistaa tämän menetelmän soveltamisen magnesiumia sisältäviin lannoitteisiin. Käyttöä suositellaan, kun magnesium- ja fosforianhydridipitoisuuden suhde on yli 0,03 ($Mg/P_2O_5 > 0,03$). Mikäli näin on, kostutettuun näytteeseen lisätään 3 g oksiinia analyysia varten. Oksiinin käyttäminen, silloin kun lannoite ei sisällä magnesiumia, ei todennäköisesti häiritse määrittämistä. Kun tiedetään, että lannoite ei sisällä magnesiumia, ei oksiinia tarvitse käyttää.

Menetelmä 3.1.6**Vesiliukoisen fosforin uuttaminen****1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä vesiliukoisen fosforin määrittämiseksi.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan kaikkiin, myös moniravinteisiin, lannoitteisiin, joista on määritettävä vesiliukoinen fosfori.

3. Periaate

Uuttaminen vedellä erityisolosuhteissa

4. Reagenssi

Tislattu tai demineralisoitu vesi

5. Välineistö

5.1 500 ml:n mittapullo (esim. Stohmann)

- 5.2 Pyörivä ravistin (35–40 kierrosta minuutissa)
6. **Näytteen esikäsittely**
Ks. menetelmä 1.
7. **Analyysimenetelmä**
- 7.1 *Näyte*
Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 5 g esikäsiteltyä näytettä ja pannaan se 500 ml:n mittapulloon (5.1).
- 7.2 *Uuttaminen*
Lisätään mittapulloon 450 ml 20–25 °C:ista vettä.
Ravistetaan pyörivässä ravistimessa (5.2) 30 minuuttia.
Täytetään merkkiin asti vedellä, sekoitetaan perusteellisesti ravistamalla ja suodatetaan kuivan, fosfaatittoman laskostetun suodatinpaperin läpi kuivaan pulloon.
- 7.3 *Määrittäminen*
Fosfori määritetään menetelmän 3.2 mukaisesti osasta näin saatua liuosta.

Menetelmä 3.2

Uutetun fosforin määrittäminen

(Gravimetrinen menetelmä, jossa käytetään kinoliinifosfomolybdaattia)

1. **Tarkoitus**
Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä lannoiteuutteissa olevan fosforin määrittämiseksi.
2. **Soveltamisala**
Menetelmä on sovellettavissa kaikkiin lannoiteuutteisiin (1) fosforin eri muotojen määrittämiseksi.
3. **Periaate**
Mahdollisen hydrolyysin jälkeen fosforin eri muodot, muut kuin orthofosfaatit, orthofosfaatti-ionit saostetaan happamasta liuoksesta kinoliinifosfomolybdaattina.
Suodattamisen ja pesemisen jälkeen sakka kuivatetaan 250 °C:ssa ja punnitaan.
Edellä mainituissa olosuhteissa liuoksessa todennäköisesti esiintyvät yhdisteet, kuten mineraali- ja orgaaniset hapot, ammoniumionit, liukoiset silikaatit yms., eivät häiritse määrittämistä, jos saostamisessa käytetään natriummolybdaatti- tai ammoniummolybdaattipohjaista reagenssia.
4. **Reagenssit**
Tislattu tai demineralisoitu vesi
- 4.1 Väkevä typpihappo (tiheys 20 °C:ssa = 1,40 g/ml)
- 4.2 *Reagenssin valmistaminen*
- 4.2.1 Natriummolybdaattipohjaisen reagenssin valmistaminen
Liuos A: liuotetaan 70 g natriummolybdaattidihydraattia 100 ml:aan tislattua vettä.
Liuos B: liuotetaan 60 g sitruunahappomonohydraattia 100 ml:aan tislattua vettä ja lisätään 85 ml väkevää typpihappoa (4.1).
Liuos C: sekoitetaan liuos A liuokseen B liuoksen C muodostamiseksi.

(1) Mineraalihappoihin liukeneva fosfori, vesiliukoinen fosfori, ammoniumsitraattiin liukeneva fosfori, 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukeneva fosfori sekä 2-prosenttiseen muurahaishappoon liukeneva fosfori.

Liuos D: Lisätään 35 ml väkevää typpihappoa (4.1) 50 ml:aan tislattua vettä ja tämän jälkeen lisätään 5 ml vastatislattua kinoliinia. Tämä liuos lisätään liuokseen C, sekoitetaan perusteellisesti ja jätetään seisomaan yön yli pimeään. Tämän jälkeen lasi täytetään tislattulla vedellä 500 ml:aan, sekoitetaan uudelleen ja suodatetaan lasisinterin (5.6) läpi.

4.2.2 Ammoniummolybdaattipohjaisen reagenssin valmistaminen.

Liuos A: liuotetaan 100 g ammoniummolybdaattia 300 ml:aan tislattua vettä hiljaa kuumentaan ja silloin tällöin sekoittaaen.

Liuos B: liuotetaan 120 g sitruunahappomonohydraattia 200 ml:aan tislattua vettä ja lisätään 170 ml väkevää typpihappoa (4.1).

Liuos C: lisätään 10 ml vastatislattua kinoliinia 70 ml:aan väkevää typpihappoa (4.1).

Liuos D: Kaadetaan liuos A hitaasti liuokseen B sekoittaen samalla. Perusteellisen sekoittamisen jälkeen tähän seokseen lisätään liuos C ja lasi täytetään 1 litraan asti. Liuos jätetään seisomaan kahdeksi vuorokaudeksi pimeään ja suodatetaan lasisinterin (5.6) läpi.

Kohdan 4.2.1 ja 4.2.2 reagensseja voidaan käyttää samalla tavalla. Molempia on säilytettävä suljetuissa polyetyleenipulloissa pimeässä.

5. Välineistö

5.1 Peruslaboratoriolaitteisto sekä 500 ml:n leveäkaulainen erlenmeyerpullo

5.2 10, 25 ja 50 ml:n mittapipetit

5.3 Suodatinupokas, jonka huokoisuus on 5–20 µm

5.4 Buchner-kolvi

5.5 250 (± 10) °C:seen säädetty kuivausuuni

5.6 Lasisinteri, jonka huokoisuus on 5–20 µm

6. Analyysimenetelmä

6.1 Liuoksen käsittelyminen

Pipetoidaan lannoiteututteesta osa (ks. taulukko 2), joka sisältää noin 0,01 g P₂O₅:a, ja pannaan se 500 ml:n erlenmeyerpulloon. Lisätään 15 ml väkevää typpihappoa ⁽¹⁾ (4.1) ja laimennetaan vedellä noin 100 ml:ksi.

Taulukko 2

Fosfaattiliuoksesta pipetoitujen osien määrittäminen

Lannoitteen P ₂ O ₅ %	Lannoitteen P %	Analyysinäyte (g)	Laimentaminen ml:ksi	Näyte (ml)	Laimentaminen ml:ksi	Saostettava näyte (ml)	Kinoliinifosfomolybdaatin muuntokerroin, P ₂ O ₅ %:ssa	Kinoliinifosfomolybdaatin muuntokerroin, P %:ssa
5–10	2.2–4.4	1	500	—	—	50	32,074	13,984
		5	500	—	—	10	32,074	13,984
10–25	4.4–11.0	1	500	—	—	25	64,148	27,968
		5	500	50	500	50	64,148	27,968
+ 25	+ 11	1	500	—	—	10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

⁽¹⁾ 21 ml, silloin kun saostettava liuos sisältää yli 15 ml sitraattiliuosta (neutraali sitraatti, Petermannin tai Jouljen emäksinen sitraatti).

6.2 *Hydrolyysi*

Mikäli liuoksen epäillään sisältävän metafosfaatteja, pyrofosfaatteja tai polyfosfaatteja, hydrolyysi suoritetaan seuraavasti.

Kuumennetaan erlenmeyerpullon sisältö hitaasti kiehuvaan ja pidetään pullo tässä lämpötilassa, kunnes hydrolyysi on suoritettu. Tähän kuluu tavallisesti noin tunti. Palautusjäähdyttimellä varmistetaan, ettei neste roisku tai haihdu liikaa niin paljon, että liuoksen alkuperäinen tilavuus pienentyy yli puolella. Hydrolyysin jälkeen astia täytetään tislattulla vedellä uudelleen alkuperäiseen määrään.

6.3 *Upokkaan punnitseminen*

Suodatinupokasta (5.3) kuivataan vähintään 15 minuuttia kuivausuunissa 250 (± 10) °C:ssa. Upokas punnitaan, kun se on jäähdetty eksikkaattorissa.

6.4 *Saostaminen*

Erlenmeyerpullon sisältämää happoliuosta kuumennetaan, kunnes se alkaa kiehua, jolloin kinoliinifosfomolybdaatin saostaminen aloitetaan lisäämällä 40 ml reagenssia (reagenssi 4.2.1 tai 4.2.2) ⁽¹⁾ tipoitain sekoitettua liuosta samalla jatkuvasti. Erlenmeyerpullo pannaan vesihautteeseen ja jätetään sinne 15 minuutiksi, jonka aikana pulloa ravistetaan ajoittain. Liuos voidaan suodattaa välittömästi tai sen jälkeen, kun se on jäähtynyt.

6.5 *Suodattaminen ja peseminen*

Liuos suodatetaan tyhjiössä dekantoimalla. Sakka pestään erlenmeyerpullossa 30 ml:lla vettä. Liuos dekantoidaan ja suodatetaan. Tämä toistetaan viisi kertaa. Jäljelle jäänyt sakka siirretään kvantitatiivisesti upokkaaseen vedellä pesten. Pestään neljä kertaa 20 ml:lla vettä siten, että aina ennen nesteen lisäämistä nesteeseen annetaan valua upokkaasta. Sakka kuivataan perusteellisesti.

6.6 *Kuivaaminen ja punnitseminen*

Upokkaan ulkoseinät pyyhkitään suodatinpaperilla. Upokas pannaan kuivausuuniin 250 °C:n lämpötilaan (5.5), jossa se saa olla, kunnes sen massa pysyy vakiona. Tämä vie tavallisesti noin 15 minuuttia. Annetaan jäähtyä eksikkaattorissa huoneenlämpöiseksi ja punnitaan nopeasti.

6.7 *Nollakoe*

Kutakin määrityssarjaa varten tehdään nollakoe käyttämällä reagensseja ja liuottimia yhtä suurina annoksina kuin uuttamisessa (sitraattiliuos yms.) ja ne otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

6.8 *Varmistaminen*

Määrittäminen tehdään käyttämällä kaliumdivetyfosfaattiliuoksesta osaa, joka sisältää 0,01 g P₂O₅:ta.

7. **Tuloksen ilmoittaminen**

Kun analyysissä käytetään taulukon 2 mukaisia näytemääriä ja laimennuksia, sovelletaan seuraavaa kaavaa:

$$\text{lannoitteen P \%} = (A - a) \times F'$$

tai

$$\text{lannoitteen P}_2\text{O}_5\% = (A - a) \times F$$

jossa

A = kinoliinifosfomolybdaatin massa grammoina,

a = nollakokeella saadun kinoliinifosfomolybdaatin massa grammoina,

F ja F' = taulukon 2 kahden viimeisen sarakkeen mukaiset kertoimet.

⁽¹⁾ Sellaisten yli 15 ml sitraattiliuosta (neutraali, Petermann, Joulie) sisältävien fosfaattiliuosten saostamiseksi, jotka on tehty happamiksi 21 ml:lla väkevää typpihappoa (ks. 6.1 kohdan alaviite), käytetään 80 ml saostusreagenssia.

Käytettäessä taulukosta 2 poikkeavia näytemääriä ja laimennuksia sovelletaan seuraavaa kaavaa:

$$\text{lannoitteen P \%} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

tai

$$\text{lannoitteen P}_2\text{O}_5 = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

jossa

f ja f' = kinoliinifosfomolybdaatin muuntokerroin P₂O₅:ksi = 0,032074, (f) tai P:ksi = 0,013984 (f'),

D = laimennuskerroin,

M = analysoidun näytteen massa grammoina.

Menetelmä 4

Kalium

Menetelmä 4.1

Vesiliukoisen kaliumin pitoisuuden määrittäminen

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä vesiliukoisen kaliumin määrittämiseksi.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan kaikkiin liitteessä I lueteltuihin kaliumlannoitteisiin.

3. Periaate

Analysoitavan näytteen sisältämä kalium liuotetaan veteen. Kun aineet, jotka saattavat häiritä kvantitatiivista määrittämistä, on poistettu tai sidottu, kalium saostetaan kaliumtetrafenyliboraattina heikosti emäksisessä liuoksessa.

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi

4.1 Formaldehydi

Kirkas 25–35-prosenttinen formaldehydiliuos

4.2 Kaliumkloridi, analyysia varten

4.3 Natriumhydroksidiliuos: 10 mol/l

On varmistettava, että natriumhydroksidi ei sisällä kaliumia.

4.4 Indikaattoriliuos

Liuotetaan 0,5 g fenolftaleiinia 90-prosenttiseen etanoliin ja täytetään astia 100 ml:aan.

4.5 EDTA-liuos

Liuotetaan 4 g etyleenidiamiinitetraetikkahapon dihydratoitua dinatriumsuolaa veteen 100 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin ja sekoitetaan.

Reagenssia säilytetään muoviasiassa.

4.6 STPB-liuos

Liuotetaan 32,5 g natriumtetrafenyyliboraattia 480 ml:aan vettä, lisätään 2 ml natriumhydroksidiliuosta (4.3) ja 20 ml magnesiumkloridiliuosta (100 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{l}$).

Hämmennetään 15 minuuttia ja suodatetaan hienon tuhkatoman suodattimen läpi.

Reagenssia säilytetään muoviasiassa.

4.7 Pesuneste

20 ml STPB-liuosta (4.6) laimennetaan 1 000 ml:ksi vedellä.

4.8 Bromivesi

Kyllästetty bromivesiliuos

5. Välineistö

5.1 1 000 ml:n mittapulloja

5.2 250 ml:n dekanterilasi

5.3 Suodatinupokkaat, joiden huokoisuus on 5–20 μm

5.4 120 (± 10) °C:seen säädetty uuni

5.5 Eksikkaattori

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

Kaliumsuolojen näytteet tulee jauhaa riittävän hienoksi, jotta analyysia varten saataisiin edustava näyte. Kyseisiä tuotteita varten on käytettävä menetelmän 1 kohdan 6 alakohdassa selostettua menettelyä.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Näyte

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 10 g esikäsiteltyä näytettä (5 g kaliumsuoloja varten, jotka sisältävät yli 50 % kaliumoksidia). Tämä näyte ja noin 400 ml vettä pannaan 600 ml:n dekanterilasiin.

Laitetaan kiehuaan 30 minuutiksi. Jäähdytetään, siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon, täytetään merkkiin, sekoitetaan ja suodatetaan kuivaan keräysastiaan. Hylätään ensimmäiset 50 ml suodoksesta (katso kohta 7.6, menettelyä koskeva huomautus).

7.2 Saostettavan liuoksen valmistaminen

Pipetoidaan suodoksesta osa, joka sisältää 25–50 mg kaliumia (ks. taulukko 3), ja pannaan se 250 ml:n dekanterilasiin. Tarvittaessa lisätään vettä, että saadaan tilavuudeksi 50 ml.

Häiritsevien tekijöiden poistamiseksi lisätään 10 ml EDTA-liuosta (4.5) sekä useita tippoja fenolftaleiiniliuosta (4.4) ja hämmennetään sekaan tipoittain natriumhydroksidiliuosta (4.3), kunnes liuos muuttuu punaiseksi, ja lopuksi lisätään muutamia tippoja natriumhydroksidia ylimäärän varmistamiseksi. (Tavallisesti 1 ml natriumhydroksidia riittää neutraloimaan näytteen ylimäärän.)

Ammoniakin (ks. 7.6 kohdan alakohdassa b menettelyä koskeva huomautus) poistamiseksi suurimmalta osaltaan liuosta keitetään varovasti noin 15 minuuttia.

Tarvittaessa lisätään vettä, niin että tilavuudeksi saadaan 60 ml.

Liuos kiehautetaan, dekanterilasi poistetaan lämmöstä ja siihen lisätään 10 ml formaldehydiä (4.1). Lisätään useita tippoja fenolftaleiinia ja tarvittaessa myös muutama tippa natriumhydroksidia, kunnes neste muuttuu havaittavasti punaiseksi. Dekanterilasi peitetään kellonlasilla ja asetetaan vesihauteeseen 15 minuutiksi.

7.3 Upokkaan punnitseminen

Suodatinupokasta (ks. 5 "Välineistö") kuivataan 120 °C:ssa uunissa (5.4), kunnes upokkaan massa on vakio (noin 15 minuuttia).

Upokkaan annetaan jäähtyä eksikkaattorissa ja se punnitaan.

7.4 Saostaminen

Dekantterilasi poistetaan vesihauteesta, ja sen sisältöön sekoitetaan tipoitain 10 ml STPB-liuosta (4.6). Lisääminen kestää noin kaksi minuuttia. Odotetaan vähintään 10 minuuttia ennen suodattamista.

7.5 Suodattaminen ja peseminen

Liuos suodatetaan tyhjiössä punnitun suodatinupokkaan läpi, dekantterilasi huuhdotaan pesunesteellä (4.7), sakka pestään kolme kertaa pesunesteellä (yhteensä 60 ml pesunestettä pesua varten) ja kaksi kertaa 5–10 ml:lla vettä.

Sakka kuivataan perusteellisesti.

7.6 Kuivaaminen ja punnitseminen

Upokkaan ulkoseinät pyyhitään suodatinpaperilla. Upokas sisältöineen pannaan uuniin puoleksitoista tunniksi 120 °C:seen. Upokkaan annetaan jäähtyä eksikkaattorissa huoneenlämpöiseksi ja se punnitaan nopeasti.

Menettelyä koskeva huomautus

a) Jos suodos on tummanväristä, pipetoidaan siitä osa, joka sisältää enintään 100 mg K₂O:a, ja pannaan se 100 ml:n mittapulloon, lisätään bromivettä ja kuumennetaan kiehuvaaksi, jotta kaikki ylimääräinen bromi poistuu. Jäähdyttämisen jälkeen täytetään merkkiin, suodatetaan ja määritetään kvantitatiivisesti kalium osasta suodosta.

b) Kun mukana on vain vähän tai ei lainkaan ammoniumtyyppiä, ei tarvitse keittää 15:tä minuuttia.

7.7 Näytteiksi pipetoidut liuosmäärät ja muuntokertoimet

Taulukko 3

Menetelmää 4 varten

lannoitteen K ₂ O %	lannoitteen K %	analyysinäyte (g)	näyte uutetusta liuoksesta laimentamista varten (ml)	laimentami- nen ml:ksi	saostamista varten näytteeksi otettu osa (ml)	muuntokerroin (F) % K ₂ O gTPBK	muuntokerroin (F') % K gTPBK
5–10	4.2–8.3	10	—	—	50	26,280	21,812
10–20	8.3–16.6	10	—	—	25	52,560	43,624
20–50	16.6–41.5	10 {	joko — tai 50	250	10 50	131,400 131,400	109,060 109,060
yli 50	yli 41,5	5 {	joko — tai 50	— 250	10 50	262,800 262,800	218,120 218,120

7.8 Nollakoe

Kutakin määritysarjaa varten tehdään nollakoe käyttäen reagensseja ja liuottimia yhtä suurina määrinä kuin analyysissä ja tulokset otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

7.9 Tarkistusmittaus

Analyysimenetelmän tarkistamiseksi suoritetaan määrittäminen enintään 40 mg K₂O:a sisältävästä kaliumkloridin vesiliuoksen osasta.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Käytettäessä taulukon 3 mukaisia näytemääriä ja laimennuksia sovelletaan seuraavaa kaavaa:

$$\text{lannoitteen K}_2\text{O \%} = (A - a) \times F$$

tai

$$\text{lannoitteen } K \% = (A - a) \times F'$$

jossa

A = näytteestä saadun sakan massa grammoina,

a = nollakokeesta saadun sakan massa grammoina,

F ja F' = kertoimet (ks. taulukko 3).

Käytettäessä taulukosta 3 poikkeavia näytemääriä ja laimennuksia sovelletaan seuraavaa kaavaa:

$$\text{lannoitteen } K_2O = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

tai

$$\text{lannoitteen } K = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

jossa

f = muuntokerroin, KTPB K₂O:ksi = 0,1314,

f' = muuntokerroin, KTPB K:ksi = 0,109,

D = laimennuskerroin,

M = näytteen massa grammoina.

Menetelmä 5

Ei tietoja

Menetelmä 6

Kloori

Menetelmä 6.1

Kloridien määrittäminen orgaanisen aineksen puuttuessa

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä kloridin määrittämiseksi silloin, kun mukana ei ole orgaanista ainetta.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan kaikkiin lannoitteisiin, joissa ei ole orgaanista ainetta.

3. Periaate

Veteen liuotetut kloridit saostetaan happamassa liuoksessa hopeanitraatin standardiliuoksen ylimäärällä. Tämä ylimäärä titrataan ammoniumtiosyanaatilla rauta-ammoniumsulfaatin läsnäollessa (Vollhardin menetelmä).

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi, jossa ei ole klorideja

4.1 Nitrobentseeni tai dietyylieetteri

4.2 Typpihappo, 10 mol/l

4.3 Indikaattoriliuos

Liuetetaan 40 g rauta-ammoniumsulfaattia $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ veteen, niin että liuosta muodostuu 1 litra

4.4 Hopeanitraatin standardiliuos: 0,1 mol/l

Valmistaminen

Koska kyseinen suola on hygroskooppista eikä sitä voida kuivata ilman hajaantumisen vaaraa, on suositeltavaa, että sitä punnitaan 9 g ja se liuotetaan veteen, niin että lopullinen tilavuus on 1 litra. Säädetään 0,1-molaariseen vahvuuteen titraamalla 0,1-molaarisella AgNO_3 -lla.

5. Välineistö

5.1 Pyörivä ravistin (35–40 kierrosta minuutissa)

5.2 Byrettejä

5.3 500 ml:n mittapullo

5.4 250 ml:n erlenmeyerpullo

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Näyte ja liuoksen valmistaminen

Pannaan 0,001 g:n tarkkuudella punnittu 5 g:n näyte 500 ml:n mittapulloon ja lisätään 450 ml vettä. Ravistetaan puoli tuntia ravistimessa (5.1) ja lisätään tislattua vettä, kunnes liuosta on yhteensä 500 ml, sekoitetaan ja suodatetaan dekanteriin.

7.2 Määritys

Otetaan suodoksesta osa, joka sisältää enintään 0,150 g kloridia. Esim. 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) tai 100 ml (1 g). Jos näyte on alle 50 ml, on tarpeen lisätä tislattua vettä, niin että tilavuudeksi saadaan 50 ml.

Lisätään 5 ml 10-molaarista typpihappoa (4.2), 20 ml indikaattoriliuosta (4.3) ja kaksi tippaa ammoniumtiosyanaatin standardiliuosta. Näyte jälkimmäisestä reagenssista otetaan byretillä, joka on säädetty tätä varten nollaksi.

Lisätään byretillä hopeanitraatin standardiliuosta (4.4), kunnes syntyy 2–5 ml:n ylimäärä. Lisätään 5 ml nitrobenseeniä tai 5 ml dietyylieetteriä (4.1) ja ravistetaan hyvin sakan agglomeroimiseksi. Ylimääräinen hopeanitraatti titrataan 0,1-molaarisella ammoniumtiosyanaatilla (4.5), kunnes väri muuttuu punaruskeaksi, joka jää näkyviin, kun lasia on ravistettu.

H u o m a u t u s :

Dietyylieetteri ja erityisesti nitrobenseeni estävät hopeakloridia reagoimasta tiosyanaatti-ioneiden kanssa. Näin saadaan selvä värin muutos.

7.3 Nollakoe

Nollakoe tehdään (ilman näytettä) samoissa olosuhteissa ja se otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

7.4 Tarkistusmittaus

Ennen määritysten tekemistä tarkistetaan menetelmän tarkkuus käyttämällä vastavalmistetun kaliumkloridiliuoksen sellaista osaa, joka sisältää tietyn, 100 mg:n suuruusluokkaa olevan määrän kloridia.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Analyysin tulos ilmoitetaan kloridin prosenttiosuutena näytteessä.

Kloridiprosentti (Cl) lasketaan seuraavalla kaavalla:

$$\text{kloridi} - \% = 0,003546 \times \frac{(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M}$$

jossa

V_z = 0,1-molaarinen hopeanitraatti ml:ina,

V_{cz} = nollakokeessa käytetty 0,1-molaarinen hopeanitraatti ml:ina,

V_a = 0,1-molaarinen ammoniumtiosyanaatti ml:ina,

V_{ca} = nollakokeessa käytetty 0,1-molaarinen ammoniumtiosyanaatti ml:ina,

M = otetun näytteen (7.2) massa grammoina.

Menetelmät 7

Jauhatuksen hienous

Menetelmä 7.1

Jauhatuksen hienouden määrittäminen (kuivamenetelmä)1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään kuivamenetelmä jauhatuksen hienouden määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan kaikkiin EY-lannoitteisiin, joita koskevissa vaatimuksissa on määritetty jauhatuksen hienous käyttämällä 0,63 ja 0,160 mm:n seuloja.

3. **Periaate**

Seuloja mekaanisesti ravistamalla määritetään niiden valmistajien määrät, joiden hiukkaskoko on suurempi kuin 0,630 mm tai 0,160–0,630 mm, sekä lasketaan jauhatushienouden prosentti.

4. **Välineistö**

4.1 Mekaaninen seulantäristin

4.2 Seuloja, joiden aukot ovat 0,160 ja 0,630 mm (halkaisija 20 cm ja korkeus 5 cm)

5. **Menettely**

Punnitaan 0,05 g:n tarkkuudella 50 g ainetta. Kootaan kaksi seula ja ravistimen (4.1) kokooma-astia siten, että seula, jossa on suuremmat aukot, asetetaan päällimmäiseksi. Analyysinäyte asetetaan yläseulaan. Seulo-taan 10 minuuttia ja poistetaan pohjalle kertynyt osa. Laite käynnistetään uudelleen ja minuutin kuluttua tarkistetaan, että pohjalle tänä aikana kertynyt määrä on alle 250 mg. Prosessi toistetaan (aina minuutti kerrallaan), kunnes kertynyt määrä jää alle 250 mg:n. Kumpaankin seulaan jäänyt määrä punnitaan erikseen.

6. **Tuloksen ilmoittaminen**

$$0,630\text{,mm aukkoisen seulan osoittama näytteen hienous- \%} = (50 - M_1) \times 2$$

$$0,160\text{,mm aukkoisen seulan osoittama näytteen hienous- \%} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

jossa

$M_1 = 0,630$ mm:n aukkoiseen seulaan jääneen määrän massa grammoina,

$M_2 = 0,160$ mm:n aukkoiseen seulaan jääneen määrän massa grammoina,

Seulan, jonka aukot ovat 0,630 mm:n suuruisia, läpäissyt materiaali on aikaisemmin poistettu.

Näiden laskutoimitusten tulokset pyöristetään lähimpään kokonaislukuun.

Menetelmä 7.2

Pehmeiden luonnonfosfaattien jauhatushienouden määrittäminen

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä pehmeiden luonnonfosfaattien jauhatushienouden määrittämiseksi.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan pehmeisiin luonnonfosfaatteihin.

3. Periaate

Näytteet, joiden hiukkaskoko on hyvin pieni, voivat agglomeroitua, jolloin kuivaseulonta vaikeutuu. Tämän vuoksi käytetään tavallisesti märkaseulontaa.

4. Reagenssit

Natriumheksametafosfaattiliuos: 1 %

5. Välineistö

5.1 Vakiokokoisia seuloja, joiden aukot ovat 0,063 ja 0,125 mm (halkaisija 20 cm ja korkeus 5 cm), kokooma-astioita

5.2 20 cm:n läpimittainen jalustalle kiinnitetty lasisuppilo

5.3 250 ml:n dekantterilaseja

5.4 Kuivausuuni

6. Analyysimenetelmä

6.1 Näytteenotto

Punnitaan 0,05 g:n tarkkuudella 50 g ainetta. Seulan molemmat puolet pestään vedellä ja seula, jonka aukot ovat 0,125 mm:n suuruisia, asetetaan 0,063 mm:n aukkoisen seulan yläpuolelle.

6.2 Menettely

Analyysinäyte asetetaan yläseulaan. Seulotaan vähäisellä kylmällä vesisuihkulla. Tähän tarkoitukseen voidaan käyttää myös vesijohtovettä. On huolehdittava siitä, että vesi virtaa niin, ettei alempi seula koskaan täyty vedellä.

Kun yläseulaan jäävä materiaali pysyy suunnilleen vakiona, seula poistetaan ja asetetaan sillä välin kokooma-astiaan.

Märkaseulontaa jatketaan alemman seulan läpi muutaman minuutin ajan, kunnes läpäisevä vesi on lähes kirkasta.

0,125 mm:n seula asetetaan 0,063 mm seulan yläpuolelle. Kaikki kokooma-astiaan kertynyt sakka siirretään ylemmän seulaan ja seulonta pienen vesisuihkun alla aloitetaan uudelleen, kunnes tämä vesi muuttuu jälleen kerran lähes kirkkaaksi.

Siirretään kvantitatiivisesti supillon avulla kukin jäämä eri dekanttereihin. Eri jäämät suspensoidaan täyttämällä dekantterit vedellä. Jätetään seisomaan noin minuutiksi ja dekantoidaan mahdollisimman paljon vettä.

Asetetaan dekantterit kahdeksi tunniksi kuivausuuniin 150 °C:seen.

Annetaan kuivua, irrotetaan jäämät harjalla ja punnitaan ne.

7. Tuloksen ilmoittaminen

Laskelmien tulokset pyöristetään lähimpään kokonaislukuun.

$$0,125, \text{mm:n seulaan jääneen jäämän hienous- \%} = (50 - M_1) \times 2$$

$$0,063, \text{mm:n seulaan jääneen jäämän hienous- \%} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

jossa

M_1 = 0,125 mm:n seulaan jääneen jäämän massa grammoina,

M_2 = 0,063 mm:n seulaan jääneen jäämän massa grammoina.

8. Huomautuksia

Mikäli seulonnan jälkeen havaitaan kokkareita, analyysi on suoritettava uudelleen seuraavasti:

Kaadetaan hitaasti jatkuvasti hämmentäen 50 g näytettä 1 litran pulloon, joka sisältää 500 ml natriumheksametafosfaattiliuosta. Pullo suljetaan tulpalla ja sitä ravistetaan voimakkaasti käsin kokkareiden hajoittamiseksi. Siirretään koko suspensio yläseulaan ja pestään pullo perusteellisesti. Jatketaan analyysia 6.2 kohdassa selostetulla tavalla.

Menetelmät 8

Sivuravinteet

Menetelmä 8.1

Kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja sulfaattimuodossa olevan rikin kokonaismäärän uuttaminen

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä kalsiumin, magnesiumin ja natriumin sekä sulfaattimuodossa olevan rikin kokonaismäärän uuttamiseksi siten, että samaa uutetta voidaan käyttää jokaisen vaaditun ravinteiden määrittämiseen.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan EY-lannoitteisiin, joista tämän asetuksen mukaan on ilmoitettava kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja sulfaattimuotoisen rikin kokonaismäärät.

3. Periaate

Liuotus kiehuvaan, laimeaan suolahappoon.

4. Reagenssit

4.1 Laimennettu suolahappo:

Yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) sekä yksi tilavuusosa vettä.

5. Välineistö

Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä**7.1 Analyysinäyte**

Kalsium, magnesium, natrium ja sulfaattimuotoinen rikki uutetaan viiden gramman näytteestä, joka on punnittu yhden milligramman tarkkuudella.

Jos lannoite kuitenkin sisältää yli 15 % rikkiä (S) eli 37,5 % SO₃:a ja yli 18,8 % kalsiumia (Ca) eli 26,3 % CaO:a, kalsium ja rikki uutetaan gramman näytteestä, joka on punnittu yhden milligramman tarkkuudella. Näyte pannaan 600 ml:n dekanterilasiin.

7.2 Liuoksen valmistaminen

Lisätään noin 400 millilitraa vettä ja vähän kerrallaan 50 millilitraa laimennettua suolahappoa (4.1), mikä on tehtävä varovasti, jos liuos sisältää runsaasti karbonaatteja. Kuumennetaan kiehumispisteeseen ja pidetään siinä 30 minuuttia. Annetaan jäähtyä välillä sekoittaen. Dekantoidaan kvantitatiivisesti 500 ml:n mittapulloon. Täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan ja hylätään suodoksen ensimmäinen erä. Utteen on oltava täysin kirkasta. Suljetaan tulpalla, jos suodosta ei käytetä välittömästi.

Menetelmä 8.2**Eri muodoissa olevan rikin kokonaismäärän uuttaminen****1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä, jolla uutetaan lannoitteessa alkuainemuodossa tai muina kemiallisina yhdisteinä esiintyvän rikin kokonaismäärä.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan EY-lannoitteisiin, joista tämän asetuksen mukaan on ilmoitettava rikin eri muotojen (alkuaine, tiosulfaatti, sulfiitti, sulfaatti) kokonaismäärä.

3. Periaate

Alkuainemuodossa oleva rikki muutetaan emäksisessä väliaineessa polysulfideiksi ja tiosulfaatiksi; nämä sekä mahdolliset sulfiitit hapetetaan vetyperoksidilla. Rikin eri muodot muutetaan näin sulfaatiksi, joka määritetään bariumsulfaattisaostuksella (menetelmä 8.9).

4. Reagenssit**4.1 Laimennettu suolahappo:**

Yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys = 1,18) sekä yksi tilavuusosa vettä.

4.2 Natriumhydroksidiliuos, vähintään 30-prosenttinen NaOH (tiheys = 1,33)**4.3 Vetyperoksidiliuos, 30-prosenttinen, paino/paino****4.4 Bariumkloridin vesiliuos BaCl₂ · 2H₂O, 122 grammaa/litra****5. Välineistö**

Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Menettely**7.1 Analyysinäyte**

Punnitaan yhden milligramman tarkkuudella lannoitetta määrä, joka sisältää 80–350 milligrammaa rikkiä (S) tai 200–875 milligrammaa SO₃:a.

Yleensä (kun S < 15 %), punnitaan 2,5 grammaa. Näyte pannaan 400 ml:n dekanterilasiin.

7.2 Hapetus

Lisätään 20 ml natriumhydroksidiliuosta (4.2) ja 20 millilitraa vettä. Peitetään kellolasilla. Keitetään viisi minuuttia sähkölevyllä (5.1). Otetaan pois sähkölevyltä. Dekantterilasin laitoihin tarttunut rikki huuhdotaan alas kuumalla vesisuihkulla ja liuosta keitetään vielä 20 minuuttia. Annetaan jäähtyä.

Lisätään 2 millilitran annoksina vetyperoksidia (4.3), kunnes reaktiota ei enää havaita. Tähän tarvitaan 6–8 vetyperoksidiannosta. Happettumisen annetaan jatkua tunnin ajan, jonka jälkeen liuosta keitetään puoli tuntia. Annetaan jäähtyä.

7.3 Analyysiliuoksen valmistaminen

Lisätään noin 50 millilitraa vettä ja 50 millilitraa suolahappoliuosta (4.1).

— Jos rikkiä (S) on alle 5 %:

suodatetaan 600 millilitran dekantterilasiin. Suodattimella oleva sakka pestään useita kertoja kylmällä vedellä. Pesemisen jälkeen tarkastetaan bariumkloridia (4.4) käyttäen, ettei suodoksen viimeisissä pisaroissa ole sulfaattia. Suodoksen on oltava täysin kirkasta. Sulfaatti määritetään koko suodoksesta menetelmän 8.9 mukaisesti.

— Jos rikkiä (S) on yli 5 %:

siirretään kvantitatiivisesti 250 ml:n mittapulloon, täytetään vedellä ja sekoitetaan. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan; suodoksen on oltava täysin kirkasta. Suljetaan tulpalla, jos liuosta ei käytetä välittömästi. Sulfaatit määritetään tämän liuoksen osasta saostamalla bariumsulfaattina (menetelmä 8.9).

Menetelmä 8.3**Vesiliukoisen kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja (sulfaattimuotoisen) rikin uuttaminen****1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä vesiliukoisen kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja (sulfaattimuotoisen) rikin uuttamiseksi siten, että samaa uutetta voidaan käyttää kunkin vaaditun ravinteiden määrittämiseen.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan ainoastaan lannoitteisiin, joista on liitteen I mukaan ilmoitettava vesiliukoisen kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja (sulfaattimuotoisen) rikin määrät.

3. Periaate

Ravinteet liuotetaan kiehuvaan veteen.

4. Reagenssit

Tislattu tai demineralisoitu vesi.

5. Välineistö

Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä**7.1 Analyysinäyte**

a) Kun lannoitteet eivät sisällä rikkiä tai kun ne eivät samanaikaisesti sisällä yli 3 %:a rikkiä (S) eli 7,5 % SO₃:a eivätkä yli 4 %:a kalsiumia (Ca) eli 5,6 % CaO:a, punnitaan yhden milligramman tarkkuudella viisi grammaa lannoitetta.

- b) Kun lannoitteet sisältävät yli 3 % rikkiä (S) sekä yli 4 % kalsiumia (Ca), punnitaan yhden milligramman tarkkuudella yksi gramma lannoitetta.

Näyte pannaan 600 ml:n dekantterilasiin.

7.2 Liuoksen valmistaminen

Lisätään noin 400 millilitraa vettä ja keitetään 30 minuuttia. Annetaan jäähtyä, sekoitetaan aina välillä ja dekantoidaan kvantitatiivisesti 500 millilitran mittapulloon. Täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan.

Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan. Hylätään suodoksen ensimmäiset erät. Suodoksen on oltava täysin kirkasta.

Suljetaan tulpalla, jos liuosta ei käytetä välittömästi.

Menetelmä 8.4

Eri muodoissa olevan vesiliukoisen rikin uuttaminen

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä lannoitteen sisältämän, eri muodoissa olevan vesiliukoisen rikin uuttamiseksi.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan lannoitteisiin, joista on liitteen I mukaan ilmoitettava vesiliukoisen rikkitrioksidin määrä.

3. Periaate

Rikki liuotetaan kylmään veteen ja muutetaan sulfaatiksi hapettamalla vetyperoksidilla emäksisessä liuoksessa.

4. Reagenssit

4.1 Laimennettu suolahappo:

Yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) sekä yksi tilavuusosa vettä.

4.2 Natriumhydroksidiliuos, joka sisältää vähintään 30 % NaOH:ta (tiheys 20 °C:ssa = 1,33 g/ml)

4.3 Vetyperoksidiliuos, 30-prosenttinen, paino/paino

5. Välineistö

5.1 500 ml:n Stohmann-mittapullo

5.2 Pyörivä sekoitin (30–40 kierrosta minuutissa)

5.3 Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Analyysinäyte

- a) Kun lannoitteet sisältävät enintään 3 % rikkiä (S) eli 7,5 % SO₃:a sekä enintään 4 % kalsiumia (Ca) eli 5,6 % CaO:a, punnitaan yhden milligramman tarkkuudella viisi grammaa lannoitetta.

- b) Kun lannoitteet sisältävät yli 3 % rikkiä (S) sekä yli 4 % kalsiumia (Ca), punnitaan yhden milligramman tarkkuudella yksi gramma lannoitetta.

Näyte pannaan 500 millilitran mittapulloon (5.1).

7.2 Liuoksen valmistaminen

Lisätään n. 400 ml vettä. Suljetaan tulpalla. Sekoitetaan (5.2) 30 minuuttia. Täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan. Suljetaan tulpalla, jos liuosta ei käytetä välittömästi.

7.3 Analyysiliuoksen hapettaminen

Uuteliuosta pipetoidaan dekantterilasiin määrä, joka ei ylitä 50 millilitraa ja joka sisältää, mikäli mahdollista, 20–100 milligrammaa rikkiä (S).

Lisätään tarvittaessa vettä niin, että liuosta on 50 millilitraa. Lisätään kolme millilitraa natriumhydroksidiliuosta (4.2) ja kaksi millilitraa vetyperoksidiliuosta (4.3). Peitetään kellonlasilla ja keitetään varovasti tunnin ajan sähkölevyllä (5.3). Vetyperoksidiannoksia lisätään niin kauan kuin reaktio jatkuu (suurin määrä viisi millilitraa).

Annetaan jäähtyä. Poistetaan kellonlasi ja huuhdotaan sen alapuoli dekantterilasiin. Lisätään noin 20 ml laimennettua suolahappoa (4.1). Lisätään vettä, kunnes liuosta on noin 300 millilitraa.

Määritetään koko hapetetun liuoksen sulfaattipitoisuus menetelmän 8.9 mukaisesti.

Menetelmä 8.5**Alkuainerikin uuttaminen ja määrittäminen****Varoitus**

Tässä analyysimenetelmässä käytetään hiilidisulfidia (CS₂). Sen vuoksi on noudatettava erityisiä varotoimia, joiden kohteena on erityisesti

- CS₂:n varastointi
- henkilöstön suojaimet
- työturvallisuus
- tulipalon ja räjähdysten estäminen
- reagenssin hävittäminen.

Tässä menetelmässä tarvitaan asiantuntevia työntekijöitä ja asianmukaisesti varustettu laboratorio.

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä lannoitteiden sisältämän alkuainerikin uuttamiseksi ja määrittämiseksi.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan niihin EY-lannoitteisiin, joista on liitteen I mukaan ilmoitettava alkuainemuodossa olevan rikin kokonaismäärä.

3. Periaate

Kun liukoiset yhdisteet on poistettu, alkuainerikki uutetaan erilleen hiilidisulfidia käyttäen, ja uutetun rikin määrä määritetään tämän jälkeen gravimetrisesti.

4. Reagenssit

Hiilidisulfidi

5. Välineistö

- 5.1 100 ml:n uuttokolvi, jossa on hiottu lasitulppa
- 5.2 Soxhlet-uuttolaite, jossa on asianmukaiset suodatinosat
- 5.3 Pyörivä tyhjiöhaidutin
- 5.4 Sähköuuni, jossa on tuuletin, säädetty lämpötilaan 90 (± 2) °C

- 5.5 Posliinisia petrimaljoja, halkaisijaltaan 5–7 cm, korkeus enintään 5 cm
- 5.6 Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää
6. **Näytteen esikäsittely**
Ks. menetelmä 1.
7. **Analyysimenetelmä**
- 7.1 *Analyysinäyte*
Punnitaan yhden milligramman tarkkuudella 5–10 g näytettä ja pannaan se Soxhlet-uuttolaitteen (5.2) putkitaskuun.
- 7.2 *Rikin uuttaminen*
Pestään sisältö huolellisesti kuumalla vedellä kaikkien liukoisten yhdisteiden poistamiseksi. Kuivataan uunissa 90 °C:n lämpötilassa (5.4) vähintään tunnin ajan. Suodatin asetetaan Soxhlet-uuttolaitteeseen (5.2).
Laitteen (5.1) kolviin pannaan muutama lasihelmi, punnitaan se (P_0) ja lisätään 50 ml hiilidisulfidia (4.1).
Laite kootaan ja alkuainerikin uuttamisen annetaan jatkaa 6 tuntia. Lämpö kytketään pois, annetaan jäähtyä ja kolvi irrotetaan. Kolvi kytketään kiertohaihduttimeen (5.3) ja haihdutetaan, kunnes kolvin sisältö on kiinteytynyt huokoiseksi massaksi.
Kolvi kuivataan uunissa 90 °C:ssa (5.4) (yleensä riittää yhden tunnin kuivatus), kunnes on päästy vakiomassaan (P_1).
- 7.3 *Alkuainerikin puhtauden määrittäminen*
Hiilidisulfidi on saattanut uuttaa joitakin muita aineita alkuainerikin kanssa. Alkuainerikin puhtaus määritetään seuraavasti:
Kolvin sisältö homogenisoidaan mahdollisimman hyvin ja siitä punnitaan 2–3 g yhden milligramman (n) tarkkuudella petrimaljaan (5.5). Punnitaan petrimalja sisältöineen (P_2). Asetetaan sähkölevylle (5.6), jonka lämpötila on säädetty enintään 220 °C:seen, ettei rikki pääse syttymään. Sublimoidaan 3–4 tuntia, kunnes on päästy vakiomassaan (P_3).

H u o m a u t u s :

Joidenkin lannoitteiden sisältämän rikin puhtautta ei tarvitse määrittää. Tällöin jätetään väliin vaihe 7.2.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Alkuainerikin (S) prosentuaalinen pitoisuus lannoitteessa on seuraava:

$$\text{Epäpuhdas } S \text{ (\% lannoitteesta)} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

$$\text{Uutetun rikin puhtaus (\%)} = \frac{P_2 - P_1}{n} \times 100$$

$$\text{Puhdas } S \text{ (\% lannoitteesta)} = \frac{(P_1 - P_0)(P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100$$

jossa

m = lannoitenäytteen massa grammoina,

P_0 = Soxhlet-kolvin massa grammoina,

P_1 = Soxhlet-kolvin ja epäpuhtaan rikin massa kuivatuksen jälkeen,

n = puhdistettavan epäpuhtaan rikin massa grammoina,

P_2 = petrimaljan massa,

P_3 = petrimaljan massa rikin sublimoinnin jälkeen.

Menetelmä 8.6

Uutetun kalsiumin manganometrinen määrittäminen oksalaattina saostamisen jälkeen

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä lannoiteuutteissa olevan kalsiumin määrittämiseksi.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan niihin EY-lannoitteisiin, joista on liitteen I mukaan ilmoitettava kokonais- ja/tai vesiliukoisen kalsiumin määrä.

3. Periaate

Analysiliuoksen sisältämä kalsium saostetaan oksalaattina, joka määritetään kaliumpermanganaattititrauksella.

4. Reagenssit

4.1 Laimennettu suolahappo:

Yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja yksi tilavuusosa vettä.

4.2 1 : 10 laimennettu rikkihappo:

Yksi tilavuusosa rikkihappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml) kymmeneen tilavuusosaan vettä.

4.3 1 : 1 laimennettu ammoniakkiiliuos:

Yksi tilavuusosa ammoniakkia (tiheys 20 °C:ssa = 0,88 g/ml) ja yksi tilavuusosa vettä.

4.4 Kyllästetty ammoniakkioksaattiliuos [(NH₄)₂ C₂O₄ H₂O] ympäristön lämpötilassa (n. 40 g/l)

4.5 Sitruunahappoliuos, 30-prosenttinen (massa/tilavuus)

4.6 Ammoniumkloridiliuos, 5-prosenttinen (massa/tilavuus)

4.7 Bromitymoliisinistä 95-prosenttisessä etanolissa, 0,1 % (massa/tilavuus)

4.8 Bromikresolivihreää 95-prosenttisessä etanolissa, 0,04 % (massa/tilavuus)

4.9 Natriumpermanganaatti standardiliuoksena, 0,02 mol/l

5. Välineistö

5.1 Suodatinupokas, jossa lasisintteri, huokoisuudeltaan 5–20 µm

5.2 Kuumavesihaude

6. Analyysiliuoksen valmistaminen

Pipetoidaan menetelmällä 8.1 tai 8.3 saatua uuteliuosta erä, joka sisältää 15–50 mg kalsiumia (= 21–70 mg CaO) 400 ml:n dekantterilasiin. Olkoon tämän erän tilavuus v_2 . Kaadetaan 400 millilitran dekantterilasiin. Neutraloidaan tarvittaessa (indikaattori (4.7) muuttuu vihreästä siniseksi) muutamalla tipalla ammoniakkiuosta (4.3).

Lisätään yksi millilitra sitruunahappoliuosta (4.5) ja viisi millilitraa ammoniumkloridiliuosta (4.6).

7. Kalsiumoksaatin saostaminen

Lisätään n. 100 ml vettä. Kuumennetaan kiehuvaan, lisätään 8–10 tippaa indikaattoriuosta (4.8) ja hitaasti, 50 ml ammoniumoksaattiliuosta (4.4). Jos sakkaa muodostuu, se liuotetaan lisäämällä muutama tippa suolahappoa (4.1). Neutraloidaan erittäin hitaasti ammoniakkiuoksella (4.3) koko ajan sekoittaen, kunnes pH on 4.4–4.6 (indikaattori (4.8) muuttuu vihreästä siniseksi). Dekantterilasi pannaan kiehuvaan vesihauteeseen (5.2) n. 30 minuutiksi.

Dekantteri nostetaan pois hauteesta, jätetään odottamaan tunniksi ja suodatetaan upokkaaseen (5.1).

8. Oksalaattisakan titraus

Dekanterilasia ja upokasta pestään kunnes ammoniumoksalatiin ylimäärä on täysin poistunut. (Tämä voidaan testata sillä, että pesuvedessä ei enää ole kloridia). Upokas pannaan 400 ml:n dekanterilasiin ja sakka liotetaan 50 ml:aan kuumaa rikkihappoa (4.2). Dekanterilasiin lisätään vettä, niin että kokonaistilavuus on n. 100 ml. Lämmitetään 70–80 °C:seen ja titrataan tipoitain permanganaattiliuoksella (4.9), kunnes vaaleanpunainen väri pysyy minuutin ajan. Olkoon tämä tilavuus n.

9. Tuloksen ilmoittaminen

Lannoitteen kalsiumpitoisuus (Ca) on seuraava:

$$\text{Ca (\%)} = n \times 0,2004 \times \frac{t}{0,02} \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

jossa

n = permanganaattimäärä millilitroina,

m = näytteen massa grammoina,

v₂ = analysoidun näyttemäärän tilavuus millilitroina,

v₁ = uuteliuoksen tilavuus millilitroina,

t = permanganaattiliuoksen konsentraatio moolia/l.

CaO (%) = Ca (%) × 1,400

Menetelmä 8.7

Magnesiumin atomiabsorptiospektrometrinen määrittäminen

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä magnesiumin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan menetelmillä 8.1 ja 8.3 saatuihin sellaisten EY-lannoitteiden uutteisiin, joista on ilmoitettava kokonais- ja/tai vesiliukoisen magnesiumin määrä, lukuun ottamatta seuraavia lannoitteita, jotka on lueteltu liitteessä I olevassa sivuravinteita koskevassa D jaksossa:

- Tyyppi 4 (kieseriitti),
- Tyyppi 5 (magnesiumsulfaatti) ja tyyppi 5.1 (magnesiumsulfaattiliuos),
- ja lukuun ottamatta seuraavaa lannoitetta, joka on lueteltu liitteessä I olevassa kaliumlannoitteita koskevassa A jakson 3 kohdassa:
- Tyyppi 7 (kieseriitti, jossa kaliumsulfaattia),
- joihin sovelletaan menetelmää 8.8.

Tätä menetelmää sovelletaan kaikkiin lannoiteuutteisiin, jotka sisältävät magnesiumkompleksometristä määrittästä häiritseviä alkuaineita.

3. Periaate

Magnesiumin määrittäminen atomiabsorptiospektrometrisesti, kun uute on asianmukaisesti laimennettu.

4. Reagenssit

- 4.1 Suolahappoliuos, 1 mol/l
- 4.2 Suolahappoliuos, 0,5 mol/l

- 4.3 *Magnesiumin standardiliuos, 1,00 mg/ml*
- 4.3.1 Liuotetaan 1,013 g magnesiumsulfaattia ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 100 ml:aan 0,5-molaarista suolahappoliuosta (4.2).
- 4.3.2 Punnitaan 1,658 g magnesiumoksidia (MgO), joka on aiemmin kalsinoitu karbonaattien poistamiseksi, dekantterilasiin, johon kaadetaan myös 100 ml vettä ja 120 ml 1-molaarista suolahappoa (4.1). Kun aine on liuennut, dekantoidaan kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin ja sekoitetaan.
- tai
- 4.3.3 Käytetään valmiina ostettavaa standardiliuosta.
- Laboratorio vastaa näiden liuosten testaamisesta.
- 4.4 *Strontiumkloridiliuos*
- Liuotetaan 75 g strontiumkloridia ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) suolahappoliuokseen (4.2) ja lisätään samaa happoliuosta, kunnes kokonaistilavuus on 500 ml.
5. **Välineistö**
- Atomiabsorbtiopespektrometri, jossa magnesiumlamppu, säädetty arvoon 285,2 nm.
- Ilma-asetyleeniliikki.
6. **Näytteen esikäsittely**
- Ks. menetelmät 8.1 ja 8.3.
7. **Analyysimenetelmä**
- 7.1 Jos lannoitteen ilmoitettu magnesiumpitoisuus (Mg) on yli 6 % (ts. 10 % magnesiumoksidina), pipetoidaan 25 ml (V_1) uuteliuosta (6) 100 ml:n mittapulloon, joka täytetään vedellä merkkiin, ja sekoitetaan. Laimennuskerroin $D_1 = 100/V_1$.
- 7.2 Pipetoidaan 10 ml uuteliuosta (6) tai liuosta (7.19) 200 ml:n mittapulloon. Täytetään 0,5-molaarisella suolahapolla merkkiin (4.2) ja sekoitetaan. Laimennuskerroin on 200/10.
- 7.3 Laimennetaan tämä liuos (7.2) 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2), jotta saadaan spektrometrin (5.1) optimaaliselle määrittämisalueelle sopiva pitoisuus. V_2 on näytteen tilavuus 100 ml:ssa. Laimennuskerroin $D_2 = 100/V_2$.
- Lopullisen laimennoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) strontiumkloridiliuosta (4.4).
- 7.4 *Nollaliuoksen valmistaminen*
- Valmistetaan nollaliuos toistamalla koko menettely uuttamisvaiheesta asti (menetelmä 8.1 tai 8.3) siten, että pois jätetään vain analysoitava lannoitenäyte.
- 7.5 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*
- Laimentamalla standardiliuosta (4.3) 0,5-molaarisella suolahapolla valmistetaan vähintään viisi erilaista kalibrointiliuosta, joiden pitoisuus on laitteen (5.1) optimaalisella määrittämisalueella.
- Näiden liuosten on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) strontiumkloridiliuosta (4.4).
- 7.6 *Määrittäminen*
- Spektrometri (5.1) säädetään aallonpituudelle 285,2 nm.

Annetaan laitteen imeä sumuttimeen peräkkäin kalibrointiliuoksia (7.5), analyysiliuosta (7.3) ja nollaliuosta (7.4). Instrumentti pestään huolellisesti seuraavaksi mitattavalla liuoksella. Tämä toimenpide toistetaan kolmesti kaikilla liuoksilla. Kalibrointikäyrä piirretään käyttäen kunkin kalibroinnin (7.5) ordinaattana absorbanssin keskiarvoa ja abskissana vastaavaa magnesiumin pitoisuutta ilmaistuna $\mu\text{g/ml}$. Määritetään magnesiumin pitoisuus näytteessä (7.3), X_s , ja nollaliuoksessa (7.4), X_b , vertaamalla kalibrointikäyrään.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Lasketaan magnesiumin (Mg) tai magnesiumoksidin (MgO) määrä näytteessä kalibrointiliuosten perusteella ja ottaen huomioon nollakokeen tulos.

Magnesiumin (Mg) pitoisuus prosentteina lannoitteesta on

$$\text{Mg (\%)} = \frac{(X_s - X_b) D_1 (200/10) D_2 500, 100}{1000.1000 M}$$

jossa

X_s = analysiliuoksen konsentraatio kalibrointikäyrän mukaan, µg/ml,

X_b = nollaliuoksen konsentraatio kalibrointikäyrän mukaan, µg/ml,

D_1 = laimennuskerroin liuosta laimennettaessa (7.1),

on 4, jos otetaan 25 ml,

on 1, kun liuosta ei ole laimennettu,

D_2 = kohdan 7.3 laimennuskerroin,

M = näytteen massa uutettaessa.

$\text{MgO (\%)} = \text{Mg (\%)} / 0,6$

Menetelmä 8.8

Magnesiumin kompleksometrinen titraus

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä magnesiumin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan seuraavassa lueteltujen EY-lannoitteiden uutteisiin, joista on säädetty tehtäväksi kokonais- ja/tai vesiliukoisen magnesiumin määrittäminen:

— liitteessä 1 luetellut lannoitteet: yksiravinteiset tyypilannoitteet, tyyppi 1 b ja tyyppi 1 c (kalsiummagnesiumnitraatti), tyyppi 7 (magnesiumsulfonynitraatti), tyyppi 8 (magnesiumia sisältävät tyypilannoitteet) ja yksiravinteiset kaliumlannoitteet, tyyppi 2 (rikastettu kaniitti), tyyppi 4, (magnesiumia sisältävä kaliumkloridi), tyyppi 6 (magnesiumsuolaa sisältävä kaliumsulfaatti),

— liitteessä I olevassa sivuravinteita koskevassa D jaksossa luetellut lannoitteet.

3. Periaate

Magnesium liuotetaan menetelmillä 8.1 ja/tai 8.3. Ensimmäinen titraus: ensin Ca:n ja Mg:n EDTA:lla, mukana Eriokromimusta T. Toinen titraus: Ca:n EDTA:lla, mukana kalseiini tai kalkoni-karbonihappo. Magnesium saadaan erotuksesta.

4. Reagenssit

4.1 Magnesiumin standardiliuos, 0,05 mol/l:

4.1.1 Liuotetaan 1,232 g magnesiumsulfaattia ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 0,5-molaariseen suolahappoliuokseen (4.11) ja lisätään samaa happoa, kunnes liuosta on 100 ml.

tai

4.1.2 Punnitaan 2,016 g magnesiumoksidia, joka on aiemmin kalsinoitu karbonaattien poistamiseksi, dekantterilasiin, johon kaadetaan 100 ml vettä.

Sekoitetaan joukkoon n. 120 ml n. 1-molaarista suolahappoa (4.12).

Liutuksen jälkeen siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin ja sekoitetaan.

Yhden ml:n näitä liuoksia tulisi sisältää 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO)

Laboratorio vastaa tämän standardiliuoksen pitoisuuden testauksesta.

4.2 0,05-molaarinen EDTA-liuos

Punnitaan 18,61 g etyleenidiamiinitetraetikkahapon dinatriumsuolaa ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) 1 000 ml:n dekantterilasiin ja liuotetaan 600–800 ml:aan vettä. Liuos siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin ja sekoitetaan. Tämä liuos tarkistetaan standardiliuokseen (4.1) nähden titraamalla jälkimmäisestä 20 ml:n näyte kohdassa 7.2 selostetun analyysimenetelmän mukaisesti.

Yhden millilitran EDTA-liuosta tulisi vastata 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO) ja 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) (Ks. huomautukset 10.1 ja 10.6).

4.3 Kalsium, 0,05-molaarinen standardiliuos

Punnitaan 5,004 g kuivaa kalsiumkarbonaattia dekantterilasiin ja kaadetaan päälle 100 ml vettä. Joukkoon kaadetaan vähitellen 120 ml n. 1-molaarista suolahappoa (4.12).

Kuumennetaan kiehuvaan, jotta hiilidioksidi poistuu, jäädytetään, siirretään kvantitatiivisesti yhden litran mittapulloon, täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan. Tämä liuos tarkistetaan EDTA-liuokseen (4.2) nähden analyysimenetelmän (7.3) mukaisesti. Yhden millilitran tätä liuosta tulisi sisältää 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) ja sen tulisi vastata 1 ml:aa 0,05-molaarista EDTA-liuosta (4.2).

4.4 Kalseiini-indikaattori

Huhmaressa sekoitetaan huolellisesti 1 g kalseiinia ja 100 g natriumkloridia. Tätä seosta käytetään 10 mg. Indikaattori muuttuu vihreästä oranssiksi. Titrausta jatketaan, kunnes vihreä sävy on täysin hävinnyt.

4.5 Kalkoni-karbonihappoindikaattori

Liutetaan 400 mg kalkoni-karbonihappoa 100 ml:aan metanolia. Tämä liuos säilyy vain n. neljä viikkoa. Liuosta käytetään kolme tippaa. Indikaattori muuttuu punaisesta siniseksi. Titrausta jatketaan, kunnes sininen väri ei enää punerra.

4.6 Eriokromimusta-T-indikaattori

Liutetaan 300 mg Eriokromimusta-T:tä seokseen, jossa on 25 ml propanoli-1:ä ja 15 ml trietanolamiinia. Liuos säilyy vain n. neljä viikkoa. Liuosta käytetään kolme tippaa. Indikaattori muuttuu punaisesta siniseksi, ja titrausta jatketaan, kunnes sininen väri ei enää punerra. Väri muuttuu vain silloin, kun mukana on magnesiumia. Tarvittaessa lisätään 1 ml standardiliuosta (4.1).

Kun mukana on sekä kalsiumia että magnesiumia, EDTA muodostaa yhdisteen ensin kalsiumin ja sen jälkeen magnesiumin kanssa. Tässä tapauksessa kaksi alkuainetta määritetään samanaikaisesti.

4.7 Kaliumsyaniidiliuos

KCN:n vesiliuos, jonka pitoisuus on 2 %. (Ei saa pipetoida suulla, ks. myös kohta 10.7).

4.8 Kaliumhydroksidi- ja kaliumsyaniidiliuos

Liutetaan veteen 280 g KOH:a ja 66 g KCN:a ja lisätään vettä, kunnes tilavuus on 1 litra. Sekoitetaan.

4.9 Puskuriliuos, jonka pH on 10,5

Liutetaan 500 ml:n mittapullossa 33 g ammoniumkloridia 200 ml:aan vettä ja lisätään 250 ml ammoniakkaa (tiheys 20 °C:ssa = 0,91 g/ml). Täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan. Liuoksen pH tarkistetaan säännöllisin väliajoin.

4.10 Laimennettu suolahappo: yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja yksi tilavuusosa vettä

4.11 Suolahappoliuos: n. 0,5 mol/l

4.12 Suolahappoliuos: n. 1 mol/l

4.13 Natriumhydroksidiliuos: 5 mol/l

5. **Välineistö**

5.1 Magneettinen tai mekaaninen sekoitin

5.2 pH-mittari

6. **Vertailukoe**

Suoritetaan analyysi sellaisilla määrillä liuosta (4.1 ja 4.3), että Ca/mg-suhde on suunnilleen sama kuin analysoitavassa liuoksessa. Tätä varten otetaan a millilitraa magnesiumin standardiliuosta (4.3) ja b-a millilitraa standardiliuosta (4.1). Arvot a ja b ovat ne EDTA-liuoksen millilitramäärät, joita on käytetty analyysiliuoksen kahdessa titrauksessa. Menettelytapa on oikea vain, jos EDTA:n, kalsiumin ja magnesiumin liuokset ovat täysin vastaavat. Ellei näin ole, tarvitaan korjauksia.

7. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

Ks. menetelmät 8.1 ja 8.3.

8. **Määrittäminen**8.1 *Analyyysiin pipetoitava liuos*

Analyyysiin pipetoidun liuosmäärän tulee, mikäli mahdollista, sisältää 9–18 mg magnesiumia (= 15–30 mg MgO).

8.2 *Titraus, jossa mukana Eriokromimusta-T*

Pipetoidaan sopiva määrä (8.1) analysoitavaa liuosta 400 ml:n dekanterilasiin. Neutraloidaan liika happo 5-molaarisella natriumhydroksidiliuoksella (4.13) pH-mittaria käyttäen. Laimennetaan vedellä n. 100 ml:ksi. Lisätään 5 ml puskuriliuosta (4.9). Mittarilla mitatun pH:n tulee olla $10,5 \pm 0,1$. Lisätään 2 ml kaliumsyaniidiliuosta (4.7) ja kolme tippaa Eriokromimusta-T-indikaattoria (4.6). Titrataan EDTA-liuoksella (4.2) sekoittaen kevyesti sekoittimella (5.1) (ks. 10.2, 10.3 ja 10.4). Olkoon "b" 0,05-molaarisen EDTA-liuoksen määrä millilitroina.

8.3 *Titraus, jossa mukana kalseiini tai kalkoni-karbonihappo.*

Pipetoidaan sama määrä analyysiliuosta kuin edellä (8.2) 400 ml:n dekanterilasiin. Neutraloidaan liika happo 5-molaarisella natriumhydroksidiliuoksella (4.13) pH-mittaria käyttäen. Laimennetaan vedellä n. 100 ml:ksi. Lisätään 10 ml KOH/KCN-liuosta (4.8) sekä indikaattoria (4.4 tai 4.5). Sekoittaen kevyesti sekoittimella (5.1) titrataan EDTA-liuoksella (4.2) (ks. 10.2, 10.3 ja 10.4). Olkoon "a" 0,05-molaarisen EDTA-liuoksen määrä millilitroina.

9. **Tuloksen ilmoittaminen**

EY-lannoitteissa, joihin menetelmää sovelletaan (5 g lannoitetta 500 ml:ssa uutetta), pitoisuus prosentteina on:

$$\text{MgO (\% lannoitteessa)} = \frac{(b - a) \times T}{M}$$

$$\text{Mg (\% lannoitteessa)} = \frac{(b - a) \times T'}{M}$$

jossa

a = sen 0,05-molaarisen EDTA-liuoksen määrä millilitroina, jota käytettiin titrauksessa kalseiinin tai kalkoni-karbonihapon kanssa,

b = sen 0,05-molaarisen EDTA-liuoksen määrä millilitroina, jota käytettiin titrauksessa Eriokromimusta-T:n kanssa,

M = analyysiin pipetoidussa liuosmäärässä olevan näytteen massa (grammoina),

T = $0,2016 \times \text{EDTA-liuos}/0,05 \text{ mol/l}$ (ks. 4.2),

T' = $0,1216 \times \text{EDTA-liuos}/0,05 \text{ mol/l}$ (ks. 4.2).

- 10 **Huomautuksia**
- 10.1 Stökiometrinen suhde EDTA:n ja metallin välillä on kompleksometrisissä analyyseissä aina 1 : 1 riippumatta metallien valenssista ja huolimatta siitä, että EDTA:n valenssi on 4. EDTA-titrausliuos ja standardiliuokset ovat siksi molaarisia eivätkä normaalisia.
- 10.2 Kompleksometriset indikaattorit ovat usein herkkiä ilman vaikutukselle. Liuoksen väri saattaa hävitä titratessa. Tällöin lisätään pari tippaa indikaattoria. Tämä koskee etenkin Eriokromimustaa ja kalkoni-karbonihappoa.
- 10.3 Metall-indikaattorikompleksit ovat usein suhteellisen stabiileja, ja värin muutos saattaa kestää jonkin aikaa. Sen vuoksi viimeiset EDTA-tipat on lisättävä hitaasti ja lisäksi on lisättävä tippa 0,05-molaarista magnesium-(4.1) tai kalsiumliuosta (4.3), jolla varmistetaan, ettei väri ole jo muuttunut. Tämä koskee etenkin Eriokromimagnesiumkompleksia.
- 10.4 Indikaattorin värin muutosta ei pidä tarkkailla pystysuunnassa vaan vaakatasossa poikki koko liuoksen, ja dekanterri tulee sijoittaa valkeaa taustaa vasten hyvin valaistuna. Indikaattorin muuttumista voidaan tarkkailla helposti myös, kun dekanterilasi on asetettu himmeälle lasilevyille, joka on valaistu alhaalta päin (25 W:n lampulla).
- 10.5 Tämä analyysi edellyttää jonkin verran kokemusta. Vaikeaa on mm. standardiliuosten 4.1 ja 4.3 värimuutosten huomaaminen. On suositeltavaa, että määrikykset tekee aina sama laboratorioikemisti.
- 10.6 Jos käytetään valmista EDTA-liuosta, jonka pitoisuudesta on annettu takuu (esim. Titrisol, Normex), saattaa standardiliuosten 4.1, 4.2 ja 4.3 vastaavuuden tarkistus olla yksinkertaisempaa.
- 10.7 Kaliumsyaniidia sisältäviä liuoksia ei saa kaataa viemäriin, ennen kuin syanidi on muutettu vaarattomaksi yhdisteeksi, esim. hapettamalla se natriumhypokloriitilla ja tekemällä se sen jälkeen emäksiseksi.

Menetelmä 8.9

Sulfaattien määrittäminen

- Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä lannoiteuutteissa sulfaatteina esiintyvän rikin määrittämiseksi.
- Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan menetelmillä 8.1, 8.2, 8.3 ja 8.4 saaduissa uutteissa esiintyvään rikkiin.
- Periaate**

Gravimetrinen määrittäminen bariumsulfaattina.
- Reagenssit**
 - Laimennettu suolahappo:*

Yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja yksi tilavuusosa vettä.
 - Bariumkloridiliuos $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 122 g/l
 - Hopeanitraattiliuos: 5 g/l
- Välineistö**
 - Posliiniupokkaita
 - Kuumavesihaude
 - Kuivatusuuni, säädetty lämpöön 105 (± 1) °C
 - Sähköuuni, säädetty lämpöön 800 (± 50) °C

6. Analyysimenetelmä**6.1 Näytteen valmistaminen liuoksesta**

Pipetoidaan kohdassa 2 mainitusta uuteliuoksesta määrä, joka sisältää 20–100 mg S:ä tai 50–250 mg SO₃:a.

Tämä liuos pannaan sopivan kokoiseen dekantterilasiin. Lisätään 20 ml laimennettua suolahappoa (4.1). Lisätään vettä, niin että liuosta saadaan n. 300 ml.

6.2 Saostaminen

Liuos kuumennetaan kiehuvaaksi. Lisätään tipoitain n. 20 ml bariumkloridiliuosta (4.2) sekoittaen voimakkaasti. Keitetään muutaman minuutin ajan.

Kellonlasilla peitetty dekantterilasi pannaan kiehuvaan vesihauteeseen (5.2) tunniksi. Annetaan seistä kuumana (noin 60 °C), kunnes päällä oleva neste on kirkasta. Kirkas liuos dekantoidaan kvantitatiivisen, tuhokattoman suodatinpaperin läpi. Seos pestään useaan kertaan kuumalla vedellä. Sakkaa pestään suodattimessa, kunnes suodoksessa ei enää ole kloridia. Tämä voidaan tarkistaa hopeanitraattiliuoksella (4.3).

6.3 Sakan hehkuttaminen ja punnitseminen

Suodatinpaperi ja sakka pannaan posliiniupokkaaseen (5.1), joka on tätä ennen punnittu 0,1 mg:n tarkkuudella. Kuivataan uunissa (5.3) ja hehkutetaan n. puolen tunnin ajan 800 °C:ssa (5.4). Jäähdytetään eksikkatorissa ja punnitaan 0,1 mg:n tarkkuudella.

7. Tuloksen ilmoittaminen

Yksi milligramma bariumsulfaattia vastaa 0,137 mg:aa S:ä tai 0,343 mg SO₃:a.

Lannoitteen rikkipitoisuus prosentteina on seuraava:

$$S (\%) = w \times 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3 (\%) = S (\%) \times 2,5$$

jossa

w = bariumsulfaattisakan massa milligrammoina,

v₁ = uuteliuoksen tilavuus millilitroina,

v₂ = analyysiin pipetoidun osan tilavuus millilitroina,

m = näytteen massa grammoina.

Menetelmä 8.10**Uutetun natriumin määrittäminen****1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä natriumin analysoimiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan EY-lannoitteisiin, joista on liitteen I mukaan ilmoitettava natriumin määrä.

3. Periaate

Kun menetelmillä 8.1 ja/tai 8.3 saatu uute on laimennettu sopivasti, liuoksen natriumpitoisuus määritetään liekkiemissiospektrometrialla.

4. Reagenssit

4.1 Laimennettu suolahappo:

Yksi tilavuusosa suolahappoa a.p. (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja yksi tilavuusosa vettä.

4.2 Alumiininitraatti $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

4.3 Cesiumkloridi, CsCl

4.4 Vedetön natriumkloridi, NaCl

4.5 Cesiumkloridin ja alumiininitraatin liuos

Liuotetaan veteen 50 g cesiumkloridia (4.3) ja 250 g alumiininitraattia (4.2) 1 000 ml:n mittapullossa. Täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan.

4.6 Natriumin standardiliuos, jossa on 1 mg Na/ml

Liuotetaan veteen 2,542 g natriumkloridia (4.4) 1 000 ml:n mittapullossa. Lisätään 10 ml suolahappoa (4.1). Täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan.

5. Välineistö

Spektrometri, jossa liekkiemissiolaitte, säädetty aallonpituudelle 589,3 nm.

6. Kalibrointiliuokset

6.1 Pipetoidaan 10 ml standardiliuosta (4.6) 250 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin ja sekoitetaan. Liuoksen pitoisuus: 40 µg/ml Na.

6.2 Pipetoidaan 0, 5, 10, 15, 20 ja 25 ml väliliuosta (6.1) 100 ml:n mittapulloihin. Lisätään 10 ml liuosta (4.5). Täytetään merkkiin ja sekoitetaan. Liuosten pitoisuudet: 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 µg/ml Na.

7. Mitattavien liuosten valmistaminen

Menetelmän 8.1 tai 8.3 mukaisten uuteliuosten oletetun natriumpitoisuuden mukaan (5 g lannoitetta 500 ml:ssa) laimennetaan seuraavan taulukon mukaisesti:

Na ₂ O (%)	Na (%)	Väilaimennos		Lopullinen laimennos		Laimennusaste
		Näyte (ml) (v ₂)	Laimennus ml:aan (v ₃)	Näyte (ml) (v ₄)	Laimennus ml:aan	
3–5	2,2–3,7	10	50	10	100	50
5–10	3,7–7,4	10	100	10	100	100
10–20	7,4–15	10	100	5	100	200
20–38	15–28	5	100	5	100	400

Laimennetaan vedellä väilaimennokseksi. Lopullista laimennusta varten lisätään 10 ml liuosta (4.5) 100 ml:n mittapullossa.

1 g:n punnituksessa kerrotaan lopullisen laimennoksen tilavuus (v₄) viidellä.

8. Määrittäminen

Valmistellaan spektrometri (5.1) aallonpituudella 589,3 nm tapahtuvaa mittausta varten. Laite kalibroidaan mittaamalla kalibrointiliuosten (6.2) vaste. Laitteen herkkyys on säädettävä sellaiseksi, että väkevin standardi on lähellä asteikon ylärajaa. Mitataan analysoitavan näyteliuoksen (7) vaste. Kaikki mittaukset toistetaan kolme kertaa.

9. Tuloksen ilmoittaminen

Piirretään kalibrintikäyrä merkiten ordinaatille kunkin kalibrintiliuoksen keskimääräinen vaste ja abskisalle vastaava pitoisuus (mikrogrammaa/ml). Lasketaan natriumin määrä standardiliuosten perusteella ottaen huomioon laimennusaste. Tulos ilmoitetaan prosentteina näytteestä.

Natriumin (Na) pitoisuus prosentteina lannoitteessa on seuraava:

$$\text{Na \%} = x \cdot \frac{v_3}{v_4} \frac{v_1}{v_2} \frac{10^{-2}}{m}$$

$$\text{Na}_2\text{O (\%)} = \text{Na (\%)} \times 1,348$$

jossa

x = spektrometrissä mitatun liuoksen konsentraatio µg/ml,

v₁ = uuteliuoksen tilavuus millilitroina,

v₂ = pipetointimäärä välilaimennoksessa millilitroina,

v₃ = välilaimennoksen tilavuus millilitroina,

v₄ = lopullisen laimennuksen pipetointimäärä (100 ml:aan),

m = näytteen massa grammoina.

Menetelmät 9

Hivenravinteet, joiden pitoisuus on enintään 10 prosenttia

Menetelmä 9.1

Hivenravinteiden kokonaismäärän uuttaminen

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä seuraavien hivenravinteiden uuttamiseksi: kokonaisboori, kokonaiskoboltti, kokonaiskupari, kokonaisrauta, kokonaismangaani, kokonaismolybdeeni ja kokonaissinkki. Taivotteena on suorittaa mahdollisimman vähäinen määrä uuttoja siten, että samaa uutetta voidaan käyttää jokaisen edellä mainitun hivenravinteen kokonaispitoisuuden määrittämiseen.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan liitteessä I olevassa E jaksossa tarkoitettuihin EY-lannoitteisiin, jotka sisältävät yhtä tai useampaa seuraavista hivenravinteista: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Sillä määritetään jokainen hivenravinne, jonka ilmoitettu pitoisuus on enintään 10 %.

3. Periaate

Liuotus kiehuvaan, laimennettuun suolahappoon.

H u o m a u t u s :

Uuttamismenetelmä on kokemusperäinen, ja sen kvantitatiivisuus riippuu tuotteesta tai lannoitteen muista aineksista. Erityisesti kun kyseessä ovat tietyt mangaanioksidit, uutetut määrät voivat olla merkittävästi pienempiä kuin mangaanin kokonaismäärä tuotteessa. Lannoitteiden valmistajien vastuulla on varmistaa, että ilmoitettu pitoisuus tosiasiallisesti vastaa menetelmän koeolosuhteissa uutettua määrää.

4. Reagenssit

4.1 Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l:

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) yhteen tilavuusosaan vettä.

4.2 Väkevä ammoniakki (NH₄OH, tiheys 20 °C:ssa = 0,9 g/ml)

5. Välineistö

Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää.

Huomautus:

Jos uutteesta määritetään booripitoisuus, ei saa käyttää borosilikaattisia lasitavaroita. Koska uuttoon liittyy keittäminen, suositellaan käytettäväksi teflonia tai kvartsilasia. Lasitavarat on huuhdeltava huolellisesti, jos ne on pesty boraatteja sisältävällä pesuaineella.

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Analyysinäyte

Punnitaan välillä 2 ja 10 g oleva määrä lannoitetta tuotteen ilmoitetun hivenravinnepitoisuuden mukaan. Seuraavaa taulukkoa käytetään, jotta saataisiin lopullinen liuos, joka on soveltuvan laimennuksen jälkeen jokaisen menetelmän mittausalueella. Näytteet on punnittava 1 mg:n tarkkuudella.

Lannoitteen ilmoitettu hivenravinnepitoisuus (%)	< 0,01	0,01–< 5	≥ 5–10
Analyysinäytteen massa (g)	10	5	2
Näytteen sisältämän alkuaineen massa (mg)	1	0,5–250	100–200
Uutteen tilavuus V (ml)	250	500	500
Uutteen sisältämän alkuaineen konsentraatio (mg/l)	4	1–500	200–400

Näyte sijoitetaan 250 ml:n dekanterilasiin.

7.2 Liuoksen valmistaminen

Kostutetaan tarvittaessa näyte pienellä määrällä vettä ja lisätään, aluksi pieninä erinä ja varovasti, 10 ml laimennettua suolahappoa (4.1) lannoitegrammaa kohti, minkä jälkeen lisätään noin 50 ml vettä. Peitetään dekanterilasi kellolasilla ja sekoitetaan. Kuumennetaan kiehumispisteeseen sähkölevyllä ja keitetään 30 minuuttia. Annetaan jäähtyä välillä sekoittaen. Siirretään kvantitatiivisesti 250 tai 500 ml:n mittapulloon (katso taulukko). Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan. Hylätään suodoksen ensimmäinen erä. Uutteen on oltava täysin kirkasta.

On suositeltavaa, että määritykset suoritetaan kirkkaan suodoksen määräosuuksista viipymättä. Jos suodosta ei käytetä heti, astia on suljettava.

Huomautus:

Uutteet, joiden booripitoisuus on määritettävä: utteiden pH on säädettävä välille 4 ja 6 väkeväällä ammoniakilla (4.2).

8. Määrittäminen

Kukin hivenravinne määritetään sen erityismenetelmällä valmistetusta uutteesta.

Tarvittaessa uutteesta poistetaan orgaaniset kelatoivat tai kompleksoivat aineet menetelmällä 9.3. Poistaminen ei yleensä ole tarpeen, kun määritykset tehdään atomiabsorptiospektrometrillä.

Menetelmä 9.2

Vesiliukoisten hivenravinteiden uuttaminen**1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä seuraavien vesiliukoisten hivenravinteiden uuttamiseksi: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Tavoitteena on suorittaa mahdollisimman vähäinen määrä uuttoa käyttämällä mahdollisuuksien mukaan samaa uutetta jokaisen hivenravinteen pitoisuuden määrittämiseen.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan liitteessä I tarkoitettuihin EY-lannoitteisiin, jotka sisältävät yhtä tai useampaa seuraavista hivenravinteista: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Sillä määritetään jokainen hivenravinne, jonka ilmoitettu pitoisuus on enintään 10 %.

3. Periaate

Hivenravinteet uutetaan ravistamalla lannoitetta vedessä, jonka lämpötila on 20 (± 2) °C.

Huomautus:

Uutto on kokemusperäinen, ja sitä voidaan tai ei voida pitää kvantitatiivisena.

4. Reagenssit**4.1 Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l:**

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) yhteen tilavuusosaan vettä.

5. Välineistö**5.1 Pyörivä ravistin, säädetty noin 35–40 kierrokseen minuutissa.****5.2 pH-mittari****Huomautus:**

Jos uutteesta määritetään booripitoisuus, ei saa käyttää borosilikaattisia lasitavaroita. Tässä uutossa suositellaan käytettäväksi teflonia tai kvartsilasia. Lasitavarat on huuhdeltava huolellisesti, jos ne on pesty boraatteja sisältävällä pesuaineella.

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Menettely**7.1 Analyysinäyte**

Punnitaan välillä 2 ja 10 g oleva määrä lannoitetta tuotteen oletetun hivenravinnepitoisuuden mukaan. Seuraavaa taulukkoa käytetään, jotta saataisiin lopullinen liuos, joka on soveltuvan laimennuksen jälkeen jokaisen menetelmän mittausalueella. Näytteet on punnittava 1 mg:n tarkkuudella.

Lannoitteen ilmoitettu hivenravinnepitoisuus (%)	< 0,01	0,01–< 5	≥ 5–10
Analyysinäytteen massa (g)	10	5	2
Näytteen sisältämän alkuaineen massa (mg)	1	0,5–250	100–200
Uutteen tilavuus V (ml)	250	500	500
Uutteen sisältämän alkuaineen konsentraatio (mg/l)	4	1–500	200–400

Sekoittamista varten näytteet pannaan 250 tai 500 ml:n mittapulloihin (taulukkoa noudattaen).

7.2 *Liuoksen valmistaminen*

Lisätään 250 ml:n pulloon noin 200 ml vettä ja 500 ml:n pulloon 400 ml vettä.

Suljetaan pullo huolellisesti. Ravistetaan voimakkaasti käsin, jotta näytteestä muodostuu dispersio. Asetetaan pullo ravistimeen (5.1) ja ravistetaan 30 minuuttia.

Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

7.3 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Suodatetaan välittömästi puhtaaseen ja kuivaan pulloon. Suljetaan pullo. Tehdään määrittäminen välittömästi suodattamisen jälkeen.

H u o m a u t u s :

Jos uute samenee asteittain, uutetaan uudelleen 7.1 ja 7.2 kohdan mukaan tilavuudeltaan V_e olevaan mittapulloon. Suodatetaan tilavuudeltaan W olevaan kuivaan mittapulloon, johon on kaadettu tarkalleen 5 ml suolahappoliuosta (4.1). Lopetetaan suodatus tarkalleen mittapullon kalibroituun merkkiin. Sekoitetaan huolellisesti.

Näissä olosuhteissa tuloksia ilmoitettaessa käytetään V :n arvoa:

$$V = V_e \times W / (W - 5)$$

Tuloksia ilmoitettaessa käytettävät laimennukset riippuvat tästä V :n arvosta.

8. Määrittäminen

Kukin hivenravinne määritetään sen erityismenetelmällä valmistetun uutteen määräosuudesta.

Tarvittaessa uutteen poistetaan orgaaniset kelatoivat tai kompleksoivat aineet menetelmällä 9.3. Poistaminen ei yleensä ole tarpeen, kun määritykset tehdään atomiabsorptiospektrometrillä.

Menetelmä 9.3**Orgaanisten aineiden poistaminen lannoiteutteenä****1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä orgaanisen aineen poistamiseksi lannoiteutteenä.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteenä, joista on ilmoitettava hivenravinteiden kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisten hivenravinteiden pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

H u o m a u t u s :

Orgaanisen aineksen pienet määrät eivät useimmiten vaikuta atomiabsorptiospektrometrillä tehtäviin määrittämiin.

3. Periaate

Uutteen määräosuuksien sisältämät orgaaniset yhdisteet hapetetaan vetyperoksidilla.

4. Reagenssit**4.1 Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 0,5 mol/l:**

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) 20 tilavuusosaan vettä.

4.2 Vetyperoksidiliuos (30-prosenttinen H₂O₂, tiheys = 1,11 g/ml), hivenravinnepää

5. Välineistö

Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää.

6. Analyysimenetelmä

Otetaan 25 ml menetelmällä 9.1 tai menetelmällä 9.2 valmistettua uuttoliuosta 100 ml:n dekantterilasiin. Jos kyseessä on menetelmä 9.2, lisätään 5 ml laimennettua suolahappoliuosta (4.1). Tämän jälkeen lisätään 5 ml vetyperoksidiliuosta (4.2). Peitetään kellolasilla. Annetaan hapettua huoneenlämpötilassa noin yhden tunnin ajan, lämmitetään tämän jälkeen hitaasti kiehumispisteeseen ja keitetään puolen tunnin ajan. Jäähdyneeseen liuokseen lisätään tarvittaessa uudelleen 5 ml vetyperoksidia ja ylimääräinen vetyperoksidi poistetaan tämän jälkeen keittämällä. Annetaan jäähtyä ja siirretään kvantitatiivisesti 50 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin. Suodatetaan tarvittaessa.

Tämä laimennus on otettava huomioon otettaessa määräosuuksia ja laskettaessa tuotteen hivenravinteiden prosenttiosuutta.

Menetelmä 9.4**Lannoiteuutteiden hivenravinteiden määrittäminen atomiabsorptiospektrometrisesti (yleinen menettely)****1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa kuvataan yleinen menettely lannoiteuutteiden sisältämien tiettyjen hivenravinteiden määrittämiseksi atomiabsorptiospektrometrisesti.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näyteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava hivenravinteiden kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisten hivenravinteiden pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

Tämän menettelyn muunnokset eri hivenravinteiden määrittämiseksi selostetaan yksityiskohtaisesti kunkin alkuaineen erityismenetelmän yhteydessä.

Huomautus:

Orgaanisen aineksen pienet määrät eivät useimmiten vaikuta atomiabsorptiospektrometrillä tehtäviin määrittämiin.

3. Periaate

Kun uute on tarvittaessa käsitelty häiritsevien kemiallisten aineiden vähentämiseksi tai poistamiseksi, uute laimennetaan siten, että sen konsentraatio on spektrometrin optimaalisella määritysalueella, määritettävälle hivenravinteelle soveltuvalla aallonpituudella.

4. Reagenssit**4.1 Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l**

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (HCl, tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) yhteen tilavuusosaan vettä.

4.2 Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 0,5 mol/l:

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) 20 tilavuusosaan vettä.

4.3 Lantaanisuolaliuokset, 10 g La litrassa

Tätä reagenssia käytetään koboltin, raudan, mangaanin ja sinkin määrityksissä. Se voidaan valmistaa joko:

- a) suolahappoon (4.1) liuotetusta lantaanioksidista: liuotetaan 1 litran mittapullossa 11,73 g lantaanioksidia (La_2O_3) 150 ml:aan vettä ja tämän jälkeen lisätään 120 ml 6-molaarista suolahappoa (4.1). Annetaan liueta ja tämän jälkeen täytetään 1 litraksi vedellä. Sekoitetaan. Tämä liuos on noin 0,5-molaarinen lantaanisuolaliuos suolahapossa; tai

b) lantaanikloridista, lantaanisulfaattista tai lantaaninitraatista: liuotetaan 1 litran mittapullossa 26,7 g lantaanikloridiheptahydraattia ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) tai 31,2 g lantaaninitraattiheksahydraattia [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] tai 26,2 g lantaanisulfaattinonahydraattia [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] 150 ml:aan vettä ja tämän jälkeen lisätään 85 ml 6-molaarista suolahappoa (4.1) Annetaan liueta ja täytetään 1 litraksi vedellä. Sekoitetaan. Tämä liuos on noin 0,5-molaarinen lantaanisulaliuos suolahapossa.

4.4 Kalibrintiliuokset

Näiden valmistaminen selostetaan kunkin hiveneräyksen oman määritysmenetelmän yhteydessä.

5. Välineistö

Atomiabsorptiospektrometri, joka on varustettu määritettäville hiveneräyksille ominaisen säteilyn lähteellä.

Laitetta käytettäessä kemistin on noudatettava sen valmistajan antamia ohjeita ja tunnettava laitteen käsittely. Laitteen on pystyttävä suorittamaan taustakorjaus, jotta sitä voidaan käyttää tarvittaessa (Co ja Zn). Kaasuina käytetään ilmaa ja asetyleenia.

6. Analyysiliuoksen valmistaminen

6.1 Määritettävien hiveneräyksen liuottaminen

Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.

6.2 Analyysiliuoksen valmistaminen

Laimennetaan menetelmällä 9.1, 9.2 tai 9.3 valmistettu uute vedellä ja/tai suolahapolla (4.1) tai (4.2) siten, että lopulliseen mittaosaliuokseen saadaan käytettyyn kalibrintiliuokseen (7.2) soveltuva määritettävän hiveneräyksen konsentraatio ja vähintään noin 0,5 mol/l oleva suolahappokonsentraatio ylittämättä kuitenkin noin 2,5 mol/l. Tämä voi vaatia yhden tai useamman peräkkäisen laimennuksen.

Otetaan uuttoliuoksesta tehdystä viimeisestä laimennoksesta osanäyte, jonka tilavuus on a ml, 100 ml:n mittapulloon. Kobolttia, rautaa, mangaania ja sinkkiä määritettäessä lisätään 10 ml lantaanisulaliuosta (4.3). Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan. Mittaus tehdään tästä liuoksesta. Olkoon D laimennuskertoimen.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Nollaliuoksen valmistaminen

Valmistetaan nollaliuos toistaen koko menetelmä uuttamisvaiheesta alkaen siten, että pois jätetään ainoastaan lannoitenäyte.

7.2 Kalibrintiliuosten valmistaminen

Valmistetaan kunkin hiveneräyksen oman menetelmän mukaisesti valmistetusta työstandardiliuoksesta 100 ml:n mittapulloihin vähintään 5 kalibrintiliuoksen sarja, jossa konsentraatio kasvaa pysyen kuitenkin laitteen optimaalisella määritysalueella. Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle laimennettua analyysiliuosta (6.2). Kobolttia, rautaa, mangaania ja sinkkiä määritettäessä lisätään 10 ml kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisulaliuosta (4.3). Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan.

7.3 Määritys

Säädetään spektrometri (5) mittausta varten ja aallonpituus määritettävän hiveneräyksen menetelmässä annettuun arvoon.

Annetaan laitteen imeä sumuttimeen kolme kertaa peräkkäin kalibrintiliuoksia (7.2), analyysiliuosta (6.2) ja nollaliuosta (7.1) ja merkitään jokainen tulos muistiin. Instrumentti huuhdellaan tislattulla vedellä huolellisesti jokaisen sumutuksen välillä.

Kalibrintikäyrä piirretään käyttäen ordinaattoina spektrometrin kullekin kalibrintiliuokselle (7.2) antamien tulosten keskiarvoa ja abskissoina vastaavia määritettävän hiveneräyksen konsentraatioita ilmoitettuna $\mu\text{g/ml}$.

Määritetään tältä käyrältä hiveneräyksen konsentraatio analyysiliuoksessa (6.2) ja nollaliuoksessa (7.1). Analyysiliuoksen konsentraatio merkitään x_a ja nollaliuoksen konsentraatio x_b ja molemmat ilmoitetaan $\mu\text{g/ml}$.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Hivenravinnepitoisuus (E) prosentteina lannoitteesta on:

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

Jos käytetään menetelmää 9.3:

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

jossa

E on määritetyn hivenravinteiden määrä ilmoitettuna prosentteina lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, µg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, µg/ml,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa tehtyä laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmien 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen:

Jos (a1), (a2), (a3), .., (ai) ja (a) ovat osanäytteet ja (v1), (v2), (v3), .., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 9.5

Boorin määrittäminen lannoiteuutteista spektrometrinen menetelmä atsometriini-H:lla

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä boorin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava boorin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen boorin pitoisuus tämän asetuksen liitteen I mukaisesti.

3. Periaate

Atsometriini-H -liuoksessa boraatti-ioni muodostaa keltaisen kompleksin, jonka konsentraatio määritetään spektrometrillä 410 nm:ssä. Mahdollisesti häiritsevät ionit naamioidaan EDTA:lla.

4. Reagenssit

4.1 EDTA-puskuriliuos

Mitataan 300 ml vettä sisältävään 500 ml:n mittapulloon:

- 75 g ammoniumasetaattia (NH₄OOCCH₃),
- 10 g etyleenidiamiinitetraetikkahapon dinatriumsuolaa (Na₂EDTA),
- 40 ml etikkahappoa (CH₃COOH, tiheys 20 °C:ssa = 1,05 g/ml).

Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti. Lasielektrodilla tarkastetun liuoksen pH:n on oltava 4,8 ± 0,1.

- 4.2 Atsometiini-H -liuos
- Mitataan 200 ml:n mittapulloon:
 - 10 ml puskuriliuosta (4.1),
 - 400 mg atsometiini-H:ta ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$),
 - 2 g askorbiinihappoa ($C_6H_8O_6$).
- Täytetään merkkiin ja sekoitetaan huolellisesti. Tätä reagenssia ei valmisteta suuria määriä, sillä se säilyy vain muutaman päivän ajan.
- 4.3 Booristandardiliuos
- 4.3.1 Boorin työstandardiliuos, 100 µg/ml
- Liuotetaan veteen 1 000 ml:n mittapullossa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 0,5719 g boorihappoa (H_2BO_3). Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti. Siirretään muovipulloon ja varastoidaan jääkaappiin.
- 4.3.2 Boorityöliuos, 10 µg/ml
- Mitataan 50 ml työstandardiliuosta (4.3.1) 500 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.
5. **Välineistö**
- Molekyyliabsorptioon soveltuva spektrometri, joka on varustettu optiselta pituudeltaan 10 mm olevilla kyveteillä ja säädetty 410 nm:n aallonpituudelle.
6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**
- 6.1 *Booriliuoksen valmistaminen*
- Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.
- 6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*
- Liuotetaan uutteen osanäyte (6.1) veteen siten, että saadaan 7.2 kohdan mukaiseen määritykseen soveltuva boorikonsentraatio. Voi olla tarpeen suorittaa kaksi peräkkäistä laimennusta. Olkoon D laimennuskertoimen.
- 6.3 *Korjausliuoksen valmistaminen*
- Jos analyysiliuos (6.2) värjäytyy, valmistetaan vastaava korjausliuos mittaamalla muovipulloon 5 ml analyysiliuosta (6.2), 5 ml EDTA-puskuriliuosta (4.1) ja 5 ml vettä. Sekoitetaan.
7. **Analyysimenetelmä**
- 7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*
- Valmistetaan nollaliuos toistaen koko menettely uuttamisvaiheesta alkaen siten, että pois jätetään ainoastaan lannoitenäyte.
- 7.2 *Kalibroitiliuosten valmistaminen*
- Pipetoidaan 0, 5, 10, 15, 20 ja 25 ml työstandardiliuosta (4.3.3) 100 ml:n mittapulloihin. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät booria 0–2,5 µg/ml.
- 7.3 *Värimuodostus*
- Mitataan muovipullosarjaan 5 ml kalibroitiliuoksia (7.2), analyysiliuosta (6.2) ja nollaliuosta (7.1). Lisätään 5 ml EDTA-puskuriliuosta (4.1). Lisätään 5 ml atsometiini-H -liuosta (4.2).
- Sekoitetaan ja annetaan värimuodostua pimeässä 2,5–3 tunnin ajan.
- 7.4 *Mittaukset*
- Mitataan liuosten (7.3) ja mahdollisesti korjausliuoksen (6.3) absorbanssit 410 nm:n aallonpituudella vettä vastaan. Kyvetit on huuhdeltava vedellä ennen jokaista uutta mittausta.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Kalibrointikäyrä piirretään käyttäen abskissoina kalibrointiliuosten (7.2) konsentraatioita ja ordinaattoina spektrometrin antamia absorbanssien (7.4) vastaavia arvoja.

Määritetään kalibrointikäyrältä nollaliuoksen (7.1) boorikonsentraatio (B), analyysiliuoksen (6.2) boorikonsentraatio (B) ja tarvittaessa analyysiliuoksen värjäytyessä analyysiliuoksen korjattu konsentraatio. Viimeksi mainittua laskettaessa korjausliuoksen (6.3) absorbanssiarvo vähennetään analyysiliuoksen (6.2) absorbanssiarvosta ja määritetään analyysiliuoksen korjattu konsentraatio. Analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio tai analyysiliuoksen korjattu konsentraatio merkitään x_s . Nollaliuoksen konsentraatio merkitään x_b .

Booripitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

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

Jos käytetään menetelmää 9.3:

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

jossa

B on booripitoisuus prosentteina lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio tai analyysiliuoksen korjattu konsentraatio, $\mu\text{g/ml}$,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, $\mu\text{g/ml}$,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmien 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2) ovat peräkkäiset osanäytteet ja (v1), (v2) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskertoimen D saadaan yhtälöstä:

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

Menetelmä 9.6

Koboltin määrittäminen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä koboltin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava koboltin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukaisen koboltin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. Periaate

Uutteiden käsittelyn ja sopivan laimentamisen jälkeen koboltti määritetään atomiabsorptiospektrometrillä.

4. Reagenssit

4.1 Suolahappoliuos, noin 6 mol/l

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.1.

4.2 Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.2.

4.3 *Lantaanisuolaliuokset, (10 g La litrassa)*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.3.

4.4 *Koboltistandardiliuokset*4.4.1 *Koboltin työstandardiliuos, 1 000 µg/ml*

Liuotetaan 250 ml:n dekantterilasissa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 1 g kobolttia 25 ml:aan 6-molaarisesta suolahappoa (4.1). Kuumennetaan sähkölevyllä, kunnes koboltti on liennut täysin. Annetaan jäähtyä ja siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.4.2 *Koboltityöliuos, 100 µg/ml*

Pipetoidaan 10 ml työstandardiliuosta (4.4.1) 100 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

5. **Välineistö**

Atomiabsorptiospektrometri: katso menetelmä 9.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu koboltille ominaisen säteilyn lähteellä (240,7 nm). Laitteen on pystyttävä suorittamaan taustakorjaus.

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**6.1 *Koboltin uuteliuos*

Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 6.2. Analyysiliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) lantaanisuolaliuosta (4.3).

7. **Menettely**7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.1. Nollaliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta.

7.2 *Kalibrointiiliuosten valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.2.

Valmistetaan koboltin optimaaliselle 0–5 µg/ml määrittämisalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuossarja, joka sisältää 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml työliuosta (4.4.2). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle analyysiliuoksen konsentraatiota. Lisätään jokaiseen pulloon 10 ml kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät vastaavasti kobolttia 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 µg/ml.

7.3 *Määrittäminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) aallonpituudella 240,7 nm tehtäviä mittauksia varten.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Katso menetelmä 9.4, kohta 8.

Koboltipitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

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

Jos käytetään menetelmää 9.3:

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

jossa

Co on prosentteina ilmoitettu kobolttimäärä lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, µg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, µg/ml,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmien 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2), (a3), .., (ai) ja (a) ovat osanäytteet ja (v1), (v2), (v3), .., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 9.7

Kuparin määrittäminen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä kuparin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava kuparin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisien kuparin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. Periaate

Uutteiden käsittelyn ja sopivan laimentamisen jälkeen kupari määritetään atomiabsorptiospektrometrillä.

4. Reagenssit

4.1 Suolahappoliuos, noin 6 mol/l

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.1.

4.2 Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.2.

4.3 Vetyperoksidiliuos (H₂O₂, tiheys 20 °C:ssa = 1,11 g/ml), 30-prosenttinen, hivenravinnepilvettä

4.4 Kuparistandardiliuokset

4.4.1 Kuparin työstandardiliuos, 1 000 µg/ml

Liuetetaan 250 ml:n dekantterilasissa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 1 g kuparia 25 ml:aan 6-molaarisesta suolahappoa (4.1) ja lisätään 5 ml vetyperoksidiliuosta (4.3). Kuumennetaan sähkölevyllä, kunnes kupari on liennut täysin. Siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.4.2 Kuparityöliuos, 100 µg/ml

Pipetoidaan 20 ml työstandardiliuosta (4.4.1) 200 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

5. Välineistö

Atomiabsorptiospektrometri: katso menetelmä 9.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu kuparille ominaisen säteilyn lähteellä (324,8 nm).

6. Analyysiliuoksen valmistaminen

6.1 Kuparin uuteliuos

Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.

6.2 *Analysiliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 6.2.

7. **Analyyssimenetelmä**7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.1.

7.2 *Kalibroitiliuosten valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.2.

Valmistetaan kuparin optimaaliselle 0–5 µg/ml määritysalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuossarja, joka sisältää 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml työliuosta (4.4.2). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle analysiliuoksen (6.2) konsentraatiota. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät vastaavasti kuparia 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 µg/ml.

7.3 *Määrittäminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) aallonpituudella 324,8 nm tehtäviä mittauksia varten.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Katso menetelmä 9.4, kohta 8.

Kuparipitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

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

Jos käytetään menetelmää 9.3:

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

jossa

Cu on prosentteina ilmoitettu kuparimäärä lannoitteesta,

x_s on analysiliuoksen (6.2) konsentraatio, µg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, µg/ml,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2), (a3), .., (ai) ja (a) ovat osanäytteet ja (v1), (v2), (v3), .., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 9.8

Raudan määrittäminen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä raudan määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uuteteisiin, joista on ilmoitettava raudan kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen raudan pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. Periaate

Utteiden käsittelyn ja sopivan laimentamisen jälkeen rauta määritetään atomiabsorptiospektrometrillä.

4. Reagenssit

4.1 Suolahappoliuos, noin 6 mol/l

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.1.

4.2 Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.2.

4.3 Vetyperoksidiliuos (H₂O₂, tiheys 20 °C:ssa = 1,11 g/ml), 30-prosenttinen, hivenravinnepapaa

4.4 Lantaanisuolaliuokset, (10 g La litrassa)

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.3.

4.5 Rautastandardiliuos

4.5.1 Raudan työstandardiliuos, (1 000 µg/ml)

Liuetetaan 500 ml:n dekantterilasissa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 1 g puhdasta rautalankaa 200 ml:aan 6-molaarista suolahappoa (4.1) ja lisätään 15 ml vetyperoksidiliuosta (4.3). Kuumennetaan sähkölevyllä, kunnes rauta on liennut täysin. Annetaan jäähtyä ja siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.5.2 Rautatyöliuos (100 µg/ml)

Mitataan 20 ml työstandardiliuosta (4.5.1) 200 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

5. Välineistö

Atomiabsorptiospektrometri: katso menetelmä 9.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu raudalle ominaisen säteilyn lähteellä (248,3 nm).

6. Analyysiliuoksen valmistaminen

6.1 Raudan uuteliuos

Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.

6.2 Analyysiliuoksen valmistaminen

Katso menetelmä 9.4, kohta 6.2. Analyysiliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) lantaanisuolaliuosta.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Nollaliuoksen valmistaminen

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.1. Nollaliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta.

7.2 Kalibrointiliuosten valmistaminen

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.2.

Valmistetaan raudan optimaaliselle 0–10 µg/ml määrittämisalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuosserja, joka sisältää 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 ml työliuosta (4.5.2). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle analyysiliuoksen konsentraatiota. Lisätään 10 ml kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät rautaa 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 µg/ml.

7.3 Määrittäminen

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) aallonpituudella 248,3 nm tehtäviä mittauksia varten.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Katso menetelmä 9.4, kohta 8.

Rautapitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

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

Jos käytetään menetelmää 9.3:

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

jossa

Fe on prosentteina ilmoitettu rautamäärä lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, µg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, µg/ml,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2), (a3), .., (ai) ja (a) ovat osanäytteet ja (v1), (v2), (v3), .., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskertoimen D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 9.9**Mangaanin määrittäminen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti****1. Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä mangaanin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uuteteisiin, joista on ilmoitettava mangaanin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen mangaanin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. Periaate

Uutteiden käsittelyn ja sopivan laimentamisen jälkeen mangaani määritetään atomiabsorptiospektrometrillä.

4. Reagenssit**4.1 Suolahappoliuos, noin 6 mol/l**

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.1.

4.2 Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.2.

4.3 Lantaanisuolaliuokset, 10 g La litrassa

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.3.

4.4 *Mangaanistandardiliuos*

4.4.1 Mangaanin työstandardiliuos, 1 000 µg/ml

Liuetetaan 250 ml:n dekanterilasissa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 1 g mangaania 25 ml:aan 6-molaarista suolahappoa (4.1). Kuumennetaan sähkölevyllä, kunnes mangaani on liennut täysin. Annetaan jäähtyä ja siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.4.2 Mangaanityöliuos, 100 µg/ml

Laimennetaan 20 ml työstandardiliuosta (4.4.1) 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) 200 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

5. **Välineistö**

Atomiabsorptiospektrometri: katso menetelmä 9.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu mangaanille ominaisen säteilyn lähteellä (279,6 nm).

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**6.1 *Mangaanin uuteliuos*

Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 6.2. Analyysiliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) lantaanisuolaliuosta (4.3).

7. **Analyysimenetelmä**7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.1. Nollaliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta.

7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.2.

Valmistetaan mangaanin optimaaliselle 0–5 µg/ml määrittämisalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuosarja, joka sisältää 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml työliuosta (4.4.2). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle analyysiliuoksen konsentraatiota. Lisätään jokaiseen pulloon 10 ml kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät mangaania 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 µg/ml.

7.3 *Määrittäminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) aallonpituudella 279,6 nm tehtäviä mittauksia varten.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Katso menetelmä 9.4, kohta 8.

Mangaanipitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

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

Jos käytetään menetelmää 9.3:

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

jossa

Mn on prosentteina ilmoitettu mangaanimäärä lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, µg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, µg/ml,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2), (a3), .., (ai) ja (a) ovat osanäytteet ja (v1), (v2), (v3), .., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 9.10

Molybdeenin määrittäminen lannoiteutteisistä ammoniumtiosyanaattikompleksin spektrometrinen määrittäminen

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä molybdeenin määrittämiseksi lannoiteutteisistä.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uuteteisiin, joista on ilmoitettava molybdeenin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoksen molybdeenin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. Periaate

Happamassa liuoksessa molybdeeni (V) muodostaa SCN⁻-ionien kanssa [MoO(SCN)₅]²⁻-kompleksin.

Molybdeenikompleksi uutetaan n-butyylasetaatilla. Häiritsevät ionit, kuten rauta, pysyvät vesifaasissa. Määritetään kelta-oranssiväri spektrometrillä 470 nm:ssä.

4. Reagenssit

4.1 Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.1.

4.2 Kupariliuos 1,5-molaarisessa suolahapossa, kuparia 70 mg/l

Liuotetaan 1 000 ml:n mittapullossa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 275 mg kuparisulfaattia (CuSO₄ 5H₂O) 250 ml:aan 6-molaarista suolahappoliuosta (4.1). Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.3 Askorbiinihappoliuos, 50 g/l

Liuotetaan 50 g askorbiinihappoa (C₆H₈O₆) veteen 1 000 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin vedellä, sekoitetaan huolellisesti ja säilytetään jääkaapissa.

4.4 n-butyylasetaatti

4.5 Ammoniumtiosyanaattiliuos, 0,2 mol/l

Liuotetaan 15,224 g NH₄SCN:aa veteen 1 000 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin vedellä, sekoitetaan huolellisesti ja säilytetään värillisessä pullossa.

4.6 Tina(II)kloridiliuos 50 g/l 2-molaarisessa suolahapossa

Liuoksen on oltava täysin kirkas ja se on valmistettava juuri ennen käyttöä. Käytetään hyvin puhdasta tina(II)kloridia, sillä muuten liuos ei ole kirkas.

Valmistettaessa 100 ml liuosta liuotetaan 5 g tina(II)kloridia (SnCl₂2H₂O) 35 ml:aan 6-molaarista suolahappoliuosta (4.1). Lisätään 10 ml kupariliuosta (4.2). Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.7 Molybdeenistandardiliuokset

4.7.1 Molybdeenin työstandardiliuos, 500 µg/ml

Liuotetaan 1 000 ml:n mittapullossa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 0,920 g ammoniummolybdeeniä [(NH₄)₆Mo₇O₂₄ 4H₂O] 6-molaariseen suolahappoon (4.1). Täytetään merkkiin tällä samalla liuoksella ja sekoitetaan.

- 4.7.2 Molybdeeniväliliuos, 25 µg/ml
Mitataan 500 ml:n mittapulloon 25 ml työstandardiliuosta (4.7.1). Täytetään merkkiin 6-molaarisella suolahapolla (4.1) ja sekoitetaan huolellisesti.
- 4.7.3 Molybdeenityöliuos, 2,5 µg/ml
Mitataan 100 ml:n mittapulloon 10 ml väliliuosta (4.7.2). Täytetään merkkiin 6-molaarisella suolahapolla (4.1) ja sekoitetaan huolellisesti.
5. **Välineistö**
- 5.1 Spektrometri, joka on säädetty 470 nm:iin ja varustettu optiselta pituudeltaan 20 mm olevilla kyveteillä.
- 5.2 200 tai 250 ml:n erotussuppilo
6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**
- 6.1 *Molybdeenin uuteliuos*
Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.
- 6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*
Laimennetaan uutteen osanäyte (6.1) 6-molaarisella suolahappoliuoksella (4.1) siten, että saadaan mittaukseen sopiva molybdeenikonsentraatio. Olkoon D laimennuskertoimen.

Otetaan viimeisestä laimennusliuoksesta osanäyte *a*, joka sisältää 1–12 µg molybdeeniä, ja pannaan se erotussuppiloon (5.2). Täytetään 50 ml:ksi 6-molaarisella suolahappoliuoksella (4.1).
7. **Analyysimenetelmä**
- 7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*
Valmistetaan nollaliuos toistaen koko menettely uuttamisvaiheesta alkaen siten, että pois jätetään ainoastaan lannoitenäyte.
- 7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*
Valmistetaan vähintään kuuden pitoisuudeltaan kasvavan kalibrointiliuoksen sarja, joka pysyy laitteen optimaalisella määrittämisalueella.

Valmistetaan molybdeenin 0–12,5 µg/ml määrittämisalueelle liuossarja pipetoimalla erotussuppiloihin (5.2) 0, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml työliuosta (4.7.3). Täytetään 50 ml:ksi 6-molaarisella suolahapolla (4.1). Suppilot sisältävät molybdeeniä vastaavasti 0, 2,5, 5, 7,5, 10 ja 12,5 µg/ml.
- 7.3 *Kompleksin muodostaminen ja erottaminen*
Lisätään kuhunkin suppiloon (6.2, 7.1 ja 7.2) seuraavassa järjestyksessä:

— 10 ml kupariliuosta (4.2),

— 20 ml askorbiinihappoliuosta (4.3).

Sekoitetaan ja odotetaan 2–3 minuuttia. Tämän jälkeen lisätään:

— tarkkuuspipetillä 10 ml n-butyyliaasettaattia (4.4),

— 20 ml tiosyanaattiliuosta (4.5).

Ravistetaan 1 minuutin ajan kompleksin uuttamiseksi orgaaniseen faasiin, annetaan dekantoitua; kahden faasin erottamisen jälkeen erotetaan vesifaasi ja hylätään se. Tämän jälkeen pestään orgaaninen faasi

— 10 ml:lla tina(II)kloridiliuosta (4.6).

Ravistetaan 1 minuutin ajan. Annetaan dekantoitua ja erotetaan vesifaasi. Kerätään orgaaninen faasi koeputkeen. Tämä mahdollistaa vesitippojen keräämisen suspensiossa.

7.4 Määrittäminen

Mitataan liuosten (7.3) absorbanssit 470 nm:n aallonpituudella käyttäen vertailuliuksena 0 µg/ml sisältävää molybdeeniliuosta (7.2).

8. Tuloksen ilmoittaminen

Kalibrointikäyrä piirretään käyttämällä abskissana kalibrointiliuosten (7.2) molybdeenimassoja, µg, ja ordinaattana vastaavia spektrometrin antamia absorbanssien (7.4) arvoja.

Määritetään kalibrointikäyrältä analyysiliuoksen (6.2) ja nollaliuoksen (7.1) molybdeenimassat. Näitä määrisiä merkitään vastaavasti x_s ja x_b .

Molybdeenipitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

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

Jos käytetään menetelmää 9.3:

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

jossa

Mo on prosentteina ilmoitettu molybdeenimäärä lannoitteesta,

a on viimeisestä laimennusliuoksesta (6.2) otetun osanäytteen tilavuus, ml,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) molybdeenimassa, µg,

x_b on koe-erän (6.2) tilavuutta (a) vastaava nollaliuoksen (7.1) molybdeenimassa, µg,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2) ovat peräkkäiset osanäytteet ja (v1), (v2) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

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

Menetelmä 9.11

Sinkin määrittäminen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä sinkin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uuteteisiin, joista on ilmoitettava sinkin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen sinkin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. Periaate

Uutteen käsittely ja sopivan laimentamisen jälkeen sinkkipitoisuus määritetään atomiabsorptiospektrometrisesti.

4. Reagenssit

4.1 Suolahappoliuos, noin 6 mol/l

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.1.

- 4.2 *Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l*
Katso menetelmä 9.4, kohta 4.2.
- 4.3 *Lantaanisuolaliuokset, 10 g La litrassa*
Katso menetelmä 9.4, kohta 4.3.
- 4.4 *Sinkin kalibrointiliuokset*
- 4.4.1 *Sinkin työstandardiliuos (1 000 µg/ml)*
Liuotetaan 1 000 ml:n mittapullossa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 1 g sinkkipölyä tai sinkkihiutaleita 25 ml:aan 6-molaarista suolahappoa (4.1). Täydellisen liukenemisen jälkeen täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.
- 4.4.2 *Sinkkityöliuos (100 µg/ml)*
Laimennetaan 20 ml työstandardiliuosta (4.4.1) 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) 200 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.
5. **Välineistö**
Atomiabsorptiospektrometri: katso menetelmä 9.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu sinkille ominaisen säteilyn lähteellä (213,8 nm). Laitteen on pystyttävä suorittamaan taustakorjaus.
6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**
- 6.1 *Sinkin uuteliuos*
Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.
- 6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*
Katso menetelmä 9.4, kohta 6.2. Analyysiliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) lantaanisuolaliuosta (4.3).
7. **Analyysimenetelmä**
- 7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*
Katso menetelmä 9.4, kohta 7.1. Nollaliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta.
- 7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*
Katso menetelmä 9.4, kohta 7.2.

Valmistetaan sinkin optimaaliselle 0–5 µg/ml määrittämisalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuossarja, joka sisältää 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml työliuosta (4.4.2). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle analyysiliuoksen konsentraatiota. Lisätään jokaiseen pulloon 10 ml kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät vastaavasti sinkkiä 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 µg/ml.
- 7.3 *Määrittäminen*
Katso menetelmä 9.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) aallonpituudella 213,8 nm tehtäviä mittauksia varten.
8. **Tuloksen ilmoittaminen**
Katso menetelmä 9.4, kohta 8.

Sinkkipitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

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

Jos käytetään menetelmää 9.3:

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

jossa

Zn on prosentteina ilmoitettu sinkkimäärä lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, µg/ml,

x_p on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, µg/ml,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a_1), (a_2), (a_3), .., (a_i) ja (a) ovat osanäytteet ja (v_1), (v_2), (v_3), .., (v_i) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskertoimen D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

Menetelmät 10

Hivenravinteet joiden pitoisuus on suurempi kuin 10 prosenttia

Menetelmä 10.1

Hivenravinteiden kokonaismäärän uuttaminen

1. Tarkoitus

Tällä menetelmällä määritellään menettely seuraavien hivenravinteiden kokonaismäärien uuttamiseksi: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Tavoitteena on suorittaa mahdollisimman vähäinen määrä uuttoa käyttämällä mahdollisuuksien mukaan samaa uutetta jokaisen edellä mainitun hivenravinteiden kokonaispitoisuuden määrittämiseen.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan tämän asetuksen liitteessä I olevassa E jaksossa tarkoitettuihin EY-lannoitteisiin, jotka sisältävät yhtä tai useampaa seuraavista hivenravinteista: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Sitä sovelletaan jokaiseen hivenravinteeseen, jonka ilmoitettu pitoisuus on suurempi kuin 10 %.

3. Periaate

Liuotus kiehuvaan, laimennettuun suolahappoon.

H u o m a u t u s :

Uuttamismenetelmä on kokemusperäinen, ja sen kvantitatiivisuus riippuu tuotteesta tai lannoitteen muista aineksista. Erityisesti kun kyseessä ovat tietyt mangaanioksidit, uutetut määrät voivat olla merkittävästi pienempiä kuin mangaanin kokonaismäärä tuotteessa. Lannoitteiden valmistajien vastuulla on varmistaa, että ilmoitettu pitoisuus tosiasiallisesti vastaa menetelmän koeolosuhteissa uutettua määrää.

4. Reagenssit

4.1 Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) yhteen tilavuusosaan vettä.

4.2 Väkevä ammoniakkiliuos (NH₄OH, tiheys 20 °C:ssa = 0,9 g/ml)

5. Välineistö

5.1 Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää

5.2 pH-mittari

Huomautus:

Kun uutteesta määritetään booripitoisuus, ei saa käyttää borosilikaattisia lasitavaroita. Koska uuttoon liittyy keittäminen, suositellaan käytettäväksi teflonia tai kvartsilasia. Lasitavarat on huuhdeltava huolellisesti, jos ne on pesty boraatteja sisältävällä pesuaineella.

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Analyysinäyte

Punnitaan 1 g:n tai 2 g:n määrä lannoitetta tuotteen ilmoitetun hivenravinnepitoisuuden mukaan. Seuraavaa taulukkoa käytetään, jotta saataisiin lopullinen liuos, joka on soveltuvan laimennuksen jälkeen jokaisen menetelmän mittausalueella. Näytteet on punnittava 1 mg:n tarkkuudella.

Lannoitteen ilmoitettu hivenravinnepitoisuus (%)	> 10 < 25	≥ 25
Analyysinäytteen massa (g)	2	1
Näytteen sisältämän alkuaineen massa (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Uutteen tilavuus V (ml)	500	500
Uutteen sisältämän alkuaineen konsentraatio (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Näyte sijoitetaan 250 ml:n dekantterilasiin.

7.2 Liuoksen valmistaminen

Kostutetaan tarvittaessa näyte pienellä määrällä vettä ja lisätään, aluksi pieninä erinä ja varovasti, 10 ml laimennettua suolahappoa (4.1) lannoitegrammaa kohti, minkä jälkeen lisätään noin 50 ml vettä. Peitetään dekantterilasi kellolasilla ja sekoitetaan. Kuumennetaan kiehumispisteeseen sähkölevyllä ja keitetään 30 minuuttia. Annetaan jäähtyä välillä sekoittaen. Siirretään kvantitatiivisesti 500 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan. Hylätään suodoksen ensimmäinen erä. Uutteen on oltava täysin kirkasta.

On suositeltavaa, että määritykset suoritetaan kirkkaan suodoksen määräosuuksista viipymättä. Jos suodosta ei käytetä heti, astia on suljettava.

Huomautus:

Uutteet, joiden booripitoisuus on määritettävä: Uutteiden pH on säädettävä arvoon 4–6 väkevällä ammoniakiliuoksella (4.2).

8. Määrittäminen

Kukin hivenravinne määritetään sen erityismenetelmällä valmistetun uutteen määräosuudesta.

Menetelmiä 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 ja 10.10 ei voida käyttää kelaatti- tai kompleksimuodossa olevien alkuaineiden määrittämiseen. Näissä tapauksissa on käytettävä menetelmää 10.3 ennen määrittystä.

Kyseinen käsittely ei välttämättä ole tarpeen, kun määrittäminen suoritetaan atomiabsorptiospektrometrillä (menetelmät 10.8 ja 10.11).

Menetelmä 10.2

Vesiliukoisten hivenravinteiden uuttaminen

1. Tarkoitus

Tällä menetelmällä määritellään menettely seuraavien hivenravinteiden vesiliukoisten muotojen uuttamiseksi: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Tavoitteena on suorittaa mahdollisimman vähäinen määrä uuttoa käyttämällä mahdollisuuksien mukaan samaa uutetta jokaisen hivenravinteen pitoisuuden määrittämiseen.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan tämän asetuksen liitteessä I olevassa E jaksossa tarkoitettuihin EY-lannoitteisiin, jotka sisältävät yhtä tai useampaa seuraavista hivenravinteista: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Sitä sovelletaan jokaiseen hivenravinteeseen, jonka ilmoitettu pitoisuus on suurempi kuin 10 %.

3. Periaate

Hivenravinteet uutetaan ravistamalla lannoitetta vedessä, jonka lämpötila on 20 (± 2) °C.

Huomautus:

Uutto on kokemusperäinen, ja sitä voidaan tai ei voida pitää kvantitatiivisena.

4. Reagenssit

4.1 Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) yhteen tilavuusosaan vettä.

5. Välineistö

5.1 Pyörivä ravistin, säädetty noin 35–40 kierrokseen minuutissa

Huomautus:

Kun uutteesta määritetään booripitoisuus, ei saa käyttää borosilikaattisia lasitavaroita. Tässä uutossa suositellaan käytettäväksi teflonia tai kvartsilasia. Lasitavarat on huuhdeltava huolellisesti, jos ne on pesty booriatteja sisältävällä pesuaineella.

6. Näytteen esikäsittely

Ks. menetelmä 1.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Analyysinäyte

Punnitaan 1 g:n tai 2 g:n määrä lannoitetta tuotteen ilmoitetun hivenravinnepitoisuuden mukaan. Seuraavaa taulukkoa käytetään, jotta saataisiin lopullinen liuos, joka on soveltuvan laimennuksen jälkeen jokaisen menetelmän mittausalueella. Näytteet on punnittava 1 mg:n tarkkuudella.

Lannoitteen ilmoitettu hivenravinnepitoisuus (%)	> 10 < 25	≥ 25
Analyysinäytteen massa (g)	2	1
Näytteen sisältämän alkuaineen massa (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Uutteen tilavuus V (ml)	500	500
Uutteen sisältämän alkuaineen konsentraatio (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Sijoitetaan näyte 500 ml:n mittapulloon.

7.2 Liuoksen valmistaminen

Lisätään noin 400 ml vettä.

Suljetaan pullo huolellisesti. Ravistetaan voimakkaasti käsin, jotta näytteestä muodostuu dispersio. Asetetaan pullo ravistimeen (5.1) ja ravistetaan 30 minuuttia.

Tätetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

7.3 Analyysiliuoksen valmistaminen

Suodatetaan välittömästi puhtaaseen ja kuivaan pulloon. Suljetaan pullo. Tehdään määrittäminen välittömästi suodattamisen jälkeen.

Huomautus:

Jos uute samenee asteittain, uutetaan uudelleen 7.1 ja 7.2 kohdan mukaan tilavuudeltaan V_e olevaan mittapulloon. Suodatetaan tilavuudeltaan W olevaan kalibroituun, kuivaan mittapulloon, johon on kaadettu 5 ml laimennettua suolahappoliuosta (4.1). Lopetetaan suodatus tarkalleen mittapullon kalibroituun merkkiin. Sekoitetaan huolellisesti.

Näissä olosuhteissa tuloksia ilmoitettaessa käytetään V :n arvoa:

$$V = V_e \times W / (W - 5)$$

Tuloksia ilmoitettaessa käytettävät laimennukset riippuvat tästä V :n arvosta.

8. Määrittäminen

Kukin hivenravinne määritetään sen erityismenetelmällä valmistetun uutteen määräosuudesta.

Menetelmiä 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 ja 10.10 ei voida käyttää kelaatti- tai kompleksimuodossa olevien alkuaineiden määrittämiseen. Näissä tapauksissa on käytettävä menetelmää 10.3 ennen määrittystä.

Kyseinen käsittely ei välttämättä ole tarpeen, kun määrittäminen suoritetaan atomiabsorptiospektrometrillä (menetelmät 10.8 ja 10.11).

Menetelmä 10.3**Orgaanisten yhdisteiden poistaminen lannoiteuutteista****1. Tarkoitus**

Tällä menetelmällä määritellään menettely orgaanisten yhdisteiden poistamiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava hivenravinteiden kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisten hivenravinteiden pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

Huomautus:

Orgaanisen aineksen pienet määrät eivät useimmiten vaikuta atomiabsorptiospektrometrillä tehtäviin määrittämiin.

3. Periaate

Uutteen määräosuksien sisältämät orgaaniset yhdisteet hapetetaan vetyperoksidilla.

4. Reagenssit**4.1 Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 0,5 mol/l**

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) 20 tilavuusosaan vettä.

4.2 Vetyperoksidiliuos (30-prosenttinen H₂O₂, tiheys 20 °C:ssa = 1,11 g/ml), hivenravinnevapaa**5. Välineistö**

Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää.

6. Analyysimenetelmä

Otetaan 25 ml menetelmällä 10.1 tai menetelmällä 10.2 valmistettua uuttoliuosta 100 ml:n dekantterilasiin. Jos kyseessä on menetelmä 10.2, lisätään 5 ml laimennettua suolahappoliuosta (4.1). Tämän jälkeen lisätään 5 ml vetyperoksidiliuosta (4.2). Peitetään kellolasilla. Annetaan hapettua huoneenlämmössä noin yhden tunnin ajan ja tämän jälkeen lämmitetään hitaasti kiehumispisteeseen ja keitetään puolen tunnin ajan. Jäähdytyneeseen liuokseen lisätään tarvittaessa uudelleen 5 ml vetyperoksidia ja tämän jälkeen keitetään ylimääräisen vetyperoksidin poistamiseksi. Annetaan jäähtyä ja siirretään kvantitatiivisesti 50 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin. Suodatetaan tarvittaessa.

Tämä laimennus on otettava huomioon otettaessa määraosuuksia ja laskettaessa tuotteen hivenravinteiden prosenttisuutta.

Menetelmä 10.4

Lannoiteuutteiden hivenravinteiden määrittäminen atomiabsorptiospektrometrillä (yleinen menettely)

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa määritellään yleinen menettely raudan ja sinkin määrittämiseen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrillä.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava raudan tai sinkin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen raudan tai sinkin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

Tämän menetelmän muunnokset eri hivenravinteiden määrittämiseksi selostetaan yksityiskohtaisesti kunkin alkuaineen erityismenetelmän yhteydessä.

Huomautus:

Orgaanisen aineksen pienet määrät eivät useimmiten vaikuta atomiabsorptiospektrometrillä tehtäviin määrittämiin.

3. Periaate

Kun uute on tarvittaessa käsitelty häiritsevien kemiallisten aineiden vähentämiseksi tai poistamiseksi, uute laimennetaan siten, että sen konsentraatio on spektrometrin optimaalisella määritysalueella, määritettävälle hivenravinteelle soveltuvalla aallonpituudella.

4. Reagenssit

4.1 Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (HCl, tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) yhteen tilavuusosaan vettä.

4.2 Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 0,5 mol/l

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (HCl, tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) 20 tilavuusosaan vettä.

4.3 Lantaanisulfaattiliuokset, 10 g La litrassa

Tätä reagenssia käytetään raudan ja sinkin määrityksissä. Se voidaan valmistaa joko:

a) suolahappoon (4.1) liuotetusta lantaanioksidista: liuotetaan 1 litran mittapullossa 11,73 g lantaanioksidia (La_2O_3) 150 ml:aan vettä ja tämän jälkeen lisätään 120 ml 6-molaarista suolahappoa (4.1). Annetaan liueta ja täytetään tämän jälkeen 1 litran tilavuuteen vedellä. Sekoitetaan huolellisesti. Tämän liuoksen suolahappoväkyvyys on noin 0,5 mol/l; tai

b) lantaanikloridista, lantaanisulfaattista tai lantaaninitraatista: liuotetaan 26,7 g lantaanikloridiheptahydraattia ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) tai 31,2 g lantaaninitraattiheksahydraattia [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] tai 26,2 g lantaanisulfaattinonahydraattia [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] 150 ml:aan vettä ja lisätään tämän jälkeen 85 ml 6-molaarista suolahappoa (4.1). Annetaan liueta ja täytetään 1 litran tilavuuteen vedellä. Sekoitetaan huolellisesti. Tämän liuoksen suolahappoväkyvyys on noin 0,5 mol/l.

4.4 Kalibrointiliuokset

Näiden valmistaminen selostetaan kunkin hivenravinteen oman määritysmenetelmän yhteydessä.

5. Välineistö

Atomiabsorptiospektrometri, joka on varustettu määritettäville hivenravinteille ominaisen säteilyn lähteellä.

Laitetta käytettäessä kemistin on noudatettava sen valmistajan ohjeita ja tunnettava laitteen käsittely. Laitteen on pystyttävä suorittamaan taustakorjaus, jotta sitä voidaan käyttää tarvittaessa (vrt. sinkki). Kaasuina käytetään ilmaa ja asetyleneitä.

6. Analyysiliuoksen valmistaminen

6.1 Määritettävät alkuaineet sisältävien uuteliuosten valmistaminen

Katso menetelmät 10.1 ja/tai 10.2 ja tarvittaessa 10.3.

6.2 Analyysiliuoksen valmistaminen

Laimennetaan menetelmällä 10.1, 10.2 tai 10.3 valmistettu uutteen määräosuus vedellä ja/tai suolahapolla (4.1) tai (4.2) siten, että lopulliseen mittaliuokseen saadaan käytettyyn kalibrointialueeseen (7.2) soveltuva määritettävän alkuaineen konsentraatio ja suolahappokonsentraatio, joka on vähintään 0,5 mol/l ja enintään 2,5 mol/l. Tämä toimenpide voi vaatia yhden tai useamman peräkkäisen laimennuksen.

Lopullinen liuos on valmistettava panemalla laimennetun uutteen määräosuus 100 ml:n mittapulloon. Olkoon tämän määräosuuden tilavuus (a) ml. Lisätään 10 ml lantaanisuolaliuosta (4.3). Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Olkoon D laimennuskerroin.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Nollaliuoksen valmistaminen

Valmistetaan nollaliuos toistaen koko menettely uuttamisvaiheesta alkaen siten, että pois jätetään ainoastaan lannoitenäyte.

7.2 Kalibrointiliuosten valmistaminen

Valmistetaan kunkin hivenravinteen oman menetelmän mukaisesti valmistetusta työstandardiliuoksesta 100 ml:n mittapulloihin vähintään 5 kalibrointiliuoksen sarja, jossa konsentraatio kasvaa pysyen kuitenkin laitteen optimaalisella määritysalueella. Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle laimennettua analyysiliuosta (6.2). Rautaa ja sinkkiä määritettäessä lisätään 10 ml samaa lantaanisuolaliuosta (4.3) kuin menetelmässä (6.2). Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

7.3 Määrittäminen

Valmistellaan spektrometri (5) määrittämistä varten ja aallonpituus määritettävän hivenravinteen menetelmässä annettuun arvoon.

Annetaan laitteen imeä sumuttimeen kolme kertaa peräkkäin kalibrointiliuoksia (7.2), analyysiliuosta (6.2) ja nollaliuosta (7.1) ja merkitään jokainen tulos muistiin. Huuhdellaan instrumentti tislattulla vedellä jokaisen sumutuksen välillä.

Kalibrointikäyrä piirretään käyttäen ordinaattoina spektrometrin kullekin kalibrointiliuokselle (7.2) antamien tulosten keskiarvoa ja abskissoina vastaavia määritettävän alkuaineen konsentraatioita ilmoitettuna µg/ml.

Määritetään tältä käyrältä kyseisen hivenravinteen pitoisuus analyysiliuoksessa (6.2) ja nollaliuoksessa (7.1). Analyysiliuoksen konsentraatio merkitään x_s ja nollaliuoksen konsentraatio x_b ja molemmat ilmoitetaan µg/ml.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Lannoitteen hivenravinnepitoisuus (E) prosentteina on:

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

Jos käytetään menetelmää 10.3:

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

jossa

E on määritetyn hivenravinteen määrä lannoitteessa prosentteina,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, $\mu\text{g/ml}$,

x_p on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, $\mu\text{g/ml}$,

V on menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 10.1 tai 10.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen:

Jos (a1), (a2), (a3), .., (ai) ja (a) ovat määräosuuksia ja (v1), (v2), (v3), .., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 10.5

Boorin määrittäminen lannoiteuutteesta asidometrisellä titrauksella

1. Tarkoitus

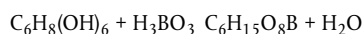
Tällä menetelmällä määritellään menettely booripitoisuuden määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava boorin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukaisen boorin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. Periaate

Mannitoboorikompleksi muodostuu seuraavasti boraatti-ionin ja mannitolin reaktiossa:



Yhdiste titrataan natriumhydroksidiliuoksella pH-arvoon 6,3.

4. Reagenssit

4.1 Metyylipunaindikaattori

Liutetaan 0,1 g metyyliipunaa ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$) 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia 100 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.2 Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 0,5 mol/l

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (HCl, tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) 20 tilavuusosaan vettä.

4.3 Natriumhydroksidiliuos, noin 0,5 mol/l

Liuoksen on oltava hiilidioksidivapaa. Liutetaan 20 g natriumhydroksidipellettejä (NaOH) 800 ml:aan kiehuvaa vettä litran mittapullossa. Liuoksen jäähtyttyä täytetään merkkiin keitettyllä vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.4 Natriumhydroksidin standardiliuos, noin 0,025 mol/l

Liuoksen on oltava hiilidioksidivapaa. Laimennetaan 0,5-molaarinen natriumhydroksidiliuos (4.3) keitettyllä vedellä 20-kertaisesti ja sekoitetaan huolellisesti. Määritetään liuoksen booripitoisuus (B) (katso kohta 9).

4.5 Boorin kalibrintiliuos, (100 $\mu\text{g/ml}$ B)

Liutetaan 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 0,5719 g boorihappoa (H_3BO_3) veteen 1 000 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti. Siirretään muovipulloon ja varastoidaan jääkaappiin.

4.6 D-mannitolipulveri (C₆H₁₄O₆)

4.7 Natriumkloridi (NaCl)

5. Välineistö

5.1 pH-mittari, jossa lasielektrodi

5.2 Magneettisekoitin

5.3 400 ml:n dekantterilasi ja teflonsauva

6. Analyysiliuoksen valmistaminen

6.1 Booriliuoksen valmistaminen

Katso menetelmät 10.1, 10.2 ja tarvittaessa 10.3.

7. Analyysimenetelmä

7.1 Koe

Sijoitetaan 400 ml:n dekantterilasiin (5.3) suodoksesta (6.1) määräosuus *a*, joka sisältää 2–4 mg booria. Lisätään 150 ml vettä.

Lisätään useita tippoja metyyli-punaindikaattoriliuosta (4.1).

Menetelmän 10.2 tapauksessa uute happamoidaan lisäämällä 0,5-molaarista suolahappoa (4.2) indikaattoriliuoksen muutospiisteeseen asti ja tämän jälkeen lisätään vielä 0,5 ml 0,5-molaarista suolahappoa (4.2).

Lisätään 3 g natriumkloridia (4.7) ja kiehautetaan hiilidioksidin poistamiseksi. Annetaan jäähtyä. Asetetaan dekantterilasi magneettisekoittimelle (5.2) ja asetetaan siihen aikaisemmin kalibroidut pH-mittarin elektrodit (5.1).

Säädetään pH tasan 6,3:een, ensin 0,5-molaarisella natriumhydroksidiliuoksella (4.3) ja sitten 0,025-molaarisella liuoksella (4.4).

Lisätään 20 g D-mannitolia (4.6), liuotetaan täydellisesti ja sekoitetaan huolellisesti. Titrataan 0,025-molaarisella natriumhydroksidiliuoksella (4.4) pH 6,3:een (vähintään 1 minuutin stabiilisuus). Olkoon x_1 tarvittava tilavuus.

8. Nollaliuos

Valmistetaan nollaliuos toistamalla koko menettely liuosten valmistusvaiheesta alkaen siten, että pois jätetään ainoastaan lannoite. Olkoon x_0 tarvittava tilavuus.

9. Boorin määrä natriumhydroksidiliuoksessa (4.4)

Pipetoidaan 20 ml (2,0 mg B) kalibrintiliuosta (4.5) 400 ml:n dekantterilasiin ja lisätään useita tippoja metyyli-punaindikaattoriliuosta (4.1). Lisätään 3 g natriumkloridia (4.7) ja suolahappoliuosta (4.2) indikaattoriliuoksen (4.1) muutospiisteeseen.

Täytetään noin 150 ml:n tilavuuteen ja kuumennetaan vähitellen kiehuvaksi hiilidioksidin poistamiseksi. Annetaan jäähtyä. Asetetaan dekantterilasi magneettisekoittimelle (5.2) ja asetetaan siihen aikaisemmin kalibroidut pH-mittarin elektrodit (5.1). Säädetään pH tasan 6,3:een, ensin 0,5-molaarisella natriumhydroksidiliuoksella (4.3) ja sitten 0,025-molaarisella liuoksella (4.4).

Lisätään 20 g D-mannitolia (4.6), liuotetaan täydellisesti ja sekoitetaan huolellisesti. Titrataan 0,025-molaarisella natriumhydroksidiliuoksella (4.4) pH 6,3:een (vähintään 1 minuutin stabiilisuus). Olkoon V_1 tarvittava tilavuus.

Valmistetaan nollaliuos samalla tavalla, mutta korvataan kalibrintiliuos 20 ml:lla vettä. Olkoon V_0 vaadittava tilavuus.

Boorin määrä (F) mg/ml standardinatriumhydroksidiliuoksessa (4.4) on:

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

1 ml tasan 0,025-molaarista natriumhydroksidiliuosta vastaa 0,27025 mg:aa booria (B).

10. **Tuloksen ilmoittaminen**

Booripitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

$$B (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

jossa

B (%) on lannoitteen booripitoisuus prosentteina,

x_1 on koeliuosta varten tarvittavan 0,025-molaarisen natriumhydroksidiliuoksen (4.4) tilavuus, ml,

x_0 on nollaliuosta varten tarvittavan 0,025-molaarisen natriumhydroksidiliuoksen (4.4) tilavuus, ml,

F on boorin (B) määrä 0,025-molaarisessa natriumhydroksidiliuoksessa, mg/ml (4.4),

V on menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uuteliuoksen tilavuus, ml,

a on uuteliuoksen (6.1) määräosuuden (7.1) tilavuus, ml,

M on menetelmän 10.1 tai 10.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

M e n e t e l m ä 10.6

Kobolttin määrittäminen lannoiteuutteista gravimetrisellä menetelmällä 1-nitroso-2-naftolilla1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä kobolttin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava kobolttipitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Koboltti III muodostaa 1-nitroso-2-naftolin kanssa punaisen sakan $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3, 2\text{H}_2\text{O}$. Sen jälkeen kun uutuksessa oleva koboltti on saatettu koboltti III-muotoon, koboltti muodostaa sakan 1-nitroso-2-naftolin kanssa etikkahappoliuoksessa. Suodatuksen jälkeen sakka pestään, kuivataan vakiomassaan ja punnitaan $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3, 2\text{H}_2\text{O}$:na.

4. **Reagenssit**

4.1 Vetyperoksidiliuos (H_2O_2 , tiheys 20 °C:ssa = 1,11 g/ml) 30 %

4.2 Natriumhydroksidiliuos, noin 2 mol/l

Liuetetaan 8 g natriumhydroksidipellettejä 100 ml:aan vettä.

4.3 Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) 1 tilavuusosaan vettä.

4.4 Etikkahappo (99,7-prosenttinen $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$) (tiheys 20 °C:ssa = 1,05 g/ml)

4.5 Etikkahappoliuos (1 : 2), noin 6 mol/l

Sekoitetaan 1 tilavuusosa etikkahappoa (4.4) 2 tilavuusosaan vettä.

4.6 1-nitroso-2-naftolin etikkahappoliuos. Liuetetaan 4 g 1-nitroso-2-naftolia 100 ml:aan etikkahappoa (4.4). Lisätään 100 ml haaleaa vettä. Sekoitetaan huolellisesti. Suodatetaan välittömästi. Suodatettu liuos on käytettävä välittömästi.

5. Välineistö

5.1 Suodatinupokas P 16/ISO 4793, huokoisuus 4, tilavuus 30 tai 50 ml

5.2 Kuivausuuni 130 ± 2 °C

6. Analyysiliuoksen valmistaminen

6.1 *Koboltin uuteliuos*

Katso menetelmä 10.1 tai 10.2.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Kaadetaan uutteen määräosuus, joka sisältää enintään 20 mg kobolttia, 400 ml:n dekanterilasiin.

Jos uute on valmistettu menetelmällä 10.2, happamoidaan 5 tipalla suolahappoliuosta (4.3). Lisätään noin 10 ml vetyperoksidiliuosta (4.1). Annetaan hapettimen vaikuttaa kylmässä 15 minuuttia, sen jälkeen täytetään noin 100 ml:n tilavuuteen vedellä. Peitetään dekanterilasi kellolasilla. Kuumennetaan liuos kiehumispisteeseen ja keitetään noin kymmenen minuutin ajan. Jäähdytetään. Tehdään alkaliseksi natriumhydroksidiliuoksella (4.2) tiipoittain kunnes musta kobolttihydroksidi alkaa saostua.

7. Analyysimenetelmä

Lisätään 10 ml etikkahappoa (4.4) ja täytetään noin 200 ml:n tilavuuteen vedellä. Kuumennetaan kiehumispisteeseen. Byrettii käyttäen lisätään 20 ml l-nitroso-2-naftoliliuosta (4.6) tiipoittain sekoittaen jatkuvasti voimakkaasti sakan koaguloimiseksi.

Suodatetaan aiemmin punnitun suodatinupokkaan läpi (5.1) ja huolehditaan siitä, ettei upokas tukkeudu. Tämän vuoksi varmistetaan, että sakan päällä on nestettä suodatusprosessin ajan.

Pestään dekanterilasi laimealla etikkahapolla (4.5) kaiken sakan poistamiseksi ja pestään suodattimessa oleva sakka laimealla etikkahapolla (4.5) ja sen jälkeen kolme kertaa kuumalla vedellä.

Kuivataan kuivausuunissa (5.2) 130 ± 2 °C:ssa kunnes saavutetaan vakiomassa.

8. Tuloksen ilmoittaminen

1 mg Co ($C_{10}H_6ONO$)₃, 2H₂O:n sakkaa vastaa 0,0096381 mg:aa kobolttia (Co).

Koboltin prosenttiosuus lannoitteessa on:

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

jossa

X on sakan massa milligrammoina,

V on menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uuteliuoksen tilavuus, ml,

a on viimeisestä laimennoksesta otetun määräosuuden tilavuus, ml,

D on tämän määräosuuden laimennuskerroin,

M on näytteen massa grammoina.

Menetelmä 10.7**Kuparin määrittäminen lannoiteuutteesta titrimetrisellä menetelmällä****1. Tarkoitus**

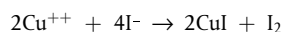
Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä kuparin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

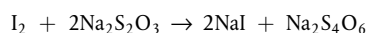
Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava kuparipitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. Periaate

Kupari-ionit pelkistetään happamissa olosuhteissa kaliumjodidilla:



Näin vapautunut jodi titrataan natriumtiosulfaatin standardiliuoksella tärkkelysindikaattorin läsnäollessa seuraavasti:



4. Reagenssit

4.1 Typpihappo (HNO_3 , tiheys 20 °C:ssa = 1,40 g/ml)

4.2 Urea [$(\text{NH}_2)_2\text{C}=\text{O}$]

4.3 Ammoniumbiofluoridiliuos (NH_4HF_2), 10 % (massa/tilavuus)

Liuos säilytetään muoviasiassa.

4.4 Ammoniumhydroksidiliuos (1 + 1)

Sekoitetaan 1 tilavuusosa ammoniakkia (NH_4OH , tiheys 20 °C:ssa: 0,9 g/ml) 1 tilavuusosaan vettä.

4.5 Natriumtiosulfaatin standardiliuos

Liuotetaan 7,812 g natriumtiosulfaattipentahydraattia ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) veteen 1 litran mittapullossa. Tämä liuos on valmistettava siten, että 1 ml liuosta = 2 mg kuparia (Cu). Stabiloidumiseksi lisätään useita tippoja kloroformia. Liuos on säilytettävä lasisäiliössä ja suojattava suoralta auringonvalolta.

4.6 Kaliumjodidi (KI)

4.7 Kaliumtiosyanaattiliuos [(KSCN), 25 % (massa/tilavuus)]

Säilytetään liuos muovipullossa.

4.8 Tärkkelysliuos (noin 0,5 %)

Asetetaan 2,5 g tärkkelystä 600 ml:n dekantterilasiin. Lisätään noin 500 ml vettä. Keitetään samalla sekoitteen. Jäähdytetään huoneenlämpötilaan. Liuoksella on lyhyt säilymisaika. Sen säilyvyyttä voidaan parantaa lisäämällä noin 10 mg elohopeajodidia.

5. Analyysiliuoksen valmistaminen

Kupariliuoksen valmistaminen.

Katso menetelmät 10.1 ja 10.2.

6. Analyysimenetelmä

6.1 Titrattavan liuoksen valmistaminen

Kaadetaan uutteen määräosuus, joka sisältää vähintään 20–40 mg:aa Cu 500 ml:n erlenmeyerpulloon.

Kaikki ylimääräinen mukana oleva happi poistetaan keittämällä lyhyesti. Täytetään noin 100 ml:n tilavuuteen vedellä. Lisätään 5 ml typpihappoa (4.1), kuumennetaan kiehumispisteeseen ja keitetään noin puolen minuutin ajan.

Poistetaan erlenmeyerpullo kuumentimelta, lisätään 3 g ureaa (4.2) ja keitetään uudelleen noin puolen minuutin ajan.

Poistetaan kuumentimelta ja lisätään 200 ml kylmää vettä. Tarvittaessa jäähdytetään erlenmeyerpullon sisältö huoneenlämpöön.

Lisätään vähitellen ammoniumhydroksidiliuosta (4.4), kunnes liuos muuttuu siniseksi. Sen jälkeen lisätään vielä ylimääräinen 1 ml.

Lisätään 50 ml ammoniumbifluoridiliuosta (4.3) ja sekoitetaan.

Lisätään 10 g kaliumjodidia (4.6) ja annetaan liueta.

6.2 Liuoksen titraus

Asetetaan erlenmeyerpullo magneettisekoittimelle. Asetetaan sauva erlenmeyerpulloon ja säädetään sekoitin haluttuun nopeuteen.

Byrettii käyttäen lisätään standardinatriumtiosulfaattiliuosta (4.5), kunnes liuoksesta vapautuvan jodin ruskea väri vaalenee.

Lisätään 10 ml tärkkelysliuosta (4.8).

Jatketaan titrausta natriumtiosulfaattiliuoksella (4.5), kunnes purppuraväri on melkein hävinnyt.

Lisätään 20 ml kaliumtiosyanaattiliuosta (4.7) ja jatketaan titrausta, kunnes violetinsininen väri on täysin kadonnut.

Merkitään muistiin käytetyn tiosulfaattiliuoksen tilavuus.

7. Tuloksen ilmoittaminen

1 ml standardinatriumtiosulfaattiliuosta (7,812 mg) vastaa 2 mg:aa kuparia.

Kuparin (Cu) prosenttiosuus lannoitteessa on:

$$\text{Cu (\%)} = X \frac{V}{a \times M \times 5}$$

jossa

X on käytetyn natriumsulfaattiliuoksen tilavuus millilitroina,

V on menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistetun uuteliuoksen tilavuus, ml,

a on määräosuuden tilavuus, ml,

M on menetelmien 10.1 ja 10.2 mukaan käsitellyn näytteen massa grammoina.

Menetelmä 10.8

Raudan määrittäminen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti

1. Tarkoitus

Tällä menetelmällä määritellään menettely raudan määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava raudan kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukaisen raudan pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. Periaate

Sopivan käsittelyn ja uutteen laimentamisen jälkeen rautapitoisuus määritetään atomiabsorptiospektrometrisesti.

4. Reagenssit

4.1 Suolahappoliuos, noin 6 mol/l

Katso menetelmä 10.4, kohta 4.1.

4.2 Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l

Katso menetelmä 10.4, kohta 4.2.

- 4.3 Vetyperoksidiliuos (30-prosenttinen H₂O₂, tiheys 20 °C:ssa = 1,11 g/ml), hivenravinnevapaa
- 4.4 *Lantaanisuolaliuokset, 10 g La litrassa*
Katso menetelmä 10.4, kohta 4.3.
- 4.5 *Raudan kalibrintiliuos*
- 4.5.1 Raudan työstandardiliuos, (1 000 µg/ml)
Punnitaan 0,1 mg:n tarkkuudella 1 g puhdasta rautalankaa 500 ml:n dekantterilasiin. Lisätään 200 ml 6-molaarista suolahappoa (4.1) ja 15 ml vetyperoksidiliuosta (4.3). Kuumennetaan sähkölevyllä, kunnes rauta on liennut täysin. Jäähdyneenä siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.
- 4.5.2 Rautatyöliuos (100 µg/ml)
Kaadetaan 20 ml työstandardiliuosta (4.5.1) 200 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.
5. **Välineistö**
Atomiabsorptiospektrometri: katso menetelmä 10.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu raudalle ominaisen säteilyn lähteellä (248,3 nm).
6. **Analyysiliuksen valmistaminen**
- 6.1 *Rautaliuksen valmistaminen*
Katso menetelmät 10.1 ja/tai 10.2 ja tarvittaessa 10.3.
- 6.2 *Analyysiliuksen valmistaminen*
Katso menetelmä 10.4, kohta 6.2. Analyysiliuksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) lantaanisuolaliuosta.
7. **Analyysimenetelmä**
- 7.1 *Nollaliuksen valmistaminen*
Katso menetelmä 10.4, kohta 7.1. Nollaliuksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta.
- 7.2 *Kalibrintiliuosten valmistaminen*
Katso menetelmä 10.4, kohta 7.2.

Valmistetaan raudan optimaaliselle 0–10 µg/ml määritysalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuossarja, joka sisältää 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 ml työliuosta (4.5.2). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle analyysiliuksen konsentraatiota. Lisätään 10 ml kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät rautaa 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 µg/ml.
- 7.3 *Määrittäminen*
Katso menetelmä 10.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) 248,3 nm:n aallonpituudella tehtäviä mittauksia varten.
8. **Tuloksen ilmoittaminen**
Katso menetelmä 10.4, kohta 8.

Rautapitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

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

Jos käytetään menetelmää 10.3:

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

jossa

Fe on prosentteina ilmoitettu rautamäärä lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, $\mu\text{g/ml}$,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, $\mu\text{g/ml}$,

V on menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 10.1 tai 10.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2), (a3), .., (ai) ja (a) ovat määraosuuksia ja (v1), (v2), (v3), .., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 10.9

Mangaanin määrittäminen lannoiteuutteesta titraamalla

1. Tarkoitus

Tässä menetelmässä kuvataan menettely mangaanin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava mangaanipitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. Periaate

Jos uutteessa on kloridi-ioneja, ne poistetaan keittämällä uutetta rikkihapon kanssa. Mangaani hapetetaan natriumvismutaatilla typpihapossa. Muodostuva permanganaatti pelkistetään ylimääräisellä ferrosulfaatilla. Tämä ylimäärä titrataan kaliumpermanganaattiliuoksella.

4. Reagenssit

4.1 Väkevä rikkihappo (H_2SO_4 , tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml)

4.2 Rikkihappo, noin 9 mol/l

Sekoitetaan varovasti 1 tilavuusosa väkevää rikkihappoa (4.1) 1 tilavuusosaan vettä.

4.3 Typpihappo, 6 mol/l

Sekoitetaan 3 tilavuusosaa typpihappoa (HNO_3 , tiheys 20 °C:ssa = 1,40 g/ml) 4 tilavuusosaan vettä.

4.4 Typpihappo, 0,3 mol/l

Sekoitetaan 1 tilavuusosa 6 mol/l typpihappoa 19 tilavuusosaan vettä.

4.5 Natriumvismutaatti (NaBiO_3) (85 %)

4.6 Piimaa

4.7 Ortofosforihappo, 15 mol/l (H_3PO_4 , tiheys 20 °C:ssa = 1,71 g/ml)

4.8 Ferrosulfaattiliuos, 0,15 mol/l

Liuotetaan 41,6 g ferrosulfaattiheptahydraattia ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 1 litran mittapullossa.

Lisätään 25 ml väkevää rikkihappoa (4.1) ja 25 ml fosforihappoa (4.7). Täytetään 1 000 ml:n tilavuuteen. Sekoitetaan.

4.9 *Kaliumpermanganaattiliuos, 0,020 mol/l*
Punnitaan 3,160 g kaliumpermanganaattia (KMnO₄) 0,1 mg:n tarkkuudella. Liuotetaan ja täytetään 1 000 ml:n tilavuuteen vedellä.

4.10 *Hopeanitraattiliuos 0,1 mol/l*
Liuotetaan 1,7 g hopeanitraattia (AgNO₃) veteen ja täytetään 100 ml:n tilavuuteen.

5. Välineistö

5.1 Suodatinupokas P 16/ISO 4793, huokoisuus 4, tilavuus 50 ml, asetettu 500 ml:n suodatuspullon päälle.

5.2 Magneettisekoitin

6. Analyysiliuoksen valmistaminen

6.1 *Mangaanin uuteliuos*

Katso menetelmät 10.1 ja 10.2. Jos ei tiedetä, onko kloridi-ioneja läsnä, tehdään liuokselle koe pisaralla hopeanitraattiliuosta (4.10).

6.2 Kun kloridi-ioneja ei ole läsnä, uutteen määräosa, joka sisältää 10–20 mg mangaania, sijoitetaan korkeaan 400 ml:n dekanterilasiin. Saatetaan noin 25 ml:n tilavuuteen joko haihduttamalla tai lisäämällä vettä. Lisätään 2 ml väkevää rikkihappoa (4.1).

6.3 *Jos kloridi-ioneja on läsnä, ne on tarpeen poistaa seuraavalla tavalla:*

Uutteen määräosa, joka sisältää 10–20 mg mangaania, sijoitetaan korkeaan 400 ml:n dekanterilasiin. Lisätään 5 ml 9-molaarista rikkihappoa (4.2). Kuumennetaan kiehumispisteeseen sähkölevyllä vetokaapissa ja annetaan kiehua, kunnes valkoista höyryä vapautuu runsaasti. Jatketaan, kunnes tilavuus on pienentynyt noin 2 ml:aan (ohut kalvo siirappimaista nestettä dekanterilasin pohjalla). Annetaan jäähtyä huoneenlämpöön.

Lisätään varovasti 25 ml vettä ja kokeillaan uudelleen kloridi-ionien läsnäolo yhdellä pisaralla hopeanitraattiliuosta (4.10). Jos kloridia on vieläkin jäljellä, toistetaan toimenpide sen jälkeen, kun on lisätty 5 ml 9-molaarista rikkihappoa (4.2).

7. Analyysimenetelmä

Lisätään 25 ml 6-molaarista typpihappoa (4.3) ja 2,5 g natriumvismutaattia (4.5) 400 ml:n dekanterilasiin, jossa analyysiliuos on. Sekoitetaan voimakkaasti kolmen minuutin ajan magneettisekoittimella (5.2).

Lisätään 50 ml 0,3-molaarista typpihappoa (4.4) ja sekoitetaan uudelleen. Suodatetaan tyhjiössä läpi upokkaan (5.1), jonka pohja on peitetty piimaalla (4.6). Pestään upokas useita kertoja 0,3-molaarisella typpihapolla (4.4), kunnes saavutetaan väritön suodos.

Siirretään suodos ja pesuliuos 500 ml:n dekanterilasiin. Sekoitetaan ja lisätään 25 ml 0,15-molaarista ferrosulfaattiliuosta (4.8). Jos suodos muuttuu keltaiseksi ferrosulfaatin lisäyksen jälkeen, lisätään 3 ml 15-molaarista ortofosforihappoa (4.7).

Byrettiä käyttäen titrataan ylimääräinen ferrosulfaatti 0,02-molaarisella kaliumpermanganaattiliuoksella (4.9), kunnes seos muuttuu vaaleanpunaiseksi ja väri säilyy yhden minuutin ajan. Suoritetaan nollakoe samoissa olosuhteissa siten, että pois jätetään ainoastaan näyte.

Huomautus:

Hapetettu liuos ei saa joutua kosketuksiin kumin kanssa.

8. Tuloksen ilmoittaminen

1 ml 0,02-molaarista kaliumpermanganaattiliuosta vastaa 1,099 mg:aa mangaania (Mg).

Mangaanin prosenttiosuus lannoitteesta on:

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

jossa

x_b on nollakokeessa käytetyn permanganaatin tilavuus, ml,

x_s on näytteessä käytetyn permanganaatin tilavuus, ml,

V menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uuteliuoksen tilavuus, ml,

a on uutteesta otetun määräosuuden tilavuus, ml,

M on näytteen massa grammoina.

Menetelmä 10.10

Molybdeenin määrittäminen lannoiteuutteista gravimetrisellä menetelmällä 8-hydroksikiniolinilla

1. Tarkoitus

Tässä asiakirjassa selostetaan menetelmä molybdeenin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava molybdeenipitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. Periaate

Molybdeeni määritetään saostamalla se molybdeenioksidinaattina erityisolosuhteissa.

4. Reagenssit

4.1 Rikkihappoliuos, noin 1 mol/l

Kaadetaan varovasti 55 ml rikkihappoa (H_2SO_4 , tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml) 1 litran mittapulloon, jossa on 800 ml vettä. Sekoitetaan. Kun liuos on jäähtynyt, täytetään 1 litran tilavuuteen ja sekoitetaan.

4.2 Laimennettu ammoniakkiliuos (1 : 3)

Sekoitetaan 1 tilavuusosa väkevää ammoniakkiliuosta (NH_4OH , tiheys 20 °C:ssa = 0,9 g/ml) 3 tilavuusosaan vettä.

4.3 Laimennettu etikkahappoliuos (1 : 3)

Sekoitetaan 1 tilavuusosa väkevää etikkahappoa (99,7-prosenttinen CH_3COOH , tiheys 20 °C:ssa = 1,049 g/ml) 3 tilavuusosaan vettä.

4.4 Etyleenidiamiinitetraetikkahapon dinatriumsuolaliuos (EDTA)

Liuotetaan 5 g Na_2EDTA :a veteen 100 ml:n mittapullossa. Täytetään kalibrintimerkkiin ja sekoitetaan.

4.5 Puskuriliuos

Liuotetaan 100 ml:n mittapullossa 30 g ammoniumasetaattia ja 15 ml väkevää etikkahappoa veteen. Täytetään 100 ml:n tilavuuteen.

4.6 8-hydroksikinioliiniliuos (oksiiniliuos)

Liuotetaan 100 ml:n mittapullossa 3 g 8-hydroksikinioliinia 5 ml:aan väkevää etikkahappoa. Lisätään 80 ml vettä. Lisätään ammoniakkiliuosta (4.2) pisarottain, kunnes liuos samenee, minkä jälkeen lisätään etikkahappoa (4.3), kunnes liuos taas kirkastuu.

Täytetään 100 ml:n tilavuuteen vedellä.

5. Välineistö

5.1 Suodatinupokas P 16/ISO 4793, huokoisuus 4, tilavuus 30 ml

- 5.2 pH-mittari, jossa lasielektrodi
- 5.3 Kuivausuuni 130–135 °C
6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**
- 6.1 Molybdeeniliuoksen valmistaminen: katso menetelmät 10.1 ja 10.2.
7. **Analyysimenetelmä**
- 7.1 *Analyysiliuoksen valmistaminen*
- Otetaan uutteen määräosuus, joka sisältää 25–100 mg molybdeeniä, 250 ml:n dekanterilasiin. Täytetään 50 ml:n tilavuuteen vedellä.
- Säädetään liuoksen pH 5:een lisäämällä rikkihappoa (4.1) pisaroin. Lisätään 15 ml EDTA-liuosta (4.4) ja sen jälkeen 5 ml puskuriliuosta (4.5). Täytetään 80 ml tilavuuteen vedellä.
- 7.2 *Saostaminen ja sakan peseminen*
- Saostaminen
- Lämmitetään liuosta. Lisätään 8-hydroksikinoliiniliuos (oksiiniliuos) (4.6) jatkuvasti sekoittaen. Jatketaan saostamista, kunnes saostuman muodostumista ei enää havaita. Lisätään reagenssia, kunnes pintaliuos muuttuu hieman keltaiseksi. 20 ml:n pitäisi yleensä riittää. Jatketaan sakan lämmittämistä kahdesta kolmeen minuuttia.
- Suodatus ja peseminen
- Suodatetaan suodatinupokkaan (5.1) läpi. Huuhdellaan useita kertoja 20 ml:lla kuumaa vettä. Huuhteluveden pitäisi tulla asteittain värittömäksi, mikä osoittaa, että oksiinia ei enää ole mukana.
- 7.3 *Sakan punnitseminen*
- Kuivataan sakka 130–135 °C:ssa vakiomassaan (vähintään yhden tunnin ajan).
- Annetaan jäähtyä eksikkaattorissa ja punnitaan.
8. **Tuloksen ilmoittaminen**
- 1 mg molybdeenioksinaattia $\text{MoO}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$ vastaa 0,2305 mg:aa molybdeeniä (Mo).
- Molybdeenin prosenttiosuus lannoitteesta on:
- $$\text{Mo (\%)} = X \times 0,02305 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$
- jossa
- X on molybdeenioksinaattisakan massa milligrammoina,
- V menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uuteliuoksen tilavuus, ml,
- a on viimeisestä laimennoksesta otetun määräosuuden tilavuus, ml,
- D on määräosuuden laimennuskerroin,
- M on näytteen massa grammoina.

Menetelmä 10.11

Sinkin määrittäminen lannoiteutteen atomiabsorptiospektrometrisesti1. **Tarkoitus**

Tällä menetelmällä määritetään menettely sinkin määrittämiseksi lannoiteutteenä.

2. Soveltamisala

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava sinkkipitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. Periaate

Uutteiden käsittelyn ja sopivan laimentamisen jälkeen sinkkipitoisuus määritetään atomiabsorptiospektrometrisesti.

4. Reagenssit

4.1 Suolahappoliuos, noin 6 mol/l

Katso menetelmä 10.4, kohta 4.1.

4.2 Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l

Katso menetelmä 10.4, kohta 4.2.

4.3 Lantaanisuolaliuokset, 10 g La litrassa

Katso menetelmä 10.4, kohta 4.3.

4.4 Sinkin kalibrointiliuokset

4.4.1 Sinkin työstandardiliuos (1 000 µg/ml)

Liutetaan 1 000 ml:n mittapullossa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 1 g sinkkijauhetta tai sinkkihiutaleita 25 ml:aan 6-molaarista suolahappoa (4.1). Kun sinkki on liennut täysin, täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.4.2 Sinkkityöliuos (100 µg/ml)

Liutetaan 200 ml:n mittapullossa 20 ml työstandardiliuosta (4.4.1) 0,5-molaariseen suolahappoliuokseen. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella ja sekoitetaan huolellisesti.

5. Välineistö

Atomiabsorptiospektrometri:

Katso menetelmä 10.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu sinkille ominaisen säteilyn lähteellä (213,8 nm). Laitteen on pystyttävä suorittamaan taustakorjaus.

6. Analyysiliuoksen valmistaminen

6.1 Sinkin uuteliuos

Katso menetelmät 10.1 ja/tai 10.2.

6.2 Analyysiliuoksen valmistaminen

Katso menetelmä 10.4, kohta 6.2. Analyysiliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) lantaanisuolaliuosta (4.3).

7. Analyysimenetelmä

7.1 Nollaliuoksen valmistaminen

Katso menetelmä 10.4, kohta 7.1. Nollaliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta.

7.2 Kalibrointiliuosten valmistaminen

Katso menetelmä 10.4, kohta 7.2. Valmistetaan sinkin optimaaliselle 0–5 µg/ml määritysalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuossarja, joka sisältää 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml työliuosta (4.4.2). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle analyysiliuoksen konsentraatiota. Lisätään jokaiseen mittapulloon 10 ml lantaanisuolaliuosta (6.2). Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

Nämä liuokset sisältävät sinkkiä 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 µg/ml.

7.3 Määrittäminen

Katso menetelmä 10.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) aallonpituudella 213,8 nm tehtäviä mittauksia varten.

8. Tuloksen ilmoittaminen

Katso menetelmä 10.4, kohta 8.

Sinkin prosenttiosuus lannoitteessa on:

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

Jos käytetään menetelmää 10.3:

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

jossa

Zn on prosentteina ilmoitettu sinkkimäärä lannoitteessa,

x_s on analyysiliuoksen konsentraatio, $\mu\text{g/ml}$,

x_b on nollaliuoksen konsentraatio, $\mu\text{g/ml}$,

V on menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 10.1 tai 10.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen:

Kun (a_1) , (a_2) , (a_3) , .., (a_i) ja (a) ovat peräkkäisiä määräosuuksia ja (v_1) , (v_2) , (v_3) , .., (v_i) ja (100) ovat niitä vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v_{11}/a_{11}) \times (v_{22}/a_{22}) \times (v_{33}/a_{33}) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

LIITE V

A. LUETTELO ASIAKIRJOISTA, JOIHIN VALMISTAJIEN TAI NIIDEN EDUSTAJIEN ON TUTUSTUTTAVA LAATIAKSEEN TEKNISET ASIAKIRJAT UUDEN LANNOITETYYPIN LISÄÄMISEKSI TÄMÄN ASETUKSEN LIITTEESEEN I

1. Ohjeet sellaisiin hakemuksiin liitettävien teknisten asiakirjojen laadinnasta, jotka koskevat lannoitteiden varustamista merkinnällä "EY-LANNOITE" (Guide to the compilation of a technical file on application to designate fertilizers 'EC FERTILIZER').

Euroopan yhteisöjen virallinen lehti C 138, 20.5.1994, s. 4.

2. Komission direktiivi 91/155/ETY, annettu 5 päivänä maaliskuuta 1991, yksityiskohtaisten järjestelyjen määrittelemisestä ja vahvistamisesta vaarallisia valmisteita koskevaa erityistietojärjestelmää varten direktiivin 88/379/ETY 10 artiklan täytäntöönpanemiseksi.

Euroopan yhteisöjen virallinen lehti L 76, 22.3.1991, s. 35.

3. Komission direktiivi 93/112/EY, annettu 10 päivänä joulukuuta 1993, yksityiskohtaisten järjestelyjen määrittelemisestä ja vahvistamisesta vaarallisia valmisteita koskevaa erityistietojärjestelmää varten direktiivin 88/379/ETY 10 artiklan täytäntöönpanemiseksi annetun komission direktiivin 91/155/ETY muuttamisesta.

Euroopan yhteisöjen virallinen lehti L 314, 16.12.1993, s. 38.

B. AKKREDITOINTISTANDARDIT NIITÄ LABORATORIOITA VARTEN, JOILLA ON PÄTEVYYS TARJOTA PALVELUT SEN TARKASTAMISEKSI, ETTÄ EY-LANNOITTEET OVAT TÄMÄN ASETUKSEN JA SEN LIITTEIDEN VAATIMUSTEN MUKAISIA

1. Laboratorioihin sovellettava standardi:

EN ISO/IEC 17025, Testaus- ja kalibrointilaboratorioiden pätevyys. Yleiset vaatimukset (General requirements for the competence of testing and calibration laboratories).

2. Akkreditointielimiin sovellettava standardi:

EN 45003, Kalibrointi- ja testauslaboratorioiden akkreditointijärjestelmä. Toimintaa ja tunnustamista koskevat yleiset vaatimukset (Calibration and testing laboratory accreditation system. General requirements for operation and recognition).
