Käesolev dokument on vaid dokumenteerimisvahend ja institutsioonid ei vastuta selle sisu eest

►**B** **EUROOPA PARLAMENDI JA NÕUKOGU MÄÄRUS (EÜ) nr 2003/2003,**

13. oktoober 2003,

väetiste kohta (EMPs kohaldatav tekst)

(ELT L 304, 21.11.2003, lk 1)

Muudetud:

		Euroopa Liidu Teataja		
		nr	lehekülg	kuupäev
►**M1**	Nõukogu määrus (EÜ) nr 885/2004, 26. aprill 2004	L 168	1	1.5.2004
►**M2**	Komisjoni määrus (EÜ) nr 2076/2004, 3. detsember 2004	L 359	25	4.12.2004
►**M3**	Nõukogu Määrus (EÜ) nr 1791/2006, 20. november 2006	L 363	1	20.12.2006
►**M4**	Komisjoni määrus (EÜ) nr 162/2007, 19. veebruar 2007	L 51	7	20.2.2007

▼B

EUROOPA PARLAMENDI JA NÕUKOGU MÄÄRUS (EÜ) nr 2003/2003,

13. oktoober 2003,

väetiste kohta (EMPs kohaldatav tekst)

EUROOPA PARLAMENT JA EUROOPA LIIDU NÕUKOGU,

võttes arvesse Euroopa Ühenduse asutamislepingut, eriti selle artiklit 95,

võttes arvesse komisjoni ettepanekut, ([1])

võttes arvesse majandus- ja sotsiaalkomitee arvamust, ([2])

toimides asutamislepingu artiklis 251 sätestatud korras ([3])

ning arvestades järgmist:

(1) Nõukogu 18. detsembri 1975. aasta direktiivi 76/116/EMÜ väetisi käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta, ([4]) nõukogu 15. juuli 1980. aasta direktiivi 80/876/EMÜ kõrge lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetisi käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta, ([5]) komisjoni 8. detsembri 1986. aasta direktiivi 87/94/EMÜ suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste omaduste kontrolli menetlusi, piiranguid ja detonatsioonikindlust käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta ([6]) ja komisjoni 22. juuni 1977 aasta direktiivi 77/535/EMÜ väetiste proovivõtu- ja analüüsimeetodeid käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta ([7]) on mitu korda oluliselt muudetud. Selguse huvides ning kooskõlas komisjoni teatisega Euroopa Parlamendile ja nõukogule "Siseturu kohta käivate õigusaktide lihtsustamine" (SLIM) ja ühtset turgu käsitleva tegevuskavaga tuleks need direktiivid tunnistada kehtetuks ja asendada ühtse õigusaktiga.

(2) Ühenduse väetistealased õigusaktid on valdavalt tehnilise sisuga. Seetõttu on määrus sobiv õiguslik vahend, mis võimaldab kehtestada otse tootjatele ja importijatele kogu ühenduses samal ajal ja samal viisil rakendatavad täpsed nõuded.

(3) Liikmesriikides peavad väetised vastama teatavatele kohustuslike sätetega ettenähtud tehnilistele karakteristikutele. Need sätted, mis käsitlevad eelkõige väetiseliikide koostist, määratlusi, nimetusi, identifitseerimist ja pakendamist, on liikmesriigiti erinevad. Erinevused nendes sätetes takistavad ühenduse kaubandust, seetõttu tuleks need sätted ühtlustada.

(4) Ühiste tehniliste kriteeriumide puudumise tõttu ei ole liikmesriikidel võimalik täielikult saavutada kavandatavate meetmete eesmärki, milleks on väetiste siseturu tagamine, seetõttu, arves-

([1]) EÜT C 51 E, 26.2.2002, lk 1 ja EÜT C 227 E, 24.9.2002, lk 503.
([2]) EÜT C 80, 3.4.2002, lk 6.
([3]) Euroopa Parlamendi 10. aprilli 2002. aasta arvamus (EÜT C 127 E, 29.5.2002, lk 160), nõukogu 14. aprilli 2003. aasta ühine seisukoht (ELT C 153 E, 1.7.2003, lk 56) ja Euroopa Parlamendi 2. septembri 2003. aasta otsus (Euroopa Liidu Teatajas seni avaldamata).
([4]) EÜT L 24, 30.1.1976, lk 21. Direktiivi on viimati muudetud Euroopa Parlamendi ja nõukogu direktiiviga 98/97/EÜ (EÜT L 18, 23.1.1999, lk 60).
([5]) EÜT L 250, 23.9.1980, lk 7. Direktiivi on muudetud Euroopa Parlamendi ja nõukogu direktiiviga 97/63/EÜ (EÜT L 335, 6.12.1997, lk 15).
([6]) EÜT L 38, 7.2.1987, lk 1. Direktiivi on muudetud direktiiviga 88/126/EMÜ (EÜT L 63, 9.3.1988, lk 12).
([7]) EÜT L 213, 22.8.1977, lk 1. Direktiivi on viimati muudetud direktiiviga 95/8/EÜ (EÜT L 86, 20.4.1995, lk 41).

▼B

tades meetmete ulatust, oleks parem need eesmärgid saavutada ühenduse tasandil, kusjuures ühendus võib võtta meetmeid kooskõlas asutamislepingu artiklis 5 sätestatud subsidiaarsuspõhimõttega. Selles artiklis sätestatud proportsionaalsuse põhimõtte kohaselt ei lähe käesolevas direktiivis ettenähtud meetmed kaugemale sellest, mis on vajalik nimetatud eesmärgi saavutamiseks.

(5) On vaja ühenduse tasandil kindlaks määrata teatavate väetiste (EÜ väetised) nimetused, määratlused ja koostis.

(6) Tuleb kehtestada ühenduse eeskirjad ka EÜ väetiste identifitseerimise ja jälgitavuse ning pakendite sulgemise kohta.

(7) Ühenduse tasandil tuleks kehtestada kord, mida järgitakse juhul, kui liikmesriik leiab, et teatava EÜ väetise turuleviimist on vaja piirata.

(8) Väetiste omadused võivad erineval määral kõikuda olenevalt tootmismeetodist ja toormest. Proovivõtu- ja analüüsimeetodites võib samuti olla erinevusi. Seega on vaja kehtestada deklareeritavate toiteelementide sisalduste puhul lubatud hälbed. Põllumajandustarbija huvides on soovitav, et lubatud hälbe ulatus oleks kitsas.

(9) Käesolevas määruses ettenähtud kvaliteedi ja koostise nõuetele vastavuse ametlikku kontrollimist peaksid tegema liikmesriikide poolt heaks kiidetud laboratooriumid, kellest on komisjonile teatatud.

(10) Ammooniumnitraat on oluline koostisaine mitmesuguste toodete puhul, millest mõned on mõeldud kasutamiseks väetisena ja mõned lõhkeainena. Võttes arvesse suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste eripära ja sellest tulenevaid nõudeid seoses avaliku julgeoleku ning töötajate tervise ja kaitsega, on vaja kehtestada täiendavad ühenduse eeskirjad nende EÜ väetiste kohta.

(11) Teatavad kõnesolevat liiki tooted võivad olla ohtlikud ja neid on teatavatel juhtudel võimalik kasutada ka otstarbel, milleks nad ei ole mõeldud. See võib ohustada inimesi ja vara. Sellepärast peaksid tootjad olema kohustatud võtma vajalikke meetmeid sellise kasutuse vältimiseks ja eeskätt tagama kõnesolevate väetiste jälgitavuse.

(12) Avaliku julgeoleku huvides on eriti oluline ühenduse tasandil kindlaks määrata suure lämmastikusisaldusega EÜ ammooniumnitraatväetiste karakteristikud ja omadused, mis võimaldavad neid eristada sellist liiki ammooniumnitraadist, mida kasutatakse lõhkeainetena kasutatavate toodete valmistamiseks.

(13) Ohutuse tagamiseks peavad suure lämmastikusisaldusega EÜ ammooniumnitraat-lihtväetised vastama teatavatele omadustele. Tootjad peaksid tagama, et kõik suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetised läbiksid enne turuleviimist detonatsioonikindluse katsed.

(14) On vaja kindlaks määrata suletud termotsükli meetodite eeskirjad vaatamata sellele, et need meetod ei pruugi modelleerida kõiki tingimusi, mis kujunevad väetiste veol ja säilitamisel.

(15) Väetised võivad olla saastatud ainetega, mis võivad kujutada ohtu inimese ja loomade tervisele ja keskkonnale. Lisaks toksilisuse, ökotoksilisuse ja keskkonna teaduskomitee arvamusele kavatseb komisjon selgitada küsimust juhuslike kaadmiumilisandite sisaldusest mineraalväetistes ning teeb vajaduse korral ettepaneku Euroopa Parlamendile ja nõukogule asjakohase määruse vastuvõtmiseks. Vajaduse korral vaadatakse samal viisil läbi ka küsimus muude saasteainete kohta.

(16) On vaja kehtestada kord, mida järgib tootja või tema esindaja juhul, kui ta soovib, et I lisasse kantaks uus väetiseliik, mis annaks asjakohasel juhul võimaluse kasutada märget “EÜ väetis”.

▼B

(17) Käesoleva määruse rakendamiseks vajalikud meetmed tuleks võtta vastavalt nõukogu 28. juuni 1999. aasta otsusele 1999/468/EÜ, ([1]) millega kehtestatakse komisjoni rakendusvolituste kasutamise menetlused.

(18) Liikmesriigid peaksid kindlaks määrama käesoleva määruse sätete rikkumise korral kohaldatavad sanktsioonid. Nad võivad ette näha, et artiklit 27 rikkunud tootjat võib trahvida summaga, mis on võrdne nõuetele mittevastava saadetise kümnekordse turuväärtusega.

(19) Direktiivid 76/116/EMÜ, 77/535/EMÜ, 80/876/EMÜ ja 87/94/EMÜ tuleks tunnistada kehtetuks,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA MÄÄRUSE:

I JAOTIS

ÜLDSÄTTED

I PEATÜKK

Reguleerimisala ja mõisted

Artikkel 1

Reguleerimisala

Käesolevat määrust kohaldatakse väetiste suhtes, mille turuleviimisel kasutatakse märget "EÜ väetis".

Artikkel 2

Mõisted

Käesolevas määruses kasutatakse järgmisi mõisteid:

a) *Väetis* – materjal, mille peamiseks ülesandeks on anda taimedele toiteelemente.

b) *Primaartoiteelemendid* – lämmastik, fosfor ja kaalium.

c) *Sekundaartoiteelemendid* – kaltsium, magneesium, naatrium ja väävel.

d) *Mikroelemendid* – elemendid (boor, koobalt, vask, raud, mangaan, molübdeen ja tsink), mis on taimede kasvuks vajalikud võrreldes põhi- ja sekundaartoiteelementidega väikestes kogustes.

e) *Mineraalväetis* – väetis, mille puhul deklareeritud toiteelemendid esinevad kaevandatud mineraalide või füüsikalise ja/või keemilise tehnoloogia abil saadud anorgaaniliste ainete koostises. Kokkuleppeliselt liigitatakse mineraalväetiste hulka ka kaltsiumtsüaanamiid, karbamiid ning selle kondensatsiooni- ja assotsiatsiooniproduktid ning kelaatseid või kompleksi seotud mikroelemente sisaldavad väetised.

f) *Kelaatne mikroelement* – teatava I lisa punktis E.3.1 loetletud orgaanilise molekuliga sidestatud mikroelement.

g) *Kompleksi seotud mikroelement* – teatava I lisa punktis E.3.2 loetletud orgaanilise molekuliga sidestatud mikroelement.

h) *Väetiseliik* – teatava I lisas esineva ühise liiginimetusega väetised.

([1]) EÜT L 184, 17.7.1999, lk 23.

▼B

i) *Lihtväetis* – lämmastik-, fosfor- või kaaliumväetis, mille puhul on deklareeritud, et see sisaldab ainult ühte primaartoiteelementi.

j) *Kompleksväetis* – keemilise menetluse või segamise abil või mõlemat protsessi koos kasutades saadud väetis, mille puhul on deklareeritud, et see sisaldab vähemalt kahte primaartoiteelementi.

k) *Kombineeritud väetis* – keemilise reaktsiooni, lahustamise või tahke vormi puhul granuleerimise abil saadud kompleksväetis, mille puhul on deklareeritud, et see sisaldab vähemalt kahte primaartoiteelementi. Tahke vormi puhul sisaldab iga kombineeritud väetise graanul kõiki toiteelemente vastavalt deklaratsioonile.

l) *Väetissegu* – väetis, mis on saadud mitme tahke väetise kokkusegamisel keemiliste reaktsioonideta.

m) *Leheväetis* – väetis, mis sobib kultuurtaimede lehtedele kandmiseks ja mille toiteelemente kultuurtaimed omastavad lehtede kaudu.

n) *Vedelväetis* – lahusena või suspensioonina esinev väetis.

o) *Väetislahus* – vedelväetis, milles ei ole tahkeid osakesi.

p) *Väetissuspensioon* – kahefaasiline väetis, mille vedelas faasis on suspendeeritud tahked osakesed.

q) *Deklaratsioon* – avaldus toiteelementide (kaasa arvatud toitainevormid ja lahustuvvormid) sisalduse kohta, mis tagatakse lubatud hälbe ulatuses.

r) *Deklareeritud sisaldus* – toiteelemendi või selle oksiidi sisaldus, mis ühenduse õigusaktide kohaselt esitatakse EÜ väetise etiketil või asjakohastes lisatud dokumentides.

s) *Lubatud hälve* – hälve, mille võrra toiteelemendi sisalduse mõõdetud väärtus võib deklareeritud väärtusest erineda.

t) *Euroopa standard* – Euroopa Standardikomitee (CEN) standard, mida on ühendus ametlikult tunnustanud ja mille viide on avaldatud *Euroopa Ühenduste Teatajas*.

u) *Pakend* – suletav mahuti, mida kasutatakse väetiste hoidmiseks, kaitsmiseks, käsitsemiseks ja jaotamiseks ja mille mahutavus on kuni 1 000 kg.

v) *Pakendamata väetis* – käesolevas määruses sätestatu kohaselt pakendamata väetis.

w) *Turuleviimine* – väetise tarnimine tasu eest või tasuta või ladustamine tarnimise eesmärgil. Turuleviimisena käsitletakse ka väetise importi Euroopa Ühenduse tolliterritooriumile.

x) *Tootja* – väetise turuleviimise eest vastutav füüsiline või juriidiline isik; tootjaks peetakse eelkõige väetise valmistajat, importijat, oma nimel töötavat pakendajat ja isikut, kes muudab väetise karakteristikuid. Tootjaks ei peeta siiski väetise edasimüüjat, kes ei muuda väetise karakteristikuid.

II PEATÜKK

Turuleviimine

Artikkel 3

EÜ väetis

Märget "EÜ väetis" võib kasutada väetiste puhul, mis kuuluvad I lisas loetletud väetiseliikidesse ja vastavad käesoleva määruse nõuetele.

Märget "EÜ väetis" ei tohi kasutada väetiste puhul, mis ei vasta käesoleva määruse nõuetele.

▼B

Artikkel 4

Asumine ühenduses

Tootja peab asuma ühenduses ja vastutab EÜ väetise vastavuse eest käesoleva määruse sätetele.

Artikkel 5

Vaba ringlus

1. Ilma et see piiraks artikli 15 ja muude ühenduse õigusaktide kohaldamist, ei tohi liikmesriigid koostise, identifitseerimise, märgistamise, pakendamise või muude käesoleva määruse sätetega seotud põhjustel keelata, piirata ega takistada märget "EÜ väetis" kandva ja käesoleva määruse sätetele vastava väetise turuleviimist.

2. Väetised, millel on käesoleva määruse kohane märge "EÜ väetis", ringlevad ühenduses vabalt.

Artikkel 6

Kohustuslikud avaldused

1. Artikli 9 nõuete täitmiseks võivad liikmesriigid ette näha, et nende territooriumil turuleviidavate väetiste puhul väljendatakse lämmastiku, fosfori ja kaaliumi ja sisaldus järgmiselt:

a) lämmastiku puhul ainult elementvormis (N) ning

b) fosfori ja kaaliumi puhul ainult elementvormis (P, K) või

c) fosfori ja kaaliumi puhul ainult oksiidvormis (P_2O_5, K_2O) või

d) fosfori ja kaaliumi puhul samaaegselt nii element- kui ka oksiidvormis.

Kui kasutatakse võimalust ette näha, et fosfori, kaaliumi ja magneesiumi sisaldust väljendatakse elementvormis, tuleb kõik lisades oksiidvormile esitatud viited väljendada elementvormis, kasutades arvnäitajate ümberarvutamisel järgmisi tegureid:

a) fosfor (P) = fosforpentaoksiid (P_2O_5) × 0,436,

b) kaalium (K) = kaaliumoksiid (K_2O) × 0,830.

2. Liikmesriigid võivad ette näha, et nende territooriumil turuleviidud sekundaartoiteelemente sisaldavate väetiste ja artikli 17 tingimustele vastavate primaartoiteelemente sisaldavate väetiste puhul väljendatakse kaltsiumi, magneesiumi, naatriumi ja väävli sisaldus järgmiselt:

a) oksiidvormis (CaO, MgO, Na_2O, SO_3),

b) elementvormis (Ca, Mg, Na, S) või

c) mõlemas vormis.

Kaltsiumoksiidi, magneesiumoksiidi, naatriumoksiidi ja vääveltrioksiidi sisalduse ümberarvutamiseks kaltsiumi, magneesiumi, naatriumi ja väävli sisalduseks kasutatakse järgmisi tegureid:

a) kaltsium (Ca) = kaltsiumoksiid (CaO) × 0,715,

b) magneesium (Mg) = magneesiumoksiid (MgO) × 0,603,

c) naatrium (Na) = naatriumoksiid (Na_2O) × 0,742,

d) väävel (S) = vääveltrioksiid (SO_3) × 0,400.

Oksiid- või elementvormi sisalduse arvutamisel ümardatakse deklareeritav arv lähima kümnendkohani.

▼B

3. Liikmesriigid ei tohi tõkestada lõikes 1 ja 2 mainitud vormides märgistatud EÜ väetiste turuleviimist.

4. I lisa A, B, C või D jaos loetletud liiki EÜ väetiste puhul deklareeritakse ühe või mitme mikroelemendi (boor, koobalt, vask, raud, mangaan, molübdeen, tsink) sisaldus, juhul kui on täidetud järgmised tingimused:

a) mikroelemente on lisatud vähemalt I lisa punktides E.2.2 ja E.2.3 kehtestatud minimaalmääral;

b) EÜ väetis vastab jätkuvalt I lisa A, B, C ja D jao nõuetele.

5. Kui mikroelemendid on põhi- (N, P, K) ja sekundaartoiteelementide (Ca, Mg, Na, S) saamiseks mõeldud toorme harilikud komponendid, võib neid deklareerida tingimusel, et mikroelemendid esinevad vähemalt I lisa punktides E.2.2 ja E.2.3 kehtestatud minimaalmääral.

6. Mikroelementide sisaldus deklareeritakse järgmiselt:

a) I lisa punktis E.1 loetletud liiki väetiste puhul selle punkti 6. veeru nõuete kohaselt;

b) punktis a mainitud väetistest valmistatud segude puhul, mis sisaldavad vähemalt kahte erinevat mikroelementi ja vastavad I lisa punkti E.2.1 nõuetele, ning I lisa A, B, C ja D jaos loetletud liiki väetiste puhul märgitakse:

   i) mikroelemendi üldsisaldus protsentides väetise massist,

   ii) vees lahustuva vormi sisaldus protsentides väetise massist, kui see moodustab vähemalt poole üldsisaldusest.

Kui mikroelement on täielikult vees lahustuv, deklareeritakse ainult vees lahustuva vormi sisaldus.

Kui mikroelement on keemiliselt sidestatud orgaanilise molekuliga, deklareeritakse väetises leiduva mikroelemendi sisaldus protsentides toote massist vahetult vees lahustuva vormi sisalduse järel ning lisatakse märge “kelaaditud … abil” või “kompleksi seotud … abil”, märkides orgaanilise molekuli nimetuse I lisa punktis E.3 sätestatu kohaselt. Orgaanilise molekuli nimetuse võib asendada akronüümiga.

Artikkel 7

Identifitseerimine

1. Tootja kasutab EÜ väetiste puhul artiklis 9 loetletud identifitseerimismärgiseid.

2. Kui väetis on pakendatud, peavad need märgised olema pakendil või etiketil. Kui väetis on pakendamata, esitatakse märgised saatedokumentides.

Artikkel 8

Jälgitavus

EÜ väetise jälgitavuse tagamiseks säilitab tootja andmed väetiste päritolu kohta, ilma et see piiraks artikli 26 lõike 3 kohaldamist. Need andmed peavad olema liikmesriikidele kontrollimiseks kättesaadavad kuni väetist turustatakse ja veel 2 aasta jooksul pärast seda, kui tootja on väetise turuleviimise lõpetanud.

▼B

Artikkel 9

Märked

1. Ilma et see piiraks muude ühenduse eeskirjade kohaldamist, peavad artiklis 7 mainitud pakenditel, etikettidel ja saatedokumentidel olema järgmised märked.

a) Kohustuslikud identifitseerimismärked

— sõnad "EÜ VÄETIS" trükitähtedega,

— väetiseliik, juhul kui see on mainitud I lisas,

— väetissegude puhul märge "segu" ja väetiseliigi nimetus,

— artiklites 19, 21 ja 23 kindlaksmääratud lisamärked,

— toitainevormid märgitakse nii sõnadega kui ka vastavate keemiliste sümbolitega, s.o lämmastik (N), fosfor (P), fosforpentaoksiid (P_2O_5), kaalium (K), kaaliumoksiid (K_2O), kaltsium (Ca), kaltsiumoksiid (CaO), magneesium (Mg), magneesiumoksiid (MgO), naatrium (Na), naatriumoksiid (Na_2O), väävel (S), vääveltrioksiid (SO_3), boor (B), vask (Cu), koobalt (Co), raud (Fe), mangaan (Mn), molübdeen (Mo), tsink (Zn),

— kui väetis sisaldab mikroelemente, millest üks või mitu on keemiliselt sidestatud orgaanilise molekuliga, märgitakse mikroelemendi järel üks järgmine täpsustus:

i) "Kelaaditud … abil" (I lisa punktis E.3.1 ettenähtud kelaaditekiti nimetus või akronüüm);

ii) "Kompleksi seotud … abil" (I lisa punktis E.3.2 ettenähtud kompleksitekiti nimetus või akronüüm);

— väetises olevate mikroelementide nimetused tähestikulises järjekorras või keemilised sümbolid: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn,

— I lisa punktides E.1 ja E.2 loetletud toodete puhul nende kasutamise erijuhendid,

— vedelväetise mass. Võib märkida ka vedelväetise mahu või massi ja mahu suhte (kilogrammid hektoliitri kohta või grammid liitri kohta),

— neto- või brutomass, vedelväetise korral võib märkida ka mahu. Juhul kui märgitakse brutomass, esitatakse lisaks ka pakendi mass,

— tootja nimi või ärinimi ja aadress.

b) Mittekohustuslikud identifitseerimismärked

— I lisas loetletud asjakohased märked,

— säilitamise ja käsitsemise juhend ning I lisa punktides E.1 ja E.2 mainimata väetiste puhul ka väetiste kasutamise erijuhendid,

— asjakohasele mullale ja põllukultuurile sobivad väetise doosimäärad ja kasutustingimused,

— tootja märgistus ja toote kaubanimi.

Punktis b esitatud identifitseerimismärked ei tohi olla vastuolus punktis a esitatud märgetega ja peavad olema neist selgesti eraldatud.

2. Kõik lõikes 1 mainitud märked tuleb selgesti eraldada kogu muust pakenditel, etikettidel ja lisatud dokumentides olevast teabest.

3. Vedelväetisi võib turule viia ainult juhul, kui tootja esitab vajalikud lisajuhised eelkõige säilitustemperatuuri kohta ja õnnetusjuhtumite vältimiseks säilitamisel.

▼B

4. Käesoleva artikli kohaldamise üksikasjalikud eeskirjad sätestatakse artikli 32 lõikes 2 osutatud korras.

Artikkel 10

Märgistamine

1. Artiklis 9 käsitletud üksikasjade kohta pakendile trükitud etiketid ja tähised peavad paiknema nähtaval kohal. Etiketid kinnitatakse pakendile või pakendisulgurile. Kui sulgur kujutab endast sulgurtõkendit, tuleb tõkendile märkida pakendaja nimi või tunnus.

2. Lõikes 1 käsitletud märgised peavad olema kustumatud ja selgesti loetavad.

3. Artikli 7 lõikes 2 mainitud pakendamata väetiste puhul lisatakse kaubale identifitseerimismärkeid sisaldavad dokumendid, mis peavad olema kontrollimiseks kättesaadavad.

Artikkel 11

Keeled

Etikett, pakendil esitatud märked ja lisatud dokumendid peavad olema vähemalt selle liikmesriigi ametlikus keeles või keeltes, kus väetist turustatakse.

Artikkel 12

Pakendid

Pakendatud väetise korral peab pakend olema suletud sellisel viisil või sellise vahendi abil, et sulgur, sulgurtõkend või pakend ise rikutaks pakendi avamisel nii, et seda ei saa parandada. Võib kasutada klappkotte.

Artikkel 13

Lubatud hälbed

1. EÜ väetise toiteelementide sisaldus peab olema II lisas kindlaksmääratud lubatud hälvete piirides, mis on mõeldud selleks, et arvesse võtta valmistamisel, proovide võtmisel ja analüüsil esinevaid kõrvalekaldeid.

2. Tootja ei tohi kasutada II lisas esitatud lubatud hälbeid süstemaatiliste eeliste saamiseks.

3. I lisas kindlaksmääratud minimaal- ja maksimaalsisalduste puhul ei ole tolerantse ette nähtud.

Artikkel 14

Väetistele esitatavad nõuded

Teatava väetisliigi võib kanda I lisasse ainult järgmistel tingimustel:

a) see tagab toiteelementide tõhusa kättesaadavuse;

b) on kindlaks määratud asjakohased proovivõtu-, analüüsi- ja vajaduse korral ka katsemeetodid;

c) seda liiki väetised ei kahjusta tavalistes kasutustingimustes inimese, loomade või taimede tervist või keskkonda.

▼B

Artikkel 15

Kaitseklausel

1. Kui liikmesriigil on alust arvata, et teatav käesoleva määruse nõuetele vastav EÜ väetis kujutab siiski ohtu inimese, loomade või taimede tervisele või keskkonnale, võib ta ajutiselt keelata selle väetise turuleviimise oma territooriumil või kohaldada selle suhtes eritingimusi. Asjaomane liikmesriik teatab sellest viivitamata teistele liikmesriikidele ja komisjonile ning põhjendab oma otsust.

2. Komisjon võtab vastu otsuse küsimuse kohta 90 päeva jooksul alates teate saamisest artikli 32 lõikes 2 osutatud korras.

3. Käesoleva määruse sätted ei välista avaliku julgeoleku seisukohalt õigustatud meetmeid, mida komisjon või liikmesriigid võivad võtta EÜ väetiste turuleviimise keelamiseks, piiramiseks või takistamiseks.

II JAOTIS

TEATAVATE VÄETISELIIKIDE SUHTES KOHALDATAVAD SÄTTED

I PEATÜKK

Primaartoiteelemente sisaldavad mineraalväetised

Artikkel 16

Reguleerimisala

Käesolevat peatükki kohaldatakse primaartoiteelemente sisaldavate tahkete ja vedelate liht- ning kompleksmineraalväetiste suhtes, kaasa arvatud sekundaar- ja/või mikroelemente sisaldavad väetised, juhul kui nad vastavad I lisa A, B või C jaos või punktides E.2.2 või E.2.3 kehtestatud minimaalsete toiteelementide sisalduste nõuetele.

Artikkel 17

Primaartoiteelemente sisaldavates mineraalväetistes leiduvate sekundaartoiteelementide deklareerimine

I lisa A, B ja C jaos loetletud liiki EÜ väetise puhul võib deklareerida sekundaartoiteelementide kaltsiumi, magneesiumi, naatriumi ja väävli sisalduse juhul, kui neid elemente on väetises vähemalt järgmistele minimaalsisaldustele vastaval määral:

a) 2 % kaltsiumoksiidi (CaO) ehk 1,4 % Ca;

b) 2 % magneesiumoksiidi (MgO) ehk 1,2 % Mg;

c) 3 % naatriumoksiidi (Na_2O) ehk 2,2 % Na;

d) 5 % vääveltrioksiidi (SO_3) ehk 2 % S.

Sellisel juhul lisatakse väetiseliigi nimetusele artikli 19 lõike 2 punktis ii ettenähtud märge.

Artikkel 18

Kaltsium, magneesium, naatrium ja väävel

1. I lisa A, B ja C jaos loetletud väetiste magneesiumi, naatriumi ja väävli sisalduse deklareerimisel väljendatakse need sisaldused ühel järgmisel viisil:

a) üldsisaldus protsentides väetise massist;

▼B

b) kui vees lahustuv vorm moodustab vähemalt veerandi üldsisaldusest, esitatakse üldsisaldus ja vees lahustuva vormi sisaldus protsentides väetise massist;

c) kui element esineb täielikult vees lahustuvas vormis, deklareeritakse ainult vees lahustuva vormi massiprotsent.

2. Kui I lisas ei ole sätestatud teisiti, deklareeritakse kaltsiumi sisaldus ainult juhul, kui kaltsium esineb vees lahustuvas vormis, kusjuures sisaldus väljendatakse protsentides väetise massist.

Artikkel 19

Identifitseerimine

1. Lisaks artikli 9 lõike 1 punktis a käsitletud kohustuslikele märgetele esitatakse ka käesoleva artikli lõigetes 2, 3, 4, 5 ja 6 sätestatud märked.

2. Kompleksväetise liiginimetuse järel märgitakse:

i) deklareeritud sekundaartoiteelementide keemilised sümbolid (sulgudes pärast primaartoiteelementide sümboleid);

ii) primaartoiteelementide sisaldust väljendavad arvud. Deklareeritud sekundaartoiteelementide sisaldus esitatakse sulgudes pärast primaartoiteelementide sisaldusi.

3. Väetiseliigi nimetuse järel esitatakse ainult arvud põhi- ja sekundaartoiteelementide sisalduste kohta.

4. Juhul kui deklareeritakse mikroelemendid, märgitakse sõna “mikroelementidega” või “sisaldab” ning selle järel olemasolevate mikroelementide nimetused ja keemilised sümbolid.

5. Põhi- ja sekundaartoiteelementide deklareeritud sisaldused esitatakse massiprotsentides täisarvudena või vajaduse korral, kui on olemas sobiv analüüsi meetod, ühe kümnendkoha täpsusega.

Kui väetis sisaldab mitut deklareeritud toiteelementi, on esitamise järjekord primaartoiteelementide puhul N, P_2O_5 ja/või P, K_2O ja/või K ning sekundaartoiteelementide puhul CaO ja/või Ca, MgO ja/või Mg, Na_2O ja/või Na, SO_3 ja/või S.

Mikroelementide sisalduse deklareerimisel märgitakse iga mikroelemendi nimetus ja sümbol ning lahustuvvormide massiprotsendid vastavalt I lisa punktidele E.2.2 ja E.2.3.

6. Toitainevormide ja lahustuvvormide sisaldused väljendatakse samuti protsentides väetise massist, välja arvatud juhul, kui I lisas on selgesti ette nähtud, et need sisaldused tuleb väljendada teisiti.

Esitatakse üks kümnendkoht, välja arvatud mikroelementide juhtumil, kui kümnendkohtade arv on kindlaks määratud I lisa punktides E.2.2 ja E.2.3.

II PEATÜKK

Sekundaartoiteelemente sisaldavad mineraalväetised

Artikkel 20

Reguleerimisala

Käesolevat peatükki kohaldatakse sekundaartoiteelemente sisaldavate tahkete ja vedelate mineraalväetiste suhtes, kaasa arvatud mikroelemente sisaldavad väetised, juhul kui nad vastavad I lisa D jaos või punktides E.2.2 või E.2.3 kehtestatud minimaalse toiteelementide sisalduse nõuetele.

▼B

Artikkel 21

Identifitseerimine

1. Lisaks artikli 9 lõike 1 punktis a käsitletud kohustuslikele märgetele esitatakse ka käesoleva artikli lõigetes 2, 3, 4 ja 5 sätestatud märked.

2. Juhul kui deklareeritakse mikroelemendid, märgitakse sõna "mikroelementidega" või "sisaldab" ning selle järel olemasolevate mikroelementide nimetused ja keemilised sümbolid.

3. Sekundaartoiteelementide deklareeritud sisaldused esitatakse massiprotsentides täisarvudena või vajaduse korral, kui on olemas sobiv analüüsi meetod, ühe kümnendkoha täpsusega.

Kui väetis sisaldab mitut sekundaartoiteelementi, on esitamise järjekord

CaO ja/või Ca, MgO ja/või Mg, Na_2O ja/või Na, SO_3 ja/või S.

Deklareeritud mikroelementide sisalduste puhul märgitakse iga mikroelemendi nimetus ja sümbol ning lahustuvvormide massiprotsendid vastavalt I lisa punktidele E.2.2 ja E.2.3.

4. Toitainevormide ja lahustuvvormide sisaldused väljendatakse samuti protsentides väetise massist, välja arvatud juhul, kui I lisas on selgesti ette nähtud, et need sisaldused tuleb väljendada teisiti.

Esitatakse üks kümnendkoht, välja arvatud mikroelementide juhtumil, kui kümnendkohtade arv on kindlaks määratud I lisa punktides E.2.2 ja E.2.3.

5. Kui I lisas ei ole sätestatud teisiti, deklareeritakse kaltsiumi sisaldus ainult juhul, kui kaltsium esineb vees lahustuvas vormis, kusjuures sisaldus väljendatakse protsentides väetise massist.

III PEATÜKK

Mikroelemente sisaldavad mineraalväetised

Artikkel 22

Reguleerimisala

Käesolevat peatükki kohaldatakse mikroelemente sisaldavate tahkete ja vedelate mineraalväetiste suhtes, juhul kui nad vastavad I lisa punktides E.1 ja E.2.1 kehtestatud minimaalse toiteelementide sisalduse nõuetele.

Artikkel 23

Identifitseerimine

1. Lisaks artikli 9 lõike 1 punktis a käsitletud kohustuslikele märgetele esitatakse ka käesoleva artikli lõigetes 2, 3, 4 ja 5 sätestatud märked.

2. Kui väetis sisaldab mitut mikroelementi, märgitakse liiginimetus "mikroelementide segu" ning selle järel olemasolevate mikroelementide nimetused ja keemilised sümbolid.

3. Kui väetis sisaldab ainult ühte mikroelementi (I lisa, punkt E.1), esitatakse deklareeritud mikroelemendi sisaldus massiprotsentides täisarvuna või vajaduse korral ühe kümnendkoha täpsusega.

4. Mikroelementide vormide ja lahustuvvormide sisaldused väljendatakse samuti protsentides väetise massist, välja arvatud juhul, kui I lisas on selgesti ette nähtud, et need sisaldused tuleb väljendada teisiti.

▼B

Mikroelementide korral esitatavate kümnendkohtade arvud on kindlaks määratud I lisa punktis E.2.1.

5. I lisa punktides E.1 ja E.2.1 käsitletud toodete puhul esitatakse etiketil ja lisatud dokumentides kohustuslike ja mittekohustuslike deklaratsioonide järel järgmine tekst:

“Kasutamiseks ainult kinnitatud vajaduse korral. Mitte ületada vajaliku doosi määra.”

Artikkel 24

Pakendid

Käesoleva peatüki reguleerimisalasse kuuluvad väetised peavad olema pakendatud.

IV PEATÜKK

Suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraatväetised

Artikkel 25

Reguleerimisala

Käesolevas peatükis tähendab suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-liht- või kompleksväetis toodet, mis on valmistatud ammooniumnitraadi baasil kasutamiseks väetisena ja mille lämmastikusisaldus on üle 28 % ammooniumnitraadi massist.

Seda liiki väetis võib sisaldada anorgaanilisi või inertseid aineid.

Seda liiki väetiste valmistamiseks kasutatud ained ei tohi suurendada väetise kuumustundlikkust ja detonatsioonikalduvust.

Artikkel 26

Ohutusmeetmed ja kontrollimine

1. Tootja tagab, et suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetis vastaks III lisa 1. jao sätetele.

2. Käesolevas peatükis ettenähtud kontrollimised, analüüsid ja katsed kõrge lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste ametlikuks kontrollimiseks tehakse III lisa 3. jaos kirjeldatud meetodite kohaselt.

3. Selleks et tagada turuleviidud kõrge lämmastikusisaldusega EÜ ammooniumnitraatväetiste jälgitavus, säilitab väetisetootja operaatorite ning väetise ja selle põhikomponentide valmistamiskohtade nimed ja aadressid. Need andmed peavad olema liikmesriikidele kontrollimiseks kättesaadavad kuni väetist turustatakse ja veel 2 aasta jooksul pärast seda, kui tootja on väetise turuleviimise lõpetanud.

Artikkel 27

Detonatsioonikindluse katse

Ilma et see piiraks artiklis 26 käsitletud meetmete võtmist, tagab tootja, et iga turuleviidud suure lämmastikusisaldusega EÜ ammooniumnitraatväetis on läbinud käesoleva määruse III lisa 2., 3. (meetod 1, punkt 3) ja 4. jaos kirjeldatud detonatsioonikindluse katse. See katse tehakse artikli 30 lõikes 1 või artikli 33 lõikes 1 mainitud heakskiidetud laboratooriumide poolt. Tootja esitab katsetulemused asjaomase riigi pädevale asutusele vähemalt 5 päeva enne väetise turuleviimist või, impordi korral, vähemalt 5 päeva enne väetise saabumist Euroopa Ühenduse

▼B

piirile. Edaspidi tagab tootja jätkuvalt, et kõik turuleviidavad väetisetarned suudavad läbida kõnesoleva katse.

Artikkel 28

Pakendid

Suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraatväetisi võib teha lõpptarbijale kättesaadavaks ainult pakendatult.

III JAOTIS

VÄETISTE VASTAVUSHINDAMINE

Artikkel 29

Kontrollmeetmed

1. Liikmesriigid võivad märget "EÜ väetis" kandvate väetiste puhul võtta ametliku kontrolli meetmeid selle tõendamiseks, et need väetised vastavad käesoleva määruse nõuetele.

Liikmesriigid võivad nõuda lõivu, mis ei ületa kõnesolevateks kontrollmeetmeteks vajalike katsete maksumust, kuid see ei kohusta tootjat katset kordama või maksma korratud katse eest juhul, kui esmane katse on näidanud asjakohase väetise vastavust nõuetele ja see katse on tehtud artikli 30 nõuetele vastava laboratooriumi poolt.

2. Liikmesriigid tagavad, et proovide võtmised ja analüüsid I lisas loetletud liiki EÜ väetiste ametlikuks kontrollimiseks tehakse III ja IV lisas kirjeldatud meetodite kohaselt.

3. Vastavust käesolevale direktiivile väetiseliikide, deklareeritud toiteelementide sisalduste ning toitainevormide ja lahustuvvormide deklareeritud sisalduste osas võib tõendada ametliku kontrollimise abil, kasutades ainult III ja IV lisa kohaselt kehtestatud proovivõtu- ja analüüsimeetodeid ning võttes arvesse II lisas sätestatud lubatud hälbeid.

4. Mõõtmis-, proovivõtu- ja analüüsimeetodite kohandamisel ja ajakohastamisel järgitakse artikli 32 lõikes 2 käsitletud korda ja kasutatakse võimaluse korral Euroopa standardeid. Samas korras võetakse vastu ka käesolevas artiklis ning käesoleva määruse artiklites 8, 26 ja 27 ettenähtud kontrollmeetmete kindlaksmääramiseks vajalikud rakenduseeskirjad. Nendes rakenduseeskirjades käsitletakse eeskätt küsimusi vajalike korduskatsete sageduse kohta ja meetmete kohta, mida kavandatakse selle tagamiseks, et turuleviidud väetis oleks katsetatud väetisega identne.

Artikkel 30

Laboratooriumid

1. Liikmesriigid teatavad komisjonile nimekirjadest, kuhu on kantud liikmesriikide territooriumil asuvad heakskiidetud laboratooriumid, kes on pädevad osutama teenuseid, mis on vajalikud selleks, et kontrollida EÜ väetiste vastavust käesoleva määruse nõuetele. Need laboratooriumid peavad vastama V lisa B jaos mainitud standarditele. Selline teade esitatakse 11. juuniks 2004 ja iga edasise muudatuse puhul.

2. Komisjon avaldab heakskiidetud laboratooriumide nimekirja *Euroopa Liidu Teatajas*.

3. Kui liikmesriigil on alust arvata, et teatav heakskiidetud laboratoorium ei vasta lõikes 1 mainitud standarditele, suunab ta küsimuse artiklis 32 mainitud komiteele. Kui komitee nõustub, et laboratoorium ei

▼B

vasta standarditele, kustutab komisjon laboratooriumi nime lõikes 2 mainitud nimekirjast.

4. Komisjon võtab vastu otsuse küsimuse kohta 90 päeva jooksul alates teate saamisest artikli 32 lõikes 2 osutatud korras.

5. Komisjon avaldab muudetud nimekirja *Euroopa Liidu Teatajas*.

IV JAOTIS

LÕPPSÄTTED

I PEATÜKK

Lisade kohandamine

Artikkel 31

Uued EÜ väetised

1. Otsus uue väetiseliigi kandmise kohta käesoleva määruse I lisasse võetakse vastu artikli 32 lõikes 2 osutatud korras.

2. Tootja või tema esindaja, kes soovib esitada I lisasse kandmiseks uut liiki väetise, koostab selleks tehnilise toimiku, võttes arvesse V lisa A jaos osutatud tehnilisi dokumente.

3. Muudatused, mis on vajalikud lisade kohandamiseks tehnika arenguga, võetakse vastu artikli 32 lõikes 2 osutatud korras.

Artikkel 32

Komiteemenetlus

1. Komisjoni abistab komitee.

2. Kui viidatakse käesolevale lõikele, kohaldatakse otsuse 1999/468/EÜ artikleid 5 ja 7, võttes arvesse selle artiklis 8 sätestatut.

Otsuse 1999/468/EÜ artikli 5 lõikes 6 sätestatud tähtajaks kehtestatakse kolm kuud.

3. Komitee võtab vastu oma töökorra.

II PEATÜKK

Üleminekusätted

Artikkel 33

Pädevad laboratooriumid

1. Ilma et see piiraks artikli 30 lõike 1 sätete kohaldamist, võivad liikmesriigid üleminekuajaks kuni 11. detsembrini 2007 jätkuvalt rakendada siseriiklikke õigusnorme, milles käsitletakse õiguse andmist pädevatele asutustele teenuste osutamiseks, mis on vajalikud selleks, et kontrollida EÜ väetiste vastavust käesoleva määruse nõuetele.

2. Liikmesriigid teatavad nende laboratooriumide nimekirjast komisjonile ning esitavad nendele volituste andmise kava üksikasjad. Selline teade esitatakse 11. juuniks 2004 ja iga edasise muudatuse korral.

▼B

Artikkel 34

Pakendamine ja märgistamine

Olenemata artikli 35 lõikest 1, võib eelnevates direktiivides ettenähtud EÜ väetiste märkeid, pakendeid ja etikette jätkuvalt kasutada kuni 11. juunini 2005.

III PEATÜKK

Lõppsätted

Artikkel 35

Kehtetuks tunnistatud direktiivid

1. Direktiivid 76/116/EMÜ, 77/535/EMÜ, 80/876/EMÜ ja 87/94/EMÜ tunnistatakse kehtetuks.

2. Viiteid kehtetuks tunnistatud direktiividele käsitatakse viidetena käesolevale määrusele. Eelkõige käsitatakse erandeid direktiivi 76/116/EMÜ artiklist 7, mida komisjon teeb asutamislepingu artikli 95 lõike 6 alusel, eranditena käesoleva määruse artiklist 5, kusjuures need erandid säilitavad jätkuvalt oma mõju, olenemata käesoleva määruse jõustumisest. Kuni karistuste kehtestamiseni artikli 36 alusel, võivad liikmesriigid jätkuvalt rakendada karistusi lõikes 1 mainitud direktiivide siseriiklike rakenduseeskirjade rikkumise eest.

Artikkel 36

Karistused

Liikmesriigid kehtestavad eeskirjad karistuste kohta, mida kohaldatakse käesoleva määruse sätete rikkumise korral, ning võtavad kõik vajalikud meetmed nende rakendamise tagamiseks. Ettenähtud trahvid peavad olema tõhusad, proportsionaalsed ja hoiatavad.

Artikkel 37

Siseriiklikud sätted

Liikmesriigid teatavad komisjonile käesoleva määruse artikli 6 lõike 1, artikli 6 lõike 2, artikli 29 lõike 1 ja artikli 36 kohaselt vastuvõetud siseriiklikest õigusnormidest 11. juuniks 2005 ja teatavad komisjonile viivitamata neid õigusnorme mõjutavatest muudatustest.

Artikkel 38

Jõustumine

Käesolev määrus jõustub kahekümnendal päeval pärast selle avaldamist *Euroopa Liidu Teatajas*, välja arvatud artikkkel 8 ja artikli 26 lõige 3, mis jõustuvad 11. juunil 2005.

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

▼B

SISUKORD

I LISA – **EÜ väetiseliikide nimekiri**

A. ANORGANNILISED VÄETISED, MIS SISALDAVAD ÜHTE PÕHITOITELEMENTI

A.1. Lämmastikväetised

A.2. Fosforväetised

A.3. Kaaiumväetised

B. ANORGANNILISED KOMPLEKSVÄETISED, MIS SISALDAVAD MITUT TOILEELEMENT I

B.1. NPK-väetised

B.2. NP-väetised

B.3. NK-väetised

B.4. PK-väetised

C. ANORGAANIISED VEDELVÄETISED

C.1. ÜHTE PÕHITOITEELEMENTI SISALDAVAD VEDELVÄETISED

C.2. Vedelad kompleksväetised

D. ANORGAANILISED TEISEJARGULISTE TOITEELEMENTIDEGA VÄETISED

E. ANORGAANILISED MIKROVAETISED

E.1. MIKROVÄETISED, MIS SISALVADAD AINULT ÜHTE MIKROELEMENTI

E.1.1. Boor

E.1.2. Koobalt

E.1.3. Vask

E.1.4 Raud

E.1.5. Mangaan

E.1.6. Molübdeen

E.1.7. Tsink

E.2 MIKROPOELEMENTIDE SISALDUSE MINIMUMMÄÄRAD VÄETISTES, MASSIPROTSENTI

E.3 MIKROELEMENTIDEGA KELLATE VOL ORGAANILISI KOMPEKSE MOODUSTAVATE LUBATUD AINETE LOETELU

II LISA – **Lubatud hälbed**

1. Primaartoiteelemente sisaldavad lihtmineraalväetised – toiteelementide massiprotsendi absoluutväärtused arvestatult N-le, P_2O_5-le, K_2O-le, MgO-le või Cl-le

2. Primaartoiteelemente sisaldavad kompleksmineraalväetised

3. Sekundaartoiteelementide sialdus väetistes

4. Mikroelementide sisaldus väetistes

III LISA – **Tehnilised sätted suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraatväetiste kohta**

1. Suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste karakteristikud ja asjakohased piirnormid

2. Suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraatväetiste detonatsioonikindluse katse kirjeldus

3. Lisades III-1 ja III-2 kindlaksmääratud piirnormidele vastavuse kontrollimise meetodid

▼B

4. Detonatsioonikindluse määramine

IV LISA – **Proovivõtu- ja analüüsimeetodid**

A. Proovivõtumeetodid väetiste kontrollimiseks

1. Eesmärk ja rakendatavus

2. Proovivõtjad

3. Mõisted

4. Seadmed

5. Kvantitatiivsed nõuded

6. Juhised proovide võtmiseks, ettevalmistamiseks ja pakendamiseks

7. Lõpp-proovide pakendamine

8. Proovivõtuprotokoll

9. Proovide sihtkoht

B Väetiste analüüsi meetodid

Üldised märkused

Üldsätted väetiste analüüsi meetodite kohta

Meetod 1 – Uuritava proovi ettevalmistamine

Meetodid 2 – Lämmastik

Meetod 2.1 – Ammooniumlämmastiku määramine

Meetodid 2.2 – Nitraat- ja ammooniumlämmastiku määramine

Meetod 2.2.1 – Nitraat- ja ammooniumlämmastiku määramine Ulschi meetodil

Meetod 2.2.2 – Nitraat- ja ammooniumlämmastiku määramine Arndi meetodil

Meetod 2.2.3 – Nitraat- ja ammooniumlämmastiku määramine Devarda meetodil

Meetodid 2.3 – Üldlämmastiku määramine

Meetod 2.3.1 – Üldlämmastiku määramine kaltsiumtsüaanamiidis, mis ei sisalda nitraate

Meetod 2.3.2 – Üldlämmastiku määramine kaltsiumtsüaanamiidis, mis sisaldab nitraate

Meetod 2.3.3 – Üldlämmastiku määramine karbamiidis

Meetod 2.4 – Tsüaanamiidlämmastiku määramine

Meetod 2.5 – Biureedi spektrofotomeetriline määramine karbamiidis

Meetodid 2.6 – Erinevate lämmastikuvormide määramine ühes ja samas proovis

Meetod 2.6.1 – Erinevate lämmastikuvormide määramine ühes ja samas proovis väetiste korral, milles lämmastik esineb nitraat-, ammoonium-, karbamiid- või tsüaanamiidlämmastikuna

Meetod 2.6.2 – Erinevate lämmastikuvormide määramine väetistes, milles lämmastik esineb ainult nitraat-, ammoonium- või karbamiidlämmastikuna

Meetodid 3 – Fosfor

Meetodid 3.1 – Eraldamine

Meetod 3.1.1 – Anorgaanilistes hapetes lahustuva fosfori eraldamine

Meetod 3.1.2 – 2 % sipelghappes (20 g/l) lahustuva fosfori eraldamine

Meetod 3.1.3 – 2 % sidrunhappes (20 g/l) lahustuva fosfori eraldamine

▼B

Meetod 3.1.4	– Neutraalses ammooniumtsitraadi lahuses lahustuva fosfori eraldamine
Meetodid 3.1.5	– Eraldamine leeliselise ammooniumtsitraadi lahuse abil
Meetod 3.1.5.1	– Lahustuva fosfori eraldamine Petermanni meetodil 65 °C juures
Meetod 3.1.5.2	– Lahustuva fosfori eraldamine Petermanni meetodil toatemperatuuril
Meetod 3.1.5.3	– Joulie leeliselises ammooniumtsitraadi lahuses lahustuva fosfori eraldamine
Meetod 3.1.6	– Vees lahustuva fosfori eraldamine
Meetod 3.2	– Eraldatud fosfori määramine (gravimeetriline kinoliinfosfomolübdaadi meetod)
Meetod 4	– Kaalium
Meetod 4.1	– Vees lahustuva kaaliumi sisalduse määramine
Meetod 5	–
Meetod 6	– Kloor 116
Meetod 6.1	– Kloriidide määramine orgaaniliste ainete puudumise korral
Meetodid 7	– Peenestusmäär
Meetod 7.1	– Peenestusmäära määramine kuivmeetodil
Meetod 7.2	– Fosforiidihiiva peenestusmäära määramine
Meetodid 8	– Sekundaartoiteelemendid
Meetod 8.1	– Üldkaltsiumi, üldmagneesiumi, üldnaatriumi ja sulfaatidena esineva üldväävli eraldamine
Meetod 8.2	– Erinevates vormides esineva üldväävli eraldamine
Meetod 8.3	– Vees lahustuva kaltsiumi, magneesiumi, naatriumi ja sulfaatidena esineva väävli eraldamine
Meetod 8.4	– Erinevates vormides esineva vees lahustuva väävli eraldamine
Meetod 8.5	– Elementaarse väävli eraldamine ja määramine
Meetod 8.6	– Eraldatud ja oksalaadina sadestatud kaltsiumi manganimeetriline määramine
Meetod 8.7	– Magneesiumi määramine aatomiabsorptsioonspektromeetria abil
Meetod 8.8	– Magneesiumi määramine kompleksomeetria abil
Meetod 8.9	– Sulfaatide määramine
Meetod 8.10	– Eraldatud naatriumi määramine
Meetodid 9	– Analüüsimeetodid juhtumiks, kui mikroelementide sisaldus ei ületa 10 %
Meetod 9.1	– Mikroelementide kooseraldamine
Meetod 9.2	– Vees lahustuvate mikroelementide eraldamine
Meetod 9.3	– Orgaaniliste ainete eemaldamine väetiseekstraktist
Meetod 9.4	– Mikroelementide määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil (üldmeetod)
Meetod 9.5	– Boori määramine väetiseekstraktides asometiin H ja spektromeetria abil
Meetod 9.6	– Koobalti määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil

▼B

Meetod 9.7	– Vase määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil
Meetod 9.8	– Raua määramine väetise vesinikkloriidhapeekstraktis aatomiabsorptsioonspektromeetria abil
Meetod 9.9	– Mangaani määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil
Meetod 9.10	– Molübdeeni määramine väetiseekstraktides ammooniumtiotsüanaatkompleksi spektromeetria abil
Meetod 9.11	– Tsingi määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil
Meetodid 10	– Analüüsimeetodid juhtumiks, kui mikroelementide sisaldus on üle 10 %
Meetod 10.1	– Mikroelementide kooseraldamine
Meetod 10.2	– Vees lahustuvate mikroelementide eraldamine
Meetod 10.3	– Orgaaniliste ainete eemaldamine väetiseekstraktist
Meetod 10.4	– Mikroelementide määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil (üldmeetod)
Meetod 10.5	– Boori määramine väetise vesinikkloriidhapeekstraktis atsidimeetrilise tiitrimise abil
Meetod 10.6	– Koobalti gravimeetriline määramine väetiseekstraktides 1-nitroso-2-naftooli abil
Meetod 10.7	– Vase titrimeetriline määramine väetiseekstraktides
Meetod 10.8	– Raua määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil
Meetod 10.9	– Mangaani määramine väetiseekstraktides tiitrimise abil
Meetod 10.10	– Molübdeeni gravimeetriline määramine väetiseekstraktides 8-hüdroksükinoliini abil
Meetod 10.11	– Tsingi määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil

V LISA

A. Dokumendid, millest tootjad või nende esindajad juhinduvad tehnilise kausta koostamisel uue väetiseliigi kandmiseks käesoleva määruse I lisasse

B. Akrediteerimisstandardid seoses laboratooriumidega, kes on pädevad osutama vajalikke teenuseid, et kontrollida EÜ väetiste vastavust käesoleva määruse ja selle lisade nõuetele

▼B

I LISA

EÜ VÄETISELIIKIDE NIMEKIRI

A. **Anorgaanilised väetised, mis sisaldavad ühte põhitoitelementi**

A.1. *Lämmastikväetised*

Jrk nr	Liigi nimetus	Andmed tootmismeetodi kohta ja põhilised koostisosad	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent); toitainete väljendusviis; muud nõuded	Liigi nimetuse kohta muud andmed	Toitainete sisalduse esitamise viis; toitainete vorm ja lahustuvus; muud tunnused
1	2	3	4	5	6
1(a)	Kaltsiumnitraat ehk lubisalpeeter	Keemiline valmistis, mis sisaldab peamiselt kaltsiumnitraati. Võib sisaldada ka ammooniumnitraati	15 % N Lämmastik väljendatakse üld- või nitraat- ja ammooniumlämmastikuna. Ammooniumlämmastiku maksimaalne sisaldus 1,5 %		Üldlämmastik Lisatavate andmed Nitraatlämmastik Ammooniumlämmastik
1(b)	Kaltsiummagneesiumnitraat (lubisalpeeter ja magneesium)	Keemiline valmistis, mis sisaldab peamiselt kaltsium- ja magneesiuminitraati	13 % N Lämmastik väljendatakse nitraatlämmastikuna. Minimaalne vees lahustuva magneesiumi soolasisaldus väljendatakse magneesium oksiidina: 5 % MgO		Nitraatlämmastik Vees lahustuv magneesiumoksiid
1(c)	Magneesiumnitraat	Keemiline valmistis, mis sisaldab peamiselt heksahüdreeritud magneesiumnitraati	10 % N Lämmastik väljendatakse nitraatlämmastikuna 14 % MgO Magneesiumi sisaldus väljendatakse vees lahustuva magneesiumoksiidina	Turustades kristallidena võib lisada “kristallilises vormis”.	Nitraatlämmastik Vees lahustuv magneesiumoksiid

▼B

1	2	3	4	5	6
2(a)	Naatriumnitraat	Keemiline valmistis, mis sisaldab peamiselt naatriumnitraati	15 % N Lämmastik väljendatakse nitraat-lämmastikuna		Nitraatlämmastik
2(b)	Tšiili nitraat ehk tšiili salpeeter	Keemiline valmistis, mis on saadud kaltsiumitoormest, sisaldab peamiselt naatriumnitraati	15 % N Lämmastik väljendatakse nitraat-lämmastikuna		Nitraatlämmastik
3(a)	Kaltsiumtsüaanamiid ehk lubilämmastik	Keemiline valmistis, mis sisaldab peamiselt kaltsiumtsüaanamiidi, kaltsiumoksiidi ja vähesel määral ammooniumühendeid ja karbamiidi	18 % N Lämmastik väljendatakse üldlämmastikuna, vähemalt 75 % lämmastikust peab olema deklareeritud tsüaanamiidi vormis		Üldlämmastik
3(b)	Lämmastik-kaltsiumtsüaanamiid	Keemiline valmistis, mis sisaldab peamiselt kaltsiumtsüaanamiidi, kaltsium oksiidi ja võimalikult väikestes kogustes ammooniumühendid ja karbamiidi, millele on lisatud nitraate	18 % N Lämmastik väljendatakse üldlämmastikuna, vähemalt 75 % deklareeritud mitte nitraatlämmastikust peab olema tsüaanamiidina. Nitraatlämmastiku sisaldus: — minimaalselt: 1 % N — maksimaalselt: 3 % N		Üldlämmastik Nitraatlämmastik

▼B

1	2	3	4	5	6
4	Ammooniumsulfaat	Keemiline valmistis, mis sisaldab peamiselt ammooniumsulfaati	20 % N Lämmastik väljendatakse ammooniumlämmastikuna		Ammooniumlämmastik
5	Ammooniumnitraat või kaltsiumammooniumnitraat e. lubiammooniumsalpeeter	Keemiline valmistis, mis sisaldab peamiselt ammooniumnitraati ja mis võib sisaldada täiteainena lubjakivi- või dolomiidijahu, kaltsium- või magneesiumsulfaati või kiseriiti	20 % N Lämmastik väljendatakse nitraat- ja ammooniumlämmastikuna, mõlemad lämmastikuvormid arvestatakse olemasoleva lämmastiku osas pooleks. Vajaduse korral vt käesoleva määruse lisasid III.1 ja III.2.	See väetise liik varustatakse märkega “kaltsiumammooniumnitraat”, kui väetis sisaldab kaltsiumkarbonaati (näiteks lubjakivi) ja/või magneesiumkarbonaati ja kaltsiumkarbonaati (näiteks dolomiit) lisaks ammooniumnitraadile. Minimaalne nimetatud karbonaatide sisaldus peab olema 20 % ja nende puhtusaste vähemalt 90 %.	Üldlämmastik Nitraatlämmastik Ammooniumlämmastik
6	Ammooniumsulfaatnitraat	Keemiline valmistis, mis sisaldab peamiselt ammooniumnitraati ja sulfaati	25 % N Lämmastik väljendatakse ammoonium- ja nitraatlämmastikuna. Minimaalne nitraatlämmastiku sisaldus 5 %		Üldlämmastik Ammooniumlämmastik Nitraatlämmastik
7	Magneesiumsulfonitraat	Keemiline valmistis, mis sisaldab peamiselt ammooniumnitraati, ammooniumsulfaati ja magneesiumsulfaati	19 % N Lämmastik väljendatakse ammoonium- ja nitraatlämmastikuna. Minimaalne nitraatlämmastiku sisaldus 6 %. 5 % MgO Magneesium väljendatakse vees lahustuva magneesiumoksiidina		Üldlämmastik Ammooniumlämmastik Nitraatlämmastik Vees lahustuv magneesiumoksiid

▼B

1	2	3	4	5	6
8	Magneesiumammooniumnitraat	Keemiline valmistis, mis sisaldab peamiselt ammooniumnitraati ja magneesiumiühendeid (dolomiit ja/või magneesiumsulfaat)	19 % N Lämmastik väljendatakse ammoonium- ja nitraatlämmastikuna. Minimaalne nitraatlämmastiku sisaldus on 6 %. 5 % MgO Magneesium väljendatakse üldmagneesiumoksiidina		Üldlämmastik Ammooniumlämmastik Nitraatlämmastik Üldmagneesiumoksiid ja võimalusel vees lahustuv magneesiumoksiid
9	Karbamiid	Keemiline valmistis, mis sisaldab peamiselt karbonüüldiamiidi (karbamiidi)	44 % N Üldkarbamiidlämmastik (kaasa arvatud biureet). Maksimaalne biureedi sisaldus 1,2 %		Üldlämmastik väljendatakse karbamiidlämmastikuna
10	Krotonülideendikarbamiid	Keemilise reaktsiooni tulemusena saadud valmistis, mis sisaldab karbamiidi ja krotonaldehüüdi. Monomeerne segu	28 % N Lämmastik väljendatakse üldlämmastikuna Vähemalt 25 % N on krotonülideendikarbamiidi Maksimaalne karbamiidlämmastiku sisaldus on 3 %		Üldlämmastik Karbamiidlämmastikku vähemalt 1 % kaalust Krotonülideendikarbamiidlämmastik
11	Isobutülideendikarbamiid	Keemilise reaktsiooni tulemusena saadud valmistis, mis sisaldab karbamiidi ja isobutüüraldehüüdi. Monomeerne segu	28 % N Lämmastik väljendatakse üldlämmastikuna Vähemalt 25 % N on isobutülideendikarbamiid Maksimaalne karbamiidlämmastiku sisaldus on 3 %		Üldlämmastik Karbamiidlämmastikku vähemalt 1 % kaalust Isobutülideendikarbamiidlämmastik

▼B

1	2	3	4	5	6
12	Karbamiidformaldehüüd	Valmistis, mis saadakse karbamiidi ja formaldehüüdi reageerimisel, sisaldab peamiselt karbamiidaldehüüdi molekule. Polümeerne ühend	36 % N üldlämmastikuna Lämmastik väljendatakse üldlämmastikuna Vähemalt 3/5 kogu deklareeritud üldlämmastikust peab olema kuumas vees lahustuv Vähemalt 31 % N on karbamiidformaldehüüd Maksimaalne karbamiidlämmastiku sisaldus on 5 %		Üldlämmastik Karbamiidlämmastikku vähemalt 1 % kaalust Külmas vees lahustuv formaldehüüdkarbamiidlämmastik Kuumas vees lahustuv formaldehüüdkarbamiidlämmastik
13	Krotonülideendikarbamiidi sisaldav lämmastikväetis	Keemiline valmistis, mis sisaldab krotonülideendikarbamiidi ja lämmastikväetisi (A1 loetelu valmistised, välja arvatud valmistised 3(a), 3(b) ja 5)	18 % N väljendatakse üldlämmastikuna Vähemalt 3 % lämmastikust on ammooniumlämmastik ja/või nitraatlämmastik ja/või karbamiidlämmastik Vähemalt 1/3 kogu deklareeritud üldlämmastikust peab olema krotonülideendikarbamiidi Maksimaalne biureedisisaldus on: (karbamiid N + krotonülideendikarbamiid N) × 0,026		Üldlämmastik Iga vormi sisaldus peab olema vähemalt 1 %: — nitraatlämmastik — ammooniumlämmastik — karbamiidlämmastik Krotonülideendikarbamiidlämmastik

▼B

1	2	3	4	5	6
14	Isobutülideendikarbamiidi sisaldav lämmastikväetis	Keemiline valmistis, mis sisaldab isobutülideendikarbamiidi (A 1 loetelu valmistised, välja arvatud valmistised 3(a), 3(b) ja 5)	18 % N väljendatakse üldlämmastikuna Vähemalt 3 % lämmastikust on ammooniumlämmastik ja/või nitraatlämmastik ja/või karbamiidlämmastik Vähemalt 1/3 kogu deklareeritud üldlämmastikust peab olema isobutülideendikarbamiidlämmastik Maksimaalne biureedisisaldus on: (karbamiid N + isobutülideendikarbamiid N) × 0,026		Üldlämmastik Iga vormi sisaldus peab olema vähemalt 1 %: — nitraatlämmastik — ammooniumlämmastik — karbamiidlämmastik Isobutülideendikarbamiidlämmastik
15	Karbamiidformaldehüüdi sisaldav lämmastikväetis	Keemiline valmistis, mis sisaldab karbamiidformaldehüüdi ja lämmastikväetisi (A 1 loetelu valmistised, välja arvatud valmistised 3(a), 3(b) ja 5)	18 % N väljendatakse üldlämmastikuna Vähemalt 3 % lämmastikust on ammoonium- ja/või nitraat- ja/või karbamiidlämmastik. Vähemalt 1/3 deklareeritud üldlämmastikust peab olema karbamiidformaldehüüdlämmastik Karbamiidformaldehüüdlämmastik peab sisaldama vähemalt 3/5 kuumas vees lahustuvat lämmastikku Maksimaalne biureedisisaldus: (karbamiid N + karbamiidformaldehüüd) × 0,026		Üldlämmastik Iga vormi sisaldus peab olema vähemalt 1 %: — nitraatlämmastik — ammooniumlämmastik — karbamiidlämmastik Karbamiidformaldehüüdlämmastik Külmas vees lahustuv karbamiidformaldehüüdlämmastik Ainult kuumas vees lahustuv karbamiidformaldehüüdlämmastik

▼B

1	2	3	4	5	6
16	Ammooniumsulfaat nitrifikatsiooni inhibiitoriga (ditsüaandiamiid)	Keemiline valmistis, mis sisaldab ammooniumsulfaati ja ditsüaandiamiidi	20 % N Lämmastik väljendatakse üldlämmastikuna Minimaalne ammooniumlämmastiku sisaldus 18 % Minimaalne ditsüaandiamiidlämmastiku sisaldus 1,5 %		Üldlämmastik Ammooniumlämmastik Ditsüaandiamiidlämmastik Tehniline informatsioon ([a])
17	Ammooniumsulfonitraat nitrifikatsiooni inhibiitoriga (ditsüaandiamiid)	Keemiline valmistis, mis sisaldab ammooniumsulfonitraati ja ditsüaandiamiidi	24 % N Lämmastik väljendatakse üldlämmastikuna Minimaalne nitraatlämmastiku sisaldus 3 % Minimaalne ditsüaandiamiidlämmastiku sisaldus 1,5 %		Üldlämmastik Nitraatlämmastik Ammooniumlämmastik Ditsüaandiamiidlämmastik Tehniline informatsioon ([a])
18	Karbamiidammooniumsulfaat	Keemiline valmistis, mis saadakse karbamiidist ja ammooniumsulfaadist	30 % N Lämmastik väljendatakse ammoonium- ja karbamiidlämmastikuna Minimaalne ammooniumlämmastiku sisaldus 4 % Minimaalne väävli sisaldus väljendatakse vääveltrioksiidina 12 % Maksimaalne biureedisisaldus 0,9 %		Üldlämmastik Ammooniumlämmastik Karbamiidlämmastik Vees lahustuv vääveltrioksiid

([a]) Turustamise eest vastutav isik, peab kindlustama iga pakendi või puistes partii varustatuse võimalikult täpse tehnilise informatsiooniga. See informatsioon peab kasutajal võimaldama määrata väetise kogused ja selle kasutamise aja sõltuvalt kasvatatavast kultuurist.

▼B

A.2. *Fosforväetised*

Kui granuleeritud kujul müüdava väetise puhul (väetis 1, 3, 4, 5, 6 või 7) on ette nähtud põhikomponendiks oleva aine osakeste suuruse kriteerium, määratakse nende suurus sobiva analüüsimeetodi abil.

Jrk nr	Liigi nimetus	Andmed tootmismeetodi kohta ja põhilised koostisosad	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent); toitainete andmete väljendusviis; muud nõuded	Liigi nimetuse kohta muud andmed	Toitainete sisalduse esitamise viis; toitainete vormid ja lahustuvus; muud tunnused
1	2	3	4	5	6
1	Räbu: — Toomasfosfaat — Toomasräbu	Valmistis, mis saadakse fosforirikka rauamaagi rauaks töötlemisel ja sisaldab peamiselt kaltsiumränifosfaati	12 % P_2O_5 Fosfor väljendatakse mineraalhappes lahustuva fosforpentaoksiidina, vähemalt 75 % deklareeritud fosforpentaoksiidi sisaldusest peab olema 2 % sidrunhappes lahustuvana või 10 % P_2O_5 Fosfor väljendatakse 2 % sidrunhappes lahustuva fosforpentaoksiidina Osakeste suurus: — vähemalt 75 % läbib 0,160 mm avadega sõela — vähemalt 96 % läbib 0,630 mm avadega sõela		Mineraalhappes lahustuv üldfosforpentaoksiid, millest 75 % (massiprotsent) on lahustuv 2 % sidrunhappes (turustamiseks Prantsusmaal, Itaalias, Hispaanias, Kreekas ►M1 , Tšehhi Vabariigis, Eestis, Küprosel, Lätis, Leedus, Ungaris, Maltal, Poolas, Sloveenias, Slovakkias, ◄ ►M3 Bulgaarias ja Rumeenias ◄) Mineraalhappes lahustuv üldfosforpentaoksiid ja 2 % sidrunhappes lahustuv fosforpentaoksiid (turustamiseks Ühendkuningriigis) 2 % sidrunhappes lahustuv üldfosforpentaoksiid (turustamiseks Saksamaal, Belgias, Taanis, Iirimaal, Luksemburgis, Hollandis ja Austrias)

▼B

1	2	3	4	5	6
2(a)	Lihtsuperfosfaat	Valmistis, mis saadakse fosfaattoorme reageerimisel väävelhappega ja sisaldab peamiselt monokaltsiumfosfaati ja kaltsiumsulfaati	16 % P_2O_5 Fosfor väljendatakse neutraalses ammooniumtsitraadis lahustuva P_2O_5 -na, vähemalt 93 % deklareeritud P_2O_5 sisaldusest peab olema vees lahustuv. Analüüsiks võetav kogus: 1 g		Neutraalses ammooniumtsitraadis lahustuv fosforpentaoksiid Vees lahustuv fosforpentaoksiid
2(b)	Rikastatud e. kontsentreeritud superfosfaat	Valmistis, mis saadakse fosfaattoorme reageerimisel väävelhappega ja fosforhappega ning sisaldab peamiselt monokaltsiumfosfaati ja kaltsiumsulfaati	25 % P_2O_5 Fosfor väljendatakse neutraalses ammooniumtsitraadis lahustuva P_2O_5- na, vähemalt 93 % deklareeritud P_2O_5 sisaldusest peab olema vees lahustuv. Analüüsiks võetav kogus: 1 g		Neutraalses ammooniumtsitraadis lahustuv fosforpentaoksiid Vees lahustuv fosforpentaoksiid
▼M2 2(c)	Kolmekordne superfosfaat	Valmistis, mis saadakse peenestatud fosfaattoorme reageerimisel fosforhappega ja mis sisaldab peamiselt monokaltsiumfosfaati	38 % P_2O_5 Fosfor väljendatakse neutraalses ammooniumtsitraadis lahustuva P_2O_5-na, vähemalt 85 % deklareeritud P_2O_5-sisaldusest peab olema vees lahustuv Analüüsiks võetav kogus: 3 g		Neutraalses ammooniumtsitraadis lahustuv fosforpentaoksiid Vees lahustuv fosforpentaoksiid

▼M2

1	2	3	4	5	6
▼B 3	Osaliselt lahustunud toorfosfaat e. poolsuperfosfaat	Valmistis, mis saadakse fosfaattoorme reageerimisel osalise koguse väävelhappe või fosforhappega ja sisaldab peamiselt monokaltsiumfosfaati, trikaltsiumfosfaati ja kaltsiumsulfaati	20 % P_2O_5 Fosfor väljendatakse mineraalhappes lahustuva P_2O_5-na, vähemalt 40 % deklareeritud P_2O_5 sisaldusest peab olema vees lahustuv. Osakeste suurus: — vähemalt 90 % läbib 0,160 mm avadega sõela — vähemalt 98 % läbib 0,630 mm avadega sõela		Mineraalhappes lahustuv üldfosforpentaoksiid Vees lahustuv fosforpentaoksiid
4	Dikaltsiumfosfaat	Valmistis, mis saadakse fosfaattoorme või kondijahu töötlemisel fosforhappega ja mis sisaldab peamiselt dehüdreeritud dikaltsiumfosfaati	38 % P_2O_5 Fosfor väljendatakse leelises ammooniumtsitraadis lahustuva P_2O_5-na (Petermanni meetod) Osakeste suurus: — vähemalt 90 % läbib 0,160 mm avadega sõela, — vähemalt 98 % läbib 0,630 mm avadega sõela		Leeliselises ammooniumtsitraadis lahustuv fosforpentaoksiid

▼B

1	2	3	4	5	6
5	Kaltsineeritud fosfaat	Valmistis, mis saadakse fosfaattoorme kuumutamisel leeliste ühendite ja ränihappega ning sisaldab peamiselt kaltsiumfosfaati ja kaltsiumsilikaati	25 % P_2O_5 Fosfor väljendatakse leeliselises ammooniumtsitraadis lahustuva P_2O_5-na (Petermanni meetod) Osakeste suurus: — vähemalt 75 % läbib 0,160 mm avadega sõela — vähemalt 96 % läbib 0,630 mm avadega sõela		Leeliselises ammooniumtsitraadis lahustuv fosforpentaoksiid
6	Alumiiniumkaltsiumfosfaat	Amorfne valmistis, mis saadakse fosfaattoorme kuumutamisel ja jahvatamisel ning sisaldab peamiselt alumiinium- ja kaltsiumfosfaate	30 % P_2O_5 Fosfor väljendatakse mineraalhappes lahustuva P_2O_5-na, vähemalt 75 % deklareeritud P_2O_5 sisaldusest peab lahustuma leeliselises ammooniumtsitraadis (Joulie meetod) Osakeste suurus: — vähemalt 90 % läbib 0,160 mm avadega sõela, — vähemalt 98 % läbib 0,630 mm avadega sõela		Mineraalhappes lahustuv üldfosforpentaoksiid Leeliselises ammooniumtsitraadis lahustuv fosforpentaoksiid

▼B

1	2	3	4	5	6
7	Pehme fosfaattoorme fosfaat e. fosforiidijahu	Valmistis, mis saadakse pehme fosfaattoorme jahvatamisel ja mis peamiselt sisaldab trikaltsiumfosfaati ja kaltsiumkarbonaati	25 % P_2O_5 Fosfor väljendatakse mineraalhappes lahustuva P_2O_5-na, vähemalt 55 % deklareeritud P_2O_5 sisaldusest peab lahustuma 2 % sipelghappes Osakeste suurus: — vähemalt 90 % läbib 0,063-mm avadega sõela, — vähemalt 99 % läbib 0,125-mm avadega sõela.		Mineraalhappes lahustuv üldfosforpentaoksiid 2 % sipelghappes lahustuv fosforpentaoksiid 0,063 mm avadega sõela läbiva materjali massiprotsent

A.3. *Kaaliumväetised*

Jrk nr	Liigi nimetus	Andmed tootmismeetodi kohta ja põhilised koostisosad	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent); toitainete andmete väljendusviis; muud nõudmised	Liigi nimetuse kohta muud andmed	Toitainete sisalduse esitamise viis; toitainete tüüp ja lahustuvus; muud tunnused
1	2	3	4	5	6
1	Kainiit	Valmistis, mis saadakse looduslikest kaaliumiühenditest	10 % K_2O Kaalium väljendatakse vees lahustuva K_2O-na 5 % MgO Vees lahustuv magneesium väljendatakse magneesiumoksiidina	Võib lisada tuntud kaubanduslikud nimetused	Vees lahustuv kaaliumoksiid Vees lahustuv magneesiumoksiid

▼B

1	2	3	4	5	6
2	Rikastatud kainiidisool	Valmistis, mis saadakse kaaliumkloriidi ja rikastatud looduslike kaaliumiühendite segamisel	18 % K_2O Kaalium väljendatakse vees lahustuva K_2O-na	Võib lisada tuntud kaubanduslikud nimetused	Vees lahustuv kaaliumoksiid. Vees lahustuva magneesiumoksiidi sisaldus võidakse esitada, kui MgO sisaldus on kõrgem kui 5 %
3	Kaaliumkloriid (kaalisool)	Valmistis, mis saadakse looduslikest kaaliumiühenditest ja sisaldab peamiselt kaaliumkloriidi	37 % K_2O Kaalium väljendatakse vees lahustuva K_2O-na	Võib lisada tuntud kaubanduslikud nimetused	Vees lahustuv kaaliumoksiid
4	Magneesiumi sisaldav kaaliumkloriid	Valmistis, mis saadakse kaalitoormest, kuhu on lisatud magneesiumühendeid ja mis peamiselt sisaldab kaaliumkloriidi ja magneesiumsoola	37 % K_2O Kaalium väljendatakse vees lahustuva K_2O-na 5 % MgO Veeslahutuv magneesium väljendatakse magneesiumoksiidina		Vees lahustuv kaaliumoksiid Vees lahustuv magneesiumoksiid

▼B

1	2	3	4	5	6
5	Kaaliumsulfaat	Kaaliumiühendite keemilise reaktsiooni tulemusena saadud valmistis, mis sisaldab peamiselt kaaliumsulfaati	47 % K_2O Kaalium väljendatakse vees lahustuva K_2O-na Maksimaalne kloorisisaldus on 3 %		Vees lahustuv kaaliumoksiid Kloori sisalduse mainimine on valikuline
6	Magneesiumiühendeid sisaldav kaaliumsulfaat e. kaalimagneesium	Keemiline valmistis, mis saadakse kaaliumi ja magneesiumi ühendite keemilise reaktsiooni tulemusena ja mis sisaldab peamiselt kaalium- ja magneesiumsulfaati	22 % K_2O Kaalium väljendatakse vees lahustuva K_2O-na 8 % Mg0 Vees lahustuv magneesium väljendatakse magneesiumoksiidina Maksimaalne kloorisisaldus on 3 %	Võib lisada tuntud kaubanduslikud nimetused	Vees lahustuv kaaliumoksiid Vees lahustuv magneesiumoksiid Kloori sisalduse mainimine on valikuline
7	Kaaliumsulfaati sisaldav kiseriit	Valmistis, mis saadakse kiseriidist, kuhu on lisatud kaaliumsulfaati	8 % MgO Magneesium väljendatakse vees lahustuva MgO-na 6 % K_2O Kaalium väljendatakse vees lahustuva K_2O-na Kokku MgO + K_2O 20 % Maksimaalne kloorisisaldus on 3 %	Võib lisada tuntud kaubanduslikud nimetused	Vees lahustuv magneesiumoksiid Vees lahustuv kaaliumoksiid Kloori sisalduse mainimine on valikuline

▼B

B. **Anorgaanilised kompleksväetised, mis sisaldavad mitut toiteelementi**

B.1. *NPK väetised*

B.1.1	Liigi nimetus	NPK väetised
	Andmed tootmismeetodi kohta	Keemiliselt või segades saadud valmistis, millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent)	— Kokku 20 % (N + P_2O_5+K_2O) — Toitainete sisaldus vähemalt: 3 % N, 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

Toitainete vormid, osakeste suurus, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6			Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Üldlämmastik (2) Nitraatlämmastik (3) Ammooniumlämmastik (4) Karbamiidlämmastik (5) Tsüaanamiidlämmastik	(1) Vees lahustuv P_2O_5 (2) Neutraalses ammooniumtsitraadis lahutuv P_2O_5 (3) Neutraalses ammooniumtsitraadis ja vees lahustuv P_2O_5 (4) Ainult mineraalhappes lahustuv P_2O_5 (5) Leeliselises ammooniumtsitraadis lahustuv P_2O_5 (Petermanni meetod) (6a) Mineraalhappes lahustuv P_2O_5, millest vähemalt 75 % lahustub 2 % sidrunhappes (6b) 2 % sidrunhappes lahustuva P_2O_5	Vees lahustuv K_2O	(1) Üldlämmastik (2) Lämmastik deklareeritakse, kui N vormide (2) kuni (5) sisaldus on vähemalt 1 massiprotsent (3) Üle 28 % N, vt lisa III.2	1. NPK väetis, mis ei sisalda toomasräbu, kaltsineeritud fosfaate, alumiiniumkaltsiumfosfaate, osaliselt lahustuvat toorfosfaati ja pehme fosfaattoorme fosfaate, deklareeritakse vastavalt lahustuvusele (1), (2) või (3): — kui vees lahustuvat P_2O_5 on alla 2 %, deklareeritakse ainult lahustuvus (2); — kui vees lahustuvat P_2O_5 on vähemalt 2 %, tuleb deklareerida lahustuvus (3), ja vees lahustuva P_2O_5 sisaldus peab olema viidatud (lahustuvus (1))	(1) Vees lahustuv kaaliumoksiid (2) Väetis loetakse “madala kloorisisaldusega”, kui kloori sisaldus ei ületa 2 %

▼B

1	2	3	4	5	6
	(7) Mineraalhappes lahustuv P_2O_5, millest vähemalt 75 % deklareeritud P_2O_5 sisaldusest lahustub leeliselises ammooniumtsitraadis (Joulie meetod) (8) Mineraalhappes lahustuv P_2O_5, millest vähemalt 55 % deklareeritud P_2O_5 sisaldusest lahustub			Mineraalhappes lahustuva P_2O_5 sisaldus ei tohi ületada 2 % Lahustuvuse (2) ja (3) kindlaks määramiseks väetise liigi 1 analüüsiks võetav kogus on 1 g 2(a) NPK väetis, mis sisaldab pehme fosfaattoorme fosfaate (fosforiidijahu) või osaliselt lahustuvat toorfosfaati (poolsuperfosfaati) ei tohi sisaldada toomasräbu, kaltsineeritud fosfaate ja alumiiniumkaltsium fosfaate. Deklareeritakse vastavalt lahustuvusele (1), (3) ja (4) See väetise tüüp peab sisaldama: — ainult mineraalhappes lahustuvat P_2O_5 vähemalt 2 % (lahustuvus (4)); — neutraalses ammooniumtsitraadis ja vees lahustuvat P_2O_5 vähemalt 5 % (lahustuvus (3)); — vees lahustuvat P_2O_5 vähemalt 2,5 % (lahustuvus (1)). See väetisetüüp peab olema varustatud märkega “peeneks jahvatatud fosfaattoormega NPK väetis” või “poolsuperfosfaati sisaldav NPK väetis”. Lahustuvuse (3) kindlaks määramiseks väetise liigi 2(a) analüüsiks võetav kogus on 3 g 2(b) NPK väetis, mis sisaldab alumiiniumkaltsiumfosfaati, ei sisalda toomasräbu, kaltsineeritud fosfaati, pehme fosfaattoorme fosfaati ja osaliselt lahustuvat fosfaati.	(3) Kloori sisaldus võidakse deklareerida

Fosfaatsete koostisosade osakeste suurus:
Toomasräbu: vähemalt 75 % läbib sõela avadega 0,160 mm
Alumiiniumkaltsiumfosfaat: vähemalt 90 % läbib sõela avadega 0,160 mm
Kaltsineeritud fosfaat: vähemalt 75 % läbib sõela avadega 0,160 mm
Pehme fosfaattoorme fosfaat: vähemalt 90 % läbib sõela avadega 0,063 mm
Osaliselt lahustuv fosfaat: vähemalt 90 % läbib sõela avadega 0,160 mm

1	2	3	4	5	6
				Selle puhul deklareeritakse lahustuvus (1) ja (7), kusjuures viimati mainitud juhul deklareeritakse väärtus, millest on eelnevalt lahutatud vees lahustuva vormi sisaldus. Kõnesolevat liiki väetis peab sisaldama: — vähemalt 2 % vees lahustuvat P_2O_5 (lahustuvus (1)); — vähemalt 5 % lahustuvuses (7) esinevat P_2O_5.Kõnesolevat liiki väetise turustamisel kasutatakse nimetust “Alumiiniumkaltsiumfosfaat-NPK-väetis”. 3. Juhul kui NPK väetis sisaldab ühte järgnevast fosfaattoormest: toomasräbu, kaltsineeritud fosfaat, alumiiniumkaltsiumfosfaat, pehme fosfaattoorme fosfaat (fosforiidijahu), peab liigi nimetusele järgnema fosfaatide koostisosi kirjeldav märge. P_2O_5 lahustuvus deklareeritakse: — toomasräbu sisaldava väetise puhul: lahustuvus (6a) (turustamiseks Prantsusmaal, Itaalias, Hispaanias, Portugalis, Kreekas ►**M1** , Tšehhi Vabariigis, Eestis, Küprosel, Lätis, Leedus, Ungaris, Maltal, Poolas, Sloveenias, Slovakkias, ◄ ►**M3** Bulgaarias ja Rumeenias ◄), lahustuvus (6b) (turustamiseks Saksamaal, Belgias, Taanis, Iirimaal, Luksemburgis, Hollandis, Ühendkuningriigis ja Austrias); — kaltsineeritud fosfaate sisaldava väetise puhul: lahustuvus (5);	

▼B

1	2	3	4	5	6
				— alumiiniumkaltsiumfosfaate sisaldava väetise puhul: lahustuvus (7); — pehme fosfaattoorme fosfaati (fosforiidijahu) sisaldava väetise puhul: lahustuvus (8).	

B.1.2.	Liigi nimetus	NPK väetised, mis sisaldavad krotonülideendikarbamiidi või isobutülideendikarbamiidi või karbamiidformaldehüüde.
	Andmed tootmismeetodi kohta	Keemiliselt või segades saadud valmistis, millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid ning sisaldab krotonülideendikarbamiidi või isobutülideendikarbamiidi või karbamiidformaldehüüde.
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent)	— Kokku 20 % ($N + P_2O_5 + K_2O$) — Toitainete sisaldus vähemalt: — 5 % N. Vähemalt ¼ deklareeritud üldlämmastikust peab pärinema lämmastiku vormidest (5) või (6) või (7). Vähemalt deklareeritud lämmastiku sisaldusest peab lahustuma kuumas vees. — 5 % P_2O_5, — 5 % K_2O.

▼B

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus			Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Üldlämmastik (2) Nitraatlämmastik (3) Ammooniumlämmastik (4) Karbamiidlämmastik (5) Krotonülideendikarbamiidi sisaldav lämmastik (6) Isobutülideendikarbamiidi sisaldav lämmastik (7) Karbamiidformaldehüüdi sisaldav lämmastik (8) Karbamiidformaldehüüdi sisaldav lämmastik, mis on lahustuv ainult kuumas vees (9) Karbamiidformaldehüüdi sisaldav lämmastik, mis on lahustuv ainult külmas vees	(1) Vees lahustuv P_2O_5 (2) Neutraalses ammooniumtsitraadis lahutuv P_2O_5 (3) Neutraalses ammooniumtsitraadis ja vees lahustuv P_2O_5	Vees lahustuv K_2O	(1) Üldlämmastik (2) Lämmastik deklareeritakse, kui mistahes N vormide (2) kuni (4) sisaldus on vähemalt 1 massiprotsent (3) Lämmastik deklareeritakse, kui väetis sisaldab ühte N vormidest (5) kuni (7). Lämmastik deklareeritakse, kui väetis sisaldab N vorme (8) ja (9)	NPK väetis, mis ei sisalda toomasräbu, kaltsineeritud fosfaate, alumiiniumkaltsiumfosfaate, pehme fosfaattoorme fosfaati, osaliselt lahustuvat fosfaati ja toorfosfaate deklareeritakse vastavalt lahustuvusele (1), (2) või (3): — kui vees lahustuvat P_2O_5 on alla 2 %, deklareeritakse ainult lahustuvus (2); — kui vees lahustuvat P_2O_5 on vähemalt 2 %, tuleb deklareerida lahustuvus (3), ja vees lahustuva P_2O_5 sisaldus peab olema viidatud (lahustuvus (1)). Mineraalhappes lahustuva P_2O_5 sisaldus ei tohi ületada 2 % Lahustuvuse (2) ja (3) kindlaks määramiseks väetise liigi 1 analüüsiks võetav kogus on 1 g	(1) Vees lahustuv kaaliumoksiid (2) Väetis loetakse “madala kloorisisaldusega”, kui kloori sisaldus ei ületa 2 % (3) Kloori sisaldus võidakse deklareerida, kui selle sisaldus on alla 2 %

B.2. *NP väetised*

B.2.1.	Liigi nimetus	NP väetised
	Andmed tootmismeetodi kohta	Keemiliselt või segades saadud valmistis, millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent)	— Kokku 18 % ($N + P_2O_5$) — Toitainete sisaldus vähemalt: 3 % N, 5 % P_2O_5

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus			Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Üldlämmastik (2) Nitraatlämmastik (3) Ammooniumlämmastik (4) Karbamiidlämmastik (5) Tsüanamiidlämmastik	(1) Vees lahustuv P_2O_5 (2) Neutraalses ammooniumtsitraadis lahutuv P_2O_5 (3) Neutraalses ammooniumtsitraadis ja vees lahustuv P_2O_5 (4) Ainult mineraalhappes lahustuv P_2O_5 (5) Leeliselises ammooniumtsitraadis lahustuv P_2O_5 (Petermanni meetod) (6a) Mineraalhappes lahustuv P_2O_5, millest vähemalt 75 % lahustub 2 % sidrunhappes (6b) 2 % sidrunhappes lahustuva P_2O_5 (7) Mineraalhappes lahustuv P_2O_5, millest vähemalt 75 % deklareeritud P_2O_5 sisaldusest lahustub leeliselises ammooniumtsitraadis (Joulie meetod)		(1) Üldlämmastik (2) Lämmastik deklareeritakse kui mistahes N vormide (2) kuni (4) sisaldus on vähemalt 1 massiprotsent	(1) NP väetis, mis ei sisalda toomasräbu, kaltsineeritud fosfaate, alumiiniumkaltsiumfosfaate, pehme fosfaattoorme fosfaati (fosforiidijahu) ja osaliselt lahustuvat fosfaati (poolsuperfosfaati) deklareeritakse vastavalt lahustuvusele (1), (2) või (3): — kui vees lahustuvat P_2O_5 on alla 2 %, deklareeritakse ainult lahustuvus (2); — kui vees lahustuvat P_2O_5 on vähemalt 2 %, tuleb deklareerida lahustuvus (3), ja vees lahustuva P_2O_5 sisaldus peab olema viidatud (lahustuvus (1)). Mineraalhappes lahustuva P_2O_5 sisaldus ei tohi ületada 2 %	

1	2	3	4	5	6
	(8) Mineraalhappes lahustuv P_2O_5, millest vähemalt 55 % deklareeritud P_2O_5 sisaldusest lahustub 2 % sipelghappes			Lahustuvuse (2) ja (3) kindlaks määramiseks väetise liigi 1 analüüsiks võetav kogus on 1 g 2(a) NP väetis, mis sisaldab pehme fosfaattoorme fosfaati (fosforiidijahu) või osaliselt lahustuvat toorfosfaati (poolsuperfosfaati) ei tohi sisaldada toomasräbu, kaltsineeritud fosfaati ja alumiiniumkaltsiumfosfaati. Deklareeritakse vastavalt lahustuvusele (1), (3) ja (4). See väetise tüüp peab sisaldama: — ainult mineraalhappes lahustuvat P_2O_5 vähemalt 2 % (lahustuvus (4)); — neutraalses ammooniumtsitraadis ja vees lahustuvat P_2O_5 vähemalt 5 % (lahustuvus (3)); — vees lahustuvat P_2O_5 vähemalt 2,5 % (lahustuvus (1)). See väetisetüüp peab olema varustatud märkega “peeneks jahvatatud fosfaattoormega NP väetis” või “poolsuperfosfaati sisaldav NP väetis”. Lahustuvuse (3) kindlaks määramiseks väetise liigi 2(a) analüüsiks võetav kogus on 3 g	
Fosfaatsete koostisosade Osakeste suurus: Toomasräbu: vähemalt 75 % läbib sõela avadega 0,160 mm Alumiiniumkaltsiumfosfaat vähemalt 90 % läbib sõela avadega 0,160 mm Kaltsineeritud fosfaat: vähemalt 75 % läbib sõela avadega 0,160 mm Pehme fosfaattoorme fosfaat: vähemalt 90 % läbib sõela avadega 0,063 mm Osaliselt lahustuv fosfaat: vähemalt 90 % läbib sõela avadega 0,160 mm				2(b) NP väetis, mis sisaldab alumiiniumkaltsiumfosfaati, ei sisalda toomasräbu, kaltsineeritud fosfaati, pehme fosfaattoorme fosfaati ja osaliselt lahustuvat fosfaati. Deklareeritakse vastavalt lahustuvusele (1) ja (7), kusjuures viimati mainitud juhul deklareeritakse väärtus, millest on eelnevalt lahutatud vees lahustuva vormi sisaldus. See väetise liik peab sisaldama: — vähemalt 2 % vees lahustuvat P_2O_5 (lahustuvus (1)) — vähemalt 5 % P_2O_5 vastavalt lahustuvusele (7)	

1	2	3	4	5	6
				See väetise liik peab olema varustatud märkega “alumiiniumkaltsiumfosfaati sisaldav NP väetis”. 3. Juhul kui NP väetis sisaldab ainult ühte järgmistest fosfaatväetistest: toomasräbu, kaltsineeritud fosfaate, alumiiniumkaltsiumfosfaate, pehmet fosfaattoorme fosfaate, peab liigi nimetusele järgnema fosfaatide koostisosi kirjeldav märge. P_2O_5 lahustuvus deklareeritakse: — toomasräbu sisaldava väetise puhul: lahustuvus (6a) (turustamiseks Prantsusmaal, Itaalias, Hispaanias, Portugalis, Kreekas ►**M1** , Tšehhi Vabariigis, Eestis, Küprosel, Lätis, Leedus, Ungaris, Maltal, Poolas, Sloveenias, Slovakkias, ◄ ►**M3** Bulgaarias ja Rumeenias ◄), lahustuvus (6b) (turustamiseks Saksamaal, Belgias, Taanis, Iirimaal, Luksemburgis, Hollandis, Ühendkuningriigis ja Austrias); — kaltsineeritud fosfaate sisaldava väetise puhul: lahustuvus (5); — alumiiniumkaltsiumfosfaate sisaldava väetise puhul: lahustuvus (7); — pehme fosfaattoorme fosfaati (fosforiidijahu) sisaldava väetise puhul: lahustuvus (8).	

▼B

B.2.2.	Liigi nimetus	NP väetised, mis sisaldavad krotonülideendikarbamiidi või isobutülideendikarbamiidi või karbamiidformaldehüüde.
	Andmed tootmismeetodi kohta	Keemiliselt või segades saadud valmistis, millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid ning sisaldab krotonülideendikarbamiidi või isobutülideendikarbamiidi või karbamiidformaldehüüde.
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent)	— Kokku 18 % ($N + P_2O_5$) — Toitainete sisaldus järgmiselt: — 5 % N. Vähemalt ¼ deklareeritud üldlämmastikust peab pärinema lämmastiku vormidest (5) või (6) või (7). Vähemalt deklareeritud lämmastiku sisaldusest peab lahustuma kuumas vees. — 5 % P_2O_5

▼B

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus			Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Üldlämmastik (2) Nitraatlämmastik (3) Ammooniumlämmastik (4) Karbamiidlämmastik (5) Krotonülideendikarbamiidi sisaldav lämmastik (6) Isobutülideendikarbamiidi sisaldav lämmastik (7) Karbamiidformaldehüüdi sisaldav lämmastik (8) Karbamiidformaldehüüdi sisaldav lämmastik, mis on lahustuv ainult kuumas vees (9) Karbamiidformaldehüüdi sisaldav lämmastik, mis on lahustuv ainult külmas vees	(1) Vees lahustuv P_2O_5 (2) Neutraalses ammooniumtsitraadis lahutuv P_2O_5 (3) Neutraalses ammooniumtsitraadis ja vees lahustuv P_2O_5		(1) Üldlämmastik (2) Lämmastik deklareeritakse, kui mistahes N vormide (2) kuni (4) sisaldus on vähemalt 1 massiprotsent (3) Lämmastik deklareeritakse, kui väetis sisaldab ühte N vormidest (5) kuni (7). Lämmastik deklareeritakse, kui väetis sisaldab N vorme (8) ja (9)	NP väetis, mis ei sisalda toomasräbu, kaltsineeritud fosfaate, alumiiniumkaltsiumfosfaate, pehme fosfaattoorme fosfaati, osaliselt lahustuvat fosfaati ja toorfosfaate deklareeritakse vastavalt lahustuvusele (1), (2) või (3): — kui vees lahustuvat P_2O_5 on alla 2 %, deklareeritakse ainult lahustuvus (2); — kui vees lahustuvat P_2O_5 on vähemalt 2 %, tuleb deklareerida lahustuvus (3), ja vees lahustuva P_2O_5 sisaldus peab olema viidatud (lahustuvus (1)). Mineraalhappes lahustuva P_2O_5 sisaldus ei tohi ületada 2 % Lahustuvuse (2) ja (3) kindlaks määramiseks analüüsiks võetav kogus on 1 g	

▼B

B.3. *NK väetised*

B.3.1.	Liigi nimetus	NK väetised
	Andmed tootmismeetodi kohta	Keemiliselt või segades saadud valmistis, millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent)	— Kokku 18 % ($N + K_2O$) — Toitainete sisaldus: 3 % N, 5 % K_2O

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus			Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Üldlämmastik (2) Nitraatlämmastik (3) Ammooniumlämmastik (4) Karbamiidlämmastik (5) Tsüanamiidlämmastik		Vees lahustuv K_2O	(1) Üldlämmastik (2) Lämmastik deklareeritakse, kui mistahes N vormide (2) kuni (5) sisaldus on vähemalt 1 massiprotsent		(1) Vees lahustuv kaaliumoksiid (2) Väetis loetakse “madala kloorisisaldusega”, kui kloori sisaldus ei ületa 2 % (3) Kloori sisaldus võidakse deklareerida

▼B

B.3.2.	Liigi nimetus	NK väetised, mis sisaldavad krotonülideendikarbamiidi või isobutülideendikarbamiidi või karbamiidformaldehüüde.
	Andmed tootmismeetodi kohta	Keemiliselt või segades saadud valmistis, millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid ning sisaldab krotonülideendikarbamiidi või isobutülideendikarbamiidi või karbamiidformaldehüüde.
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent)	— Kokku 18 % ($N + K_2O$) — Toitainete sisaldus järgmiselt: — 5 % N. Vähemalt ¼ deklareeritud üldlämmastikust peab pärinema lämmastiku vormidest (5) või (6) või (7). Vähemalt 3/5 deklareeritud lämmastiku sisaldusest peab lahustuma kuumas vees. — 5 % K_2O

▼B

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus			Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Üldlämmastik (2) Nitraatlämmastik (3) Ammooniumlämmastik (4) Karbamiidlämmastik (5) Krotonülideendikarbamiidi sisaldav lämmastik (6) Isobutülideendikarbamiidi sisaldav lämmastik (7) Karbamiidformaldehüüdi sisaldav lämmastik (8) Karbamiidformaldehüüdi sisaldav lämmastik, mis on lahustuv ainult kuumas vees (9) Karbamiidformaldehüüdi sisaldav lämmastik, mis on lahustuv ainult külmas vees		Vees lahustuv K_2O	(1) Üldlämmastik (2) Lämmastik deklareeritakse, kui mistahes N vormide (2) kuni (4) sisaldus on vähemalt 1 massiprotsent (3) Lämmastik deklareeritakse, kui väetis sisaldab ühte N vormidest (5) kuni (7). Lämmastik deklareeritakse, kui väetis sisaldab N vorme (8) ja (9)		(1) Vees lahustuv kaaliumoksiid (2) Väetis loetakse “madala kloorisisaldusega”, kui kloori sisaldus ei ületa 2 % (3) Kloori sisaldus võidakse deklareerida

▼B

B.4. *PK väetised*

Liigi nimetus	PK väetised
Andmed tootmismeetodi kohta	Keemiliselt või segades saadud valmistis, millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid
Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent)	— Kokku 18 % (P_2O_5 + K_2O) — Toitainete sisaldus: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus			Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vees lahustuv P_2O_5 (2) Neutraalses ammooniumtsitraadis lahutuv P_2O_5 (3) Neutraalses ammooniumtsitraadis ja vees lahustuv P_2O_5 (4) Ainult mineraalhappes lahustuv P_2O_5 (5) Leeliselises ammooniumtsitraadis lahustuv P_2O_5 (Petermanni meetod) (6a) Mineraalhappes lahustuv P_2O_5, millest vähemalt 75 % lahustub 2 % sidrunhappes (6b) 2 % sidrunhappes lahustuva P_2O_5 (7) Mineraalhappes lahustuv P_2O_5, millest vähemalt 75 % deklareeritud P_2O_5 sisaldusest lahustub leeliselises ammooniumtsitraadis (Joulie meetod)	Vees lahustuv K_2O		1. PK väetis, mis ei sisalda toomasräbu, kaltsineeritud fosfaate, alumiiniumkaltsiumfosfaate, pehme fosfaattoorme fosfaati, osaliselt lahustuvat fosfaati ja toorfosfaate deklareeritakse vastavalt lahustuvusele (1), (2) või (3): — kui vees lahustuvat P_2O_5 on alla 2 %, deklareeritakse ainult lahustuvus (2); — kui vees lahustuvat P2O5 on vähemalt 2 %, tuleb deklareerida lahustuvus (3), ja vees lahustuva P2O5 sisaldus peab olema viidatud (lahustuvus (1)) Mineraalhappes lahustuva P_2O_5 sisaldus ei tohi ületada 2 % Lahustuvuse (2) ja (3) kindlaks määramiseks analüüsiks võetav kogus on 1 g.	(1) Vees lahustuv kaaliumoksiid (2) Väetis loetakse “madala kloorisisaldusega”, kui kloori sisaldus ei ületa 2 % (3) Kloori sisaldus võidakse deklareerida

1	2	3	4	5	6
	(8) Mineraalhappes lahustuv P_2O_5, millest vähemalt 55 % deklareeritud P_2O_5 sisaldusest lahustub 2 % sipelghappes.			2(a) PK väetis, mis sisaldab pehme fosfaattoorme fosfaate või osaliselt lahustuvat toorfosfaati ei tohi sisaldada toomasräbu kaltsineeritud fosfaate ja alumiiniumkaltsiumfosfaate. Deklareeritakse vastavalt lahustuvusele (1), (3) ja (4). See väetise tüüp peab sisaldama: — ainult mineraalhappes lahustuvat P_2O_5 vähemalt 2 % (lahustuvus (4)); — neutraalses ammooniumtsitraadis ja vees lahustuvat P_2O_5 vähemalt 5 % (lahustuvus (3)); — vees lahustuvat P_2O_5 vähemalt 2,5 % (lahustuvus (1)).See väetisetüüp peab olema märgistatud märkega “peeneks jahvatatud toorfosfaate sisaldav PK väetis” või “osaliselt lahustuvaid toorfosfaate sisaldav PK väetis”Lahustuvuse (3) kindlaks määramiseks väetise liigi 2(a) analüüsiks võetav kogus on 3 g. 2(b) PK väetis, mis sisaldab alumiiniumkaltsiumfosfaati, ei sisalda toomasräbu, kaltsineeritud fosfaati, pehme fosfaattoorme fosfaati ja osaliselt lahustuvat fosfaati. Deklareeritakse vastavalt lahustuvusele (1) ja (7), kusjuures viimati mainitud juhul deklareeritakse väärtus, millest on eelnevalt lahutatud vees lahustuva vormi sisaldus. See väetise liik peab sisaldama: — vähemalt 2 % vees lahustuvat P_2O_5 (lahustuvus (1)) — vähemalt 5 % P_2O_5 vastavalt lahustuvusele (7) See väetise liik peab olema varustatud märkega “alumiiniumkaltsiumfosfaati sisaldav PK väetis”.	

Fosfaatsete koostisosade Osakeste suurus:

Toomasräbu:	vähemalt 75 % läbib sõela avadega 0,160 mm
Alumiiniumkaltsiumfosfaat:	vähemalt 90 % läbib sõela avadega 0,160 mm
Kaltsineeritud fosfaat:	vähemalt 75 % läbib sõela avadega 0,160 mm
Pehme fosfaattoorme fosfaat:	vähemalt 90 % läbib sõela avadega 0,063 mm
Osaliselt lahustuv fosfaat:	vähemalt 90 % läbib sõela avadega 0,160 mm

1	2	3	4	5	6
				3. Juhul kui PK väetis sisaldab ainult ühte järgmistest fosfaatväetistest: toomasräbu, kaltsineeritud fosfaati, alumiiniumkaltsiumfosfaate, pehmet fosfaattoorme fosfaati, peab liigi nimetusele järgnema fosfaatide koostisosi kirjeldav märge. P_2O_5 lahustuvus deklareeritakse: — toomasräbu sisaldava väetise puhul: lahustuvus (6a) (turustamiseks Prantsusmaal, Itaalias, Hispaanias, Portugalis, Kreekas ►**M1** , Tšehhi Vabariigis, Eestis, Küprosel, Lätis, Leedus, Ungaris, Maltal, Poolas, Sloveenias, Slovakkias, ◄ ►**M3** Bulgaarias ja Rumeenias ◄), lahustuvus (6b) (turustamiseks Saksamaal, Belgias, Taanis, Iirimaal, Luksemburgis, Hollandis, Ühendkuningriigis ja Austrias); — kaltsineeritud fosfaate sisaldava väetise puhul: lahustuvus (5); — alumiiniumkaltsiumfosfaate sisaldava väetise puhul: lahustuvus (7); — pehme fosfaattoorme fosfaati (fosforiidijahu) sisaldava väetise puhul: lahustuvus (8).	

▼B

C. **Anorgaanilised vedelväetised**

C.1. *Ühte põhitoiteelementi sisaldavad vedelväetised*

Jrk nr	Liigi nimetus	Andmed tootmismeetodi kohta ja põhilised koostisosad	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent); toitainete andmete väljendusviis; muud nõudmised	Liigi nimetuse kohta muud andmed	Toitainete sisalduse esitamise viis; toitainete tüüp ja lahustuvus; muud tunnused
1	2	3	4	5	6
1	Lämmastikväetise vesilahus	Keemiliselt ja vees lahustades saadud valmistis, mis normaaltingimustes säilib stabiilsena (stabiilne õhurõhu muutustele) ja millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid	15 % N Lämmastik esitatakse kas üldlämmastikuna või, kui valmistis sisaldab ainult ühte lämmastiku vormi, siis nitraat-, ammoonium-, või amiidlämmastikuna, Biureedisisaldus mitte üle amiidlämmastik × 0,026		Üldlämmastik või nitraat-, ammoonium-, või amiidlämmastik, kui nende sisaldus on vähemalt 1 % Kui biureedisisaldus on alla 0,2 %, võidakse märkida “madala biureedisisaldusega”
2	Karbamiidi ja ammooniumnitraadi vesilahus	Keemiliselt ja vees lahustades saadud valmistis, mis sisaldab ammooniumnitraati ja karbamiidi	26 % N Lämmastik esitatakse üldlämmastikuna, kui amiidlämmastiku sisaldus moodustab poole lämmastiku sisaldusest Biureedisisaldus mitte üle 0,5 %		Üldlämmastik Nitraat-, ammoonium-, või amiidlämmastik. Kui biureedisisaldus on alla 0,2 %, võidakse märkida “madala biureedisisaldusega”
3	Kaltsiumnitraadi lahus	Valmistis, mis saadakse kaltsiumnitraadi lahustamisel vees	8 % N Ammooniumlämmastikku mitte üle 1 % Kaltsium väljendatakse vees lahustuva CaO-na	Liigi nimetusele võib järgneda kasutamisviisid — juureväliseks väetamiseks; — toitelahuste valmistamiseks; — kastmislahuste valmistamiseks	Üldlämmastik Vees lahustuv kaltsiumoksiid, kui veerus 5 toodud kasutusviis on märgitud Valikuliselt: — nitraatlämmastik — ammooniumlämmastik

▼B

1	2	3	4	5	6
4	Magneesiumnitraadi lahus	Keemilise reaktsiooni teel saadud ja magneesiumnitraadi vees lahustamisel saadud valmistis	6 % N Lämmastik väljendatakse nitraatlämmastikuna 9 % MgO Magneesium väljendatakse vees lahustuva magneesiumoksiidina Minimaalne pH sisaldus 4		Nitraatlämmastik Vees lahustuv magneesiumoksiid
5	Kaltsiumnitraadi suspensioon	Valmistis, milles vees lahustatud kaltsiumnitraat on suspensioonina	8 % N Lämmastik väljendatakse üldlämmastikuna või nitraat- ja ammooniumlämmastikuna. Maksimaalne ammooniumlämmastiku sisaldus 1,0 % 14 % CaO Kaltsium väljendatakse vees lahustuva CaO-na	Liigi nimetusele võib järgneda kasutamisviisid: — juureväliseks väetamiseks; — toitelahuste ja suspensiooni valmistamiseks; — kastmislahuste valmistamiseks	Üldlämmastik Nitraatlämmastik Vees lahustuv kaltsiumoksiid, kui veerus 5 toodud kasutusviis on märgitud
6	Lämmastikväetise lahus, mis sisaldab karbamiidformaldehüüdi	Keemiliselt või karbamiidformaldehüüdi vees lahustades saadud valmistis ja lämmastikväetiste A-1 loetelu valmistised käesolevas määruses, välja arvatud valmistised 3(a), 3(b) ja 5	18 % N väljendatakse üldlämmastikuna. Vähemalt ⅓ kogu deklareeritud lämmastikust peab pärinema karbamiidformaldehüüdist. Biureedisisaldus mitte üle (amiidlämmastik + karbamiidformaldehüüd N) × 0,026		Üldlämmastik Iga lämmastikuvormi sisaldus peab olema vähemalt 1 %: — nitraatlämmastik — ammooniumlämmastik — amiidlämmastik Karbamiidformaldehüüdist pärinev lämmastik

▼B

1	2	3	4	5	6
7	Lämmastikväetise suspensioon, mis sisaldab karbamiidformaldehüüdi	Keemiliselt või vees lahustunud karbamiidformaldehüüdi suspensioonil saadud valmistis ja lämmastikväetisteA-1 loetelu valmistised käesolevas määruses, väljaarvatud valmistised 3(a), 3 (b) ja 5	18 % N väljendatakse üldlämmastikuna. Vähemalt ⅓ kogu deklareeritud lämmastikust peab pärinema karbamiidformaldehüüdist, millest vähemalt peab olema lahustuv kuumas vees. Biureedisisaldus mitte üle (amiidlämmastik + karbamiidformaldehüüd N) × 0,026		Üldlämmastik Iga lämmastikuvormi sisaldus peab olema vähemalt 1 %: — nitraatlämmastik — ammooniumlämmastik — amiidlämmastik Karbamiidformaldehüüdist pärinev lämmastik Karbamiidformaldehüüdist pärinev lämmastik, mis on lahustuv külmas vees Karbamiidformaldehüüdist pärinev lämmastik, mis on lahustuv kuumas vees

C.2. *Vedelad kompleksväetised*

C.2.1	Liigi nimetus	NPK väetislahused
	Andmed tootmismeetodi kohta	Keemiliselt ja vees lahustades saadud valmistis, mis normaaltingimustes säilib stabiilsena (stabiilne õhurõhu muutustele) ja millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent) ja muud nõuded	— Kokku 15 % ($N + P_2O_5 + K_2O$) — Toitainete sisaldus vähemalt: 2 % N, 3 % P_2O_5, 3 % K_2O — Maksimaalne biureedisisaldus: amiidlämmastik × 0,026

▼B

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus			Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Üldlämmastik (2) Nitraatlämmastik (3) Ammooniumlämmastik (4) Amiidlämmastik	Vees lahustuv P_2O_5	Vees lahustuv K_2O	(1) Üldlämmastik (2) Lämmastiku vormid (2) kuni (4) peab deklareerima, kui nende sisaldus on vähemalt 1 massiprotsent (3) Kui biureedisisaldus on alla 0,2 %, võidakse märkida “madala biureedisisaldusega”	Vees lahustuv P_2O_5	(1) Vees lahustuv kaaliumoksiid (2) Sõna “madala kloorisisaldusega” võib kasutada vaid juhul, kui Cl sisaldus ei ületa 2 % (3) Kloriidi sisaldus võidakse deklareerida

C.2.2.	Liigi nimetus	NPK suspensioonväetised
	Andmed tootmismeetodi kohta	Keemiline valmistis, milles toiteelemendid on nii vees lahustatud kui ka suspensioonina ja millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent) ja muud nõuded	— Kokku 20 % ($N + P_2O_5 + K_2O$) — Iga toitainete sisaldus vähemalt: 3 % N, 4 % P_2O_5, 4 % K_2O — Maksimaalne biureedisisaldus amiidlämmastik × 0,026

▼B

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus			Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Üldlämmastik (2) Nitraatlämmastik (3) Ammooniumlämmastik (4) Amiidlämmastik	(1) Vees lahustuv P_2O_5 (2) Neutraalses ammooniumtsitraadis lahustuv P_2O_5 (3) Neutraalses ammooniumtsitraadis lahustuv ja vees lahustuv P_2O_5	Vees lahustuv K_2O	(1) Üldlämmastik (2) Lämmastiku vormid (2) kuni (4) peab deklareerima, kui nende sisaldus on vähemalt 1 massiprotsent (3) Kui biureedisisaldus on alla 0,2 %, võidakse märkida “madala biureedisisaldusega”	Väetis, mis ei tohi sisaldada toomasräbu, kaltsineeritud fosfaate, alumiiniumkaltsiumfosfaate, osaliselt lahustuvat fosfaati (pool-superfosfaati) ja toorfosfaate (1) Kui vees lahustuvat P_2O_5 on alla 2 %, deklareeritakse ainult lahustuvus (2) (2) Kui vees lahustuvat P_2O_5 on vähemalt 2 %, deklareeritakse lahustuvus (3) ja vees lahustuva P_2O_5 sisaldus	(1) Vees lahustuv kaaliumoksiid (2) Sõna “madala kloorisisaldusega” võib kasutada vaid juhul, kui Cl sisaldus ei ületa 2 % (3) Kloori sisaldus võidakse deklareerida

C.2.3.	Liigi nimetus	NP väetislahused
	Andmed tootmismeetodi kohta	Vedelas olekus valmistis, milles toiteelemendid on vees lahustunud, mis normaaltingimustes säilib stabiilsena (stabiilne õhurõhu muutustele) ja millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent) ja muud nõuded	— Kokku 18 % (N + P_2O_5) — Iga toitainete sisaldus vähemalt: 3 % N, 5 % P_2O_5 — Maksimaalne biureedisisaldus amiidlämmastik × 0,026

▼B

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus			Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Üldlämmastik (2) Nitraatlämmastik (3) Ammooniumlämmastik (4) Amiidlämmastik	Vees lahustuv P_2O_5		(1) Üldlämmastik (2) Lämmastiku vormid (2) kuni (4) peab deklareerima, kui nende sisaldus on vähemalt 1 massiprotsent (3) Kui biureedisisaldus on alla 0,2 %, võidakse märkida “madala biureedisisaldusega”	Vees lahustuv P_2O_5	

C.2.4.	Liigi nimetus	NP suspensioonväetised
	Andmed tootmismeetodi kohta	Vedelas olekus valmistis, milles toiteelemendid on nii vees lahustunud kui ka suspensioonina ja millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent) ja muud nõuded	— Kokku 18 % (N + P_2O_5) — Iga toitainete sisaldus vähemalt: 3 % N, 5 % P_2O_5 — Maksimaalne biureedisisaldus amiidlämmastik × 0,026

▼B

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus			Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Üldlämmastik (2) Nitraatlämmastik (3) Ammooniumlämmastik (4) Amiidlämmastik	(1) Vees lahustuv P_2O_5 (2) Neutraalses ammooniumtsitraadis lahustuv P_2O_5 (3) Neutraalses ammooniumtsitraadis lahustuv ja vees lahustuv P_2O_5		(1) Üldlämmastik (2) Lämmastiku vormid (2) kuni (4) peab deklareerima, kui nende sisaldus on vähemalt 1 massiprotsent (3) Kui biureedisisaldus on alla 0,2 %, võidakse märkida “madala biureedisisaldusega”	(1) Kui vees lahustuvat P_2O_5 on alla 2 %, deklareeritakse ainult lahustuvus (2) (2) Kui vees lahustuvat P_2O_5 on vähemalt 2 %, deklareeritakse lahustuvus (3) ja vees lahustuva P_2O_5 sisaldus Väetis, mis ei tohi sisaldada toomasräbu, kaltsineeritud fosfaate, alumiiniumkaltsiumfosfaate, osaliselt lahustuvat fosfaati (poolsuperfosfaati) ja toorfosfaate	

C.2.5.	Liiginimetus	NK väetislahused
	Andmed tootmismeetodi kohta	Keemiliselt või vees lahustades saadud valmistis, mis normaaltingimustes säilib stabiilsena (stabiilne õhurõhu muutustele) ja millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent) ja muud nõuded	— Kokku 15 % ($N + K_2O$) — Iga toitainete sisaldus vähemalt: 3 % N, 5 % K_2O — Maksimaalne biureedisisaldus amiidlämmastik × 0,026

▼B

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus			Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Üldlämmastik (2) Nitraatlämmastik (3) Ammooniumlämmastik (4) Amiidlämmastik		Vees lahustuv K_2O	(1) Üldlämmastik (2) Lämmastiku vormid (2) kuni (4) peab deklareerima, kui nende sisaldus on vähemalt 1 massiprotsent (3) Kui biureedisisaldus on alla 0,2 %, võidakse märkida “madala biureedisisaldusega”		(1) Vees lahustuv kaaliumoksiid (2) Sõna “madala kloorisisaldusega” võib kasutada vaid juhul, kui Cl sisaldus ei ületa 2 % (3) Kloori sisaldus võidakse deklareerida

C.2.6.	Liigi nimetus	NK suspensioonväetised
	Andmed tootmismeetodi kohta	Vedelas olekus valmistis, milles toiteelemendid on nii vees lahustunud kui ka suspensioonina ja millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent) ja muud nõuded	— Kokku 18 % (N + K_2O) — Iga toitainete sisaldus vähemalt: 3 % N, 5 % K_2O — Maksimaalne biureedisisaldus amiidlämmastik × 0,026

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus
Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded

N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Üldlämmastik (2) Nitraatlämmastik (3) Ammooniumlämmastik (4) Amiidlämmastik		Vees lahustuv K_2O	(1) Üldlämmastik (2) Lämmastiku vormid (2) kuni (4) peab deklareerima, kui nende sisaldus on vähemalt 1 massiprotsent (3) Kui biureedisisaldus on alla 0,2 %, võidakse märkida "madala biureedisisaldusega"		(1) Vees lahustuv kaaliumoksiid (2) Sõna "madala kloorisisaldusega" võib kasutada vaid juhul, kui Cl sisaldus ei ületa 2 % (3) Kloori sisaldus võidakse deklareerida

C.2.7.	Liigi nimetus	PK väetislahused
	Andmed tootmismeetodi kohta	Keemiliselt ja vees lahustades saadud valmistis, millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent) ja muud nõuded	— Kokku 18 % (P_2O_5 + K_2O) — Iga toitainete sisaldus vähemalt: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus
Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded

N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	Vees lahustuv P_2O_5	Vees lahustuv K_2O		Vees lahustuv P_2O_5	(1) Vees lahustuv kaaliumoksiid (2) Sõna “madala kloorisisaldusega” võib kasutada vaid juhul, kui Cl sisaldus ei ületa 2 % (3) Kloori sisaldus võidakse deklareerida

C.2.8.	Liigi nimetus	PK suspensioonväetised
	Andmed tootmismeetodi kohta	Vedelas olekus valmistis, milles toitained on nii vees lahustunud kui ka suspensioonina ja millele ei ole lisatud loomseid ega taimseid orgaanilisi ühendeid
	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent) ja muud nõuded	— Kokku 18 % (P_2O_5 + K_2O) — Iga toitainete sisaldus vähemalt: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

▼B

Toitainete vormid, lahustuvus ja deklareeritud sisaldus veergudes 4, 5 ja 6; osakeste suurus			Väetiste identifitseerimise andmed ja muud nõuded		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vees lahustuv P_2O_5 (2) Neutraalses ammooniumtsitraadis lahustuv P_2O_5 (3) Neutraalses ammooniumtsitraadis lahustuv ja vees lahustuv P_2O_5	Vees lahustuv K_2O		(1) Kui vees lahustuvat P_2O_5 on alla 2 %, deklareeritakse ainult lahustuvus (2) (2) Kui vees lahustuvat P_2O_5 on vähemalt 2 %, deklareeritakse lahustuvus (3) ja vees lahustuva P_2O_5 sisaldus Väetis, mis ei tohi sisaldada toomasräbu, kaltsineeritud fosfaate, alumiiniumkaltsiumfosfaate, osaliselt lahustuvat fosfaati (poolsuperfosfaati) ja toorfosfaate	(1) Vees lahustuv kaaliumoksiid (2) Sõna "madala kloorisisaldusega" võib kasutada vaid juhul, kui Cl sisaldus ei ületa 2 % (3) Kloori sisaldus võidakse deklareerida

D. **Anorgaanilised teisejärguliste toiteelementidega väetised**

Jrk nr	Liigi nimetus	Valmistamisviis ja põhilised koostisosad	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent); toitainete andmete väljendusviis; muud nõudmised	Liigi nimetuse kohta muud andmed	Toitainete sisalduse esitamise viis; toitainete tüüp ja lahustuvus; muud tunnused
1	2	3	4	5	6
1	Kaltsiumsulfaat	Looduslikult esinev või tööstuslikult saadud valmistis, mis sisaldab erineva hüdratatsiooni taseme juures kaltsiumsulfaati	25 % CaO 35 % SO_3 Kaltsium ja väävel väljendatakse üldsisaldusena CaO + SO_3 Osakeste suurus: — vähemalt 80 % läbib 2 mm avadega sõela, — vähemalt 99 % läbib 10 mm avadega sõela	Võib lisada tuntud kaubanduslikud nimetused	Kogu vääveltrioksiid Valikuliselt: kogu CaO

▼B

1	2	3	4	5	6
2	Kaltsiumkloriidi lahus	Tööstuslikult saadud kaltsiumkloriidi lahus	12 % CaO Kaltsium väljendatakse vees lahustuva CaO-na		Kaltsiumoksiid Valikuliselt: kogu CaO
3	Väävel elemendina	Võrdlemisi rafineeritud looduslik või tööstuslikult saadud valmistis	98 % S (245 % SO_3) Väävel väljendatakse kogu SO_3-na		Kogu vääveltrioksiid
4	Kiseriit	Mineraalset päritolu valmistis, mis sisaldab põhikomponendina monohüdraatmagneesiumsulfaati)	24 % MgO 45 % SO_3 Magneesium ja väävel väljendatakse vees lahustuva magneesiumoksiidina ja vääveltrioksiidina	Võib lisada tuntud kaubanduslikud nimetused	Vees lahustuv magneesiumoksiid Valikuliselt: vees lahustuv vääveltrioksiid
5	Magneesiumsulfaat	Keemiline valmistis, mis sisaldab peamiselt heptahüdrateeritud magneesiumsulfaati	15 % MgO 28 % SO_3 Magneesium ja väävel väljendatakse vees lahustuva magneesiumoksiidina ja vääveltrioksiidina	Võib lisada tuntud kaubanduslikud nimetused	Vees lahustuv magneesiumoksiid Valikuliselt: vees lahustuv vääveltrioksiid
5.1	Magneesiumsulfaadi lahus	Vees lahustamise tulemusena saadud tööstusliku päritoluga valmistis, mis sisaldab magneesiumsulfaati	5 % MgO 10 % SO_3 Magneesium ja väävel väljendatakse vees lahustuva magneesiumoksiidina ja vees lahustuva väävelanhüdriidina	Võib lisada tuntud kaubanduslikud nimetused	Vees lahustuv magneesiumoksiid Valikuliselt: vees lahustuv väävelanhüdriid
5.2	Magneesiumhüdroksiidi	Keemiliselt saadud valmistis, mis sisaldab põhikoostisosana magneesiumhüdroksiidi	60 % MgO Osakeste suurus: vähemalt 99 % on võimelised läbima sõela suurusega 0,063 mm		Kogu magneesiumoksiid

1	2	3	4	5	6
5.3	Magneesiumhüdroksiidi suspensioon	Valmistis, mis sisaldab suspensiooni tulemusena saadud tüüpi 5.2	24 % MgO		Kogu magneesiumoksiid
6	Magneesiumkloriidi lahus	Tööstusliku päritoluga valmistis, mis saadakse magneesiumkloriidi lahustamisele	13 % MgO Magneesium väljendatakse magneesiumoksiidina Maksimaalne kaltsiumi sisaldus 3 % CaO		Magneesiumoksiid

E. **Anorgaanilised mikroväetised**

Selgitav märkus: allpool nimetatud märkusi kohaldatakse kogu E osale

Märge 1 : kelaadimoodustaja nime võib väljendada osas E.3 nimetatud lühendina, kasutades suuri algustähti

Märge 2: kui valmistise lahustamisel vees ei jää sadet, võib väljendada “lahustamiseks”

Märge 3: kui mikroelement on esitatud kelaadi vormis, tuleb lisada pH vahemik, garanteeritakse kelaatühendi stabiilsus

E.1. *Mikroväetised, mis sisaldavad ainult ühte mikroelementi*

E.1.1. *Boor*

Jrk nr	Liigi nimetus	Valmistamisviis ja põhilised koostisosad	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent); toitainete andmete väljendusviis; muud nõudmised	Liigi nimetuse kohta muud andmed	Toitainete sisalduse esitamise viis; toitainete tüüp ja lahustuvus; muud tunnused
1	2	3	4	5	6
1a	Boorhape	Valmistis, mis saadakse boraadi reageerimisel happega	14 % vees lahustuv B	Võib lisada tuntud kaubanduslikud nimetused	Vees lahustuv boor (B)
1b	Naatriumboraat	Keemiliselt saadud valmistis, mis sisaldab peamiselt naatriumboraati	10 % vees lahustuv boor	Võib lisada tuntud kaubanduslikud nimetused	Vees lahustuv boor (B)
1c	Kaltsiumboraat	Valmistis, mis saadakse kolemaniidist või pandermiidist, sisaldab peamiselt kaltsiumboraati	7 % üldboor Osakeste suurus: vähemalt 98 % läbib sõela 0,063 mm avadega sõela	Võib lisada tuntud kaubanduslikud nimetused	Üldboor (B)

▼B

1	2	3	4	5	6
1d	Booretanoolamiin	Valmistis, mis saadakse boorhappe ja etanoolamiini reageerimisel	8 % vees lahustuv B		Vees lahustuv boor (B)
1e	Boraadi väetislahus	Valmistis, mis saadakse liigi 1a ja/või 1b ja/või 1d lahustamisel	2 % vees lahustuv B	Valmistise nimes tuleb märkida väetise koostisosa olemasolu	Vees lahustuv boor (B)
1f	Boraatväetise suspensioon	Valmistis, mis saadakse liigi 1a ja/või 1b ja/või 1d suspendeerimisel	2 % vees lahustuv B	Valmistise nimes tuleb märkida väetise koostisosa olemasolu	Vees lahustuv boor (B)

E.1.2. *Koobalt*

Jrk nr	Liigi nimetus	Valmistamisviis ja põhilised koostisosad	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent); toitainete andmete väljendusviis; muud nõudmised	Liigi nimetuse kohta muud andmed	Toitainete sisalduse esitamise viis; toitainete tüüp ja lahustuvus; muud tunnused
1	2	3	4	5	6
2a	Koobaltisool	Keemiliselt saadud valmistis, mille põhiliseks koostisosaks on koobalti mineraalsool	19 % vees lahustuv Co	Valmistise nimes peab sisalduma viide seotud anioonile	Vees lahustuv koobalt (Co)
2b	Koobaltkelaat	Valmistis, mis saadakse koobalti ja kelaadimoodustaja keemilise reaktsiooni tulemusena	2 % vees lahustuvat koobaltit, millest vähemalt 80 % deklareeritud väärtusest on kelaadina	Valmistise nimes märgitakse kelaadimoodustaja nimi	Vees lahustuv koobalt (Co) Koobaltkelaat (Co)
2c	Koobaltväetise lahus	Valmistis, mis saadakse tüüpide 2a ja/või 2b lahustamisel vees	2 % vees lahustuvat koobalti	Valmistise nimele lisatakse: (1) aniooni nimi; (2) mis tahes kelaadimoodustaja nimi	Vees lahustuv koobalt (Co) Koobaltkelaat (Co), kui esineb

▼B

E.1.3. *Vask*

Jrk nr	Liigi nimetus	Valmistamisviis ja põhilised koostisosad	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent); toitainete andmete väljendusviis; muud nõudmised	Liigi nimetuse kohta muud andmed	Toitainete sisalduse esitamise viis; toitainete tüüp ja lahustuvus; muud tunnused
1	2	3	4	5	6
3a	Vasesool	Keemiliselt saadud valmistis, mille põhiliseks koostisosaks on vase mineraalsool	20 % vees lahustuvat vaske	Valmistise nimes peab sisalduma viide seotud anioonile	Vees lahustuv vask (Cu)
3b	Vaskoksiid	Keemiliselt saadud valmistis, mille põhiliseks koostisosaks on vaskoksiid	70 % üldvase sisaldus Osakeste suurus: vähemalt 98 % läbib 0,063 mm avadega sõela		Üldvase sisaldus (Cu)
3c	Vaskhüdroksiid	Keemiliselt valmistatu valmistis, mille põhiliseks koostisosaks on vaskhüdroksiid	45 % üldvase sisaldus Osakeste suurus: vähemalt 98 % läbib 0,063 mm avadega sõela		Üldvase sisaldus (Cu)
3d	Vaskkelaat	Valmistis, mis saadakse vase ja kelaadimoodustaja keemilise reaktsiooni tulemusena	9 % vees lahustuvat vaske, millest vähemalt 80 % deklareeritud väärtusest on kelaadina	Lisatakse kelaadimoodustaja nimi	Vees lahustuv vask (Cu) Vaskkelaat (Cu)
3e	Vase baasväetis	Valmistis, mis saadakse E.1.3 loetelu valmististe 3a ja/või 3b ja/või 3c ja/või 3d segamisel täiteainega, mis ei sisalda vaske	5 % üldvase sisaldus	Valmistise nimele lisatakse: (1) vase koostisosade nimi(ed); (2) mis tahes kelaadimoodustaja nimi	Üldvase sisaldus (Cu) Vees lahustuva vase (Cu) sisaldus, kui seda on rohkem kui ¼ vase üldsisaldusest Vaskkelaat (Cu), kui esineb

▼B

1	2	3	4	5	6
3f	Vase väetislahus	Valmistis, mis saadakse E.1.3 loetelu valmististe 3a ja/või 3d lahustamisel vees	3 % vees lahustuvat vaske	Valmistise nimele lisatakse: (1) seotud aniooni nimi; (2) mis tahes kelaadimoodustaja nimi	Vees lahustuv vask (Cu) Vaskkelaat (Cu), kui esineb
3g	Vaskoksükloriid	Keemiliselt saadud valmistis, mille põhiliseks koostisosaks on vaskoksükloriid ($Cu_2Cl(OH)_3$)	50 % üldvase sisaldus Osakeste suurus: vähemalt 98 % läbib sõela 0,063 mm avadega sõela		Üldvase sisaldus (Cu)
3h	Vaskoksükloriid suspensioon	Valmistis, mis saadakse liigi 3 g suspendeerimisel	17 % üldvase sisaldus		Üldvase sisaldus (Cu)

▼M4

E.1.4. *Raud*

Jrk-nr	Liigi nimetus	Andmed valmistamisviisi ja oluliste komponentide kohta	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsentides) Andmed toitainete väljendusviisi kohta Muud nõuded	Muud andmed liigi nimetuse kohta	Toitained, mille sisaldus tuleb deklareerida Muud kriteeriumid Toitainevormid ja lahustuvvormid
1	2	3	4	5	6
4a	Rauasool	Keemiliselt saadud valmistis, mille põhiliseks koostisosaks on rauasool	12 % vees lahustuvat rauda	Valmistise nimes peab sisalduma mineraalaniooni nimi.	Vees lahustuv raud (Fe)
4b	Raudkelaat	Valmistis, mis saadakse raua ja kelaadimoodustaja keemilise reaktsiooni tulemusena. Kelaadimoodustajad on nimetatud I lisa punktis E.3	5 % vees lahustuvat rauda, millest kelaatne fraktsioon moodustab vähemalt 80 % ja vähemalt 50 % vees lahustuvat rauda moodustab kelaadi nimetatud kelaadimoodustaja(te)ga.	I lisa punktis E.3.1. märgitud iga kelaadimoodustaja nimi, mis moodustab kelaadi vähemalt 1 % vees lahustuva rauaga	Vees lahustuv raud (Fe) Raud (Fe), mis on kelaatunud kelaadimoodustaja abil, mida on mainitud liigi nimetuses ja mida saab identifitseerida ja kvantifitseerida Euroopa standardi alusel.

▼M4

1	2	3	4	5	6
4c	Raudväetise lahus	Valmistis, mis saadakse valmististe 4a ja/või 4b lahustamisel vees	2 % vees lahustuvat rauda	Valmistis peab sisaldama: 1) mineraalaniooni(de) nime (nimesid); 2) mis tahes kelaadimoodustaja nime, mis moodustab kelaadi vähemalt 1 % vees lahustuva rauaga (Fe)	Vees lahustuv raud (Fe) Raudkelaat (Fe), kui seda esineb Raud (Fe), mis on kelaatunud kelaadimoodustaja abil, mida on mainitud liigi nimetuses ja mida saab identifitseerida ja kvantifitseerida Euroopa standardi alusel

▼B

E.1.5. *Mangaan*

Jrk nr	Liigi nimetus	Valmistamisviis ja põhilised koostisosad	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent); toitainete andmete väljendusviis; muud nõudmised	Liigi nimetuse kohta muud andmed	Toitainete sisalduse esitamise viis; toitainete tüüp ja lahustuvus; muud tunnused
1	2	3	4	5	6
5a	Mangaanisool	Keemiliselt saadud valmistis, mille põhiliseks koostisosaks on mangaan (II) sool	17 % vees lahustuvat mangaani	Valmistise nimes peab sisalduma viide seotud anioonile	Vees lahustuv mangaan (Mn)
5b	Mangaankelaat	Valmistis, mis saadakse mangaani ja kelaadimoodustaja keemilise reaktsiooni tulemusena	5 % vees lahustuvat mangaani, millest vähemalt 80 % deklareeritud väärtusest on kelaadina	Lisatakse kelaadimoodustaja nimi	Vees lahustuv mangaan (Mn) Mangaankelaat (Mn)

▼B

1	2	3	4	5	6
5c	Mangaanoksiid	Keemiliselt saadud valmistis, mille põhiliseks koostisosaks on mangaanoksiid	40 % üldmangaani Osakeste suurus: vähemalt 80 % läbib 0,063 mm avadega sõela		Üldmangaanisisaldus (Mn)
5d	Mangaani baasväetis	Valmistis, mis saadakse tüüpide 5a ja 5c segamisel	17 % üldmangaani	Valmistise nimele lisatakse mangaani koostisosade nimed	Üldmangaanisisaldus (Mn) Vees lahustuva mangaani (Mn) sisaldus, kui seda on rohkem kui 1/4 mangaani üldsisaldusest
5e	Mangaani baasväetise lahused	Valmistis, mis saadakse tüüpide 5a ja/või 5b lahustamisel vees	3 % vees lahustuvat mangaani	Valmistise nimele lisatakse: (1) seotud aniooni nimi; (2) mis tahes kelaadimoodustaja nimi	Vees lahustuv mangaan (Mn) Mangaankelaat (Mn), kui esineb

E.1.6. *Molübdeen*

Jrk nr	Liigi nimetus	Valmistamisviis ja põhilised koostisosad	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent); toitainete andmete väljendusviis; muud nõudmised	Liigi nimetuse kohta muud andmed	Toitainete sisalduse esitamise viis; toitainete tüüp ja lahustuvus; muud tunnused
1	2	3	4	5	6
6a	Naatriummolübdaat	Keemiliselt saadud valmistis, mille põhiliseks koostisosaks on naatriummolübdaat	35 % vees lahustuvat molübdeeni		Vees lahustuv molübdeen (Mo)

▼B

1	2	3	4	5	6
6b	Ammooniummolübdaat	Keemiliselt saadud valmistis, mille põhiliseks koostisosaks on ammooniummolübdaat	50 % vees lahustuvat molübdeeni		Vees lahustuv molübdeen (Mo)
6c	Molübdeeni baasväetis	Valmistis, mis saadakse E.1.6 loetelu, valmististe 6a ja 6b segamisel	35 % vees lahustuvat molübdeeni	Valmistise nimele lisatakse molübdeeni koostisosade nimed	Vees lahustuv molübdeen (Mo)
6d	Molübdeeni baasväetise lahus	Valmistis, mis saadakse E.1.6 loetelu, valmististe 6a ja/või 6b lahustamisel vees	3 % vees lahustuvat molübdeeni	Valmistise nimele lisatakse molübdeeni koostisosade nimed	Vees lahustuv molübdeen (Mo)

E.1.7. *Tsink*

Jrk nr	Liigi nimetus	Valmistamisviis ja põhilised koostisosad	Toitainete miinimumsisaldus (massiprotsent); toitainete andmete väljendusviis; muud nõudmised	Liigi nimetuse kohta muud andmed	Toitainete sisalduse esitamise viis; toitainete tüüp ja lahustuvus; muud tunnused
1	2	3	4	5	6
7a	Tsingisool	Keemiliselt saadud valmistis, mille põhiliseks koostisosaks on mineraalne tsingisool	15 % vees lahustuvat tsinki	Valmistise nimes peab sisalduma viide seotud anioonile	Vees lahustuv tsink (Zn)
7b	Tsinkkelaat	Valmistis, mis saadakse tsingi ja kelaadimoodustaja keemilise reaktsiooni tulemusena	5 % vees lahustuvat tsinki, millest vähemalt 80 % deklareeritud väärtusest on kelaadina	Lisatakse kelaadimoodustaja nimi	Vees lahustuv tsink (Zn) Tsinkkelaat (Zn)
7c	Tsinkoksiid	Keemiliselt saadud valmistis, mille põhiliseks koostisosaks on tsinkoksiid	70 % üldtsinki Osakeste suurus: vähemalt 80 % läbib 0,063 mm avadega sõela		Üldtsink (Zn)

▼B

1	2	3	4	5	6
7d	Tsingi baasväetis	Valmistis, mis saadakse tüüpide 7a ja 7c segamisel	30 % üldtsink	Valmistise nimele lisatakse tsingi koostisosade nimed	Üldtsink (Zn) Vees lahustuva tsingi (Zn) sisaldus, kui seda on rohkem kui ¼ tsingi üldsisaldusest
7e	Tsingi baasväetise lahus	Valmistis, mis saadakse tüüpide 7a ja/või 7b lahustamisel vees	3 % vees lahustuvat tsinki	Valmistise nimele lisatakse: (1) seotud aniooni nimi; (2) mis tahes kelaadimoodustaja nimi	Vees lahustuv tsink (Zn) Tsinkkelaat (Zn), kui esineb

▼B

E.2. *Mikroelementide sisalduse miinimummäärad väetistes, massiprotsenti*

E.2.1 *Mikroelementide tahked või vedelsegud*

	Mikroelementide esinemise vormid	
	Mineraalsena	Kelaadi või kompleksina
Element:		
Boor (B)	0,2	0,2
Koobalt (Co)	0,02	0,02
Vask (Cu)	0,5	0,1
Raud (Fe)	2,0	0,3
Mangaan (Mn)	0,5	0,1
Molübdeen (Mo)	0,02	–
Tsink (Zn)	0,5	0,1

Mikroelementide minimaalne sisaldus tahketes segudes: 5 % väetise massist

Mikroelementide minimaalne sisaldus vedelates segudes: 2 % väetise massist

E.2.2. *Mulda antavates mikroelementide sisaldus EÜ väetistes, mis sisaldavad esma- või teisejärgulisi toiteelemente*

	Põllule või rohumaadele	Aianduses
Boor (B)	0,01	0,01
Koobalt (Co)	0,002	–
Vask (Cu)	0,01	0,002
Raud (Fe)	0,5	0,02
Mangaan (Mn)	0,1	0,01
Molübdeen (Mo)	0,001	0,001
Tsink (Zn)	0,01	0,002

E.2.3. *Juureväliselt antavates mikroelementide sisaldus EÜ väetistes, mis sisaldavad esma- või teisejärgulisi toiteelemente*

Boor(B	0,010
Koobalt (Co)	0,002
Vask (Cu)	0,002
Raud (Fe)	0,020
Mangaan (Mn)	0,010
Molübdeen (Mo)	0,001
Tsink (Zn)	0,002

▼M4

E.3. *Mikroelementide lubatud kelaadimoodustajate või orgaanilisi komplekse moodustavate ainete loetelu.*

▼M4

Järgmised ained on lubatud tingimusel, et nende vastav toiteelementkelaat vastab nõukogu direktiivi 67/548/EMÜ nõuetele. ([1])

E.3.1. *Kelaadimoodustajad* ([2])

Happed või naatrium-, kaalium- või ammooniumsoolad:

			Happe CASi number ([3])
Etüleendiamiintetraäädikhape	EDTA	$C_{10}H_{16}O_8N_2$	60-00-4
2-hüdroksietüül-etüleendiamiintriäädikhape	HEEDTA	$C_{10}H_{18}O_7N_2$	150-39-0
dietüleentriamiinpentaäädikhape	DTPA	$C_{14}H_{23}O_{10}N_3$	67-43-6
etüleendiamiin-N,N'-di-[(o-hüdroksüfenüül)-äädikhape]	[o,o] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	1170-02-1
etüleendiamiin-N-[(o-hüdroksüfenüül)-äädikhape]-N'-[(p-hüdroksüfenüül)-äädikhape]	[o,p] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	475475-49-1
etüleendiamiin-N,N'-di-[(o-hüdroksü-metüülfenüül)-äädikhape]	[o,o] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641632-90-8
etüleendiamiin-N-[(o-hüdroksü-metüülfenüül)-äädikhape]-N'-[(p-hüdroksü-metüülfenüül)-äädikhape]	[o,p] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641633-41-2
etüleendiamiin-N,N'-di-[5-karboksü-2-hüdroksüfenüül)-atsetaat]	EDDCHA	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$	85120-53-2
etüleendiamiin-N,N'-di-[(2-hüdroksü-5-sulfofenüül)-äädikhape] ja selle kondensatsiooniproduktid	EDDHSA	$C_{18}H_{20}O_{12}N_2S_2$ + n* ($C_{12}H_{14}O_8N_2S$)	57368-07-7 ja 642045-40-7

E.3.2. *Kompleksimoodustajad:* Loetelu tuleb koostada.

([1]) EÜT 196, 16.8.1967, lk 1.
([2]) Kelaadimoodustajaid tuleb identifitseerida ja kvantifitseerida nimetatud kelaadimoodustajaid hõlmavate Euroopa standardite alusel.
([3]) Ainult teadmiseks.

▼B

II LISA

LUBATUD HÄLBED

Käesolevas lisas esitatud lubatud hälbed kujutavad endast massiprotsentides väljendatud negatiivseid piirhälbeid.

Allpool esitatakse EÜ väetiseliikide kaupa toiteelementide deklareeritud sisalduste lubatud hälbed.

1. **Primaartoiteelemente sisaldavad lihtmineraalväetised – toiteelementide massiprotsendi absoluutväärtused arvestatult N-le, P_2O_5-le, K_2O-le, MgO-le või Cl-le**

1.1. *Lämmastikväetised*

kaltsiumnitraat	0,4
kaltsiummagneesiumnitraat	0,4
naatriumnitraat	0,4
tšiili salpeeter	0,4
kaltsiumtsüaanamiid	1,0
nitraadilisandiga kaltsiumtsüaanamiid	1,0
ammooniumsulfaat	0,3
ammooniumnitraat või kaltsiumammooniumnitraat	
— kuni 32 %	0,8
— üle 32 %	0,6
ammooniumsulfaatnitraat	0,8
magneesiumsulfonitraat	0,8
magneesiumammooniumnitraat	0,8
karbamiid	0,4
kaltsiumnitraadi suspensioon	0,4
karbamiid-formaldehüüd-lämmastikväetise lahus	0,4
karbamiid-formaldehüüd-lämmastikväetise suspensioon	0,4
karbamiid-ammooniumsulfaat	0,5
lämmastikväetise lahus	0,6
ammooniumnitraat-karbamiidi lahus	0,6

1.2. *Fosforväetised*

Toomasräbu:	
— deklareeritav sisaldus väljendatakse 2 massiprotsendi piirhälbega	0,0
— deklareeritav sisaldus väljendatakse ühe arvuga	1,0

▼B

Muud fosforväetised

P_2O_5 lahustuvvormide sisaldus:	(väetise number I lisas)	
— anorgaanilistes hapetes lahustuv P_2O_5	(3, 6, 7)	0,8
— sipelghappes lahustuv P_2O_5	(7)	0,8
— neutraalses ammooniumtsitraadi lahuses lahustuv P_2O_5	(2a, 2b, 2c)	0,8
— leeliselises ammooniumtsitraadi lahuses lahustuv P_2O_5	(4, 5, 6)	0,8
— vees lahustuv P_2O_5	(2a, 2b, 3)	0,9
	(2c)	1,3

1.3. *Kaaliumväetised*

kainiit	1,5
rikastatud kainiit	1,0
kaaliumkloriid:	
— kuni 55 %	1,0
— üle 55 %	0,5
magneesiumsoolalisandiga kaaliumkloriid	1,5
kaaliumsulfaat	0,5
magneesiumsoolalisandiga kaaliumsulfaat	1,5

1.4. *Muud komponendid*

kloor	0,2

2. **Primaartoiteelemente sisaldavad kompleksmineraalväetised**

2.1. *Toiteelemendid*

N	1,1
P_2O_5	1,1
K_2O	1,1

2.2. *Summaarne negatiivne hälve deklareeritud väärtusest*

kaksikväetised	1,5
kolmikväetised	1,9

3. **Sekundaartoiteelementide sialdus väetistes**

Deklareeritud kaltsiumi, magneesiumi, naatriumi ja väävli sisalduste lubatud hälbed on neljandik nende toiteelementide deklareeritud sisaldustest, kuid CaO, MgO, Na_2O ja SO_3 puhul siiski mitte üle 0,9 protsendipunkti ehk mitte üle 0,64 protsendipunkti Ca, 0,55 protsendipunkti Mg, 0,67 protsendipunkti Na ja 0,36 protsendipunkti S.

▼B

4. **Mikroelementide sisaldus väetistes**

Deklareeritud mikroelementide sisalduste puhul nähakse ette järgmised lubatud hälbed:

— 0,4 protsendipunkti enam kui 2 % sisalduse korral,

— üks viiendik deklareeritud väärtusest kuni 2 % sisalduse korral.

Mitmesuguste lämmastiku vormide ja fosforpentaoksiidi lahustuvvormide deklareeritud sisalduste lubatud hälve on võrdne ühe kümnendikuga asjakohase toiteelemendi üldsisaldusest, kusjuures maksimaalne lubatud hälve on 2 massiprotsenti, tingimusel, et, arvestades eespool kindlaksmääratud lubatud hälbeid, on kõnesoleva toiteelemendi üldsisaldus I lisas kindlaksmääratud piirides.

▼B

III LISA

TEHNILISED SÄTTED SUURE LÄMMASTIKUSISALDUSEGA AMMOONIUMNITRAATVÄETISTE KOHTA

1. **Suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste karakteristikud ja nendega seotud piirnormid**

1.1. *Poorsus (õliretensioon)*

Pärast kahte käesoleva lisa 3. jao punkti 2 sätetele vastavat termotsüklit temperatuurivahemikus 25–50 °C ei tohi väetise õliretensioon ületada 4 massiprotsenti.

1.2. *Põlevad komponendid*

Süsinikule arvestatud põleva materjali protsent ei tohi olla üle 0,2 vähemalt 31,5 massiprotsenti lämmastikusisaldusega väetiste puhul ja ei tohi olla üle 0,4, kui väetise lämmastikusisaldus on vähemalt 28, kuid alla 31,5 massiprotsenti.

1.3. *pH*

10 g väetise lahustamisel 100 ml vees saadud lahuse pH peab olema vähemalt 4,5.

1.4. *Osakeste suuruse määramine*

1 mm avadega sõela ei tohi läbida üle 5 massiprotsendi osakestest ning 0,75 mm avadega sõela ei tohi läbida üle 3 massiprotsendi osakestest.

1.5. *Kloor*

Kloori suurimaks sisalduseks kehtestatakse 0,02 massiprotsenti.

1.6. *Raskmetallid*

Raskmetalle ei tohi tahtlikult lisada ja tootmise käigus juhuslikult lisanduvad raskmetallide jäljed ei tohi ületada komitee kehtestatud piirnorme.

Vasesisaldus ei tohi olla üle 10 mg/kg.

Muude raskmetallide piirsisaldusi ei kehtestata.

2. **Suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraatväetiste detonatsioonikindluse katse kirjeldus**

Detonatsioonikatse tehakse representatiivse väetiseprooviga. Enne detonatsioonikindluse katset tehakse kogu väetiseprooviga viis käesoleva lisa 3. osa punkti 3 sätete kohast termotsüklit.

Väetisega tehakse detonatsioonikatse rõhtsalt asetsevas terastorus järgmiste nõuete kohaselt:

— õmblusteta terastoru,

— toru pikkus:vähemalt 1 000 mm,

— nominaalne välisläbimõõt: vähemalt 114 mm,

— nominaalne seina paksus: vähemalt 5 mm,

— võimenduslaeng: selleks et määrata proovi tundlikkust detonatsiooni levimisele, valitakse võimenduslaengu liik ja mass nii, et proovile avaldatav detonatsioonisurve oleks maksimaalne,

— katsetemperatuur: 15–25 °C,

— pliist indikaatorsilindrid detonatsiooni määramiseks: läbimõõt 50 mm, kõrgus 100 mm,

— pliisilindrid asetatakse 150 mm intervallidega nii, et nad kannaksid terastoru rõhtasendis. Katset tehakse kaks korda. Katse loetakse lõplikuks, kui kummaski katses ühe või mitme kandva silindri muljutuse määr on alla 5 %.

▼B

3. **Lisades III-1 ja III-2 kindlaksmääratud piirnormidele vastavuse kontrollimise meetodid**

1. meetod

Termotsükli meetodid

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks termotsükli meetodid, mida kasutatakse enne suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste õliretensiooni katset ning enne suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-liht- ja kompleksväetiste detonatsioonikindluse katset.

Loetakse, et käesolevas jaotises kirjeldatud suletud termotsükli meetodid modelleerivad küllaldaselt tingimusi, mida tuleb arvestada IV peatüki II jaotise rakendusalas; selle meetodi rakendamisel ei pruugi tekkida siiski kõiki tingimusi, mis kujunevad veol ja ladustamisel.

2. **Lisas III-1 osutatud termotsüklid**

2.1. *Rakendusala*

Käesolevat protseduuri rakendatakse termotsüklite puhul enne väetise õliretensiooni määramist.

2.2. *Põhimõte ja määratlus*

Erlenmeyeri kolbi asetatud proov soojendatakse tavatemperatuurilt temperatuurini 50 °C ja hoitakse seda saavutatud temperatuuril kaks tundi (50 °C-staadium). Seejärel jahutatakse proov temperatuurini 25 °C ja hoitakse seda sellel temperatuuril kaks tundi (25 °C-staadium). Kaks järjestikust staadiumi 50 °C ja 25 °C juures koos kujutavad endast üht termotsüklit. Pärast kahe termotsükli läbimist hoitakse uuritavat proovi 20 ± 3 °C juures õliretensiooniarvu määramiseks.

2.3. *Seadmed*

Harilik laborivarustus, eelkõige järgmised seadmed:

— 25 ± 1 ja 50 ± 1 °C juures termostateeritavad veevannid,

— Erlenmeyeri kolvid, à 150 ml.

2.4. *Protseduur*

Iga uuritav 70 ± 5 g proov pannakse Erlenmeyeri kolbi ja kolvid suletakse korkidega.

Iga kahe tunni järel tõstetakse kolvid 50 °C-vannist 25 °C-vanni ja ümberpöördult.

Kummaski veevannis hoitakse vett püsival temperatuuril ja liikuvana, segades seda kiiresti ja jälgides, et vee tase ulatuks proovi tasemest kõrgemale. Korkide kaitseks kondensaadi eest kaetakse need vahtkummist kapslitega.

3. **III lisa 2. jao puhul kasutatavad termotsüklid**

3.1. *Rakendusala*

Käesolevat protseduuri rakendatakse termotsüklite puhul enne detonatsioonikatset.

3.2. *Põhimõte ja määratlus*

Veekindlasse kapslisse asetatud proov soojendatakse tavatemperatuurilt temperatuurini 50 °C ja hoitakse seda saavutatud temperatuuril üks tund (50 °C-staadium). Seejärel jahutatakse proov temperatuurini 25 °C ja hoitakse sellel temperatuuril üks tund (25 °C-staadium). Kaks järjestikust staadiumi 50 °C ja 25 °C juures koos kujutavad endast üht termotsüklit. Pärast nõutava arvu termotsüklite läbimist hoitakse uuritavat proovi kuni detonatsioonikindluse katseni 20 ± 3 °C juures.

▼B

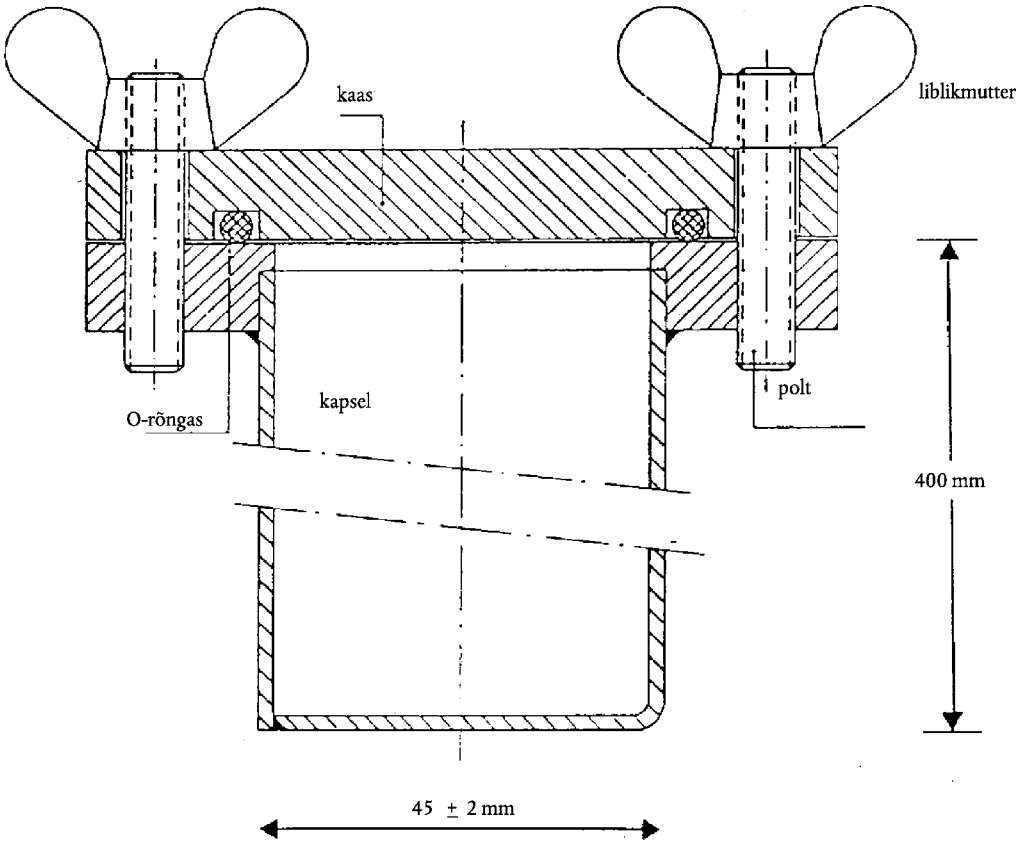
3.3. *Seadmed*

— Temperatuurivahemikus 20–51 °C termostateeritav veevann, mida saab soojendada ja jahutada kiirusega vähemalt 10 °C/h, või kaks veevanni, millest üks on termostateeritav 20 °C juures ja teine 51 °C juures. Veevanni(de) vett segatakse pidevalt, veevanni mahutavus peab olema küllaldane selleks, et tagada vee tugev ringlemine.

— Üleni veekindel roostevabast terasest kapsel, millel on keskel termopaar. Kapsli laius väljastpoolt on 45 ± 2 mm ja seinte paksus 1,5 mm (vt joonis 1). Kapsli kõrguse ja pikkuse võib valida vastavalt veevanni mõõtmetele, nt pikkus 600 mm, kõrgus 400 mm.

3.4. *Protseduur*

Kapslisse pannakse üheks detonatsiooniks küllaldane kogus väetist ja kaas suletakse. Kapsel asetatakse veevanni. Vesi soojendatakse temperatuurini 51 °C ja mõõdetakse temperatuur väetiseproovi keskel. Ühe tunni möödumisel sellest, kui temperatuur proovi keskel on saavutanud 50 °C, vesi jahutatakse. Ühe tunni möödumisel sellest, kui temperatuur proovi keskel on saavutanud 25 °C, vesi soojendatakse ning alustatakse teist termotsüklit. Juhul kui kasutatakse kaht veevanni, asetatakse kapsel pärast iga soojendus/jahutustsüklit teise veevanni.



Joonis 1

▼B

2. meetod

Õliretensiooni määramine

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste õliretensiooni määramise protseduur.

See meetod on rakendatav nii piisksulatatud kui muul viisil granuleeritud väetiste puhul, mis ei sisalda õlis lahustuvaid aineid.

2. **Mõiste**

Väetise õliretensioon: väetises talletuv massiprotsentides väljendatud õlikogus, mis määratakse töötingimustes.

3. **Põhimõte**

Proovi kaalutis sukeldatakse kindlaksmääratud ajaks täielikult gaasiõlisse ning seejärel eemaldatakse kindlaksmääratud tingimustes õli liig. Mõõdetakse proovi kaalutise massi juurdekasv.

4. **Reaktiiv**

Gaasiõli

Suurim viskoossus: 5 mPas, 40 °C

Tihedus: 0,8–0,85 g/ml, 20 °C

Väävlisisaldus: ≤ 1,0 massiprotsenti

Tuhasus: ≤ 0,1 massiprotsent

5. **Seadmed**

Harilik laborivarustus ja:

5.1. Kaal, mis võimaldab kaaluda täpsusega 0,01 grammi.

5.2. Keeduklaasid, à 500 ml.

5.3. Plastlehter, ülaosas eelistatavalt silindriliste seintega, läbimõõt ligikaudu 200 mm

5.4. Lehtrisse (5.3) sobiv proovisõel, avade läbimõõt 0,5 mm.

Märkus.Lehtri ja sõela mõõtmed peavad tagama, et ainult mõned graanulid satuvad ülestikku, nii et õli saab kergesti eemaldada.

5.5. Kiirfilterpaber, kurdudega, pehme, 150 g/m^2.

5.6. Imipaber (laboratoorseks kasutamiseks).

6. **Protseduur**

6.1. Ühe ja sama uuritava proovi kahe eraldi kaalutisega tehakse kiiresti teineteise järel kaks eraldi määramist.

6.2. Proovisõela (5.4) abil eemaldatakse osakesed, mille läbimõõt on alla 0,5 mm. 0,01 grammi täpsusega kaalutud 50 g proov pannakse keeduklaasi (5.2). Lisatakse piisavalt gaasiõli (punkt 4), nii et graanulid oleksid täielikult kaetud, ja segatakse hästi, et tagada kõigi graanulite pinna märgumine. Keeduklaas kaetakse uuriklaasiga ja jäetakse seisma üheks tunniks 25 ± 2 °C juures.

6.3. Kogu keeduklaasi sisu filtreeritakse läbi lehtri (5.3), milles on proovisõel (5.4). Sõelale jäänud osa jäetakse sinna üheks tunniks, selleks et suurem osa õli liiast ära valguks.

6.4. Tasasele pinnale asetatakse ülestikku kaks filterpaberi (5.5) lehte (ligikaudu 500 × 500 mm); Selleks et graanulid ei veereks maha, murtakse kummagi filterpaberi neli serva umbes 40 mm laiuselt üles. Filterpaberite keskele asetatakse kaks kihti imipaberit (5.6). Kogu sõela (5.4) sisu puistatakse imipaberitele ja graanulid jaotatakse pehme lameda harja abil ühtlaselt laiali. Kahe minuti pärast kergitatakse imipaberite ühte serva, graanulid kantakse üle alumisele filterpaberile ja jaotatakse harja abil ühtlaselt laiali. Proovile asetatakse veel üks filterpaberileht, mille servad on samuti üles keeratud, ja graanuleid veeretatakse filterpaberite vahel ringliigutuste abil, seejuures nendele kergelt surudes. Iga

▼B

kaheksa ringi järel peatutakse, kergitatakse filterpaberite vastasservi ja asetatakse servadesse veerenud graanulid tagasi keskele. Jätkatakse järgmise protseduuriga: tehakse neli täisringi kõigepealt kellaosuti liikumise suunas ja seejärel vastassuunas. Seejärel veeretatakse graanulid tagasi keskele, nagu eespool kirjeldatud. Seda protseduuri korratakse kolm korda (24 ringi, kaks servade tõstmist). Alumise ja ülemise filterpaberilehe vahele asetatakse ettevaatlikult uus filterpaberileht ja ülemise lehe servi kergitades lastakse graanulitel veereda uuele lehele. Graanulid kaetakse uue filterpaberilehega ja korratakse eespool kirjeldatud protseduuri. Kohe pärast veeretamise lõpetamist puistatakse graanulid kaalutud anumasse ja kaalutakse uuesti 0,01 g täpsusega proovi jäänud gaasiõli massi määramiseks.

6.5. *Veeretamise kordamine ja uus kaalumine*

Kui leitakse, et uuritavasse prooviosasse jäänud gaasiõli kogus on suurem kui 2 grammi, asetatakse see prooviosa uutele filterpaberitele ja korratakse punkti 6.4 kohaselt veeretamist ning nurkade kergitamist (kaks korda kaheksa ringi, üks kergitamine). Seejärel kaalutakse prooviosa uuesti.

7. **Arvutuseeskiri**

7.1. *Arvutamismeetod ja valem*

Õliretensioon väljendataksee protsentides sõelutud prooviosa massist ja arvutatakse järgmise valemi abil:

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

kus:

m_1 on sõelutud prooviosa (6.2) mass grammides;

m_2 on punkti 6,4 või 6,5 kohaselt viimase kaalumise abil leitud proovi mass grammides.

Tulemuseks loetakse kahe eraldi määramise aritmeetilist keskmist.

3. meetod

Põlevate komponentide määramine

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetistes põlevate komponentide sisalduse määramise protseduur.

2. **Põhimõte**

Eelnevalt eemaldatakse happe abil anorgaanilistest täiteainetest eraldunud süsinikdioksiid. Orgaanilised ühendid oksüdeeritakse kroomsegu abil. Moodustuv süsinikdioksiid absorbeeritakse baariumhüdroksiidi lahusesse. Sade lahustatakse vesinikkloriidhappe lahuses ja määratakse naatriumhüdroksiidi lahusega tagasitiitrimise abil.

3. **Reaktiivid**

3.1. Analüüsipuhas kroom(VI)trioksiid, Cr_2O_3.

3.2. Väävelhape, lahjendatud 60 mahuprotsendini: üheliitrilisse keeduklaasi valatakse 360 ml vett ja lisatakse ettevaatlikult 640 ml väävelhapet (tihedus 1,83 g/ml, 20 °C).

3.3. Hõbenitraat: 0,1 M lahus.

3.4. *Baariumhüdroksiid*

kaalutakse 15 grammi baariumhüdroksiidi [$Ba(OH)_2.8H_2O$] ja lahustatakse täielikult kuumas vees Lastakse jahtuda ja kantakse üle üheliitrisesse mõõtekolbi. Mõõtekolb täidetakse mahumärgini ja lahust segatakse. Filtreeritakse läbi kurdfiltri.

3.5. Vesinikkloriidhape: 0,1 M standardlahus.

▼B

3.6. Naatriumhüdroksiid: 0,1 M standardlahus.

3.7. Bromofenoolsinine: 0,4 grammi bromofenoolsinist lahustatakse ühes liitris vees.

3.8. Fenoolftaleiin: 2 grammi fenoolftaleiini lahustatakse ühes liitris 60 mahuprotsendilises etanoolis.

3.9. Naatronlubi: osakeste mõõtmed ligikaudu 1,0–1,5 mm.

3.10. Demineraliseeritud vesi, värskelt keedetud, süsinikdioksiidi eemaldamiseks.

4. **Seadmed**

4.1. Harilik laborivarustus, eelkõige järgmised seadmed:

— klaasfiltertiigel, mahutavus 15 ml, filtri läbimõõt 20 mm, kogu kõrgus 50 mm, poorsus 4 (pooride läbimõõt 5–15 μm);

— 600 ml keeduklaas.

4.2. Surulämmastiku allikas.

4.3. Seade, mis koosneb järgmistest võimaluse korral ümarlihvühenduste abil kokkupandud osadest (vt joonis 2):

4.3.1. Ligikaudu 200 mm pikkune 30 mm diameetriga absorptsioonitoru A, täidetud naatronlubjaga (3.9), mida hoiavad kohal klaaskiudkorgid.

4.3.2. 500 ml ümarapõhjaline külgharuga reaktsioonikolb B.

4.3.3. Vigreux' rektifikatsioonikolonn C', ligikaudu 150 mm.

4.3.4. Kahepinnaline jahuti C, 200 mm.

4.3.5. Drechseli pudel D, mida kasutatakse võimaliku üledestilleerunud happe liia püüdurina.

4.3.6. Jäävann E Drechseli pudeli jahutamiseks.

4.3.7. kaks 32–35 mm läbimõõduga absorptsioonianumat F_1 ja F_2, mille gaasipihusti kujutab endast 10 mm läbimõõduga tihedat klaasfiltrit.

4.3.8. Imipump ja vooluregulaator G, mis kujutab endast voolukontuuri lülitatud klaasist T-toru, mille vaba haru on kruvinäpitsaga varustatud lühikese kummivooliku abil ühendatud peene kapillaartoruga.

Ettevaatust:Kuna keeva kroomhappelahuse kasutamine seadmes vähendatud rõhu all on ohtlik, tuleb rakendada vajalikke ettevaatusabinõusid.

5. **Protseduur**

5.1. *Uuritav proov*

Kaalutakse ligikaudu 10 grammi ammooniumnitraati 0,001 grammi täpsusega.

5.2. *Karbonaatide eemaldamine*

Uuritav proov pannakse reaktsioonikolbi B. Lisatakse 100 ml H_2SO_4 (3.2). Graanulid lahustuvad tavatemperatuuril ligikaudu 10 minutiga. Koostatakse diagrammil kujutatud seade: absorptsioonitoru A üks ots ühendatakse 5–6 mm Hg surveekvivalendile vastavat elavhõbeda kogust sisaldava tagasivoolu blokeeriva seadme abil lämmastikuallikaga (4.2) ning teine ots reaktsioonikolbi siseneva toitetoruga. Paigaldatakse Vigreux' rektifikatsioonikolonn C' ja jahuti C ühendatakse jahutusveeallikaga. Lämmastikuvool läbi lahuse reguleeritakse keskmisele tugevusele, lahus kuumutatakse keemistemperatuurini ja kuumutatakse veel kaks minutit. Pärast seda ei tohi lahusest enam mulle eralduda; kui mullide eraldumine siiski jätkub, kuumutatakse veel 30 minutit. Seejärel lastakse lahusel jahtuda vähemalt 20 minutit, voolutades sellest läbi lämmastikku.

Seadme lõplikuks diagrammi kohaseks koostamiseks ühendatakse jahuti toru Drechseli pudeliga D ning Drechseli pudel absorptsioonianumatega F_1 ja F_2. Koostamise kestel peab jätkuma lämmastiku vool läbi lahuse. Kummassegi absorptsioonianumasse F_1 ja F_2 lisatakse kiiresti 50 ml baariumhüdroksiidi lahust (3.4).

▼B

Barboteeritakse läbi lämmastikku ligikaudu 10 minutit. Absorptsioonianumates olev lahus peab jääma selgeks. Kui lahus hägustub, tuleb karbonaatide eemaldamist korrata.

5.3. *Oksüdatsioon ja absorptsioon*

Eemaldatakse lämmastikutoitetoru ja reaktsioonikolbi B lisatakse kiiresti külgharu kaudu 20 grammi kroomtrioksiidi (3.1) ja 6 milliliitrit hõbenitraadi lahust (3.3). Seade ühendatakse imipumbaga ja reguleeritakse lämmastikuvool selliseks, et läbi klaasfiltritega absorptsioonianumate F1 ja F2 liiguks statsionaarne gaasimullide vool.

Vedelik reaktsioonikolvis B kuumutatakse keemiseni ja keedetakse poolteist tundi. ([1]) Võib olla vaja sättida vooluventiili G, sest katse ajal sadestunud baariumkarbonaat võib ummistada klaasfiltrid. Seadme töö on rahuldav, kui baariumhüdroksiidi lahus absorptsioonianumas F_2 jääb selgeks. Vastasel juhul katset korratakse. Kuumutamine lõpetatakse ja seade võetakse koost lahti. Mõlemat pihustit (3.10) pestakse nii seest kui ka väljast baariumhüdroksiidi eemaldamiseks ja pesuvesi kogutakse vastavasse absorptsioonianumasse. Pihustid asetatakse teineteise järel 600 ml keeduklaasi, mida kasutatakse hiljem määramiseks.

Kasutades klaasfiltertiiglit, filtreeritakse vaakumis kõigepealt absorptsioonianuma F_2 ja seejärel absorptsioonianuma F_1 sisu. Sade kogutakse, loputades absorptsioonianumaid veega (3.10), ning klaasfiltertiiglit pestakse 50 ml sama veega. Klaasfiltertiigel asetatakse 600 ml keeduklaasi ja lisatakse ligikaudu 100 ml keedetud vett (3.10). Kumbagi absorptsioonianumasse pannakse 50 ml keedetud vett ja juhitakse läbi pihustite viie minuti jooksul lämmastikku. Need veed ühendatakse keeduklaasis oleva veega. Seda operatsiooni korratakse üks kord, selleks et tagada pihustite täielik loputamine.

5.4. *Orgaanilisest ainest pärinevate karbonaatide mõõtmine*

Keeduklaasi sisule lisatakse viis tilka fenoolftaleiini (3.8). Lahus muutub punaseks. Lisatakse tilkhaaval vesinikkloriidhapet (3.5), kuni roosa värvus kaob. Lahust segatakse hoolikalt klaasfiltertiiglis, selleks et veenduda, et roosa värvus ei ilmu uuesti. Lisatakse viis tilka bromofenoolsinist (3.7) ja tiitritakse vesinikkloriidhappega (3.5), kuni lahus muutub kollaseks. Lisatakse veel 10 ml vesinikkloriidhapet.

Lahus kuumutatakse keemistemperatuurini ja keedetakse mitte üle ühe minuti. Kontrollitakse hoolikalt, et lahusesse ei oleks jäänud sadet.

Lastakse jahtuda ja tiitritakse tagasi naatriumhüdroksiidi lahusega (3.6).

6. **Pimekatse**

Pimekatse tehakse sama protseduuri kohaselt, kasutades kõiki reaktiive samades kogustes.

7. **Arvutuseeskiri**

Põlevate komponentide sisaldus C väljendatakse süsiniku protsentides proovi massist ja arvutatakse järgmise valemi abil:

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

kus:

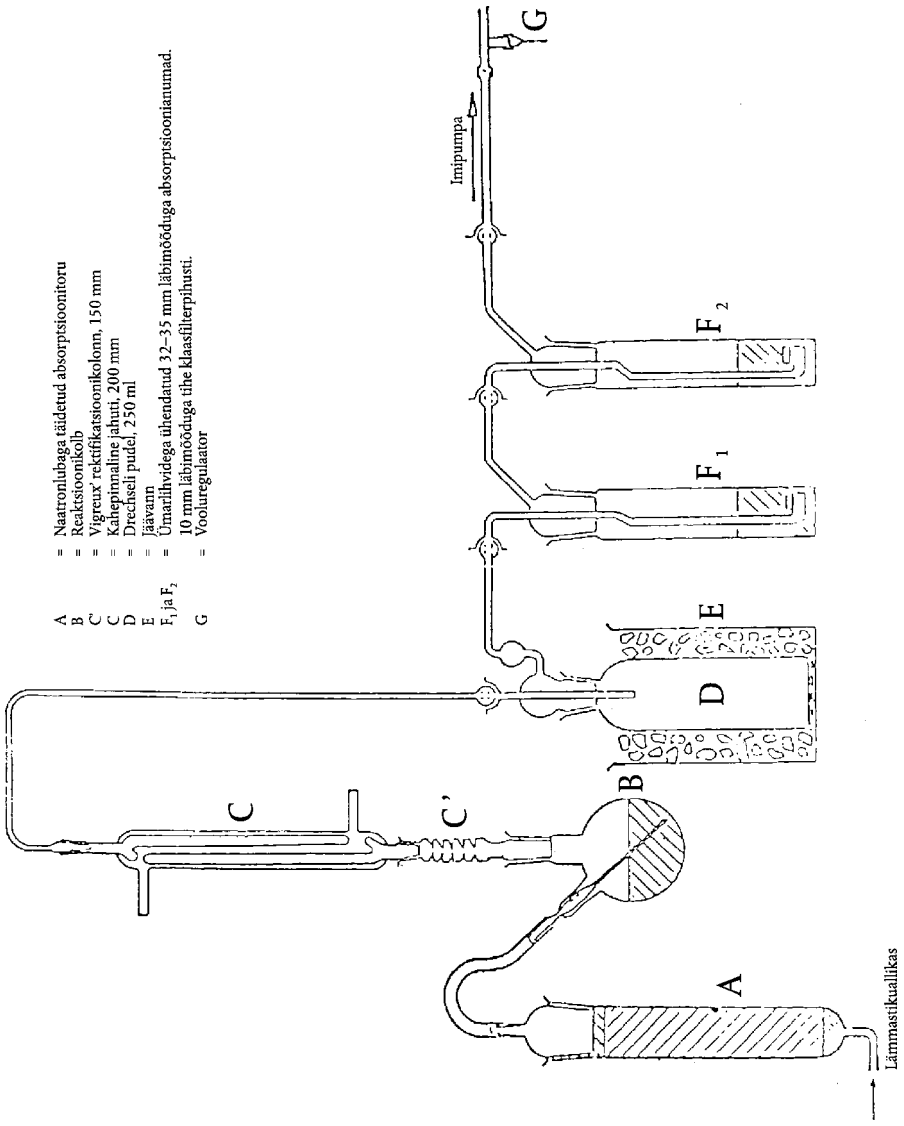
E = prooviosa mass grammides,

V_1 = pärast fenoolftaleiini värvi muutumist lisatud 0,1 M vesinikkloriidhappe üldmaht milliliitrites,

V_2 = tagasitiitrimiseks kasutatud 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahuse maht milliliitrites.

([1]) Hõbenitraatkatalüsaatori juuresolekul on pooleteisetunnine reaktsiooniaeg enamiku orgaaniliste ainete korral küllaldane.

▼B



Joonis 2

4. meetod

pH määramine

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste lahuste pH määramise protseduur.

2. **Põhimõte**

Ammooniumnitraadi lahuse pH mõõdetakse pH-meetri abil.

3. **Reaktiivid**

Süsihappegaasivaba destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

3.1. *Puhverlahus, pH 6,88, 20 °C*

3,40 ± 0,01 grammi kaaliumdivesinikortofosfaati (KH_2PO_4) lahustatakse ligikaudu 400 ml vees. Seejärel lahustatakse 3,55 ± 0,01 grammi dinaatriumvesinikortofosfaati (Na_2HPO_4) ligikaudu 400 ml vees. Mõlemad lahused kantakse kadudeta 1 000 ml mõõtekolbidesse, täidetakse mõõtekolvid mahumärgini ja lahuseid segatakse. Saadud lahuseid säilitatakse õhukindlas anumas.

▼B

3.2. *Puhverlahus, pH 4,00, 20 °C*

10,21 ± 0,01 grammi kaaliumvesinikftalaati ($KHC_8O_4H_4$) lahustatakse vees, kantakse kadudeta 1 000 ml mõõtekolbi, mõõtekolb täidetakse mahumärgini ja lahust segatakse.

Saadud lahust säilitatakse õhukindlas anumas.

3.3. Võib kasutada ka müügilolevaid pH standardlahuseid.

4. **Seadmed**

Klaas- ja kalomel- või samaväärsete elektroodidega varustatud pH-meeter, tundlikkus 0,05 pH ühikut.

5. **Protseduur**

5.1. *pH-meetri kaliibrimine*

pH-meeter (4) kaliibritakse 20 ± 1 °C juures, kasutades puhverlahuseid (3.1), (3.2) või (3.3). Lahuse pinna kohale juhitakse kogu katse kestel aeglast lämmastikuvoolu.

5.2. *Määramine*

10 ± 0,01 grammile proovile 250 ml keeduklaasis lisatakse 100,0 milliliitrit vett. Lahustumatud komponendid eemaldatakse vedeliku filtrimise, dekanteerimise või tsentrifuugimise abil. Selge lahuse pH mõõdetakse 20 ± 1 °C juures sama protseduuri kohaselt nagu pH-meetri kaliibrimise korral.

6. **Tulemuste väljendamine**

Tulemus väljendatakse pH-ühikutes 0,1 ühiku täpsusega, märkides ka kasutatud temperatuuri.

5. meetod

Osakeste suuruse määramine

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste sõelkatsetamise protseduur.

2. **Põhimõte**

Uuritav proov sõelutakse läbi kolmekordse liitsõela kas käsitsi või mehaaniliste vahendite abil. Registreeritakse igale sõelale jäänud osakeste mass ja vastava sõela läbinud materjali väljaarvutatud protsent.

3. **Seadmed**

3.1. 200 mm läbimõõduga traadist punutud standardsõelad avade läbimõõduga 2,0, 1,0 ja 0,5 mm Ühine kaas ja kogur nende sõelte jaoks.

3.2. Kaal, mis võimaldab kaaluda täpsusega 0,1 grammi.

3.3. Mehaaniline sõelavõnguti (olemasolu korral), mis võimaldab liigutada uuritavat proovi nii vertikaalselt kui ka horisontaalselt.

4. **Protseduur**

4.1. Proov jagatakse ligikaudu 100 grammisteks representatiivseteks osadeks.

4.2. Üks osa kaalutakse täpsusega 0,1 grammi.

4.3. Liitsõel reastatakse avade suurenemise järjekorras, kogur, 0,5, 1 ja 2 mm sõel, ning proovi kaalutis asetatakse ülemisele sõelale. Liitsõel kaetakse kaanega.

4.4. Sõelu võngutatakse käsitsi või mehaaniliselt, liigutades neid nii vertikaalselt kui horisontaalselt ja käsitsitöö korral aeg-ajalt koputades. Võngutatakse 10 minutit või seni, kui igast sõelast ühes minutis läbipudenev kogus on alla 0,1 grammi.

4.5. Sõelad võetakse üksteise järel välja ja kogutakse sõeltele jäänud materjal, pühkides tagumist külge vajaduse korral pehme harjaga.

▼B

4.6. Igale sõelale jäänud ja kogurisse pudenenud materjal kaalutakse täpsusega 0,1 grammi.

5. **Tulemuste hindamine**

5.1. Massiosad arvutatakse ümber protsentideks massiosade summast (mitte algkogusest).

Arvutatakse kogurisse sattunud materjali (< 0,5 mm) protsent: A %

Arvutatakse 0,5 mm sõelale jäänud materjali protsent: B %

Arvutatakse 1,0 mm sõela läbinud materjali protsent, s.o (A + B) %

Massiosade summa ei tohi ületada 2 % algmassist.

5.2. Tehakse vähemalt kaks eraldi analüüsi; määramistulemused ei tohi erineda A puhul üle 1,0 protsendipunkti ja B puhul üle 1,5 protsendipunkti. Kui see tingimus ei ole täidetud, katset korratakse.

6. **Tulemuste väljendamine**

Nii A kui ka A + B puhul esitatakse kahe väärtuse keskmised.

6. meetod

Kloori (kloriidioonide) sisalduse määramine

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetistes kloori (kloriidioonide) sisalduse määramise protseduur.

2. **Põhimõte**

Kloriidioonid lahustatakse vees ja määratakse happelises keskkonnas hõbenitraadiga potentsiomeetrilise tiitrimise abil.

3. **Reaktiivid**

Kloriidioonidevaba destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

3.1. Atsetoon, analüüsipuhas.

3.2. Kontsentreeritud lämmastikhape (tihedus 1,40 g/ml, 20 °C).

3.3. Hõbenitraat, 0,1 M standardlahus. Lahust säilitatakse tumedas klaaspudelis.

3.4. Hõbenitraat, 0,004 M standardlahus – lahus valmistatakse värskelt enne kasutamist.

3.5. Kaaliumkloriid, 0,1 M standardlahus. Kaalutakse 0,1 milligrammi täpsusega 3,7276 grammi analüüsipuhast kaaliumkloriidi, mida on eelnevalt kuivatatud kuivatuskapis 130 °C juures ühe tunni jooksul ja jahutatud eksikaatoris tavatemperatuurini. Kaalutis lahustatakse väheses vees, kantakse kadudeta 500 ml mõõtekolbi, lahjendatakse mahumärgini ja lahust segatakse.

3.6. Kaaliumkloriid, standardne 0,004 M võrdluslahus, valmistatakse värskelt enne kasutamist.

4. **Seadmed**

4.1. Hõbeindikaatorelektroodi ja kalomelvõrdluselektroodiga potentsiomeeter, tundlikkus 2 mV, mõõtepiirkond –500 kuni + 500 mV.

4.2. Kalomelelektroodiga (4.1) ühendatud sild, milles on küllastatud kaaliumnitraadi lahus ning mille otstes on poorsed korgid.

4.3. Magnetsegur ja teflonkattega segamispulk.

4.4. Peeneotsaline mikrobürett, gradueeritud 0,01 ml jaotiste kaupa.

5. **Protseduur**

5.1. *Hõbenitraadi lahuse standardimine*

Kahte madalasse sobiva mahutavusega (nt 250 ml) keeduklaasi pannakse 5,00 ja 10,00 ml kaaliumkloriidi standardlahust (3.6). Kummagi keeduklaasi sisu tiitritakse järgmiselt.

▼B

Keeduklaasi lisatakse 5 ml lämmastikhappe lahust (3.2), 120 ml atsetooni (3.1) ja piisavalt vett, nii et lahuse üldmaht oleks ligikaudu 150 ml. Lahusesse asetatakse segamispulk (4.3) ja käivitatakse magnetsegur. Lahusesse sukeldatakse hõbeelektrood (4.1) ja silla (4.2) vaba ots. Elektroodid ühendatakse potentsiomeetriga (4.1) ja pärast aparaadi nulli kontrollimist registreeritakse algpotentsiaali väärtus.

Tiitritakse mikrobüreti (4.4) abil, kusjuures alguses lisatakse 4 või 9 ml hõbenitraadi lahust, vastavalt kasutatud standardse kaaliumkloriidi võrdluslahuse kogusele. Hõbenitraadi lisamist jätkatakse 0,1 ml haaval 0,004 M lahuse puhul ja 0,05 ml haaval 0,1 M lahuse puhul. Pärast iga portsjoni lisamist oodatakse potentsiaali stabiliseerumiseni.

Tabeli esimeses kahes veerus registreeritakse lisatud lahuse mahud ja vastavad potentsiaali väärtused.

Tabeli kolmandas veerus registreeritakse potentsiaali E järjestikused juurdekasvud $\Delta_1 E$. Neljandas veerus registreeritakse potentsiaali juurdekasvude $\Delta_1 E$ positiivsed ja negatiivsed vahed $\Delta_2 E$. Tiitrimise lõpp vastab hõbenitraadi lahuse selle 0,1 või 0,05 ml portsjoni (V_1) lisamisele, mis annab suurima $\Delta_1 E$ väärtuse.

Reaktsiooni lõpulejõudmisele vastava hõbenitraadi lahuse täpse mahu V_{eq} arvutamiseks kasutatakse järgmist valemit:

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

kus:

V_0 on lisatud hõbenitraadi lahuse üldmaht milliliitrites, mis vahetult eelnes suurima juurdekasvu $\Delta_1 E$ andnud mahule;

V_1 on viimase lisatud hõbenitraadi portsjoni maht (0,1 või 0,05 ml),

b on viimane positiivne $\Delta_2 E$ väärtus,

B on $\Delta_2 E$ viimase positiivse ja esimese negatiivse väärtuse absoluutväärtuste summa (vt näide tabelis 1).

5.2. *Pimekatse*

Tehakse pimekatse ja see võetakse arvesse lõpptulemuste arvutamisel.

Pimekatse tulemus V_4 reaktiivide mõju arvestamiseks väljendatakse milliliitrites järgmise valemi abil:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

kus:

V_2 on 10 ml kaaliumkloriidi standardse võrdluslahuse tiitrimiseks kasutatud hõbenitraadi lahuse täpne maht V_{eq} milliliitrites;

V_3 on 5 ml kaaliumkloriidi standardse võrdluslahuse tiitrimiseks kasutatud hõbenitraadi lahuse täpne maht V_{eq} milliliitrites.

5.3. *Kontrollkatse*

Pimekatse abil võib samal ajal ka kontrollida, kas seade töötab rahuldavalt ja kas katseprotseduuri on rakendatud õigesti.

5.4. *Määramine*

Kaalutakse 10–20 grammi proovi täpsusega 0,01 grammi ja kaalutis kantakse kvantitatiivselt üle 250 ml keeduklaasi. Lisatakse 20 ml vett, 5 ml lämmastikhappe lahust (3.2), 120 ml atsetooni (3.1) ja piisavalt vett ligikaudu 150 ml üldmahuni.

Keeduklaasi asetatakse magnetseguri pulk (4.3), keeduklaas asetatakse segurile ja segur käivitatakse. Lahusesse sukeldatakse hõbeelektrood (4.1) ja silla (4.2) vaba ots, elektroodid ühendatakse potentsiomeetriga (4.1) ja pärast aparaadi nulli kontrollimist registreeritakse algpotentsiaal.

▼B

Tiitritakse hõbenitraadi lahusega, lisades mikrobüretist (4.4) lahust 0,1 ml haaval. Pärast iga portsioni lisamist oodatakse potentsiaali stabiliseerumiseni.

Tiitrimist jätkatakse punkti 5.1 kohaselt alates neljandast lõigust: "Tabeli esimeses kahes veerus registreeritakse lisatud lahuse mahud ja vastavad potentsiaali väärtused …".

6. **Arvutuseeskiri**

Analüüsi tulemused väljendatakse analüüsiks esitatud proovis sisalduva kloori protsentides. Protsentides väljendatud kloori (Cl) sisaldus arvutatakse järgmise valemi abil:

$$\mathrm{Cl}\,\% = \frac{0,3545 \times \mathrm{T} \times (\mathrm{V}_5 - \mathrm{V}_4) \times 100}{\mathrm{m}}$$

kus:

T on kasutatud hõbenitraadi lahuse molaarsus;

V_4 on pimekatse (5.2) tulemus milliliitrites;

V_5 on punkti 5.4 kohaselt määratud V_{eq} väärtus milliliitrites;

m on uuritava prooviosa mass grammides.

Tabel 1: Näide

Hõbenitraadi lahuse maht V (ml)	Potentsiaal E (mV)	Δ_1E	Δ_2E
4,80	176		
4,90	211	35	+37
5,00	283	72	–49
5,10	306	23	–10
5,20	319	13	

$$\mathrm{V}_{eq} = 4,9 + 0,1 \times \frac{37}{37 + 49} = 4,943$$

7. meetod

Vase määramine

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetistes vase sisalduse määramise protseduur.

2. **Põhimõte**

Proov lahustatakse lahjendatud vesinikkloriidhappes ja vasesisaldus määratakse aatomiabsorptsioonspektromeetriliselt.

3. **Reaktiivid**

3.1. Vesinikkloriidhape, tihedus 1,18 g/ml, 20 °C.

3.2. Vesinikkloriidhape, 6 M.

3.3. Vesinikkloriidhape, 0,5 M.

3.4. Ammooniumnitraat.

▼B

3.5. Vesinikperoksiid, 30 (massi-/mahu)protsenti

3.6. Vase emalahus: ([1]) kaalutakse 1 gramm puhast vaske täpsusega 0,001 grammi, lahustatakse 25 milliliitris 6 M vesinikkloriidhappe lahuses (3.2), lisatakse portsjonide haaval 5 ml vesinikperoksiidi (3.5) ja lahjendatakse veega 1 liitrini. 1 ml saadud lahust sisaldab 1 000 μg vaske (Cu).

3.6.1. Lahjendatud vaselahus: 10 ml emalahust (3.6) lahjendatakse veega 100 milliliitrini ja 10 ml saadud lahust lahjendatakse omakorda veega 100 milliliitrini; 1 ml lõpplahjenduses sisaldub 10 μg vaske (Cu).

Lahus valmistatakse värskelt enne kasutamist.

4. **Seadmed**

Vasklambiga (324,8 nm) aatomiabsorptsioonspektromeeter.

5. **Protseduur**

5.1. *Uuritava lahuse valmistamine*

Kaalutakse 25 grammi proovi täpsusega 0,001 grammi, pannakse see 400 ml keeduklaasi ja lisatakse ettevaatlikult 20 ml vesinikkloriidhapet (3.1) (süsinikdioksiidi moodustumise tõttu võib reaktsioon kulgeda tormiliselt). Vajaduse korral lisatakse veel vesinikkloriidhapet. Kui mullide eraldumine on lõppenud, aurutatakse lahus auruvannil kuivaks, aeg-ajalt klaaspulgaga segades. Lisatakse 15 ml 6 M vesinikkloriidhappe lahust (3.2) ja 120 ml vett. Segatakse klaaspulgaga, mis jäetakse keeduklaasi, ning keeduklaas kaetakse uuriklaasiga. Keedetakse tasa kuni täieliku lahustumiseni ja jahutatakse.

Lahus kantakse kvantitatiivselt üle 250 ml mõõtekolbi, pestes keeduklaasi 5 ml 6 M vesinikkloriidhappega (3.2) ja kaks korda 5 ml keeva veega, lisatakse 0,5 M vesinikkloriidhapet (3.3) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

Filtreeritakse läbi vasevaba filterpaberi ([2]), kusjuures esimesed 50 ml filtraati visatakse ära.

5.2. *Pimekatselahus*

Valmistatakse pimekatselahus, milles puudub üksnes proov, ja võetakse sellega saadud tulemus arvesse lõpptulemuse arvutamisel.

5.3. *Määramine*

5.3.1. Proovilahuse ja pimekatselahuse ettevalmistamine

Proovilahust (5.1) ja pimekatselahust (5.2) lahjendatakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (3.3) nii, et vasesisaldus oleks spektrofotomeetri optimaalses mõõtepiirkonnas. Harilikult ei ole lahjendamist vaja.

5.3.2. Kaliibrimislahuste valmistamine

Valmistatakse vähemalt viis spektrofotomeetri optimaalsele mõõtepiirkonnale (Cu sisaldus 0–5,0 mg/l) vastavat standardlahust, lahjendades lahust (3.6.1) 0,5 M vesinikkloriidhappelahusega (3.3). Enne täiendamist mahumärgini lisatakse igale lahusele ammooniumnitraati (3.4), nii et selle lõppsisaldus oleks 100 mg/ml.

5.4. *Mõõtmine*

Spektrofotomeeter (4) reguleeritakse lainepikkusele 324,8 nm. Kasutatakse oksüdeerivat õhk-atsetüleenleeki. Leeki pihustatakse kolmes korduses üksteise järel kaliibrimislahust (5.3.2), proovilahust ja pimekatselahust (5.3.1), kusjuures enne iga pihustamist pestakse instrument läbi destilleeritud veega. Joonestatakse kaliibrimiskõver, kandes ordinaatteljele keskmise neelduvuse iga standardi puhul ja abstsissteljele vastava vasesisalduse (μg/ml).

Kaliibrimiskõvera abil määratakse vasesisaldus uuritavas lõpplahuses ja pimekatselahuses.

([1]) Võib kasutada ka müügilolevaid vase standardlahuseid.
([2]) Whatman 541 või samaväärne filterpaber.

▼B

6. **Arvutuseeskiri**

Proovi vasesisalduse arvutamisel võetakse arvesse uuritava proovi massi, analüüsil tehtud lahjendusi ja pimekatse tulemust. Tulemus väljendatakse vase (Cu) milligrammides kilogrammi kohta.

4. **Detonatsioonikindluse määramine**

4.1. *Rakendatavus ja rakendusala*

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraatväetiste detonatsioonikindluse määramise protseduur.

4.2. *Põhimõte*

Uuritav proov suletakse terastorusse ja proovile antakse võimenduslõhkelaengu abil detonatsiooniimpulss. Detonatsiooni levimist hinnatakse katse abil rõhtsat toru kandvate pliisilindrite muljutuse määra järgi.

4.3. *Seadmed ja vahendid*

4.3.1. Plastne lõhkeaine, pentriidi sisaldus 83–86 %

Tihedus: 1 500–1 600 kg/m^3

Detonatsiooni kiirus: 7 300 –7 700 m/s

Mass: 500 ± 1 grammi

4.3.2. Seitse painduvat mittemetall-mähiskestaga detoneernööri

Täidise mass: 11–13 g/m

Iga detoneernööri pikkus: 400 ± 2 mm.

4.3.3. Pressitud sekundaarlõhkeaine tablett, milles on pesa detonaatori jaoks

Lõhkeaine: heksogeen/vaha 95/5, tetrüül või muu samalaadne sekundaarlõhkeaine, grafiidilisandiga või grafiidilisandita

Tihedus: 1 500–1 600 kg/m^3

Läbimõõt: 19–21 mm

Kõrgus: 19–23 mm

Tsentraalne pesa detonaatori jaoks: läbimõõt 7–7,3 mm, sügavus 12 mm

4.3.4. ISO 65 – 1981 – Paksuseinalised torud – spetsifikaadile vastav õmblusteta terastoru nominaalläbimõõduga DN 100 (4)

Välisläbimõõt: 113,1–115,0 mm

Seina paksus: 5,0–6,5 mm

Pikkus: 1 005 ± 2 mm.

4.3.5. Alusplaat

Materjal: heakvaliteediline keevitatav teras

Mõõtmed: 160 × 160 mm

Paksus: 5–6 mm

4.3.6. Kuus pliisilindrit

Läbimõõt: 50 ± 2 mm.

Kõrgus: 100–101 mm

Materjal: pehme plii, puhtus vähemalt 99,5 %

4.3.7. Terasplokk

pikkus: vähemalt 1 000 mm

Laius: vähemalt 150 mm

Kõrgus: vähemalt 150 mm

Mass: vähemalt 300 kg, kui puudub kindel teraploki alus

▼B

4.3.8. Plast- või pappsilinder võimenduslaengu jaoks

Seina paksus: 1,5–2,5 mm

Läbimõõt: 92–96 mm

Kõrgus: 64–67 mm

4.3.9. Detonaator (elektriline või mitteelektriline detonaator), initsiatsiooniimpulss 8–10

4.3.10. Puuketas

Läbimõõt: 92–96 mm. Puuketta läbimõõt peab sobima plast- või pappsilindri (4.3.8) siseläbimõõduga.

Paksus: 20 mm

4.3.11. Puupulk, mille mõõtmed on samad kui detonaatoril (4.3.9)

4.3.12. Nööpnõelad (pikkusega mitte üle 20 mm)

4.4. *Protseduur*

4.4.1. Võimenduslaengu ettevalmistamine terastorusse asetamiseks

Olenevalt seadmete kättesaadavusest võib võimenduslaengus lõhkeaine initsieerimiseks kasutada kaht meetodit.

4.4.1.1. Samaaegne initsieerimine seitsmes punktis

Kasutamiseks ettevalmistatud võimenduslaeng on näidatud joonisel 1.

4.4.1.1.1. Läbi puuketta (4.3.10) keskme ja 55 mm läbimõõduga kontsentrilisel ringjoonel sümmeetriliselt jaotunud kuue punkti puuritakse teljega paralleelsed avad. Avade läbimõõt on 6–7 mm (vt joonis 1, lõige A–B), olenevalt kasutatava detoneernööri (4.3.2) läbimõõdust.

4.4.1.1.2. Lõigatakse seitse 400 mm pikkust painduva detoneernööri (4.3.2) tükki, kusjuures lõiked tehakse siledad, nii et tükkide otstest ei läheks lõhkeainet kaduma, ja otsad kaetakse viivitamata kleepribaga. Kõik seitse detoneernööri pistetakse puuketta (4.3.10) seitsmesse avasse, nii et otsad eenduksid ketta teisest küljest mõne sentimeetri võrra. Seejärel torgatakse iga detoneernööri tekstiilkesta põiki 5–6 mm kaugusele otsast väike nööpnõel (4.3.12) ja nööpnõela kõrvale ümber detoneernööri mähitakse 2 cm laiune kleepriba. Seejärel tõmmatakse nööri pikemast otsast nööpnõel vastu puuketast.

4.4.1.1.3. Plastsest lõhkeainest (4.3.1) vormitakse 92–96 mm läbimõõduga silinder, olenevalt silindri (4.3.8) läbimõõdust. Silinder (4.3.8) asetatakse püsti rõhtsale pinnale ja pannakse sisse vormitud lõhkeaine. Seejärel asetatakse silindri ülemisse otsa puuketas ([1]) seitsme detoneernööri tükiga ja surutakse see lõhkeaine vastu. Silindri kõrgus reguleeritakse selliseks (64–67 mm), et selle ülemine serv ei ulatuks puuketast kõrgemale. Seejärel kinnitatakse silinder kogu välispinna ulatuses näiteks klambrite või väikeste naeltega puuketta külge.

4.4.1.1.4. Seitsme detoneernööri tüki vabad otsad seatakse ümber puupulga (4.3.11) nii, et nad kõik asuksid ühel puupulgaga ristuval tasandil. Otsad kinnitatakse puupulga ümber kimpu kleepriba abil. ([2])

4.4.1.2. Initsieerimine presstableti abil tsentrist

Kasutamiseks ettevalmistatud võimenduslaeng on näidatud joonisel 2.

4.4.1.2.1. Presstableti valmistamine

Rakendades vajalikke ettevaatusabinõusid, pannakse 10 grammi sekundaarset lõhkeainet (4.3.3) 19–21 mm siseläbimõõduga vormi ja pressitakse nõutava kuju ja tihedusega tabletiks.

(Tableti läbimõõdu ja kõrguse suhe peab olema ligikaudu 1: 1.)

Vormi põhja keskel on 12 mm kõrgune 7–7,3 mm läbimõõduga (olenevalt kasutatava detonaatori läbimõõdust) kärn, mis tekitab presstabletis silindrikujulise pesa, kuhu hiljem asetatakse detonaator.

([1]) Ketta läbimõõt peab vastama silindri siseläbimõõdule.

([2]) NB:Kui pärast koostamist on kuus välimist detoneernööri pingul, võib keskmine detoneernöör olla pisut lõdvem.

▼B

4.4.1.2.2. Võimenduslaengu ettevalmistamine

Rõhtsal pinnal püsti seisvasse silindrisse (4.3.8) pannakse lõhkeaine (4.3.1) ja surutakse seda puutempliga, nii et lõhkeaine omandab tsentraalpesaga silindri kuju. Mainitud pessa asetatakse presstablett. Presstabletiga silindrikujuline lõhkeaine kaetakse puukettaga (4.3.10), milles on 7,0–7,3 mm läbimõõduga tsentraalava detonaatori sissepanemiseks. Puuketas ja silinder kinnitatakse kokku ristuvate kleepribadega. Puukettasse puuritud ava ja presstabletis oleva pesa ühistelgsuse tagamiseks torgatakse läbi ava puupulk (4.3.11).

4.4.2. Terastoru ettevalmistamine detonatsioonikatseks

Terastoru (4.3.4) ühest otsast 4 mm kaugusel puuritakse teineteise vastas risti läbi seina kaks 4 mm läbimõõduga ava.

Toru teise otsa külge kinnitatakse põkk-keevituse abil alusplaat (4.3.5), kusjuures täisnurk alusplaadi ja toru seina vahel täidetakse kogu liite ulatuses keevismetalliga.

4.4.3. Terastoru täitmine ja laadimine

Vt joonised 1 ja 2.

4.4.3.1. Uuritavat proovi, terastoru ja võimenduslaengut konditsioneeritakse 20 ± 5 °C juures. Kahe detonatsioonikatse tegemiseks on vaja 16–18 kg uuritavat proovi.

4.4.3.2. Terastoru pannakse püsti, nii et selle nelinurkne alusplaat toetuks kindlale tasasele, soovitatavalt betoonist alusele. Terastoru täidetakse ligikaudu ühe kolmandikuni tema kõrgusest uuritava prooviga ja lastakse tal viis korda kukkuda 10 cm kõrguselt vertikaalselt vastu põrandat, selleks et graanulid asetuksid torus nii tihedalt kui võimalik. Tihendamise kiirendamiseks põrutatakse toru, lüües teda kukkumiste vahel kokku 10 korda 750–1 000 grammise haamriga.

Laadimist korratakse teise uuritava prooviosaga samal viisil. Viimane täitmine tehakse nii, et pärast toru tõstmist ja kukkuda laskmist kokku 10 korda ja 20 vahepealset haamrilööki täidaks proov toru 70 mm kauguseni tema suudmest.

Terastorusse laaditud proovi tase reguleeritakse selliseks, et hiljem torusse pandav võimenduslaeng (4.4.1.1 või 4.4.1.2) puutuks kogu pinna ulatuses tihedalt kokku prooviga.

4.4.3.3. Võimenduslaeng asetatakse torusse nii, et see puutuks kokku prooviga; puuketta ülemine pind peab asetsema 6 mm allpool toru suuet. Oluline tihe kokkupuude lõhkeaine ja uuritava proovi vahel saavutatakse väikeste proovikoguste lisamise või eemaldamise abil. Nagu joonistel 1 ja 2 näidatud, tuleb toru suudme lähedal olevatest avadest torgata läbi splindid ja painutada nende harud laiali vastu toru.

4.4.4. Terastoru ja pliisilindrite asetus (vt joonis 3)

4.4.4.1. Pliisilindrite (4.3.6) põhjad nummerdatakse ühest kuueni. Rõhtsal alusel oleva terasploki (4.3.7) keskjoonele tehakse kuus märki 150 mm vahemaadega, kusjuures esimene märk peab olema vähemalt 75 mm kaugusel ploki servast. Iga märgi kohale pannakse püsti pliisilinder nii, et iga silindri põhja keskpunkt asetseks märgil.

4.4.4.2. Punkti 4.4.3 kohaselt ettevalmistatud terastoru asetatakse rõhtsalt pliisilindritele, nii et terastoru telg oleks teraploki keskjoonega paralleelne ja toru kinnikeevitatud ots ulatuks 50 mm üle pliisilindri nr 6. Selleks et toru ei veereks, pannakse pliisilindrite ülemiste otste ja toru seina vahele väikesed puukiilud (üks kiil kummalegi poole) või asetatakse toru ja teraploki vahele puust risttugi. Märkus.

Tuleb kontrollida, et toru puudutaks kõiki kuut pliisilindrit; väikesi toru kõverusi võib kompenseerida, pöörates toru ümber pikitelje; kui mõni pliisilinder on liiga kõrge, antakse ettevaatlikult haamriga lüües talle nõutav kõrgus.

4.4.5. Detonatsiooni ettevalmistamine

4.4.5.1. Seade koostatakse punkti 4.4.4 kohaselt pommivarjendis või nõuetekohaselt ettevalmistatud maa-aluses rajatises (nt kaevandus või tunnel). Kontrollitakse, et terastoru oleks enne detonatsiooni hoitud 20 ± 5 °C juures.

▼B

Märkus.

Kui kõnesolevaid initsieerimiseks sobivaid kohti ei ole, võib vajaduse korral tööks kasutada ka puitprussidega kaetud betoonvoodriga varjendit. Detonatsioon võib tekitada suure kineetilise energiaga lendavaid terasekilde, sellepärast peab laenguid initsieerima elumajadest ja liiklusteedest nõutaval kaugusel.

4.4.5.2. Kui kasutatakse seitsme initsiatsioonipunktiga võimenduslaengut, tuleb kontrollida, et detoneernöörid oleksid punkti 4.4.1.1.4 kohaselt välja sirutatud ja asetseksid nii rõhtsalt kui võimalik.

4.4.5.3. Puupulk eemaldatakse ja asemele asetatakse detonaator. Enne laengu initsieerimist evakueeritakse inimesed ohutsoonist ja katsepersonal varjub.

4.4.5.4. Lõhkeaine detoneeritakse.

4.4.6. Suitsul (gaasilised ning mõnikord mürgised laguproduktid nagu nitroosgaasid) lastakse piisava aja jooksul hajuda, seejärel korjatakse pliisilindrid kokku ja mõõdetakse nende kõrgused nooniusnihkkaliibri abil.

Registreeritakse iga nummerdatud pliisilindri muljutuse määr, mis väljendatakse protsentides esialgsest 100 millimeetrisest kõrgusest. Kui silinder on muljutud kaldu, registreeritakse suurim ja väikseim väärtus ning arvutatakse keskmine.

4.4.7. Võib kasutada ka detonatsioonikiiruse pidevmõõtmise sondi; sond asetatakse piki toru telge või seina.

4.4.8. Iga prooviga tehakse kaks detonatsioonikatset.

4.5. *Katseprotokoll*

Iga detonatsioonikatse protokollis esitatakse järgmiste parameetrite väärtused:

— tegelikul mõõtmisel leitud terastoru välisläbimõõt ja seina paksus,

— terastoru Brinelli kõvadus,

— toru ja proovi temperatuur vahetult enne laengu initsieerimist,

— torus oleva proovi pakketihedus (kg/m^3),

— iga pliisilindri kõrgus pärast laengu initsieerimist ja vastava silindri number,

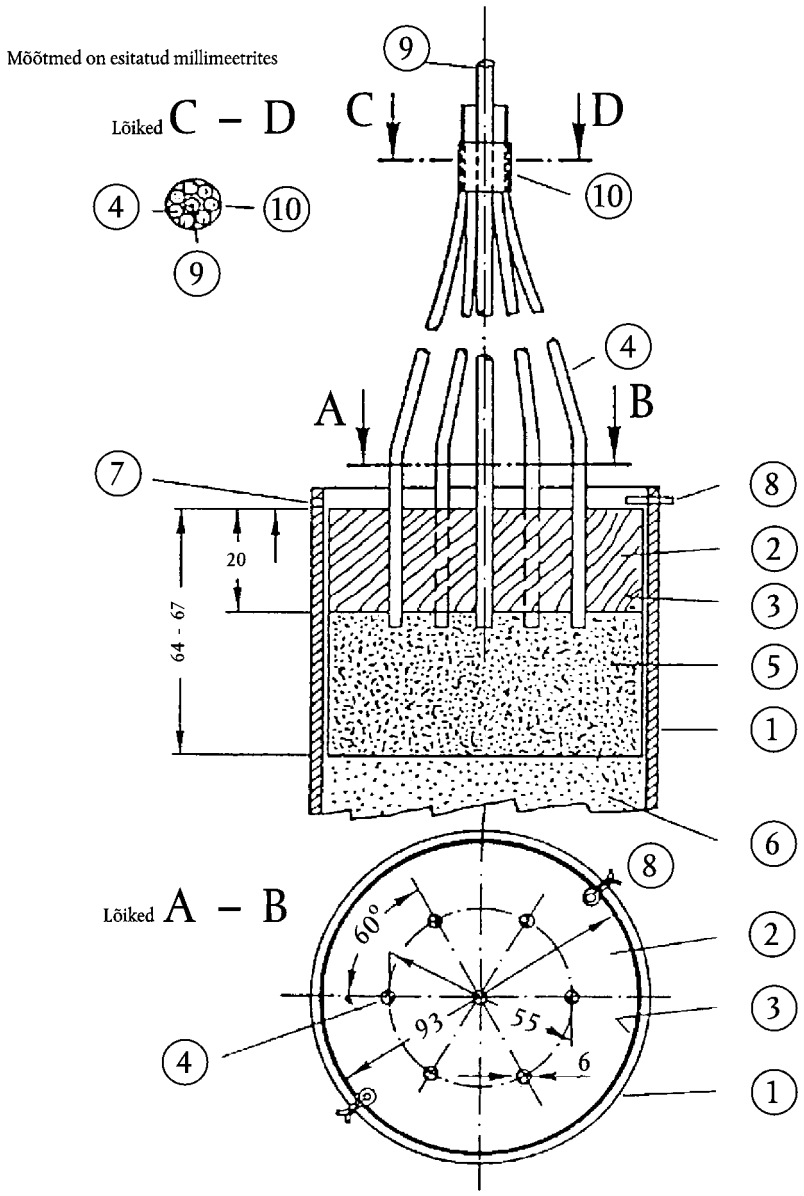
— võimenduslaengu initsieerimise meetod.

4.5.1. Katsetulemuste hindamine

Katse loetakse lõplikuks ja proov vastavaks III lisa 2. jao nõuetele, kui kummagi initsieerimise korral vähemalt ühe pliisilindri muljutuse määr on alla 5 %.

▼B

Seitsme initsiatsioonipunktiga võimenduslaeng



① Terastoru

② Seitsme avaga puuketas

③ Plast- või pappsilinder

④ Detoneernöörid

⑤ Plastne lõhkeaine

⑥ Uuritav proov

⑦ 4millimeetrise läbimõõduga ava splindi ⑧ jaoks

⑧ Splint

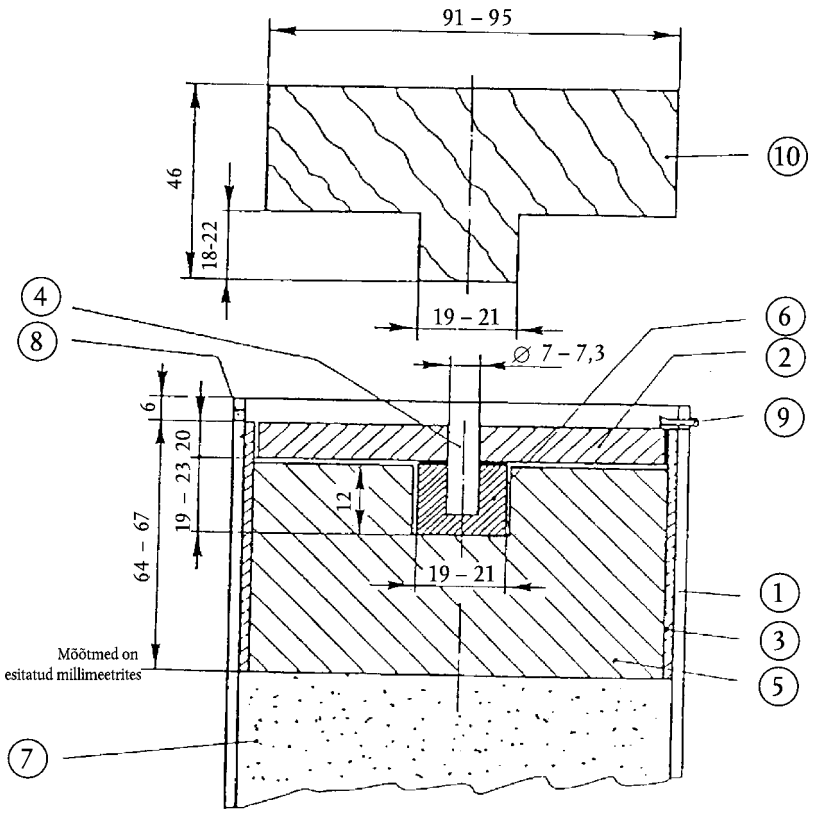
⑨ Detoneernööridega ④ ümbritsetud puupulk

⑩ Kleepriba detoneernööride ④ kinnitamiseks ümber puupulga ⑨

Joonis 1

▼B

Tsentrist initsieeritav võimenduslaeng



① Terastoru

② Puuketas

③ Plast- või pappsilinder

④ Puupulk

⑤ Plastne lõhkeaine

⑥ Presstablett

⑦ Uuritav proov

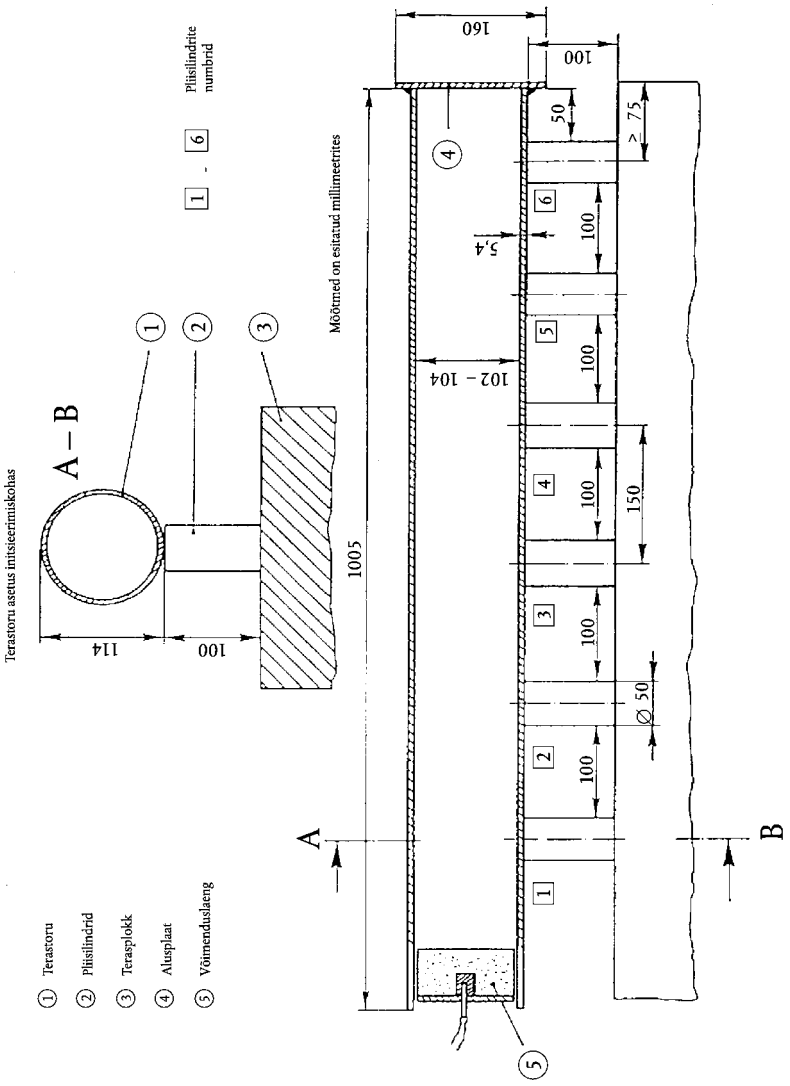
⑧ 4millimeetrise läbimõõduga ava splindi ⑨ jaoks

⑨ Splint

⑩ Puutempel plastse lõhkeaine ⑤ vormimiseks

Joonis 2

▼B


Plii silindrite numbrid
1 - 6
Mõõtmed on esitatud millimeetrites
Terastoru asetus initsieerimiskohas
A – B
1 Terastoru
2 Pliisilindrid
3 Terasplokk
4 Alusplaat
5 Võimenduslaeng
160
100
50
≥ 75
5,4
102 – 104
1005
150
Ø 50
114
100
A
B

Joonis 3

▼B

IV LISA

PROOVIVÕTU- JA ANALÜÜSIMEETODID

A. PROOVIVÕTUMEETODID VÄETISTE KONTROLLIMISEKS

SISSEJUHATUS

Õige proovi võtmine on nõudlik toiming ja vajab suurt hoolikust. Tuleb kindlasti rõhutada, et väetiste ametlikuks kontrollimiseks võetud proov peab olema piisavalt representatiivne.

Järgnevalt kirjeldatud proovivõtumeetodeid tuleb väga täpselt järgida, kusjuures proove peavad võtma spetsialistid, kellel on kogemusi proovide võtmisel tavameetodite abil.

1. **Eesmärk ja rakendatavus**

Väetiste kvaliteedi ja koostise ametlikuks kontrollimiseks ettenähtud proovid võetakse järgnevalt kirjeldatud meetodite kohaselt. Selliselt saadud proovi käsitatakse representatiivsna proovipartii suhtes.

2. **Proovivõtja**

Proove võtavad liikmesriikide poolt selleks volitatud eriettevalmistusega ametnikud.

3. **Mõisted**

Proovipartii: toote kogus, mida käsitletakse tervikuna ning mille omadusi võib pidada ühtseteks.

Osaproov: proovipartii ühest punktist võetud kogus.

Koondproo: samast proovipartiist võetud osaproovide kogum.

Taandproov: koondproovi representatiivne osa, mis on saadud vähendamise teel.

Lõpp-proov: taandproovi representatiivne osa.

4. **Seadmed**

4.1. Proovivõtuvahendid peavad olema materjalist, mis ei mõjuta uuritava toote omadusi. Liikmesriigid võivad proovivõtuvahendid ametlikult heaks kiita.

4.2. *Vahendid, mida soovitatakse proovide võtmiseks tahketest väeistest*

4.2.1. Käsitsi proovivõtmine

4.2.1.1. Lamedapõhjaline vertikaalsete äärtega kühvel.

4.2.1.2. Proovivõtupuur pika lõhe või lahtritega. Proovivõtupuuri mõõtmed peavad vastama proovipartii omadustele (mahuti sügavus, koti mõõtmed jms) ja väetiseosakeste suurusele.

4.2.2. Mehaaniline proovivõtmine

Ümberlaaditavatest väetisest proovide võtmiseks võib kasutada heakskiidetud mehaanilisi proovivõtuseadmeid.

4.2.3. Proovijagaja

Osaproovide võtmisel ning taandproovide ja lõpp-proovide valmistamisel võib kasutada seadet, mis on mõeldud proovi jagamiseks võrdseteks osadeks.

4.3. *Vahendid, mida soovitatakse proovide võtmiseks vedelväetistest*

4.3.1. Käsitsi proovivõtmine

Lahtise otsaga toru, proovel, pudel või muu sobiv vahend, mis võimaldab võtta proovipartiist juhuproovi.

4.3.2. Mehaaniline proovivõtmine

Ümberlaaditavatest vedelväetisest proovide võtmiseks võib kasutada heakskiidetud mehaanilisi proovivõtuseadmeid.

▼B

5. **Kvantitatiivsed nõuded**

5.1. *Proovipartii*

Proovipartii suurus peab olema selline, et proove oleks võimalik võtta kõikidest proovipartii osadest.

5.2. *Osaproovid*

5.2.1. Pakendamata tahked väetised või vedelväetised mahutites, mille mahutavus on üle 100 kg

5.2.1.1. Proovipartiid massiga kuni 2,5 tonni:

Minimaalne osaproovide arv: seitse

5.2.1.2. Proovipartiid massiga üle 2,5 tonni ja kuni 80 tonni:

Minimaalne osaproovide arv:
$\sqrt{20}$ kordne proovipart ii tonnide arv ([1])

5.2.1.3. Proovipartiid massiga üle 80 tonni:

Minimaalne osaproovide arv: 40

5.2.2. Pakendatud tahked väetised või kuni sajakilogrammilistes mahutites (pakendites) olevad vedelväetised

5.2.2.1. Pakendid massiga üle 1 kg

5.2.2.1.1. Vähem kui viiest pakendist koosnevad proovipartiid:

minimaalne pakendite arv, millest võetakse proov: ([2]) kõik pakendid.

5.2.2.1.2. Viiest kuni kuueteistkümnest pakendist koosnevad proovipartiid:

minimaalne pakendite arv, millest võetakse proov: ([2]) neli.

5.2.2.1.3. Seitsmeteistkümnest kuni neljasajast pakendist koosnevad proovipartiid:

millest võetakse proov: ([2])
$\sqrt{\text{proovipart iisse kuuluvate pakendite arv}}$ ([1])

5.2.2.1.4. Enam kui 400 pakendist koosnevad proovipartiid:

minimaalne pakendite arv, millest võetakse proov: ([2]) 20.

5.2.2.2. Pakendid massiga kuni 1 kg:

minimaalne pakendite arv, millest võetakse proov: ([2]) neli.

5.3. *Koondproov*

Nõutav on üks koondproov proovipartii kohta. Koondproovi moodustavate osaproovide üldmass ei tohi olla väiksem järgmistest kogustest:

5.3.1. Pakendamata tahked väetised või vedelväetised mahutites, mille mahutavus on üle 100 kg: 4 kg.

5.3.2. Pakendatud tahked väetised või kuni sajakilogrammilistes mahutites (pakendites) olevad vedelväetised

5.3.2.1. Pakendid massiga üle 1 kg: 4 kg.

5.3.2.2. Pakendid massiga kuni 1 kg: nelja originaalpakendi netomass.

5.3.3. Proov ammooniumnitraatväetiste III lisa 2. jao kohaseks katsetamiseks: 75 kg

5.4. *Lõpp-proov*

Lõpp-proovid saadakse vajaduse korral koondproovi vähendamise teel. Nõutav on vähemalt ühe lõpp-proovi analüüs. Uuritava proovi mass ei tohi olla alla 500 g.

5.4.1. Tahked ja vedelväetised

([1]) Kui saadud arv on murdarv, ümardatakse see järgmise täisarvuni.
([2]) Kui pakendi netomass on kuni 1 kg, on osaprooviks ühe originaalpakendi sisu.

▼B

5.4.2. Ammooniumnitraatväetise proovid katsetamisteks

Lõpp-proovid katsetamisteks saadakse vajaduse korral koondproovide vähendamise teel.

5.4.2.1. Lõpp-proovi minimaalne mass III lisa 1. jao kohaseks katsetamiseks: 1 kg

5.4.2.2. Lõpp-proovi minimaalne mass III lisa 2. jao kohaseks katsetamiseks: 25 kg

6. **Juhised proovide võtmiseks, ettevalmistamiseks ja pakendamiseks**

6.1. *Üldmärkused*

Proov võetakse ja valmistatakse võimalikult kiiresti, rakendades vajalikke ettevaatusabinõusid selle tagamiseks, et proov säiliks representatiivsena uuritava väetise suhtes. Vahendid ja tööpinnad ning proovide hoidmiseks ettenähtud anumad peavad olema puhtad ja kuivad.

Vedelväetiste puhul tuleb proovipartiid enne proovi võtmist võimaluse korral segada.

6.2. *Osaproovid*

Osaproovid võetakse juhuvaliku abil kogu proovipartii ulatuses ja need peavad olema ligikaudu võrdse suurusega.

6.2.1. Pakendamata tahked väetised või vedelväetised mahutites, mille mahutavus on üle 100 kg

Katsepartii jagatakse mõtteliselt teatavaks arvuks ligikaudu võrdseks osaks. Osad, mille arv vastab punkti 5.2 kohasele osaproovide arvule, valitakse juhuslikult ning igast osast võetakse vähemalt üks proov. Juhul kui pakendamata väetistest või enam kui sajakilogrammilistes mahutites olevatest vedelväetistest ei ole võimalik võtta proove järgides punkti 5.1 nõudeid, võetakse proovid proovipartii ümberlaadimisel. Sel juhul võetakse proovid juhuvaliku abil saadud eespool määratletud mõttelistest osadest väetise ümberlaadimisel.

6.2.2. Pakendatud tahked väetised või kuni sajakilogrammilistes mahutites (pakendites) olevad vedelväetised

Pärast seda, kui proovi võtmiseks on punkti 5.2 kohaselt vajalik arv pakendeid välja valitud, võetakse osa iga pakendi sisust. Vajaduse korral võetakse proovid pärast seda, kui pakendid on ükshaaval tühjendatud.

6.3. *Koondproovi valmistamine*

Ühtne koondproov saadakse osaproovide kokkusegamise abil.

6.4. *Lõpp-proovi valmistamine*

Koondproovi segatakse hoolikalt. ([1])

Vajaduse korral vähendatakse koondproov esmalt vähemalt 2 kilogrammini (taandproov), kasutades mehaanilist proovijagajat või kvarteerimismeetodit.

Valmistatakse vähemalt kolm ligikaudu ühesuurust lõpp-proovi, mis vastavad punktis 5.4 kindlaksmääratud kvantitatiivsetele nõuetele. Iga proov pannakse sobivasse õhukindlasse mahutisse. Rakendatakse vajalikke ettevaatusabinõusid, et vältida proovi karakteristikute muutumist.

III lisa 1. Ja 2. jaos ettenähtud katsete puhul hoitakse lõpp-proove temperatuuril 0–25 °C.

7. **Lõpp-proovide pakendamine**

Mahutid ja pakendid pitseeritakse ning märgistatakse (kogu etikett peab olema pitseri sees) selliselt, et mahuteid ei oleks võimalik avada pitserit rikkumata.

8. **Proovivõtuprotokoll**

Iga proovivõtmise kohta tuleb täita protokoll, mis võimaldab iga proovipartiid üheselt identifitseerida.

([1]) Kõik tükid purustatakse (vajaduse korral võetakse need proovist välja ja pannakse pärast purustamist tagasi).

▼B

9. **Proovide sihtkoht**

Iga proovipartii puhul saadetakse vähemalt üks lõpp-proov ning analüüsiks või katsetamiseks vajalik teave võimalikult kiiresti volitatud analüüsilaborisse või katseasutusse.

B VÄETISTE ANALÜÜSI MEETODID

(Vt sisukord, lk 2)

Üldised märkused

Laboriseadmed

Meetodite kirjeldamisel ei määrata täpselt kindlaks üldisi laboriseadmeid, kuid nähakse siiski ette kolbide ja pipettide mahutavused. Kõigil juhtudel peavad lamoriseadmed olema täiesti puhtad, eriti toiteelementide väikeste koguste määramise phul.

Kontrollkatsed

Enne analüüsi veendutakse, et seadmed on töökorras, analüüsimeetodeid rakendatakse õigesti ja kasutatakse asjakohaseid tuntud keemilise koostisega kemikaale (nt ammooniumsulfaat, monokaaliumsulfaat jne). Juhul kui analüüsimeetodit ei järgita täpselt, võib analüüsitava väetise keemilise koostise kohta saada ebaõigeid andmeid. Samas on teatavad määramised empiirilised ja seotud toodetega, mille keemiline koostis on keeruline. Nei juhtudel on soovitav, et võimaluse korral kasutaksid laboratooriumid kindla koostisega standardseid etalonväetisi.

Üldsätted väetiste analüüsi meetodite kohta

1. Reaktiivid

Kui ei ole ette nähtud teisiti, peavad kõik reaktiivid olema analüüsipuhtad. Mikroelementide määramisel kontrollitakse reaktiivide puhtust pimekatse abil. Olenevalt kontrollimise tulemustes võib olla vaja reaktiive puhastada.

2. Vesi

Juhul kui meetodis esineva lahustamise, lahjendamise, loputamise või pesemise puhul ei mainita lahustit või lahjendit, loetakse, et tuleb kasutada vett. Tavaliselt peab vesi olema demineraliseeritud või destilleeritud. Analüüsimeetodites mainitud erijuhtudel puhastatakse kõnesolevat vett erimeetodite abil.

3. Laboriseadmed

Mis puutub tavaliselt kontroll-laborites kasutatavatesse seadmetesse, siis käesolevates analüüsimeetodites kirjeldatakse ainult eriseadmeid ja -aparaate ning seadmeid, mis on vajalikud teatavate erinõuete täitmiseks. Seadmed peavad olema täiesti puhtad, eriti juhul, kui määratakse väikesei koguseid. Laboratoorium peab tagama kasutatavate klaasist mõõtenõude täpsuse vastavalt asjakohastele metroloogilistele standarditele.

1. meetod

Uuritava proovi ettevalmistamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur uuritava poovi valmistamiseks lõpp-proovist.

2. **Põhimõte**

Laboratooriumisse saabunud lõpp-proov läbib rea ettevalmistusetappe (tavaliselt seda sõelutakse, peenestatakse ja segatakse), kusjuures järgitakse järgmist nõudeid:

— ühest küljest peab väikseim analüüsimeetodis ettenähtud kaalutis olema representatiivne laboratooriumi saabunud proovi suhtes,

— teisest küljest ei tohi väetise ettevalmistamisel tema peenestusastet muuta selliselt, et lahustuvus erinevates ekstrahentides märgatavalt muutub.

▼B

3. **Seadmed**

Proovijagaja (ei ole kohususlik).

Sõelad avadega 0,2 ja 0,5 mm.

250 ml kolvid, korkidega.

Portselanist uhmrinui ja uhmer või purusti.

4. **Käitlemisviisi valikEeelmärkus**

Kui toode on analüüsikõlblik, võib alles hoida ainult representatiivse osa lõpp-proovist.

4.1. *Lõpp-proovid, mida ei peenestata*

Kaltsiumnitraat, kaltsiummagneesiumnitraat, naatriumnitraat, tšiili salpeerter, kaltsiumtsüaanamiid, nitraadilisandiga kaltsiumtsüaanamiid, ammooniumsulfaat, ammooniumnitraat, mis sisaldab üle 30 % N, karbamiid, aluseline räbu, osaliselt solubiliseeritud fosforiit, sadestatud dikaltsiumfosfaatdihüdraat, kaltsineeritud fosfaat, alumiiniumkaltsiumfosfaat, peenestatud fosforiidihiib.

4.2. *Lõpp-proovid, mis jagatakse osadeks, kusjuures üks osa peenestatakse*

Need on tooted, mille puhul määratakse teatavad karakteristikud (nt peenestusaste) eelneva peenestamiseta ja muud karakteristikud pärast peenestamist. Nende toodete hulka kuuluvad kõik kompleksväetised, mis sisaldavad järgmisi fosfaatkomponente: aluseline räbu, alumiiniumkaltsiumfosfaat, kaltsineeritud fosfaat, fosforiidihiib ja osaliselt solubiliseeritud fosforiit. Kõnesoleval juhul jagatakse lõpp-proov kaheks võimalikult võrdseks osaks, kasutades proovijagajat või kvarteerimismeetodit.

4.3. *Lõpp-proovid, mille puhul kõik määramised tehakse eelnevalt peenestatud tootega*

On vaja peenestada ainult representatiivne osa lõpp-proovist. Siia kuuluvad kõik muud väetised, mis ei kuulu punktides 4.1 ja 4.2 mainitud toodete hulka.

5. **Protseduur**

Punktides 4.2 ja 4.3 mainitud lõpp-proovi osa sõelutakse kiiresti läbi sõela avadega 0,5 mm. Jääk peenestatakse nii, et väga peeneid osakesi oleks võimalikult vähe, ja sõelutakse uuesti. Peenestustingimused peavad olema sellised, et aine märgatavalt ei soojeneks. Protseduuri korratakse, kuni sõelumisjääki ei teki, kusjuures töötatakse võimalikult kiiresti, selleks et vältida komponentide (vesi, ammoniaak) lisandumist või kadu. Kogu peenestatud ja jahvatatud toode pannakse puhtasse kolbi ja suletakse korgiga.

Enne kaalumist analüüsi tegemiseks segatakse kogu proovi hoolikalt.

6. **Erijuhud**

a) Väetised, mis kujutavad endast erinevat liiki kristallide segu

Sel juhul esineb sageli eri liiki kristallide eraldumist. Järelikult on kindlasti oluline proov purustada ja lasta läbi sõela avadega 0,2 mm. Näiteks: ammooniumfosfaadi ja kaaliumnitraadi segud. Selliste toodete puhul on soovitav peenestada kogu lõpp-proov.

b) Raskesti peenestatav jääk, mis ei sisalda väetusaineid

Jääk kaalutakse ja selle massi arvestatakse lõpptulemuse arvutamisel.

c) Tooted, mis lagunevad kuumutamisel

Peenestamisel tuleb kuumutamist vältida. Kõnesoleval juhul on parem kasutada peenestamiseks uhmrit. Näiteks: kompleksväetised, mis sisaldavad kaltsiumtsüaanamiidi ja karbamiidi.

d) Tooted, mis on ebaharilikult niisked või muutuvad peenestamisel kleepuvaks

Homogeensuse tagamiseks valitakse väikseimate avadega sõel, mis sobib, kui tükke peenestatakse käega või uhmrinuiaga. Selline

▼B

olukord võib esineda segude puhul, mille teatavad komponendid sisaldavad kristallvett.

Meetodid 2

Lämmastik

Meetod 2.1

Ammooniumlämmastiku määramine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks ammooniumlämmastiku määramise protseduur.

2. **Rakendusala**

Kõik lämmastikväetised, kaasa arvatud kompleksväetised, milles lämmastik esineb ainult ammooniumsooladena või samaaegselt ammooniumsoolade ja nitraatidena.

Käesolev meetod ei ole rakendatav väetiste puhul, mis sisaldavad karbamiidi, tsüaanamiidi või muid orgaanilisi lämmastikuühendeid.

3. **Põhimõte**

Ammoniaak tõrjutakse välja naatriumhüdroksiidi liia abil, destilleeritakse ja määratakse ammoniaagi saagis teadaolevas mahus väävelhappe standardlahuses happe liia tagasitiitrimise abil naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahusega.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi, mis ei sisalda süsihappegaasi ega lämmastikuühendeid.

4.1. Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus: ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa HCl (d_{20} = 1,18 g/ml)

▼M4

4.2.	Väävelhape 0,05 mol/l	variandi a puhul
4.3.	Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,1 mol/l	
4.4.	Väävelhape 0,1 mol/l	variandi b puhul (vt märkus 2)
4.5.	Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,2 mol/l	
4.6.	Väävelhape: 0,25 mol/l	variandi c puhul (vt märkus 2)
4.7.	Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,5 mol/l	

▼B

4.8. Naatriumhüdroksiidi lahus, ligikaudu 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniaagivaba

4.9. *Indikaatorlahused*

4.9.1. Segaindikaator

Lahus A: 1 g metüülpunast lahustatakse 37 ml 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahuses ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Lahus B: 1 g metüleensinist lahustatakse vees ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Segatakse kokku üks mahuosa lahust A ja kaks mahuosa lahust B.

▼B

See indikaator on happelises lahuses lilla, neutraalses lahuses hall ja leeliselises lahuses roheline. Seda indikaatorlahust lisatakse 0,5 ml (10 tilka).

4.9.2. Metüülpunasest valmistatud indikaatorlahus

0,1 g metüülpunast lahustatakse 50 ml 95 % etanoolis. Täiendatakse veega 100 milliliitrini ja vajaduse korral filtreeritakse. Seda indikaatorit (4–5 tilka) võib kasutada eespool kirjeldatud indikaatori asemel.

4.10. Keemistsentritena kasutatavad pimssgraanulid, pestud vesinikkloriidhappega ja kaltsineeritud

4.11. Ammooniumsulfaat, analüüsipuhas

5. **Seadmed**

5.1. Destillatsiooniseade, mis koosneb vajaliku mahutavusega ümarkolvist ja tilgapüüduri kaudu ümarkolviga ühendatud jahutist.M ä r k u s 1

Kõnesoleva määramisprotseduuri puhul heakskiidetud ja soovitatavate erievat tüüpi seadmete üksikasjalik ehitus on esitatud joonistel 1, 2, 3 ja 4.

5.2. Pipetid, 10, 20, 25, 50, 100 ja 200 ml

5.3. Mõõtekolb, 500 ml

5.4. Pöördloksuti, 35–40 pööret minutis

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Analüüsiprotseduur**

7.1. *Lahuse valmistamine*

Prooviga tehakse lahustuvuskatse toatemperatuuril, võttes proovi ja vett 2(massi-/mahu)protsendilises suhtes. Vastavalt tabelis 1 kindlaksmääratud kogustele, kaalutakse 5–10 g ettevalmistatud proovi täpsusega 0,001 g ja pannakse kaalutis 500 ml mõõtekolbi. Olenevalt lahustuvuskatse oodatavast tulemusest toimitakse järgmiselt.

a) Vees täielikult lahustuvad tooted

Mõõtekolbi lisatakse selline kogus vett, mis on vajalik proovi lahustamiseks, loksutatakse, pärast proovi täielikku lahustumist täidetakse mõõtekolb mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

b) Vees osaliselt lahustuvad tooted

Mõõtekolbi lisatakse 50 ml vett ja seejärel 20 ml vesinikkloriidhapet (4.1). Loksutatakse. Lastakse seista kuni süsihappegaasi eraldumise lakkamiseni. Lisatakse 400 ml vett ja loksutatakse pool tundi pöördloksutil (5.4). Täiendatakse veega mahumärgini, segatakse ja filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva nõusse.

7.2. *Lahuse analüüs*

Vastuvõtukolbi pannakse tabelis 1 kindlaksmääratud ja valitud variandile vastav kogus väävelhappe standardlahust. Lisatakse vajalik kogus indikaatorlahust (4.9.1 või 4.9.2) ja vajaduse korral vett, nii et lahuse maht oleks vähemalt 50 ml. Jahuti pikendusotsaku tipp peab asetsema allpool lahuse pinda.

▼B

Destillatsioonikolbi kantakse mahtpipeti abil selge lahuse alikvoot (1) vastavalt tabelis 1 esitatud üksikasjadele.Lisatakse vett kuni üldmahuni ligikaudu 350 ml ja mõned pimmskivigraanulid keemise ühtlustamiseks.

Ühendatakse destillatsiooniseadme osad ja, vältides ammoniaagi kadu, lisatakse destillatsioonikolbi 10 ml kontsentreeritud naatriumhüdroksiidi lahust (4.8); juhul kui uuritava proovi lahustamiseks kasutati 20 ml vesinikkloriidhapet (4.1), on lisatava kontsentreeritud naatriumhüdroksüüdi maht 20 ml. Destilleerimiskolbi kuumutatakse järkjärgult, vältides tugevat keemist. Kui keemine algab, destilleeritakse kiirusega ligikaudu 100 ml 10–15 minuti kohta; destillaadi üldmaht peab olema ligikaudu 250 ml. (2) Kui ammoniaaki ilmselt enam ei eraldu, lastakse vastuvõtukolb alla, nii et jahuti pikendusotsaku tipp asetseks vedeliku pinna kohal.

Selle tagamiseks, et kogu ammoniaak on täielikult destilleerunud, kontrollitakse edasist destillaati sobiva reaktiivi abil. Jahuti pikendusotsakut loputatakse väkese koguse veega ja happe liig tiitritakse tagasi valitud variandi puhul ettenähtud naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahusega (vt märkus 2).

Märkus 2

Tagasitiitrimiseks võib kasutada erineva kontsentratsiooniga standardlahuseid, tingimusel et kasutatava titrandi kogus võimaluse korral ei ületaks 40–45 ml.

7.3. *Pimekatse*

Samades tingimustes tehakse pimekatse ja saadud tulemust kasutatakse lõpptulemuse arvutamisel.

7.4. *Kontrollkatse*

Enne analüüsi tegemist kontrollitakse, kas destillatsiooniseade töötab nõuetekohaselt ja kas meetodit rakendatakse õigesti, kasutades selleks ammooniumsulfaadi (4.11) värskelt valmistatud lahuse alikvooti, mis sisaldab valitud variandi puhul ettenähtud maksimaalset lämmastiku kogust.

8. **Tulemuste väljendamine**

Analüüsi tulemused väljendatakse analüüsiks esitatud proovis sisalduva ammooniumlämmastiku protsentides.

9. **Lisad**

Punkti 5.1 märkuses 1 sätestatu kohaselt on käesoleva dokumendi rakendusalas kasutatavate erinevat tüüpi destillatsiooniseadmete ehituse iseärasused esitatud joonistel 1, 2, 3 ja 4.

(1) Tabeli 1 kohaselt peab alikvoodis sisalduva ammooniumlämmastiku kogus olema ligikaudu järgmine:
— 0,05 g variandi a puhul,
— 0,10 g variandi b puhul,
— 0,20 g variandi c puhul.

(2) Jahuti asend reguleerittakse välja nii, et oleks tagatud kondensaadi pidev vool. Ammoniaagi destilleerumine peab 30–40 minutiga lõppema.

▼B

Tabel 1

Ammooniumlämmastiku ning ammoonium- ja nitraatlämmastiku määramine väetistes

Kaalumine, lahjendamine ja arvutamine meetodi variantide a, b ja c puhul

Variant a

Maksimaalne ligikaudne destilleeritav lämmastiku kogus: 50 mg.

▼M4

0,05 mol/l väävelhappe kogus, mis pannakse vastuvõtukolbi: 50 ml

▼B

Tagasitiitrimiseks kasutatakse 0,1 M NaOH või KOH standardlahust.

Deklareeritud lämmastiku protsent (% N)	Kaalutis (g)	Lahjendusmaht (ml)	Uuritava lahuse alikvoot (ml), mis võetakse destilleerimiseks	Arvutusvalem [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] Arvutusvaemites on parameetritel ja muutujatel järgmised tähendused:

— 50 või 35 = väävelhappe standardlahuse maht milliliitrites, mis pannakse vastuvõtukolbi,

— A = tagasitiitrimiseks kulunud naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse maht milliliitrites,

— F = tegur, mis arvestab kaalutise massi, lahjendusmahtu, destilleerimiseks võetud uuritava lahuse alikvooti ja mahuekvivalenti.

Variant b

Maksimaalne ligikaudne destilleeritav lämmastiku kogus: 100 mg.

▼M4

0,1 mol/l väävelhappe kogus, mis pannakse vastuvõtukolbi: 50 ml.

▼B

Tagasitiitrimiseks kasutatakse 0,2 M NaOH või KOH standardlahust.

Deklareeritud lämmastiku protsent (% N)	Kaalutis (g)	Lahjendusmaht (ml)	Uuritava lahuse alikvoot (ml), mis võetakse destilleerimiseks	Arvutusvalem [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

▼B

Deklareeritud lämmastiku protsent (% N)	Kaalutis (g)	Lahjendusmaht (ml)	Uuritava lahuse alikvoot (ml), mis võetakse destilleerimiseks	Arvutusvalem [a] (% N = (50 – A) × F)
20–40	7	500	20	(50 – A) × 1,00

[a] Arvutusvaemites on parameetritel ja muutujatel järgmised tähendused:

— 50 või 35 = väävelhappe standardlahuse maht milliliitrites, mis pannakse vastuvõtukolbi,

— A = tagasitiitrimiseks kulunud naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse maht milliliitrites,

— F = tegur, mis arvestab kaalutise massi, lahjendusmahtu, destilleerimiseks võetud uuritava lahuse alikvooti ja mahuekvivalenti.

Variant c

Maksimaalne ligikaudne destilleeritav lämmastiku kogus: 200 mg.

▼M4

0,25 mol/l väävelhappe kogus, mis pannakse vastuvõtukolbi: 35 ml

▼B

Tagasitiitrimiseks kasutatakse 0,5 M NaOH või KOH standardlahust.

Deklareeritud lämmastiku protsent (% N)	Kaalutis (g)	Lahjendusmaht (ml)	Uuritava lahuse alikvoot (ml), mis võetakse destilleerimiseks	Arvutusvalem [a] (% N = (50 – 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

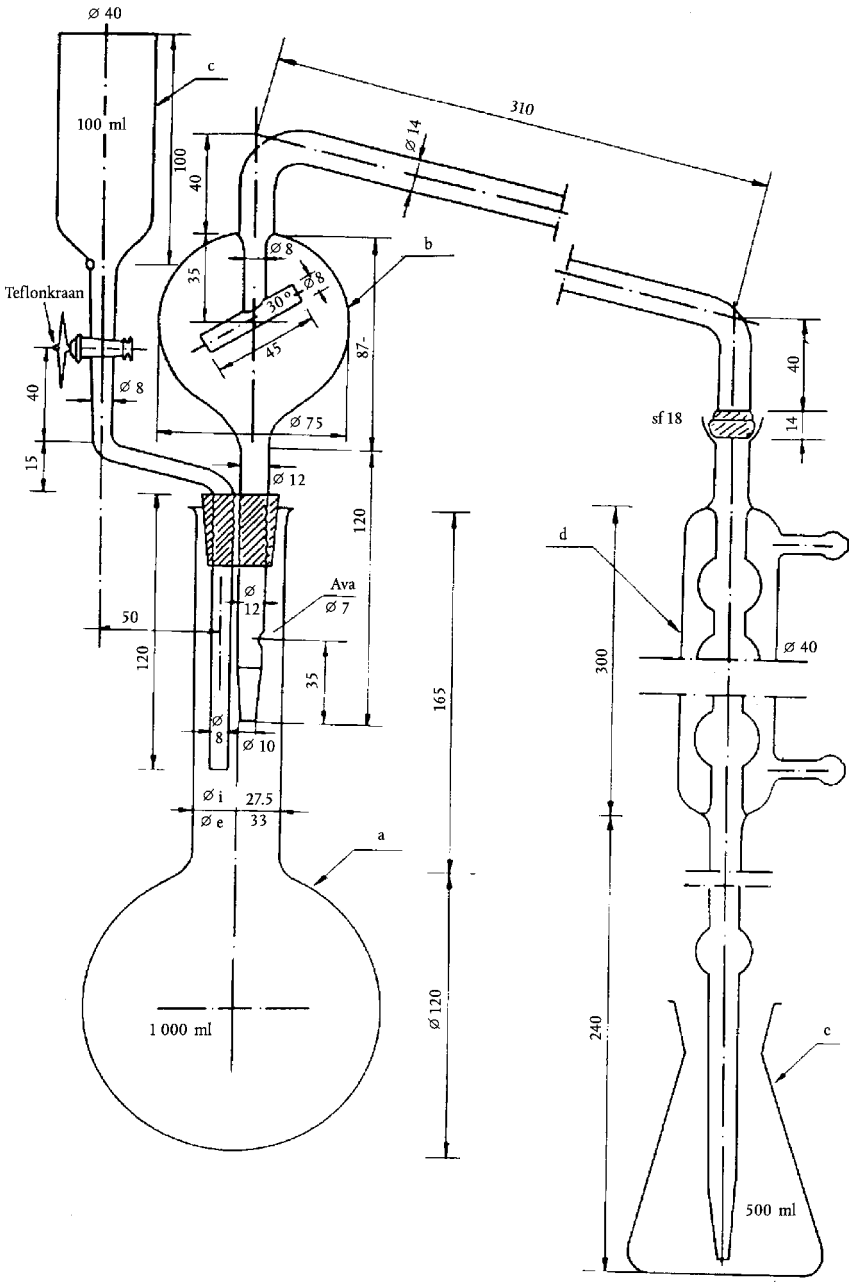
[a] Arvutusvalemites on parameetritel ja muutujatel järgmised tähendused:

— 50 või 35 = väävelhappe standardlahuse maht milliliitrites, mis pannakse vastuvõtukolbi,

— A = tagasitiitrimiseks kulunud naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse maht milliliitrites,

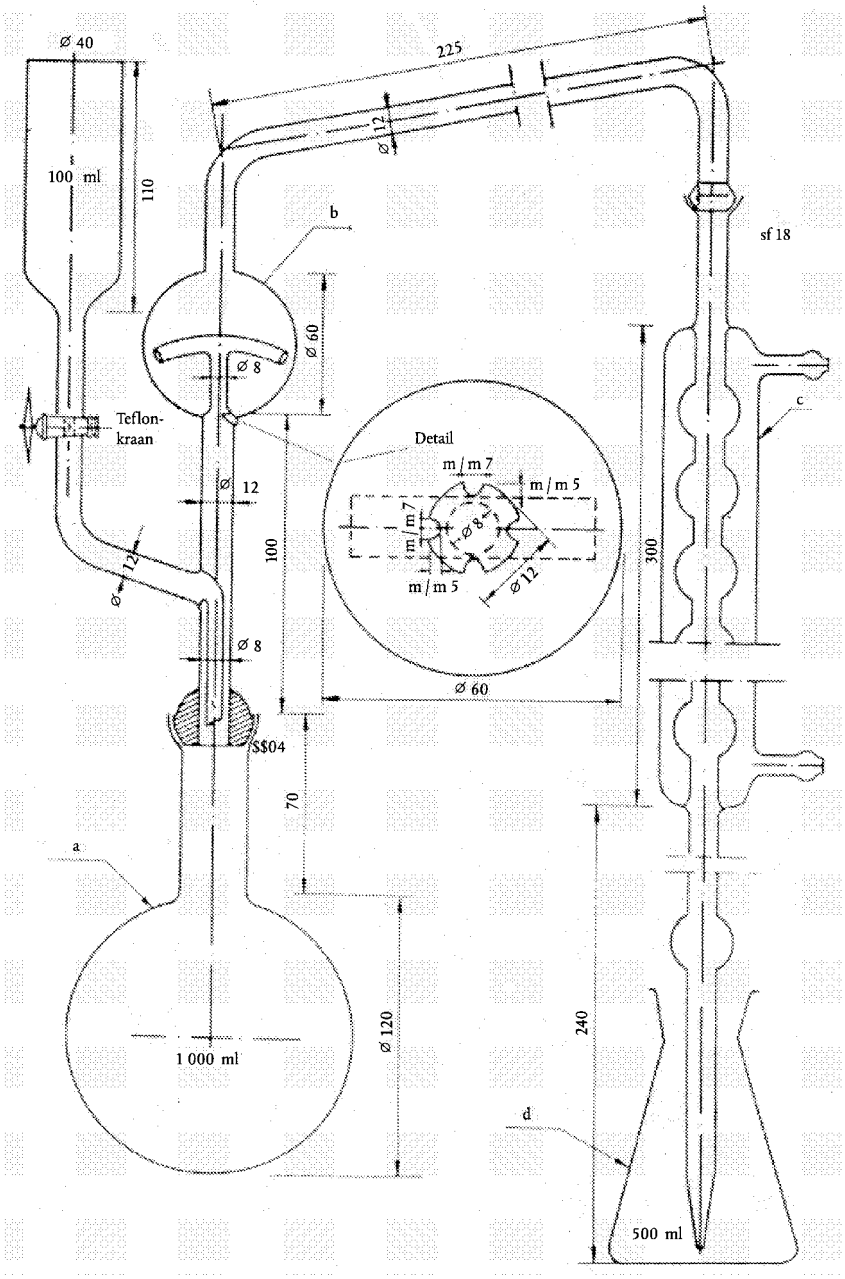
— F = tegur, mis arvestab kaalutise massi, lahjendusmahtu, destilleerimiseks võetud uuritava lahuse alikvooti ja mahuekvivalenti.

▼B


ø 40
c
100 ml
100
40
310
ø 14
b
35
ø 8
ø 8
30°
45
87
Teflonkraan
40
ø 8
ø 75
15
ø 12
120
sf 18
40
14
d
Ava
ø 12
ø 7
50
120
35
165
300
ø 40
ø 8
ø 10
ø i
ø e
27.5
33
a
1 000 ml
ø 120
240
c
500 ml

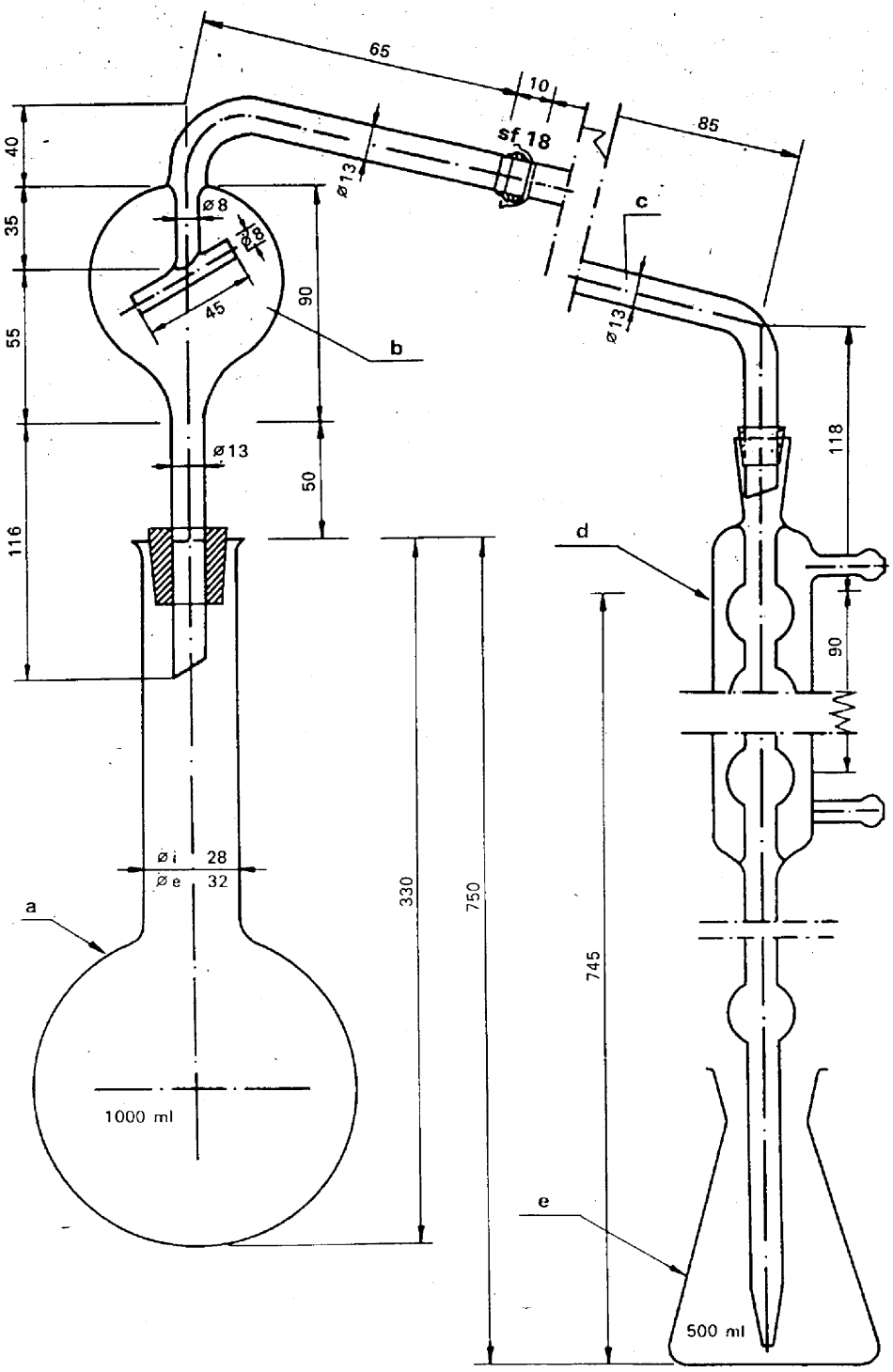
Joonis 1

▼B


Ø 40
100 ml
110
225
Ø 12
b
sf 18
Ø 60
Ø 8
Teflon-
kraan
Detail
m / m 7
m / m 5
Ø 12
100
Ø 8
S$04
Ø 60
300
c
70
a
1 000 ml
Ø 120
240
d
500 ml

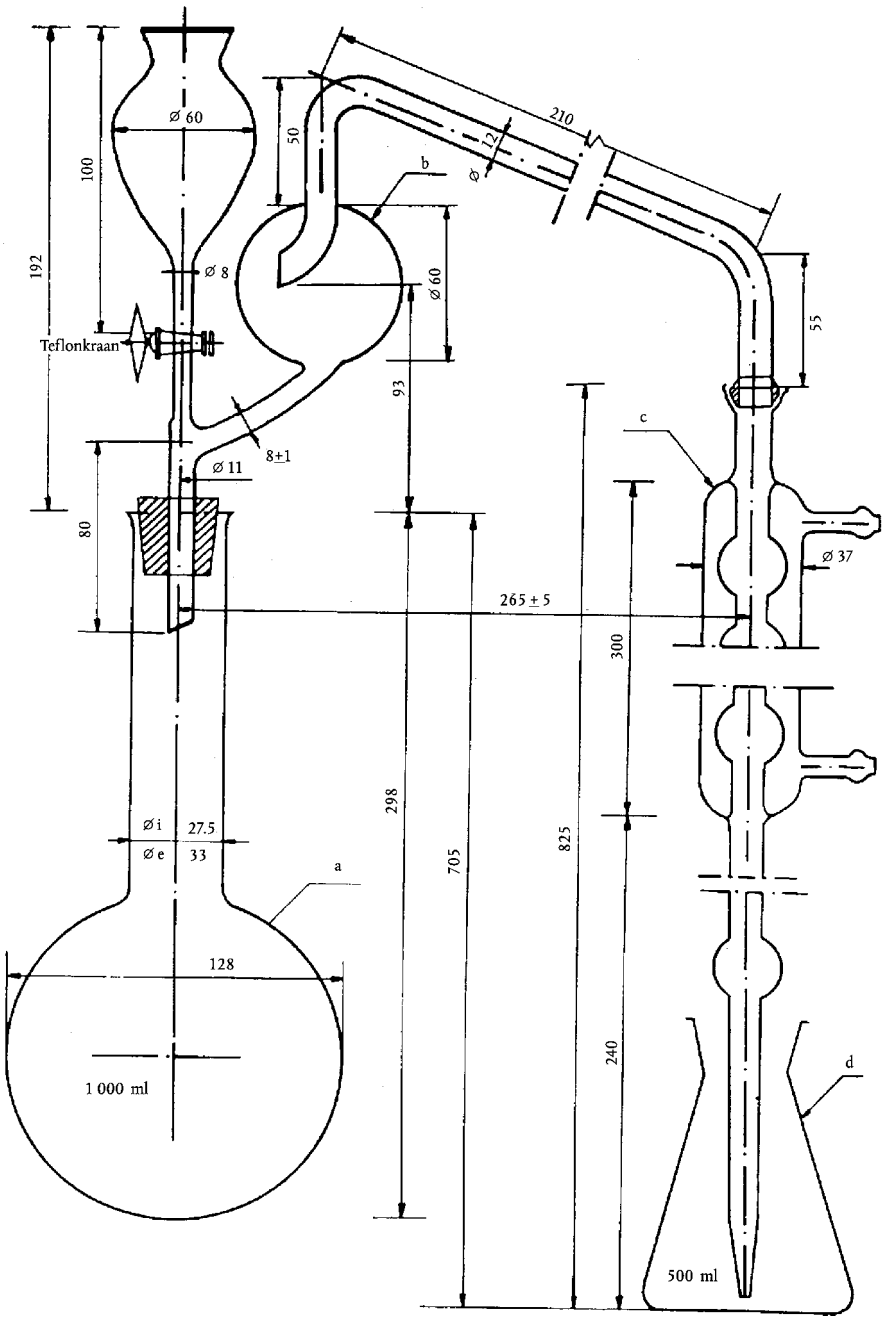
Joonis 2

▼B


65
10
85
sf 18
ø13
c
ø8
ø8
45
90
b
ø13
40
35
55
116
ø13
50
118
d
90
ø i 28
ø e 32
a
330
750
745
1000 ml
e
500 ml

Joonis 3

▼B


ø 60
100
192
50
210
12
ø
b
ø 8
ø 60
55
Teflonkraan
93
c
8±1
ø 11
80
ø 37
265 ± 5
300
298
705
825
ø i
27.5
ø e
33
a
128
1 000 ml
240
d
500 ml

Joonis 4

▼B

Selgitused jooniste 1, 2, 3, ja 4 kohta

Joonis 1

a) Pika kaelaga ümarkolb, 1 000 ml

b) Destillatsioonitoru tilgapüüduriga, ühendatud jahutiga ümarlihvide (nr 18) abil (ümarlihvühenduse võib asendada sobiva kummivoolikuga).

c) Teflonkraaniga varustatud tilgalehter naatriumhüdroksiidi lisamiseks (ka kraani võib asendada kummivooliku ja näpitsaga).

d) Kuue ümarlaiendiga jahuti, mille sisendotsas on ümarlihv nr 18 ja väljundots on ühendatud lühikese kummivooliku abil klaasist pikendusotsakuga (juhul kui jahuti ühendatakse destillatsioonitoruga kummivooliku abil, võib ümarlihvi asemel kasutada sobivat kummikorki).

e) 500 ml kolb destillaadi kogumiseks.

Detailid on valmistatud boorsilikaatklaasist.

Joonis 2

a) Lühikese kaela ja ümarlihviga (nr 35) ümarkolb, 1 000 ml

b) Tilgapüüduriga destillatsioonitoru, millel on ümarlihvid sisendotsas (nr 35) ja väljundotsas (nr 18) ja mis on küljelt ühendatud teflonkraaniga varustatud tilgalehtriga naatriumhüdroksiidi lisamiseks.

c) Kuue ümarlaiendiga jahuti, mille sisendotsas on ümarlihv nr 18 ja väljundots on ühendatud lühikese kummivooliku abil klaasist pikendusotsakuga.

d) 500 ml kolb destillaadi kogumiseks.

Detailid on valmistatud boorsilikaatklaasist.

Joonis 3

a) Pika kaela ja lehtersuudmega ümarkolb, 750 või 1 000 ml.

b) Tilgapüüduriga destillatsioonitoru, millel on väljundotsas ümarlihv nr 18.

c) Painutatud allonž tilgakoonusega, millel on sisendotsas ümarlihv nr 18 (ümarlihvi asemel võib allonži ühendamiseks kasutada kummivoolikut).

d) Kuue ümarlaiendiga jahuti, mille väljundots on ühendatud lühikese kummivooliku abil klaasist pikendusotsakuga.

e) 500 ml kolb destillaadi kogumiseks.

Detailid on valmistatud boorsilikaatklaasist.

Joonis 4

a) Pika kaela ja lehtersuudmega ümarkolb, 1 000 ml.

b) Tilgapüüduriga destillatsioonitoru, millel on väljundotsas ümarlihv nr 18 ja mis on küljelt ühendatud teflonkraaniga varustatud tilgalehtriga naatriumhüdroksiidi lisamiseks (ümarlihvi asemel võib kasutada sobivat kummikorki; teflonkraani võib asendada kommivooliku ja näpitsaga).

c) Kuue ümarlaiendiga jahuti, mille sisendotsas on ümarlihv nr 18 ja väljundots on ühendatud lühikese kummivooliku abil klaasist pikendusotsakuga (juhul kui jahuti ühendatakse destillatsioonitoruga kummivooliku abil, võib ümarlihvi asemel kasutada sobivat kummikorki).

d) 500 ml kolb destillaadi kogumiseks.

Detailid on valmistatud boorsilikaatklaasist.

▼B

Meetodid 2.2

Nitraat- ja ammooniumlämmastiku määramine

Meetodid 2.2.1

Nitraat- ja ammooniumlämmastiku määramine Ulschi meetodil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks nitraat- ja ammooniumlämmastiku määramise protseduur, mille puhul kasutatakse taandamist Ulschi meetodil.

2. **Rakendusala**

Kõik lämmastikväetised, kaasa arvatud kompleksväetised, milles lämmastik esineb ainult nitraatvormis või samaaegselt ammooniumvormis ja nitraatvormis.

3. **Põhimõte**

Nitraadid ja nitritid taandatakse metallilise rauaga happelises keskkonnas ammoniaagiks ja tekkinud ammoniaak tõrjutakse välja naatriumhüdroksiidi lisamise abil liiaga; ammoniaak destilleeritakse ja määratakse selle saagis teadaoleva mahuga väävelhappe standardlahuses. Selleks tiitritakse väävelhappe liig tagasi naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahusega.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi, mis ei sisalda süsihappegaasi ega lämmastikuühendeid.

4.1. Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus: ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa HCl (d_{20} = 1,18 g/ml)

▼M4

4.2. Väävelhape: 0,05 mol/l

▼B

4.3. Naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,1 M

4.4. Väävelhappe lahus, ligikaudu 30 (massi-/mahu)protsenti H_2SO_4, ammoniaagivaba

4.5. Vesinikuga taandatud rauapulber (ettenähtud rauakogus peab taandama vähemalt 0,05 g nitraatlämmastikku)

4.6. Naatriumhüdroksiidi lahus, ligikaudu 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniaagivaba

4.7. *Indikaatorlahused*

4.7.1. Segaindikaator

Lahus A: 1 g metüülpunast lahustatakse 37 ml 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahuses ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Lahus B: 1 g metüleensinist lahustatakse vees ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Segatakse kokku üks mahuosa lahust A ja kaks mahuosa lahust B.

See indikaator on happelises lahuses lilla, neutraalses lahuses hall ja leeliselises lahuses roheline. Segaindikaatorit lisatakse 0,5 ml (10 tilka).

4.7.2. Metüülpunasest valmistatud indikaatorlahus

0,1 g metüülpunast lahustatakse 50 ml 95 % etanoolis. Täiendatakse veega 100 millilliitrini ja segatakse.

Seda indikaatorit (4–5 tilka) võib kasutada eespool kirjeldatud indikaatori asemel.

4.8. Keemistsentritena kasutatavad pimssgraanulid, pestud vesinikkloriidhappega ja kaltsineeritud

4.9. Naatriumnitraat, analüüsipuhas

▼B

5. **Seadmed**

Vt meetod 2.1 “Ammooniumlämmastiku määramine”.

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1 “Uuritava proovi ettevalmistamine”.

7. **Analüüsiprotseduur**

7.1. *Lahuse valmistamine:*

vt meetod 2.1 “Ammooniumlämmastiku määramine”.

7.2. *Protseduur*

Vastuvõtukolbi pannakse täpselt 50 ml väävelhappe standardlahust, nagu on ette nähtud tabelis 1 (meetod 2.1), ja lisatakse vajalik kogus indikaatorlahust 4.7.1 või 4.7.2. Jahuti pikendusotsaku tipp peab asetsema allpool vastuvõtukolvis oleva väävelhappe standardlahuse pinda.

Destillatsioonikolbi kantakse mahtpipeti abil selge lahuse alikvoot, mille maht on ette nähtud tabelis 1 (variant a, meetod 2.1). Lisatakse 350 ml vett, 20 ml 30 % väävelhappe lahust (4.4), segatakse ja lisatakse 5 g taandatud rauda (4.5). Kolvi kaela pestakse mõne milliliitri veega ja asetatakse kolvi kaela väike pika toruga lehter. Kuumutatakse tund aega keeval veevannil ja seejärel pestakse lehtri toru mõne milliliitri veega.

Vältides ammoniaagi kadu, lisatakse destillatsioonikolbi 50 ml kontsentreeritud naatriumhüdroksiidi lahust (4.6); juhul kui uuritava proovi lahustamiseks kasutati 20 ml vesinikkloriidhapet (1 + 1) (4.1), on lisatava kontsentreeritud naatriumhüdroksüüdi (4.6) maht 60 ml. Ühendatakse destillatsiooniseadme osad. Ammoniaak destilleeritakse meetodi 2.1 puhul ettenähtud protseduuri kohaselt.

7.3. *Pimekatse*

Samades tingimustes tehakse pimekatse (ilma proovita) ja saadud tulemust kasutatakse lõpptulemuse arvutamisel.

7.4. *Kontrollkatse*

Enne analüüsi tegemist kontrollitakse, kas destillatsiooniseade töötab nõuetekohaselt ja kas meetodit rakendatakse õigesti, kasutades selleks naatriumnitraadi (4.9) värskelt valmistatud lahuse alikvooti, mis sisaldab 0,045 kuni 0,050 g lämmastikku.

8. **Tulemuste äljendamine**

Analüüsi tulemus väljendatakse nitraatlämmastiku või ammoonium- ja nitraatlämmastiku potsentides analüüsiks esitatud väetise massist.

Meetod 2.2.2

Nitraat- ja ammooniumlämmastiku määramine Arndi meetodil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks nitraat- ja ammooniumlämmastiku määramise protseduur, mille puhul kasutatakse taandamist Arndi meetodil (muudetud variandid a, b ja c).

2. **Rakendusala**

Vt meetod 2.2.1.

3. **Põhimõte**

Nitraadid ja nitritid taandatakse neutraalses vesilahuses magneesiumkloriidi ($MgCl_2$) juuresolekul ammoniaagiks, kasutades metallisulamit, mis sisaldab 60 % Cu ja 40 % Mg (Arndi sulam).

Ammoniaak destilleeritakse ja määratakse selle saagis teadaoleva mahuga väävelhappe standardlahuses. Selleks tiitritakse väävelhappe liig tagasi naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahusega.

▼B

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi, mis ei sisalda süsihappegaasi ega lämmastikuühendeid.

4.1. Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus: ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa HCl (d_{20} = 1,18 g/ml)

▼M4

4.2. Väävelhape: 0,05 mol/l

4.3. Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,1 mol/l — variandi a puhul

4.4. Väävelhape: 0,1 mol/l

4.5. Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,2 mol/l — variandi b puhul (vt märkus 2, meetod 2.1)

4.6. Väävelhape: 0,25 mol/l

4.7. Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,5 mol/l — variandi c puhul (vt märkus 2, meetod 2.1)

▼B

4.8. Naatriumhüdroksiidi lahus: ligikaudu 2 M

4.9. Arndi sulam, analüüsipuhas: pulber, mis läbib 1 mm^2 avadega sõela

4.10. *Magneesiumkloriidi lahus, 20 %:*

200 g magneesiumkloriidi ($MgCl_2 . 6H_2O$) lahustatakseligikaudu 600–700 ml vees üheliitrilises seisukolvis. Vahu vältimiseks lisatakse 15 g magneesiumsulfaati($MgSO_4. 7H_2O$).

Pärast lahustumist lisatakse 2 g magneesiumoksiidi ja mõned pimmskivigraanulid ning ja kontsentreeritakse suspensioon 200 milliliitrini keetmise abil, tõrjudes reaktiividest välja võimalikud ammoniaagi jäljed. Jahutatakse, täiendatakse maht ühe liitrini ja filtreeritakse.

4.11. *Indikaatorlahused.*

4.11.1. Segaindikaator

Lahus A: 1 g metüülpunast lahustatakse 37 ml 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahuses ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Lahus B: 1 g metüleensinist lahustatakse vees ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Segatakse kokku üks mahuosa lahust A ja kaks mahuosa lahust B.

See indikaator on happelises lahuses lilla, neutraalses lahuses hall ja leeliselises lahuses roheline. Segaindikaatorit lisatakse 0,5 ml (10 tilka).

4.11.2. Metüülpunasest valmistatud indikaatorlahus

0,1 g metüülpunast lahustatakse 50 ml 95 % etanoolis. Täiendatakse veega 100 ml-ni ja vajaduse korral filtreeritakse. Seda indikaatorit (4–5 tilka) võib kasutada eespool kirjeldatud indikaatori asemel.

4.11.3. Kongo punasest valmistatud indikaatorlahus

3 g kongo punast lahustatakse 1 liitris soojas veesja vajaduse korral filtreeritakse pärast jahutamist. Happeliste ekstraktide neutraliseerimise puhul enne destilleerimist võib seda indikaatorit kasutada eespool kirjeldatud kahe indikaatori asemel, lisades 0,5 ml indikaatorlahust 100 ml neutraliseeritava vedeliku koht.

4.12. Keemistsentritena kasutatavad pimssgraanulid, pestud vesinikkloriidhappega ja kaltsineeritud

4.13. Naatriumnitraat, analüüsipuhas

▼B

5. **Seadmed**

Vt meetod 2.1. “Ammooniumlämmastiku määramine”.

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Analüüsiprotseduur**

7.1. *Uuritava lahuse valmistamine:*

vt meetod 2.1. “Ammooniumlämmastiku määramine”.

7.2. *Lahuse analüüs*

Vastuvõtukolbi pannakse tabelis 1 (meetod 2.1) ettenähtud ja valitud variandile vastav täpselt mõõdetud kogus väävelhappe standardlahust. Lisatakse vajalik kogus indikaatorlahust (4.11.1 või 4.11.2) ja pärast seda piisavalt vett, nii et lahuse maht oleks vähemalt 50 ml. Jahuti pikendusotsaku tipp peab asetsema allpool lahuse pinda.

Mahtpipeti abil mõõdetakse tabeli 1 kohaselt selge lahuse alikvoot ja pannakse see destillatsioonikolbi.

Lisatakse nii palju vett, et lahuse maht oleks ligikaudu 350 ml (vt märkus 1), 10 g Arndi sulamit (4.9), 50 ml magneesiumkloriidi lahust (4.10) ja mõned pimsskivi graanulid (4.12). Kolb ühendatakse viivitamata destillatsiooniseadmega. Kuumutatakse nõrgalt 30 minutit. Seejärel kuumutatakse tugevamini, nii et algab ammoniaagi destillatsioon. Destilleeritakse umbes tund aega. Pärast seda peab destillatsioonikolbi jääma siirupjas jääk. Pärast destilleerimist tiitritakse vastuvõtukolvis olev happe liigkogus tagasi meetodi 2.1 puhul ettenähtud protseduuri kohaselt.

Märkus 1

Juhul kui proovilahus on happeline (proovi lahustamiseks on lisatud 20 ml HCl (4.1)), neutraliseeritakse uuritav alikvoot järgmiselt. Destillatsioonikolbi, milles on uuritav alikvoot, lisatakse ligikaudu 250 ml vett, vajalik kogus ühte indikaatorit (4.11.1, 4.11.2 või 4.11.3), ja loksutatakse hoolikalt.

Neutraliseeritakse 2 M naatriumhüdroksiidi lahusega (4.8) ja hapestatakse uuesti ühe tilga vesinikkloriidhappega (4.1). Protseduuri jätkatakse punkti 7.2 teise lõigu kohaselt.

7.3. *Pimekatse*

Samades tingimustes tehakse pimekatse (ilma proovita) ja saadud tulemust kasutatakse lõpptulemuse arvutamisel.

▼M4

7.4. *Kontrollkatse*

Enne analüüsimist tuleb kontrollida, kas seadmed töötavad nõuetekohaselt ja kas meetodit rakendatakse õigesti, kasutades selleks otstarbeks värskelt valmistatud naatriumnitraadi lahuse alikvootset osa (4.13), mis sisaldab olenevalt valitud variandist 0,050–0,150 g nitraatlämmastikku.

▼B

8. **Tulemuste väljendamine**

Vt meetod 2.2.1.

Meetod 2.2.3

Nitraat- ja ammooniumlämmastiku määramine Devarda meetodil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks nitraat- ja ammooniumlämmastiku määramise protseduur, mille puhul kasutatakse taandamist Devarda meetodil (muudetud variandid a, b ja c).

2. **Rakendusala**

Vt meetod 2.2.1.

▼B

3. **Põhimõte**

Nitraadid ja nitritid taandatakse tugevalt leeliselises lahuses ammoniaagiks, kasutades metallisulamit, mis sisaldab 45 % Al, 5 % Zn ja 50 % Cu (Devarda sulam). Ammoniaak destilleeritakse ja määratakse selle saagis teadaoleva mahuga väävelhappe standardlahuses. Selleks tiitritakse väävelhappe liig tagasi naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahusega.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi, mis ei sisalda süsihappegaasi ega lämmastikuühendeid.

4.1. Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus: ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa HCl (d_{20} = 1,18 g/ml)

▼M4

4.2.	Väävelhape: 0,05 mol/l	variandi a puhul
4.3.	Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,1 mol/l	
4.4.	Väävelhape: 0,1 mol/l	variandi b puhul (vt märkus 2, meetod 2.1)
4.5.	Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,2 mol/	
4.6.	Väävelhape: 0,25 mol/l	variandi c puhul (vt märkus 2, meetod 2.1)
4.7.	Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,5 mol/l	

▼B

4.8. *Devarda sulam, analüüsipuhas:*

pulber, mille osakestest 90–100 % läbib alla 0,25 mm^2 avadega sõela ja 50–75 % alla 0,075 mm^2 avadega sõela.

Soovitatav on kasutada pudelitesse pakendatud sulamit, ühe pakendi mass kuni 100 g.

4.9. Naatriumhüdroksiidi lahus, ligikaudu 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniaagivaba

4.10. *Indikaatorlahused*

4.10.1. Segaindikaator

Lahus A: 1 g metüülpunast lahustatakse 37 ml 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahuses ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Lahus B: 1 g metüleensinist lahustatakse vees ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Segatakse kokku üks mahuosa lahust A ja kaks mahuosa lahust B.

See indikaator on happelises lahuses lilla, neutraalses lahuses hall ja leeliselises lahuses roheline. Segaindikaatorit lisatakse 0,5 ml (10 tilka).

4.10.2. Metüülpunasest valmistatud indikaatorlahus

0,1 g metüülpunast lahustatakse 50 ml 95 % etanoolis. Täiendatakse veega 100 ml-ni ja vajaduse korral filtreeritakse.

Seda indikaatorit (4–5tilka) võib kasutada eespool kirjeldatud indikaatori asemel.

4.11. Etanool, 95–96 %.

4.12. Naatriumnitraat, analüüsipuhas

5. **Seadmed**

Vt meetod 2.1.

▼B

5.1. Destillatsiooniseade, mis koosneb vajaliku mahutavusega ümarkolvist ja destillatsioonitoru ning tilgapüüduri kaudu ümarkolviga ühendatud jahutist ning mille vastuvtukolb on ammoniaagi kadude vältimiseks varustatud ammoniaagipüüduriga.

Kõnesolevaks määramiseks ettenähtud destillatsiooniseadme ehituse kõik üksikasjad on esitatud joonisel 5.

5.2. Pipetid, 10, 20, 25, 50, 100 ja 200 ml

5.3. Mõõtekolb, 500 ml

5.4. Pöördloksuti, 35–40 pööret minutis

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Uuritava lahuse valmistamine:*

vt meetod 2.1 “Ammooniumlämmastiku määramine”.

7.2. *Lahuse analüüs*

Uuritava lahuse alikvoodis sisalduva lämmastiku kogus ei tohi ületada tabelis 1 kindlakmääratud maksimaalset kogust.

Vastuvõtukolbi pannakse tabelis 1 kindlaksmääratud ja valitud variandile vastav täpselt mõõdetud kogus väävelhappe standardlahust. Lisatakse vajalik kogus indikaatorlahust (4.10.1 või 4.10.2) ja pärast seda piisavalt vett, nii et lahuse maht oleks 50 ml. Jahuti pikendusotsaku tipp peab asetsema allpool lahuse pinda. Ammoniaagipüüdur täidetakse destilleeritud veega.

Mahtpipeti abil mõõdetakse tabelis 1 (meetod 2.1) ettenähtud selge lahuse alikvoot ja pannakse see destillatsioonikolbi.

Destillatsioonikolbi lisatakse nii palju vett, et lahuse maht oleks 250–300 ml, 5 ml etanooli (4.11) ja 4 g Devarda sulamit (vt märkus 2).

Vältides ammoniaagi kadu, lisatakse destillatsioonikolbi ligikaudu 30 ml 30 % naatriumhüdroksiidi lahust (4.9) ja seejärel, kui on tegemist happes lahustuva prooviga, lisatakse veel täiendav kogus naatriumhüdroksiidi lahust, mis on küllaldane uuritavas alikvoodis sisalduva vesinikkloriidhappe (4.1) neutraliseerimiseks. Destillatsioonikolb ühendatakse destillatsiooniseadmega ja kontrollitakse,et ühendused oleksid tihedad. Sisu segamiseks loksutatakse destillatsioonikolbi hoolikalt.

Kuumutatakse nõrgalt, nii et umbes poole tunni möödudes vesiniku eraldumine märgatavalt väheneb ja vedelik hakkab keema. Destilleerimist jätkatakse, kuumutades tugevamini, nii et umbes 30 minuti jooksul destilleeruks vähemalt 200 ml vedelikku (destilleerimine ei tohi kesta üle 45 minuti).

Kui destilleerimine on lõpetatud, lahutatakse vastuvõtukolb destillatsiooniseadmest ning pestakse hoolikalt pikendusotsakut ja barbotööri, kogudes pesuveed vastuvõtukolbi. Happe liig tiitritakse tagasi meetodi 2.1 puhul ettenähtud protseduuri kohaselt.

Märkus 2

Kaltsiumsoolade nagu kaltsiumnitraat ja kaltsiumammooniumnitraat olemasolu puhul tuleb enne destilleerimist ühe grammi uuritavas alikvoodis sisalduva proovi kohta lisada 0,700 g naatriumfosfaati (Na_2HPO_4) . $2H_2O$,selleks et vältida $Ca(OH)_2$ tekkimist.

7.3. *Pimekatse*

Samades tingimustes tehakse pimekatse (ilma proovita) ja saadud tulemust kasutatakse lõpptulemuse arvutamisel.

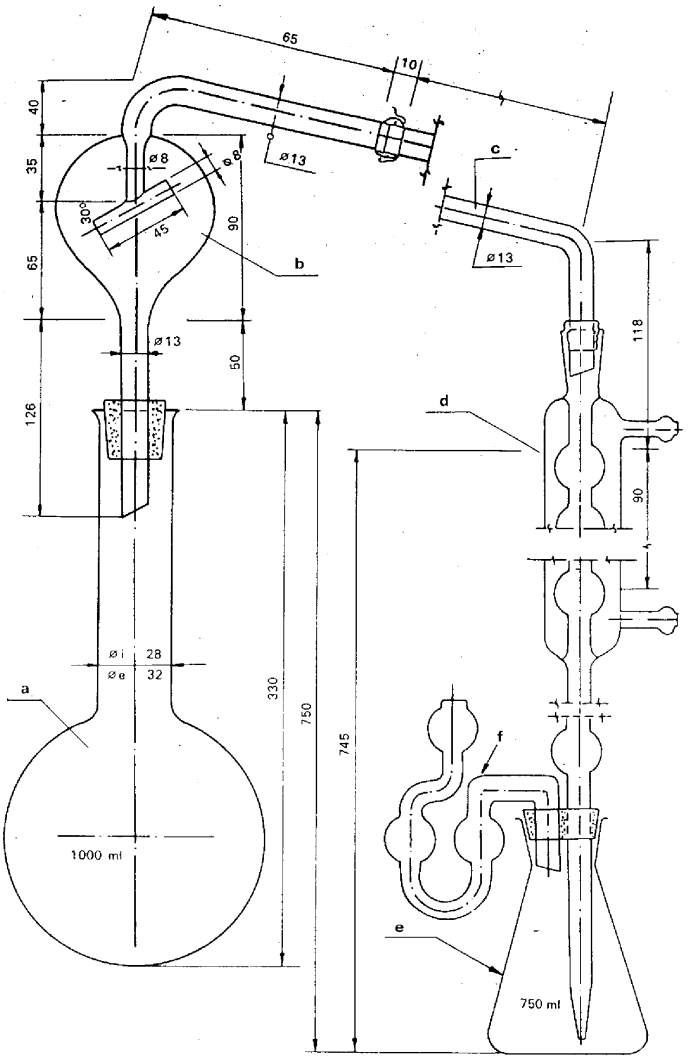
7.4. *Kontrollkatse*

Enne analüüsi tegemist kontrollitakse, kas destillatsiooniseade töötab nõuetekohaselt ja kas meetodit rakendatakse õigesti, kasutades selleks naatriumnitraadi (4.12) värskelt valmistatud lahuse alikvooti, mis sisaldab, olenevalt valitud variandist, 0,050–0,150 g nitraatlämmastikku.

▼B

8. **Tulemuste väljendamine**

Vt meetod 2.2.1.



Joonis 5

Joonise 5 selgitus

a) Pika kaela ja lehtersuudmega ümarkolb, 750 ml (1 000 ml).

b) Tilgapüüduriga destillatsioonitoru, millel on väljundotsas ümarlihv nr 18.

c) Painutatud allonž, millel on sisendotsas ümarlihv nr 18 (ümarlihvi asemel võib allonži ühendamiseks kasutada kummivoolikut) ja väljundotsas tilgakoonus.

d) Kuue ümarlaiendiga jahuti, mille pikendusotsak on viidud läbi barbotööriga varustatud kummikorgi.

e) Vastuvõtukolb, 750 ml.

f) Barbotöör ammoniaagi kadude vältimiseks.

Detailid on valmistatud boorsilikaatklaasist.

▼B

Meetod 2.3

Üldlämmastiku määramine.

Meetod 2.3.1

Üldlämmastiku määramine kaltsiumtsüaanamiidis, mis ei sisalda nitraate

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks üldlämmastiku määramise protseduur kaltsiumtsüaanamiidis, mis ei sisalda nitaate

2. **Rakendusala**

Meetodit rakendatakse ainult nitraadivaba kaltsiumtsüaanamiidi puhul.

3. **Põhimõte**

Pärast mineraliseerimist Kjeldahli meetodil tõrjutakse ammooniumvormi viidud lämmastik välja naatriumhüdroksiidi abil, kogutakse väävelhappe standardlahusesse ja määratakse.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi, mis ei sisalda süsihappegaasi ja lämmastikuühendeid.

4.1. Lahjendatid väävelhape (d_{20} = 1,54 g/ml): ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa väävelhapet (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. Kaaliumsulfaat, analüüsipuhas

4.3. Vaskoksiid (CuO): 0,3–0,4 g iga määramise kohta või ekvivalentne kogus vasksulfaatpentahüdraati ($CuSO_4 . 5H_2O$, 0,95–1,25 g iga määramise kohta).

4.4. Naatriumhüdroksiidi lahus, ligikaudu 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniaagivaba

▼M4

4.5. Väävelhape: 0,05 mol/l

4.6. Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,1 mol/l

} variandi a puhul (vt meetod 2.1)

4.7. Väävelhape: 0,1 mol/l

4.8. Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,2 mol/l

} variandi b puhul (vt märkus 2, meetod 2.1)

4.9. Väävelhape: 0,25 mol/l

4.10. Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,5 mol/l

} variandi c puhul (vt märkus 2, meetod 2.1)

▼B

4.11. *Indikaatorlahused*

4.11.1. Segaindikaator

Lahus A: 1 g metüülpunast lahustatakse 37 ml 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahuses ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Lahus B: 1 g metüleensinist lahustatakse vees ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Segatakse kokku üks mahuosa lahust A ja kaks mahuosa lahust B.

See indikaator on happelises lahuses lilla, neutraalses lahuses hall ja leeliselises lahuses roheline. Segaindikaatorit lisatakse 0,5 ml (10 tilka).

▼B

4.11.2. Metüülpunasest valmistatud indikaatorlahus

0,1 g metüülpunast lahustatakse 50 ml 95 % etanoolis ja lahuse maht täiendatakse veega 100 milliliitrini. Vajaduse korral filtreeritakse. Seda indikaatorit (4–5 tilka) võib kasutada eespool kirjeldatud indikaatori asemel.

4.12. Keemistsentritena kasutatavad pimssgraanulid, pestud vesinikkloriidhappega ja kaltsineeritud

4.13. Kaaliumtiotsüanaat, analüüsipuhas

5. **Seadmed**

5.1. Destillatsiooniseade: vt meetod 2.1. "Ammooniumlämmastiku määramine".

5.2. Pika kaelaga Kjeldahli kolb, vajaliku mahutavusega

5.3. Pipetid, 50, 100 ja 200 ml

5.4. Mõõtekolb, 250 ml

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Uuritava lahuse valmistamine*

Kaalutakse 1 g proovi täpsusega 0,001 g ja asetatakse kaalutis Kjeldahli kolbi. Lisatakse 50 ml lahjendatud väävelhapet (4.1), 10–15 g kaaliumsulfaati (4.2) ja ettenähtud katalüsaator (4.3). Kuumutatakse aeglaselt vee eemaldamiseks, keedetakse tasa kaks tundi, lastakse jahtuda ja lahjendatakse 100–150 ml veega. Jahutatakse uuesti, kantakse suspensioon kvantitatiivselt üle 250 ml mõõtekolbi, täiendatakse veega mahumärgini, loksutatakse ja filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva kolbi.

7.2. *Lahuse analüüs*

Vastavalt valitud variandile (vt meetod 2.1), kantakse 50, 100 või 200 ml saadud lahust pipeti abil destillatsioonikolbi, lisatakse NaOH lahust (4.4) sellises koguses, et NaOH oleks suures liias, ja destilleeritakse ammoniaak meetodi 2.1 puhul kirjeldatu kohaselt.

7.3. *Pimekatse*

Samades tingimustes tehakse pimekatse (ilma proovita) ja saadud tulemust kasutatakse lõpptulemuse arvutamisel.

7.4. *Kontrollkatse*

Enne analüüsi tegemist kontrollitakse, kas destillatsiooniseade töötab nõuetekohaselt ja kas meetodit rakendatakse õigesti, kasutades selleks kaaliumtiotsüanaadi (4.13) värskelt valmistatud standardlahuse alikvooti, mille lämmastikusisaldus on ligikaudu sama, nagu proovilahusel.

8. **Arvutuseeskiri**

Analüüsi tulemused väljendatakse analüüsiks esitatud proovis sisalduva lämmastiku (N) protsentides.

Variant a: % N = (50 – A) × 0,7

Variant b: % N = (50 – A) × 0,7

Variant c: % N = (35 – A) × 0,875

Meetod 2.3.2

Üldlämmastiku määramine kaltsiumtsüaanamiidis, mis sisaldab nitraate

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks üldlämmastiku määramise protseduur kaltsiumtsüaanamiidis.

▼B

2. **Rakendusala**

Meetodit rakendatakse nitraate sisaldava kaltsiumtsüaanamiidi puhul.

3. **Põhimõte**

Nitraate sisaldava kaltsiumtsüaanamiidi puhul ei saa Kjeldahli meetodit otse rakendada. Sellepärast taandatakse enne mineraliseerimist Kjeldahli meetodil nitraatlämmastik ammooniumiks metallilise raua ja tina(II)kloriidi abil.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi, mis ei sisalda süsihappegaasi ja lämmastikühendeid.

4.1. Väävelhape (d_{20} = 1,84 g/ml).

4.2. Pulbriline raud, taandatud vesinikuga

4.3. Kaaliumsulfaat, peen pulber, analüüsipuhas

▼M4

4.4.	Väävelhape: 0,05 mol/l	variandi a puhul (vt meetod 2.1)
4.5.	Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,1 mol/l	
4.6.	Väävelhape: 0,1 mol/l	variandi b puhul (vt märkus 2, meetod 2.1)
4.7.	Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,2 mol/l	
4.8.	Väävelhape: 0,25 mol/l	variandi c puhul (vt märkus 2, meetod 2.1)
4.9.	Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,5 mol/l	

▼B

4.10. *Indikaatorlahused*

4.10.1. Segaindikaator

Lahus A: 1 g metüülpunast lahustatakse 37 ml 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahuses ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Lahus B: 1 g metüleensinist lahustatakse vees ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Segatakse kokku üks mahuosa lahust A ja kaks mahuosa lahust B.

See indikaator on happelises lahuses lilla, neutraalses lahuses hall ja leeliselises lahuses roheline. Segaindikaatorlahust lisatakse 0,5 ml (10 tilka).

4.10.2. Metüülpunasest valmistatud indikaatorlahus

0,1 g metüülpunast lahustatakse 50 ml 95 % etanoolis, lahuse maht täiendatakse veega 100 milliliitrini ja vajaduse korral filtreeritakse. Seda indikaatorit (4–5 tilka) võib kasutada eespool kirjeldatud indikaatori asemel.

4.11. *Tina(II)kloriidi lahus*

120 g $SnCl_2 . 2H_2O$ lahustatakse 400 ml kontsentreeritud kloorvesinikhappes (d_{20} = 1,18 g/ml) ja lahuse maht täiendatakse veega ühe liitrini. Lahus valmistatakse vahetult enne kasutamist ja ta peab olema täiesti selge. Tina(II)kloriidi taandamisvõimet on vaja kontrollida..

M ä r k u s

0,5 g $SnCl_2 . 2H_2O$ lahustatakse 2 ml kontsentreeritud kloorvesinikhappes (d_{20} = 1,18 g/ml) ja lahuse maht täiendatakse veega 50 milliliitrini.Lisatakse 5 g Rochelle'i soola (kaaliumnaatriumtartraat) ja piisavalt analüüsipuhast naatriumvesinikkarbonaati, nii et lakmuspaberitest annaks leeliselise reaktsiooni.

▼B

Tiitritakse 0,1 M joodi lahusega tärklise (indikaator) juuresolekul.

1 ml 0,1 M joodi lahust vastab 0,01128 g $SnCl_2 . 2H_2O$-le.

Selliselt valmistatud lahuses olevast tinast peab vähemalt 80 % olema kahevalentses vormis. Tiitrimiseks peab kuluma vähemalt 35 ml 0,1 M joodi lahust.

4.12. Naatriumhüdroksiidi lahus, ligikaudu 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniaagivaba

4.13. *Kaaliumnitraadi-ammooniumulfaadi standardlahus*

Kaalutakse 2,5 g analüüsipuhast kaaliumnitraati ja 10,16 g analüüsipuhast ammooniumsulfaati ja pannakse kaalutised 250 ml mõõtekolbi. Kaalutised lahustatakse vees ja lahuse maht täiendatakse 250 milliliitrini. 1 ml saadud lahust sisaldab 0,01 g lämmastikku.

4.14. Keemistsentritena kasutatavad pimssgraanulid, pestud vesinikkloriidhappega ja kaltsineeritud

5. **Seadmed**

Vt meetod 2.3.1.

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Lahuse valmistamine*

Kaalutakse 1 g proovi täpsusega 0,001 g ja asetatakse kaalutis Kjeldahli kolbi. Lisatakse 0,5 g rauapulbrit (4.2) ja 50 ml tina(II)kloriidi lahust (4.11), segatakse ning jäetakse seisma pooleks tunniks. Seismise ajal korratakse segamist 10 ja 20 minuti pärast. Seejärel lisatakse 10 g kaaliumsulfaati (4.3) ja 30 ml väävelhapet (4.1). Lahus aetakse keema ja pärast valgete aurude ilmumist jätkatakse keetmist veel tund aega. Seejärel lastakse jahtuda ja lahjendatakse 100–150 ml veega. Suspensoon kantakse kvantitatiivselt üle 250 ml mõõtekolbi, jahutatakse, täiendatakse veega mahumärgini, segatakse ja filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva nõusse. Meetodi 2.1 puhul ettenähtud variantide a, b või c rakendamisks võib suspensiooni ülesifoonimise asemel destilleerida seda lahust otse pärast seda, kui on lisatud küllaldase liiaga naatriumhüdroksiidi (4.12).

7.2. *Lahuse analüüs*

Vastavalt meetodi 2.1 puhul ettenähtud variandile a, b või c, kantakse destillatsioonikolbi üle 50, 100 või 200 ml saadud lahust. Ammoniaak destilleeritakse meetodi 2.1 puhul kirjeldatud protseduuri kohaselt, kusjuures jälgitakse, et destillatsioonikolbi oleks lisatud piisav kogus naatriumhüdroksiidi lahust (4.12), nii et oleks tagatud suur liig.

7.3. *Pimekatse*

Samades tingimustes tehakse pimekatse (ilma proovita) ja saadud tulemust kasutatakse lõpptulemuse arvutamisel.

7.4. *Kontrollkatse*

Enne analüüsi tegemist kontrollitakse, kas destillatsiooniseade töötab nõuetekohaselt ja kas meetodit rakendatakse õigesti, kasutades selleks standardlahust (4.13), mis sisaldab ammoonium- ja nitraatlämmastikku kogustes, mis on võrreldavad nitraadilisandiga kaltsiumtsüaanamiidis leiduva tsüaanamiidlämmastiku ja nitraatlämmastiku kogustega.

Selleks pannakse Kjeldahli kolbi 20 ml standardlahust (4.13).

Tehakse analüüs punktides 7.1 ja 7.2 kirjeldatud protseduuri kohaselt.

8. **Arvutuseeskiri**

Analüüsi tulemused väljendatakse analüüsiks esitatud väetises sisalduva üldlämmastiku (N) protsentides.

Variant a: % N = (50 – A) × 0,7

Variant b: % N = (50 – A) × 0,7

Variant c: % N = (35 – A) × 0,875

▼B

Meetod 2.3.3

Üldlämmastiku määramine karbamiidis

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks üldlämmastiku määramise protseduur karbamiidis.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse ainult karbamiidväetiste puhul, mis ei sisalda nitraate.

3. **Põhimõte**

Karbamiid muudetakse kvantitatiivselt ammoniaagiks keetmise abil väävelhappe juuresolekul. Saadud ammoniaak destilleeritakse leeliselisest keskkonnast ja destillaat kogutakse väävelhappe standardlahusesse, mida võetakse liiaga. Happe liig tiitritakse tagasi leelise standardlahuse abil.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi, mis ei sisalda süsihappegaasi ja lämmastikuühendeid.

4.1. Väävelhape, kontsentreeritud (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. Naatriumhüdroksiidi lahus, ligikaudu 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniaagivaba

▼M4

4.3.	Väävelhape: 0,05 mol/l	variandi a puhul (vt meetod 2.1)
4.4.	Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,1 mol/l	
4.5.	Väävelhape: 0,1 mol/l	variandi b puhul (vt märkus 2, meetod 2.1)
4.6.	Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,2 mol/l	
4.7.	Väävelhape: 0,25 mol/l	variandi c puhul (vt märkus 2, meetod 2.1).
4.8.	Karbonaadivaba naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,5 mol/l	

▼B

4.9. *Indikaatorlahused*

4.9.1. Segaindikaator

Lahus A: 1 g metüülpunast lahustatakse 37 ml 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahuses ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Lahus B: 1 g metüleensinist lahustatakse vees ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Segatakse kokku üks mahuosa lahust A ja kaks mahuosa lahust B.

See indikaator on happelises lahuses lilla, neutraalses lahuses hall ja leeliselises lahuses roheline. Segaindikaatorit lisatakse 0,5 ml (10 tilka).

4.9.2. Metüülpunasest valmistatud indikaatorlahus

0,1 g metüülpunast lahustatakse 50 ml 95 % etanoolis ja lahuse maht täiendatakse veega 100 milliliitrini. Vajaduse korral filtreeritakse. Seda indikaatorit (4–5 tilka) võib kasutada eespool kirjeldatud indikaatori asemel.

4.10. Keemistsentritena kasutatavad pimssgraanulid, pestud vesinikkloriidhappega ja kaltsineeritud

4.11. Karbamiid, analüüsipuhas

▼B

5. **Seadmed**

5.1. Destillatsiooniseade: vt meetod 2.1. "Ammooniumlämmastiku määramine".

5.2. Mõõtekolb, 500 ml

5.3. Pipetid, 25, 50 ja 200 ml

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Lahuse valmistamine*

Kaalutakse 2,5 g uuritavat proovi täpsusega 0,001 g, pannakse kaalutis 300 ml Kjeldahli kolbi ja lisatakse 20 ml vett. Lisatakse, lahust segades, 20 ml kontsentreeritud väävelhapet (4.1) ja mõned klaashelmed keemistsentriteks. Vedeliku ülepurskamise vältimiseks asetatakse kolvi kaela pika toruga klaaslehter. Alguses kuumutatakse aeglaselt, pärast seda tugevamalt kuni valgete aurude ilmumiseni (30–40 minutit).

Seejärel jahutatakse ja lahjendatakse 100–150 ml veega. Lahus kantakse kvantitatiivselt üle 500 ml mõõtekolbi, kusjuures, kui esineb sade, visatakse see ära. Lastakse jahtuda toatemperatuurini. Täiendatakse veega mahumärgini, segatakse ja filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva nõusse.

7.2. *Lahuse analüüs*

Vastavalt valitud variandile (vt meetod 2.1), kantakse 25, 50 või 100 ml saadud lahust mahtpipeti abil destillatsioonikolbi. Lisatakse NaOH lahust, d_{20} = 1,33 g/ml, (4.4) sellises koguses, et NaOH oleks suures liias, ja destilleeritakse ammoniaak meetodi 2.1 puhul kirjeldatu kohaselt

7.3. *Pimekatse*

Samades tingimustes tehakse pimekatse (ilma proovita) ja saadud tulemust kasutatakse lõpptulemuse arvutamisel.

7.4. *Kontrollkatse*

Enne analüüsi tegemist kontrollitakse, kas destillatsiooniseade töötab nõuetekohaselt ja kas meetodit rakendatakse õigesti, kasutades selleks karbamiidi (4.11) värskelt valmistatud lahuse alikvooti.

8. **Arvutuseeskiri**

Analüüsi tulemused väljendatakse analüüsiks esitatud proovis sisalduva lämmastiku (N) protsentides.

Variant a: % N = (50 – A) × 1,12

Variant b: % N = (50 – A) × 1,12

Variant c: % N = (35 – A) × 1,40

Meetod 2.4

Tsüaanamiidlämmastiku määramine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks tsüaanamiidlämmastiku määramise protseduur.

2. **Rakendusala**

Meetodit rakendatakse kaltsiumtsüaanamiidi ja tsüaanamiid/nitraatsegude puhul.

3. **Põhimõte**

Tsüaanamiidvormis esinev lämmastik sadestatakse hõbedakompleksina ja saadud sademes määratakse lämmastik Kjeldahli meetodil.

▼B

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi, mis ei sisalda süsihappegaasi ja lämmastikühendeid.

4.1. Jää-äädikhape

4.2. Ammooniumhüdroksiidi lahus, 10 massiprotsenti NH_3 (d_{20} = 0,96 g/ml)

4.3. *Ammooniumhüdroksiidi-hõbenitraadi lahus (Tollensi lahus)*

500 ml 10 % hõbenitraadi ($AgNO_3$) vesilahust segatakse 500 ml 10 % ammooniumhüdroksiidi lahusega (4.2).

Välditakse lahuse mittevajalikku kokkupuudet valguse, soojuse ja õhuga. Harilikult säilib lahus neli aastat. Kui lahus on selge,vastab reaktiivi kvaliteet nõuetele.

4.4. Väävelhape, kontsentreeritud (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.5. Kaaliumsulfaat, analüüsipuhas

4.6. Vaskoksiid (CuO), 0,3–0,4 g iga määramise kohta või ekvivalentne kogus vasksulfaatpentahüdraati ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$), 0,95–1,25 g iga määramise kohta).

4.7. Naatriumhüdroksiidi lahus, ligikaudu 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniaagivaba

▼M4

4.8. Väävelhape: 0,05 mol/l

▼B

4.9. Naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,1 M

4.10. *Indikaatorlahused*

4.10.1. Segaindikaator

Lahus A: 1 g metüülpunast lahustatakse 37 ml 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahuses ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Lahus B: 1 g metüleensinist lahustatakse vees ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Segatakse kokku üks mahuosa lahust A ja kaks mahuosa lahust B.

See indikaator on happelises lahuses lilla, neutraalses lahuses hall ja leeliselises lahuses roheline. Segaindikaatorit lisatakse 0,5 ml (10 tilka).

4.10.2. Metüülpunasest valmistatud indikaatorlahus

0,1 g metüülpunast lahustatakse 50 ml 95 % etanoolis ja lahuse maht täiendatakse veega 100 milliliitrini. Vajaduse korral filtreeritakse. Seda indikaatorit (4–5 tilka) võib kasutada eespool kirjeldatud indikaatori asemel.

4.11. Keemistsentritena kasutatavad pimssgraanulid, pestud vesinikkloriidhappega ja kaltsineeritud

4.12. Kaaliumtiotsüanaat, analüüsipuhas

5. **Seadmed**

5.1. Destillatsiooniseade: vt meetod 2.1. “Ammooniumlämmastiku määramine”.

5.2. Mõõtekolb (nt Stohmanni mõõtekolb), 500 ml

5.3. Pika kaelaga Kjeldahli kolb, vajaliku mahutavusega (300–500 ml)

5.4. Pipett, 50 ml

5.5. Pöördloksuti, 35–40 pööret minutis

6. **Valmistamine**

Vt meetod 1.

▼B

7. **Protseduur**

7.1. *Ettevaatusabinõud*

Ammooniumhüdroksiidi-hõbenitraadi lahuse kasutamisel tuleb kanda kaitseprille. Peab olema ettevaatlik, sest vedeliku pinnale tekib õhuke kile ja segamisel võib vedelikku välja pursata.

7.2. *Uuritava lahuse valmistamine*

Kaalutakse 2,5 g proovi täpsusega 0,001 g ja asetatakse kaalutis väikesesse uhmrisse. Kaalutis hõõrutakse kolm korda veega läbi ja valatakse iga kord vesi 500 ml Stohmanni mõõtekolbi (5.2). Proov kantakse kvanitatiivselt üle samasse 500 ml Stohmanni mõõtekolbi, pestes uhmrit, uhmrinuia ja lehtrit veega. Maht täendatakse ligikaudu 400 milliliitrini ja lisatakse 15 ml äädikhapet (4.1). Loksutatakse pöördloksutil (5.5) kaks tundi.

Maht täiendatakse veega 500 milliliitrini, segatakse ja filtreeritakse.

Analüüs tehakse võimalikult kiiresti.

7.3. *Lahuse analüüs*

250 ml keeduklaasi pannakse 50 ml filtraati.

Lisatakse ammooniumhüdroksiidi lahust (4.2) kuni nõrga leeliselise reaktsioonini ja seejärel 30 ml sooja ammooniumhüdroksiidi-hõbenitraadi lahust (4.3) kollase tsüaanamiidi hõbedakompleksi sadestamiseks.

Jäetakse seisma järgmise päevani, filtreeritakse ja pestakse sadet külma veega, kuni kogu ammoniaak on eemaldatud.

Niiske sademega filter pannakse Kjeldahli kolbi, lisatakse 10–15 g kaaliumsulfaati (4.5), ettenähtud kogus katalüsaatorit (4.6), 50 ml vett ja 25 ml kontsentreeritud väävelhapet (4.4).

Kolbi kuumutatakse aeglaselt, ettevaatlikult loksutades, kuni keemiseni. Seejärel kuumutatakse tugevamini ja keedetakse, kuni kolvi sisu muutub värvusetuks või heleroheliseks.

Keetmist jätkatakse tund aega ja lastakse kolvil seejärel jahtuda.

Vedelik kantakse Kjeldahli kolvist kvantitatiivselt üle destillatsioonikolbi, lisatakse mõned pimsskivigraanulid (4.11) keemistsentriteks ja vedeliku maht täiendatakse veega ligikaudu 350 milliliitrini. Segatakse ning lastakse lahusel jahtuda.

Lisatakse NaOH lahust (4.7) sellises koguses, et NaOH oleks suures liias, ja destilleeritakse ammoniaak meetodi 2.1 variandi a puhul kirjeldatu kohaselt.

7.4. *Pimekatse*

Samades tingimustes tehakse pimekatse (ilma proovita) ja saadud tulemust kasutatakse lõpptulemuse arvutamisel.

7.5. *Kontrollkatse*

Enne analüüsi tegemist kontrollitakse, kas destilleerimisseade töötab nõuetekohaselt ja kas meetodit rakendatakse õigesti, kasutades selleks kaaliumtiotsüanaadi (4.12) värskelt valmistatud standardlahuse alikvooti, milles on 0,05 g lämmastikku.

8. **Tulemuste väljendamine**

Analüüsi tulemused väljendatakse analüüsiks esitatud proovis sisalduva tsüaanamiidlämmastiku protsentides.

▼B

$$\% N = (50–A) \times 0,56$$

Meetod 2.5

Biureedi spektrofotomeetriline määramine karbamiidis

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks biureedi määramise protseduur karbamiidis.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse ainult karbamiidi puhul.

3. **Põhimõte**

Biureet ja kahevalentne vask moodustavad kaaliumnaatriumtartraadi juuresolekul leelselises keskkonnas lilla vase(II)-ühendi. Saadud lahuses mõõdetakse neelduvus ligikaudu 540 nm juures.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi, mis ei sisalda süsihappegaasi ja ammoniaaki. Käesoleva meetodi puhul on vee kvaliteet eriti oluline.

4.1. Metanool

▼M4

4.2. Väävelhappe lahus, ligikaudu 0,05 mol/l

▼B

4.3. Naatriumhüdroksiidi lahus, ligikaudu 0,1 M

4.4. *Kaaliumnaatriumtartraadi leeliseline lahus*

40 g naatriumhüdroksiidi lahustatakse 500 ml vees üheliitrises mõõtekolvis ja lastakse lahusel jahtuda. Lisatakse 50 g kaaliumnaatriumtartraati ($NaKC_4H_4O_6.4H_2O$).Täiendatakse mahumärgini ja jäetakse enne tarvitamist 24 tunniks seisma.

4.5. *Vasksulfaadi lahus*

15 g vasksulfaatpentahüdraati ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) lahustatakse 500 ml vees üheliitrises mõõtekolvis ja lastakse lahusel jahtuda. Täiendatakse mahumärgini.

4.6. *Biureedi standardlahus, valmistatakse vahetult enne analüüsi*

0,250 g puhast biureeti ([1]) lahustatakse vees 250 ml mõõtekolvis. Lahuse maht täiendatakse 250 milliliitrini. 1 ml saadud lahust sisaldab 0,001 g biureeti.

4.7. *Indikaatorlahus.*

0,1 g metüülpunast lahustatakse 50 ml 95 % etanoolis 100 ml mõõtekolvis ja lahuse maht täiendatakse veega 100 milliliitrini. Lahustumatut jäägi korral lahus filtreeritakse.

5. **Seadmed**

5.1. Spektromeeter või filtritega fotomeeter, mille tundlikkus ja täpsus võimaldavad saada reprodutseeritavaid mõõtmistulemusi läbilaskvuse (T) väärtustel alla 0,5 %. ([2])

5.2. Mõõtekolvid, 100, 250 ja 1 000 ml

5.3. Mõõtepipetid, 2, 5, 10, 20, 25 ja 50 ml või bürett, 25 ml, skaalajaotise väärtus 0,05 ml

5.4. Keeduklaas, 250 ml

([1]) Puhastamiseks pestakse biureeti kõigepealt 10 % ammooniumhüdroksiidi lahusega ja seejärel atsetooniga ning kuivatatakse vaakumis.

([2]) Vt punkt 9 “Liide”.

▼B

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Kaliibrimiskõvera saamine*

Seitsmesse 100 ml mõõtekolbi pannakse 0, 2, 5, 10, 20, 25 ja 50 ml alikvoodid biureedi standardlahust (4.6). ►M4 Lahuste mahtusid täiendatakse veega ligikaudu 50 milliliitrini, lisatakse üks tilk indikaatorit (4.7) ja vajaduse korral neutraliseeritakse 0,05 mol/l väävelhappega (4.2). ◄ Igasse mõõtekolbi lisatakse, lahust segades, 20 ml leeliselist kaaliumnaatriumtartraadi lahust (4.4) ja 20 ml vasksulfaadi lahust (4.5).

Märkus

Lahuste (4.4) ja (4.5) lisatavad kogused mõõdetakse kahe mõõtebüreti või, eelistatavalt, pipettide abil.

Lahuste mahud täendatakse destilleertud veega 100 milliliitrini, segatakse ja jäetakse seisma 15 minutiks 30 ± 2 °C juures.

Iga lahuse puhul mõõdetakse neelduvus sobiva optilise tee pikkusega küvetis lainepikkusel ligikaudu 546 nm, kusjuures võrdluslahusena kasutatakse biureedi nullsisaldusega standardlahust.

Ehitatakse kaliibrimiskõver, kandes neelduvused ordinaatteljele ja vastavad biureedi kogused milligrammides abstsissteljele.

7.2. *Uuritava lahuse ettevalmistamine*

Kaalutakse ligikaudu 1 g proovi 0,001 g täpsusega, lahustatakse kaalutis ligikaudu 150 ml vees 150 ml mõõtekolvis ja täiendatakse maht märgini. Vajaduse korral filtreeritakse.

Märkus 1

Juhul kui uuritav proov sisaldab üle 0,015 g ammooniumlämmastikku, lahustatakse kaalutis 50 milliliitris metanoolis (4.1) 250 ml keeduklaasis. Lahus aurutatakse kokku ligikaudu 25 milliliitrini, kantakse kvantitatiivselt üle 250 ml mõõtekolbi ja täiendatakse veega mahumärgini. Vajaduse korral filtreeritakse läbi kuiva kurdfiltri kuiva nõusse.

Märkus 2

Opalestsentsi kõrvaldamine Kui lahuses esineb kolloidosakesi, segab see filtreerimist. Sellisel juhul valmistatakse uuritav lahus järgmiselt. Uuritav kaalutis lahustatakse150 ml vees, lisatakse 2 ml 1 M vesinkkloriidhapet ja lahus filtreeritakse läbi kahe väga tiheda silefiltri 250 ml mõõtekolbi. Filtreid pestakse veega ja kolb täidetakse mahumärgini. Protseduuri jätkatakse punktis 7.3 “Määramine” kirjeldatud viisil.

7.3. *Määramine*

▼M4

Vastavalt eeldatavale biureedisisaldusele kantakse pipeti abil 100 ml mõõtekolbi üle 25 või 50 ml punktis 7.2 mainitud lahust ja, olenevalt vajadusest, neutraliseeritakse 0,05 mol/l või 0,1 mol/l reaktiiviga (4.2 või 4.3), kasutades indikaatorina metüülpunast; seejärel lisatakse samasuguse täpsusega nagu kaliibrimiskõvera saamise puhul, 20 ml leeliselist kaaliumnaatriumtartraadi lahust (4.4) ja 20 ml vaselahust (4.5). Mõõtekolb täidetakse mahumärgini, segatakse hoolikalt ja jäetakse seisma 15 minutiks 30 (± 2) °C juures.

▼B

Seejärel tehakse fotomeetrilised mõõtmised ja arvutatakse karbamiidis sisalduva biureedi kogus.

8. **Arvutuseeskiri**

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

kus:

C on kaliibrimiskõveralt leitud biureedi mass milligrammides ja

▼B

V on alikvoodi maht.

9. **Liide**

Kui Jo on kindla lainepikkusega monokromaatse kiirtekimbu intensiivsus enne valgust läbilaskva keha läbimist ja J on selle kiirtrkimbu intensiivsus pärast keha läbimist, siis:

— läbimistegur:

$$T = \frac{J}{Jo}$$

— läbipaistmatus:

$$O = \frac{Jo}{J}$$

— neelduvus:

$$E = \log O$$

,

— neelduvus optilise tee ühiku kohta:

$$k = \frac{E}{s}$$

— erineelduvustegur:

$$K = \frac{E}{C \times S}$$

kus:

s= kihi paksus sentimeetrites,

c= kontsentratsioon milligrammides milliliitri kohta,

k= Lambert-Beeri võrrandis esinev neeldumistegur, mis on iga aine puhul erinev.

Meetodid 2.6

Erinevate lämmastikuvormide määramine ühes ja samas proovis

Meetod 2.6.1

Erinevate lämmastikuvormide määramine ühes ja samas proovis väetiste korral, milles lämmastik esineb nitraat-, ammoonium-, karbamiid- või tsüaanamiidlämmastikuna

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks eri vormides esineva lämmastiku määramise protseduur mistahes muude lämmastikuvormide juuresolekul.

2. **Rakendusala**

Kõik I lisas ettenähtud väetised, milles lämmastik esineb eri vormides.

▼B

3. **Põhimõte**

3.1. *Lahustuvates ja lahustumatutes vormides esinev üldlämmastik*

Vastavalt standardväetiste nimekirjale (I lisa), on see määramisprotseduur rakendatav kaltsiumtsüaanamiidi sisaldavate toodete puhul.

3.1.1. Juhul kui väetises nitraate ei esine, mineraliseeritakse uuritav proov Kjeldahli meetodil otse.

3.1.2. Kui väetis sisaldab nitraate, mineraliseeritakse uuritav proov Kjeldahli meetodil pärast taandamist metallilise raua ja tina(II)kloriidiga.

Mõlemal juhul määratakse ammoniaak meetodi 2.1 kohaselt.

M ä r k u s

Juhul kui analüüsi tulemused näitavad, et lahustumatus vormis esineva lämmastiku sisaldus on üle 0,5 %, tehakse järeldus, et väetis sisaldab I lisas loetlemata lahustumatuid lämmastikuvorme.

3.2. *Lämmastiku lahustuvvormid*

Ühest ja samast uuritavast lahusest võetakse erinevad alikvoodid ja määratakse nende alusel järgmised sisaldused:

3.2.1. lahustuv üldlämmastik:

3.2.1.1. kui proov ei sisalda nitraate, mineraliseeritakse alikvoot Kjeldahli meetodil otse,

3.2.1.2. kui proov sisaldab nitraate, mineraliseeritakse lahuse alikvoot Kjeldahli meetodil pärast taandamist Ulshi meetodil. Mõlemal juhul määratakse ammoniaak meetodi 2.1 kohaselt;

3.2.2. lahustuva üldlämmastiku (välja arvatud nitraatlämmastik) määramise puhul eelneb mineraliseerimisele Kjeldahli meetodil nitraatlämmastiku eemaldamine raud(II)sulfaadi abil happelises keskkonnas, ammoniaak määratakse meetodi 2.1 kohaselt;

3.2.3. nitraatlämmastik määratakse vahena:

3.2.3.1. kui proov ei sisalda kaltsiumtsüaanamiidi, lahutatakse punkti 3.2.1.2 kohaselt saadud tulemusest tulemus 3.2.2 või lahutatakse lahustuvast üldlämmastikust (3.2.1.2) ammoooniumi lämmastiku ja karbamiidlämmastiku summa (3.2.4 + 3.2.5),

3.2.3.2. kui proov sisaldab kaltsiumtsüaanamiidi, lahutatakse punkti 3.2.1.2 kohaselt saadud tulemusest tulemus 3.2.2 või lahutatakse tulemusest 3.2.1.2 tulemuste summa 3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6;

3.2.4. ammooniumlämmastik:

3.2.4.1. kui proov sisaldab ainult ammooniumlämmastikku ja ammooniumpluss nitraatlämmastikku, kasutatakse meetodit 1,

3.2.4.2. kui proov sisaldab karbamiidlämmastikku ja/või tsüaanamiidlämmastikku, voolutatakse ammoniaak üle külmalt pärast nõrka leelistamist, kusjuures ammoniaak püütakse väävelhappe standardlahusesse ja määratakse meetodi 2.1 puhul kirjeldatud protseduuri abil.

3.2.5. karbamiidlämmastik:

3.2.5.1. karbamiidist saadakse ureaasi abil ammoniaak, mis tiitritakse vesinikkloriidhappe standardlahusega,

või

3.2.5.2. kasutatakse gravimeetrilist ksanthüdroolimeetodit: kuna kompleksväetistes on biureedi absoluutne sisaldus üldiselt väike, võib ilma suurema veata karbamiidlämmastiku sisalduse arvutamisel biureedi kaasasadestumist mitte arvestada,

või

3.2.5.3. hinnatakse sisaldust järgmises tabelis esitatud vahede põhjal:

▼B

Variant	Nitraat-lämmastik	Ammooniumlämmastik	Tsüaanamiidlämmastik	Vahe
1	Puudub	Esineb	Esineb	(3.2.1.1) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
2	Esineb	Esineb	Esineb	(3.2.2) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
3	Puudub	Esineb	Puudub	(3.2.1.1) – (3.2.4.2)
4	Esineb	Esineb	Puudub	(3.2.2) – (3.2.4.2)

3.2.6. tsüaanamiidlämmastik: sadestatakse hõbedaühendina ja sademes sisalduv lämmastik määratakse Kjeldahli meetodil.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

4.1. Kaaliumsulfaat, analüüsipuhas

4.2. Vesinikuga taandatud rauapulber (ettenähtud rauakogus peab taandama vähemalt 50 mg nitraatlämmastikku)

4.3. Kaaliumtiotsüanaat, analüüsipuhas

4.4. Kaaliumnitraat, analüüsipuhas

4.5. Ammooniumsulfaat, analüüsipuhas

4.6. Karbamiid, analüüsipuhas

4.7. Lahjendatud väävelhape (1: 1): ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa väävelhapet (d_{20} = 1,84 g/ml).

▼M4

4.8. Väävelhappe standardlahus: 0,1 mol/l

▼B

4.9. Kontsentreeritud naatriumhüdroksiidi lahus. Vesilahus, mis sisaldab ligikaudu 30 (massi-/mahu)protsenti NaOH, ammoniaagivaba

4.10. Naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahus: 0,2 M, karbonaadivaba

4.11. *Tina(II)kloriidi lahus*

120 g $SnCl_2 . 2H_2O$ lahustatakse 400 ml kontsentreeritud kloorvesinikhappes (d_{20} = 1,18 g/ml) ja lahuse maht täiendatakse veega ühe liitrini. Lahus valmistatakse vahetult enne kasutamist ja ta peab olema täiesti selge.

M ä r k u s

Tina(II)kloriidi taandamisvõimet on vaja kontrollida: 0,5 g $SnCl_2 . 2H_2O$ lahustatakse 2 ml kontsentreeritud kloorvesinikhappes (d_{20} = 1,18 g/ml) ja lahuse maht täiendatakse veega 50 milliliitrini. Lisatakse 5 g Rochelle'i soola (kaaliumnaatriumtartraat) ja piisavalt naatriumvesinikkarbonaati, nii et lakmuspaberitest annaks leeliselise reaktsiooni.

Tiitritakse 0,1 M joodi lahusega tärklise (indikaator) juuresolekul.

1 ml 0,1 M joodi lahust vastab 0,01128 g $SnCl_2 . 2H_2O$-le.

Selliselt valmistatud lahuses olevast tinast peab vähemalt 80 % olema kahevalentses vormis. Tiitrimiseks peab kuluma vähemalt 35 ml 0,1 M joodi lahust.

4.12. Väävelhape (d_{20} = 1,84 g/ml).

4.13. Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus: ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.14. Äädikhape: 96–100 %

4.15. Väävelhappe lahus, ligikaudu 30 (massi-/mahu)protsenti H_2SO_4

4.16. Raud(II)sulfaat: kristalliline, $FeSO_4 . 7H_2O$

▼M4

4.17. Väävelhappe standardlahus: 0,05 mol/l

▼B

4.18. Oktüülalkohol

4.19. Kaaliumkarbonaadi küllastunud lahus

4.20. Naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahus: 0,1 M, karbonaadivaba

4.21. Baariumhüdroksiidi küllastunud lahus

4.22. Naatriumkarbonaadi lahus: 10 (massi-/mahu)protsenti

4.23. Vesinikkloriidhape: 2 M

4.24. Vesinikkloriidhappe standardlahus: 0,1 M

4.25. *Ureaasi lahus*

0,5 g aktiivset ureaasi lahustatakse 100 ml destilleeritud vees. 0,1 M vesinikkloriidhappe (4.24) lisamise abil reguleeritakse lahuse pH väärtusele 5,4 (mõõdetakse pH-meetriga).

4.26. *Ksanthüdrool*

Etanooli või metanooli (4.31) baasil valmistatud 5 % lahus (mitte kasutada reaktiivi, mis sisaldab rohkesti lahustumatut materjali). Lahust võib säilitada kolm kuud õhutihedalt suletud pudelis pimedas kohas.

4.27. Vaskoksiid (CuO): 0,3–0,4 g iga määramise kohta või ekvivalentne kogus vasksulfaatpentahüdraati ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$, 0,95–1,25 g iga määramise kohta).

4.28. Keemistsentritena kasutatavad graanulid, pestud vesinikkloriidhappega ja kaltsineeritud

4.29. *Indikaatorlahused*

4.29.1. Lahus A: 1 g metüülpunast lahustatakse 37 ml 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahuses ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Lahus B: 1 g metüleensinist lahustatakse vees ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Segatakse kokku üks mahuosa lahust A ja kaks mahuosa lahust B.

See indikaator on happelises lahuses lilla, neutraalses lahuses hall ja leeliselises lahuses roheline. Segaindikaatorlahust lisatakse 0,5 ml (10 tilka).

4.29.2. Metüülpunasest valmistatud indikaatorlahus

0,1 g metüülpunast lahustatakse 50 ml 95 % etanoolis. Täiendatakse veega 100 ml-ni ja vajaduse korral filtreeritakse. Seda indikaatorit (4–5 tilka) võib kasutada eespool kirjeldatud indikaatori asemel.

4.30. *Indikaatorpaberid*

Lakmusega ja bromotümoolsinisega immutatud paber (või muu indikaatorpaber, mille tundlikkuse pH-vahemik on 6–8).

4.31. Etanool või metanool: 95 % lahus

5. **Seadmed**

5.1. *Destillatsiooniseade:*

vt meetod 2.1.

5.2. *Seade ammooniumlämmastiku määramiseks analüüsiprotseduuri 7.2.5.3 kohaselt (vt joonis 6)*

Seadme osadeks on erikujuline reaktsioonianum, millel on klaaslihviga kael ja külgharu, tilgapüüduriga varustatud ühendustoru ning vertikaaltoru õhu sissejuhtimiseks. Torud võib reaktsioonianumaga ühendada tavalise aukudega kummikorgi abil. On oluline, et õhu sissejuhtimiseks mõeldud torude otsad oleksid sobiva kujuga, nii et õhumullid jaotuksid reaktsioonianumas ja absorptsioonikolvis olevas lahuses ühtlaselt. Parim lahendus on kuue ühemillimeetrise ääreavaga väikese seenekübara kujulised otsad välisläbimõõduga 20 mm.

▼B

5.3. *Seade karbamiidlämmastiku määramiseks ureaasimeetodil (7.2.6.1).*

Seadme osadeks on 300 ml Erlenmeyeri kolb, jaotuslehter ja väike absorber (vt joonis 7).

5.4. Pöördloksuti, 35–40 pööret minutis

5.5. pH-meeter

5.6. Reguleeritav ahi

5.7. *Klaasnõud:*

Pipetid, 2, 5, 10, 20, 25, 50 ja 100 ml

Pika kaelaga Kjeldahli kolb, 300 ja 500 ml

Mõõtekolvid, 100, 250, 500 ja 1 000 ml

Klaasfiltertiigel, pooride läbimõõt 5–15 μ

Uhmrid

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Analüüsiprotseduur**

7.1. *Lahustuvates ja lahustumatutes vormides esinev üldlämmastik*

7.1.1. Proov ei sisalda nitraate

7.1.1.1. Mineraliseerimine

Proovist võetakse kaalutis täpsusega 0,001 g, nii et see sisaldaks kuni 100 mg lämmastikku. Kaalutis asetatakse destillatsioonikolbi (5.1). Lisatakse 10–15 g kaaliumsulfaati (4.1), katalüsaatorit (4.27) ja mõned graanulid (4.28) keemistsentriteks. Seejärel lisatakse 50 ml lahjendatud väävelhapet (4.7) ja segatakse hoolikalt. Kuumutatakse alguses nõrgalt, aeg-ajalt segades, kuni aurude eraldumine lõpeb. Seejärel reguleeritakse kuumutamist nii, et vedelik keeks ühtlaselt, ja pärast lahuse selgimist keedetakse veel tund aega, vältides orgaanilise aine kleepumist kolvi seintele. Lastakse jahtuda. Lisatakse ettevaatlikult ja segades ligikaudu 350 ml vett. Kontrollitakse, et kolvi sisu oleks lahustunud nii täielikult kui võimalik. Kolvil lastakse jahtuda ja ühendatakse ta destillatsiooniseadmega (5.1).

7.1.1.2. Ammoniaagi destilleerimine

►M4 Destillatsiooniseadme vastuvõtukolbi pannakse mahtpipeti abil 50 ml 0,1 mol/l väävelhappe standardlahust (4.8). ◄ Lisatakse indikaatorit (4.29.1 või 4.29.2). Kontrollitakse, et jahuti ots asetseks vähemalt 1 cm allpool lahuse pinda.

Rakendades ammoniaagi kao vältimiseks vajalikke ettevaatusabinõusid, lisatakse destillatsioonikolbi ettevaatlikult selline kogus kontsentreeritud naatriumhüdroksiidi lahust, et vedelik oleks tugevalt leeliseline (120 milliliitri lisamisest üldiselt piisab; kontrollimiseks lisatakse mõned tilgad fenoolftaleiini. Destillatsiooni lõpuks peab lahus destillatsioonikolvis jääma silmnähtavalt leeliseliseks). Destillatsioonikolvi kuumutamist reguleeritakse nii, et poole tunni jooksul destilleeruks 150 ml vedelikku. Destillatsiooni lõppemist kontrollitakse indikaatorpaberi (4.30) abil. Kui selgub, et destillatsioon ei ole lõppenud, destilleeritakse veel 50 ml ja korratakse testi, kuni täiendavalt kogutud destillaat annab indikaatorpaberiga (4.30) neutraalse reaktsiooni. Seejärel lastakse vastuvõtukolb alla, destilleeritakse veel mõned milliliitrid ja loputatakse jahuti otsa. Happe liig tiitritakse tagasi 0,2 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahusega (4.10) kuni indikaatori värvuse muutumiseni.

7.1.1.3. Pimekatse

Samades tingimustes tehakse pimekatse (ilma proovita) ja saadud tulemust võetakse arvesse lõpptulemuse arvutamisel.

7.1.1.4. Arvutuseeskiri

▼B

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

kus:

▼M4

a= pimekatse puhul kulutatud 0,2 mol/l naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv, juhul kui destillatsiooniseadme (5.1) vastuvõtukolbi pipeteeriti 50 ml 0,1 mol/l väävelhappe standardlahust (4.8),

▼B

A= analüüsi puhul tiitrimiseks kulunud 0,2 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv,

M= proovi mass grammides.

7.1.2. Proov sisaldab nitraate

7.1.2.1. Uuritav proov

Proovist võetakse kaalutis täpsusega 0,001 g, nii et see sisaldaks kuni 40 mg nitraatlämmastikku.

7.1.2.2. Nitraatide taandamine

Uuritav proov segatakse 50 ml veega väikeses uhmris. Segu kantakse üle 500 ml Kjeldahli kolbi väikese koguse destilleeritud vee abil. Lisatakse 5 g taandatud rauda (4.2) ja 50 ml tina(II)kloriidi lahust (4.11), loksutatakse ja jäetakse seisma pooleks tunniks. Seismise ajal korratakse segamist 10 ja 20 minuti pärast.

7.1.2.3. Mineraliseerimine Kjeldahli meetodil

Segule lisatakse 30 ml väävelhapet (4.12), 5 g kaaliumsulfaati (4.1), ettenähtud kogus katalüsaatorit(4.27) ja mõned graanulid (4.28) keemistsentriteks. Kuumutatakse nõrgalt, hoides Kjeldali kolbi pisut kaldu. Kuumutatakse üha tugevamini, loksutades sageli, nii et segu püsiks suspendeerituna: kollakasrohelise veevaba raudsulfaadi suspensiooni tekkimisel vedelik tumeneb ja seejärel selgib. Pärast selge lahuse saamist jätkatakse kuumutamist tund aega, nii et lahus püsiks keemistemperatuuril. Seejärel lastakse jahtuda. Kolvi sisu segatakse ettevaatlikult väikese koguse veega ja lisatakse vähehaaval veel 100 ml vett. Segatakse ja kantakse kolvi sisu üle 500 ml mõõtekolbi. Täiendatakse veega mahumärgini, segatakse ja filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva nõusse.

7.1.2.4. Lahuse analüüs

Destillatsioonikolbi (5.1) kantakse pipeti abil lahuse alikvoot, mis sisaldab kuni 100 mg lämmastikku. Lahjendatakse destilleeritud veega ligikaudu 350 milliliitrini, lisatakse mõned graanulid (4.28) keemistsentriteks, ühendatakse kolb destillatsiooniseadmega ja jätkatakse määramisprotseduuri punkti 7.1.1.2 kohaselt.

7.1.2.5. Pimekatse

Vt 7.1.1.3.

7.1.2.6. Arvutuseeskiri

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

kus:

▼M4

a= pimekatse puhul kulutatud 0,2 mol/l naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv, juhul kui destillatsiooniseadme (5.1) vastuvõtukolbi pipeteeriti 50 ml 0,1 mol/l väävelhappe standardlahust (4.8),

▼B

A= analüüsi puhul tiitrimiseks kulunud 0,2 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv,

M= proovi mass grammides punkti 7.1.2.4 kohaselt võetud alikvoodi kohta.

▼B

7.2. *Lämmastiku lahustuvvormid*

7.2.1. Uuritava lahuse ettevalmistamine

Kaalutakse 10 g proovi 1 mg täpsusega ja asetatakse kaalutis 500 ml mõõtekolbi.

7.2.1.1. Juhtum, kui väetis ei sisalda tsüaanamiidlämmastikku

Mõõtekolbi lisatakse 50 ml vett ja seejärel 20 ml lahjendatud vesinikkloriidhappe lahust (4.13). Loksutatakse ja jäetakse mõõtekolb seisma, kuni süsihappegaasi eraldumine lõpeb. Lisatakse 400 ml vett ja loksutatakse pool tundi pöördloksutil (5.4). Täiendatakse veega mahumärgini, segatakse ja filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva nõusse.

7.2.1.2. Juhtum, kui väetis sisaldab tsüaanamiidlämmastikku

Mõõtekolbi lisatakse 400 ml vett ja mõned tilgad metüülpunast (4.29.2). Vajaduse korral hapestatakse lahus äädikhappega (4.14). Lisatakse 15 ml äädikhapet (4.14). Loksutatakse pöördloksutil (5.4) kaks tundi. Vajaduse korral korratakse lahuse hapestatamist äädikhappega (4.14) loksutamise kestel. Täiendatakse veega mahumärgini, segatakse, filtreeritakse viivitamata läbi kuiva filtri kuiva nõusse ja määratakse viivitamata tsüaanamiidlämmastik.

Mõlemal juhul määratakse lämmastiku erinevad lahustuvvormid samal päeval, millal lahus valmistati, alustades tsüaanamiidlämmastikust ja karbamiidlämmastikust, kui need vormid esinevad.

7.2.2. Lahustuv üldlämmastik

7.2.2.1. Proov ei sisalda nitraate

300 ml Kjeldahli kolbi pipeteeritakse filtraadi (7.2.1.1 või 7.2.1.2) alikvoot, mis sisaldab kuni 100 mg lämmastikku. Lisatakse 15 ml kontsentreeritud väävelhapet (4.12), 0,4 g vaskoksiidi või 1,25 g vasksulfaati (4.27) ja mõned graanulid (4.28) keemistsentriteks. Alguses kuumutatakse nõrgalt, kuni algab mineralisserumine, seejärel suurendatakse kuumust, kuni vedelik muutub värvusetuks või nõrgalt rohekaks ja ilmuvad silmnähtavad aurud. Pärast jahutamist kantakse lahus kvantitatiivselt üle destillatsioonikolbi, lahjendatakse destilleeritud veega ligikaudu 500 milliliitrini ja lisatakse mõned graanulid (4.28) keemistsentriteks. Destillatsioonikolb ühendatakse destillatsiooniseadmega (5.1) ja jätkatakse määramisprotseduuri punkti 7.1.1.2 kohaselt.

7.2.2.2. Proov sisaldab nitraate

500 ml Erlenmeyeri kolbi kantakse mahtpipeti abil filtraadi (7.2.1.1 või 7.2.1.2) alikvoot, milles on kuni 40 mg nitraatlämmastikku. Sellel analüüsietapil ei ole lämmastiku üldkogus oluline. Lisatakse 10 ml 30 % väävelhapet (4.15) ja 5 g taandatud rauda (4.2) ning kaetakse Erlenmeyeri kolb viivitamata uuriklaasiga. Kuumutatakse nõrgalt, kuni saavutatakse püsiv kuid mitte äge reaktsioon. Sellel etapil kuumutamine lõpetatakse ja lastakse kolvil seista toatemperatuuril vähemalt kolm tundi. Vedelik kantakse veega kvantitatiivselt üle 250 ml mõõtekolbi, kusjuures lahustumata rauda üle ei kanta, ja kolb täidetakse veega mahumärgini. Mõõtekolvi sisu segatakse hoolikalt, sellest võetakse mahtpipeti abil alikvoot, mis sisaldab kuni 100 mg lämmastikku, ja kantakse see 300 ml Kjeldahli kolbi. Lisatakse 15 ml kontsentreeritud väävelhapet (4.12), 0,4 g vaskoksiidi või 1,25 g vasksulfaati (4.27) ja mõned graanulid (4.28) keemistsentriteks. Alguses kuumutatakse nõrgalt, kuni algab mineralisserumine, seejärel suurendatakse kuumust, kuni vedelik muutub värvusetuks või nõrgalt rohekaks ja ilmuvad silmnähtavad aurud. Pärast jahutamist kantakse lahus kvantitatiivselt üle destillatsioonikolbi, lahjendatakse destilleeritud veega ligikaudu 500 milliliitrini ja lisatakse mõned graanulid (4.28) keemistsentriteks. Destillatsioonikolb ühendatakse destillatsiooniseadmega (5.1) ja jätkatakse määramisprotseduuri punkti 7.1.1.2 kohaselt.

7.2.2.3. Pimekatse

Vt 7.1.1.3.

7.2.2.4. Arvutuseeskiri

▼B

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

kus:

▼M4

a= pimekatse puhul kulutatud 0,2 mol/l naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv, juhul kui destillatsiooniseadme (5.1) vastuvõtukolbi pipeteeriti 50 ml 0,1 mol/l väävelhappe standardlahust (4.8),

▼B

A= analüüsi puhul tiitrimiseks kulunud 0,2 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv,

M= proovi mass grammides punkti 7.2.2.1 või 7.2.2.2 kohaselt võetud alikvoodi kohta.

7.2.3. Lahustuv üldlämmastik, välja arvatud nitraatlämmastik

300 ml Kjeldahli kolbi kantakse mahtpipeti abil filtraadi (7.2.1.1 või 7.2.1.2) alikvoot, milles on kuni 50 mg lämmastikku. Lahjendatakse veega 100 milliliitrini, lisatakse 5 g raud(II)sulfaati (4.16), 20 ml kontsentreeritud väävelhapet (4.12) ja mõned graanulid (4.28) keemistsentiteks. Alguses kuumutatakse nõrgalt ja seejärel tugevamini kuni valgete aurude ilmumiseni. Mineraliseerimist jätkatakse 15 minuti. Kuumutamine lõpetatakse, lisatakse vaskoksiidi (4.27) katalüsaatoriks ja kolbi hoitakse sellisel temperatuuril, et valged aurud eralduvad veel 10–15 minuti jooksul. Pärast jahutamist kantakse Kjeldahli kolvi sisu kvantitatiivselt üle destillatsioonikolbi (5.1). Lahjendatakse veega ligikaudu 500 milliliitrini ja lisatakse mõned graanulid (4.28) keemistsentriteks. Destillatsioonikolb ühendatakse destillatsiooniseadmega ja jätkatakse määramisprotseduuri punkti 7.1.1.2 kohaselt.

7.2.3.1. Pimekatse

Vt 7.1.1.3.

7.2.3.2. Arvutuseeskiri

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

kus:

▼M4

a= pimekatse puhul kulutatud 0,2 mol/l naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv, juhul kui destillatsiooniseadme (5.1) vastuvõtukolbi pipeteeriti 50 ml 0,1 mol/l väävelhappe standardlahust (4.8),

▼B

A= analüüsi puhul tiitrimiseks kulunud 0,2 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv,

M= proovi mass grammides uuritava alikvoodi kohta.

7.2.4. Nitraatlämmastik

7.2.4.1. Proov ei sisalda kaltsiumtsüaanamiidi

Nitraatlämmastiku sisaldust hinnatakse vahe alusel, mille saamiseks lahutatakse punkti 7.2.2.4 kohaselt saadud tulemusest tulemus 7.2.3.2 või lahutatakse punkti 7.2.2.4 kohaselt saadud tulemusest summa (7.2.5.2 või 7.2.5.5) pluss (7.2.6.3 või 7.2.6.5 või 7.2.6.6).

7.2.4.2. Proov sisaldab kaltsiumtsüaanamiidi

Nitraatlämmastiku sisaldust hinnatakse vahe alusel, mille saamiseks lahutatakse punkti 7.2.2.4 kohaselt saadud tulemusest tulemus 7.2.3.2 või lahutatakse punkti 7.2.2.4 kohaselt saadud tulemusest summa (7.2.5.5) pluss (7.2.6.3 või 7.2.6.5 või 7.2.6.6) pluss (7.2.7).

▼B

7.2.5. Ammooniumlämmastik

7.2.5.1. Proov sisaldab ainult ammooniumlämmastikku või ammoonium- ja nitraatlämmastikku

Destillatsioonikolbi (5.1) kantakse mahtpipeti abil filtraadi (7.2.1.1) alikvoot, milles on kuni 100 mg ammooniumlämmastikku. Lisatakse vett üldmahuni ligikaudu 350 ml ja mõned graanulid (4.28) keemistsentriteks. Kolb ühendatakse destillatsiooniseadmega, lisatakse 20 ml naatriumhüdroksiidi lahust (4.9) ja destilleeritakse punkti 7.1.1.2 kohaselt.

7.2.5.2. Arvutuseeskiri

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

kus:

▼M4

a= pimekatse puhul kulutatud 0,2 mol/l naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv, juhul kui destillatsiooniseadme (5.1) vastuvõtukolbi pipeteeriti 50 ml 0,1 mol/l väävelhappe standardlahust (4.8),

▼B

A= analüüsi puhul tiitrimiseks kulunud 0,2 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv,

M= proovi mass grammides uuritava alikvoodi kohta.

7.2.5.3. Proov sisaldab karbamiidi ja/või tsüaanamiidlämmastikku

►M4 Seadme (5.2) reaktsioonianumasse kantakse mahtpipeti abil filtraadi (7.2.1.1 või 7.2.1.2) alikvoot, milles on kuni 20 mg ammooniumlämmastikku. Seejärel ühendatakse seadme osad. 300 ml Erlenmeyeri kolbi pipeteeritakse 50 ml 0,05 mol/l väävelhappe standardlahust (4.17) ja piisavalt destilleeritud vett, nii et vedeliku tase oleks õhu sissejuhtimiseks mõeldud toru otsast ligikaudu 5 cm kõrgemal. ◄ Reaktsioonianumasse lisatakse külgharu kaudu destilleeritud vett, nii et vedeliku üldmaht oleks ligikaudu 50 ml, ja segatakse. Selleks et õhutamise ajal vältida vahutamist, lisatakse mõned tilgad oktüülalkoholi (4.18). Lahuse leelistamiseks lisatakse 50 ml kaaliumkarbonaadi küllastunud lahust (4.19) ja alustatakse viivitamata vabanenud ammoniaagi väljatõrjumist külmast suspensioonist. Selleks vajaliku tugeva õhuvoo (ligikaudu 3 liitrit minutis) puhastatamiseks lastakse õhk eelnevalt läbi pesupudelitest, milles on lahjendatud väävelhappe ja lahjendatud naatriumhüdroksiidi lahused. Suruõhu asemel võib kasutada vaakumit (veejugapumpa) tingimusel, et õhu sissejuhtimistoru on ammoniaagi absorbeerimiseks mõeldud nõuga ühendatud piisavalt õhukindlalt. Ammoniaagi väljatõrjumine lõpeb üldiselt kolme tunni möödumisel. Siiski on mõistlik selle kontrollimiseks vahetada vastuvõtukolbi. Pärast väljatõrjumise lõpetamist lahutatakse vastuvõtukolb seadmest ning loputatakse jahuti otsa ja kolvi seinu väikese koguse destilleeritud veega. Happe liig tiitritakse tagasi 0,1 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahusega (4.20), kuni indikaator (4.29.1) muutub halliks.

7.2.5.4. Pimekatse

Vt 7.1.1.3.

7.2.5.5. Arvutuseeskiri

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

kus:

▼M4

a= pimekatse puhul tiitrimiseks kulunud 0,1 mol/l naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv, juhul kui 300 ml Erlenmeyeri kolbi seadmes (5.2) pipeteeriti 50 ml 0,05 mol/l väävelhappe standardlahust (4.17),

▼B

A= analüüsi puhul tiitrimiseks kulunud 0,1 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv,

M= proovi mass grammides uuritava alikvoodi kohta.

7.2.6. Karbamiidlämmastik

7.2.6.1. Ureaasimeetod

500 ml mõõtekolbi kantakse mahtpipeti abil filtraadi (7.2.1.1 või 7.2.1.2) alikvoot, milles on kuni 250 mg karbamiidlämmastikku. Fosfaatide sadestamiseks lisatakse vähehaaval baariumhüdroksiidi küllastunud lahust (4.21), kuni sadet juurde ei teki. Baariumioonide liig (ja võimalikud lahustunud kaltsiumioonid) eemaldatakse 10 % naatriumkarbonaadi lahuse (4.22) abil.

Segul lastakse settida ja kontrollitakse, kas sadestumine oli täielik. Mõõtekolb täidetakse mahumärgini, segatakse ja lahus filtreeritakse läbi kurdfiltri. 50 ml saadud filtraati pipeteeritakse seadmesse (5.3) kuuluvasse 300 ml Erlenmeyeri kolbi. 2 M vesinikkloriidhappe (4.23) abil hapestatakse filtraat pH väärtuseni 3,0 (mõõdetakse pH-meetriga). Seejärel tõstetekse filtraadi pH väärtuseni 5,4, kasutades 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahust (4.20).

Ammoniaagi kadude vältimiseks ureaasiga lagundamise ajal suletakse Erlenmeyeri kolb korgiga, mis on varustatud tilklehtriga ja väikese ammoniaagipüüduriga, milles on täpselt 2 ml 0,1 M vesinikkloriidhappe standardlahust (4.24). Kolbi lisatakse jaotuslehtri abil 20 ml ureaasi lahust (4.25) ja jäetakse kolb seisma üheks tunniks 20–25 °C juures. Seejärel pipeteeritakse jaotuslehtrisse 25 ml 0,1 M vesinikkloriidhappe standardlahust (4.24), lastakse sellel joosta kolbi ja loputatakse jaotuslehtrit väikese koguse veega. Samal viisil kantakse Erlenmeyeri kolvis olevasse lahusesse kvantitatiivselt üle ammoniaagipüüduri sisu. Happe liig tiitritakse tagasi 0,1 M naatriumhüdroksiidi standardlahusega (4.20) kuni pH väärtuseni 5,4 (mõõdetakse pH-meetriga).

7.2.6.2. Pimekatse

Vt 7.1.1.3.

7.2.6.3. Arvutuseeskiri

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

kus:

a= pimekatse puhul tiitrimiseks kulunud 0,1 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv, tingimusel et pimekatse on tehtud täpselt samades tingimustes, nagu analüüs,

A= analüüsi puhul tiitrimiseks kulunud 0,1 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi standardlahuse milliliitrite arv,

M= proovi mass grammides uuritava alikvoodi kohta.

Märkus

1) Pärast sadestamist baariumhüdroksiidi lahusega ja naatriumkarbonaadi lahusega täidetakse mõõtekolb mahumärgini, lahus filtreeritakse ja neutraliseeritakse võimalikult kiiresti.

2) Tiitrimisel võib kasutada ka indikaatorit (4.29.2), kuid sellel juhul on tiitrimise lõpp-punkti raskem märgata.

7.2.6.4. Gravimeetriline ksanthüdroolimeetod

250 ml keeduklaasi kantakse mahtpipeti abil filtraadi (7.2.1.1 või 7.2.1.2) alikvoot, milles on kuni 20 mg karbamiidlämmastikku. Lisatakse 40 ml äädikhapet (4.14). Segatakse klaaspulgaga minut aega ja lastakse võimalikul sademel settida 5 minutit. Filtreeritakse läbi silefiltri 100 ml keeduklaasi, pestakse mõne milliliitri äädikhappega (4.14) ning lisatakse filtraadile tilkhaaval ja klaaspulgaga pidevalt segades 10 ml ksanthüdrooli lahust (4.26). Segu jäetakse seisma kuni sademe ilmumiseni ja segatakse uuesti 1–2 minutit. Lastakse seista poolteist tundi. Filtreeritakse läbi eelnevalt kuivatatud ja kaalutud klaasfiltertiigli, surudes sadet veidi kokku; pestakse kolm korda 5 ml etanooliga (4.31), kusjuures ei püüta eemaldada kogu äädikhapet. Klaasfiltertiigel

▼B

asetatakse ahju ja hoitakse tund aega 130 °C juures (temperatuur ei tohi tõusta üle 145 °C). Seejärel jahutatakse klaasfiltertiigel eksikaatoris ja kaalutakse.

7.2.6.5. Arvutuseeskiri

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

kus:

m_1= tekkinud sademe mass grammides,

M_2= proovi mass grammides uuritava alikvoodi.

Tehakse parandus, võttes arvesse pimekatse tulemust. Üldiselt võib ilma suurema veata karbamiidlämmastiku sisalduse määramisel biureedi sisaldust mitte arvestada, sest kompleksväetistes on biureedi absoluutne sisaldus väike.

7.2.6.6. Määramine vahe alusel

Karbamiidlämmastiku sisaldust võib arvutada ka järgmise tabeli kohaselt.

Variant	Nitraadi N	Ammooniumi N	Tsüaanamiidi N	Karbamiidi N
1	Puudub	Esineb	Esineb	(7.2.2.4) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
2	Esineb	Esineb	Esineb	(7.2.3.2) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
3	Puudub	Esineb	Puudub	(7.2.2.4) – (7.2.5.5)
4	Esineb	Esineb	Puudub	(7.2.3.2) – (7.2.5.5)

7.2.7. Tsüaanamiidlämmastik

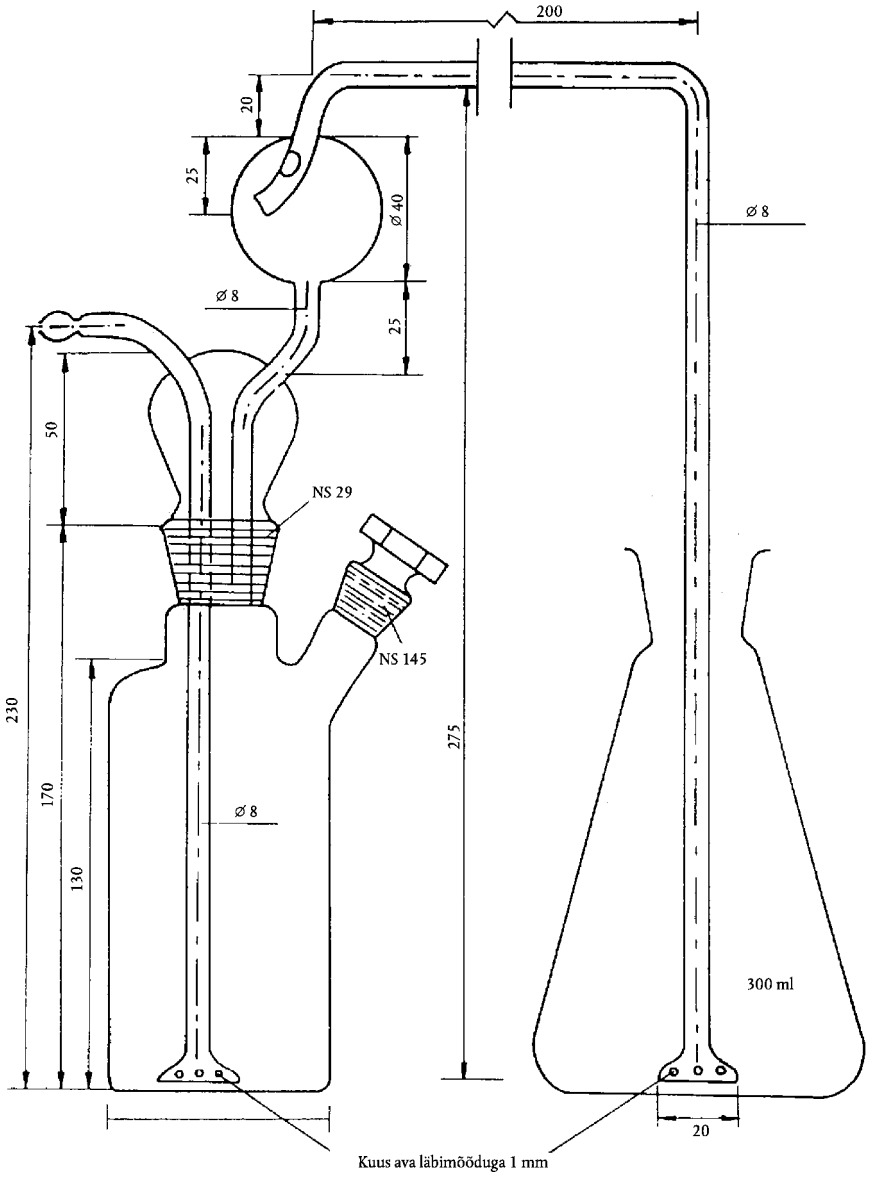
250 ml keeduklaasi pannakse filtraadi (7.2.1.2) alikvoot, mis sisaldab 10–30 mg tsüaanamiidlämmastikku. Analüüsi jätkatakse meetodi 2.4 kohaselt.

8. **Tulemuste kontrollimine**

8.1. Teatavatel juhtudel võib otse proovi kaalutises (7.1) määratud üldlämmastiku sisaldus erineda lahustuva üldlämmastiku (7.2.2) sisaldusest. See erinevus ei tohi siiski ületada 0,5 %. Juhul kui erinevus on suurem, sisaldab väetis lahustumatuid lämmastiku vorme, mida ei ole loetletud I lisas.

8.2. Enne iga analüüsi tegemist kontrollitakse, kas seade töötab nõuetekohaselt ja kas meetodit rakendatakse õigesti, kasutades selleks etalonlahust, mis sisaldab erinevaid lämmastiku vorme samasugustes osades, nagu uuritav proov. Etalonlahus valmistatakse kaaliumtiotsüanaadi (4.3), kaaliumnitraadi (4.4), ammooniumsulfaadi (4.5) ja karbamiidi (4.6) standardlahustest.

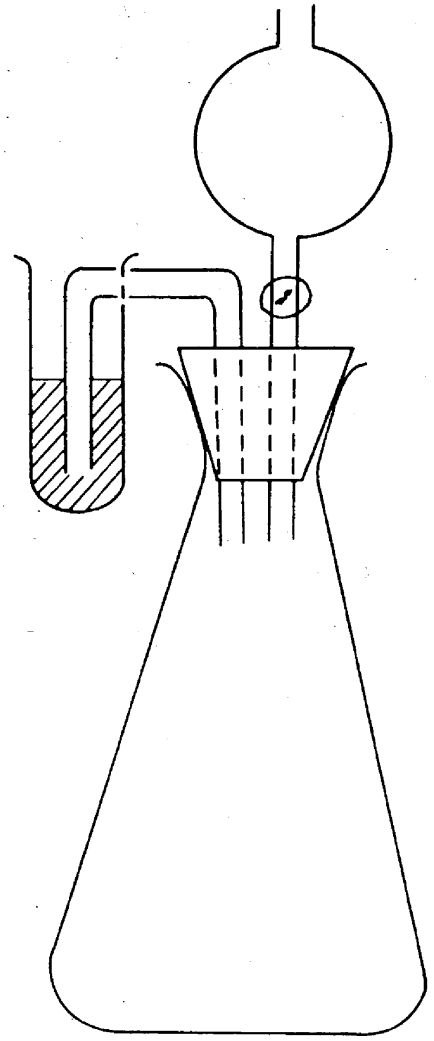
▼B



Joonis 6

Seade ammooniumlämmastiku määramiseks (7.2.5.3)

▼B



Joonis 7

Seade karbamiidlämmastiku määramiseks (7.2.6.1)

▼B

Meetod 2.6.2

Erinevate lämmastikuvormide määramine väetistes, milles lämmastik esineb ainult nitraat-, ammoonium- või karbamiidilämmastikuna

1. **Eesmärk**

Käesoleva dokumendi eesmärk on kindlaks määrata lihtsustatud meetod erinevate lämmastikuvormide määramiseks väetistes, milles lämmastik esineb ainult nitraat-, ammoonium- või karbamiidilämmastikuna.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit võib kasutada kõikide I lisas mainitud väetiste puhul, milles lämmastik esineb ainult nitraat-, ammoonium- või karbamiidilämmastikuna.

3. **Põhimõte**

Ühest ja samast uuritavast lahusest võetakse erinevad alikvoodid ja määratakse nende alusel järgmised sisaldused:

3.1. *lahustuv üldlämmastik*:

3.1.1. kui proov ei sisalda nitraate, mineraliseeritakse alikvoot Kjeldahli meetodil otse,

3.1.2. kui proov sisaldab nitraate, mineraliseeritakse lahuse alikvoot Kjeldahli meetodil pärast taandamist Ulshi meetodil. Mõlemal juhul määratakse ammoniaak meetodi 2.1 kohaselt;

3.2. lahustuva üldlämmastiku (välja arvatud nitraatlämmastik) määramise puhul eelneb mineraliseerimisele Kjeldahli meetodil nitraatlämmastiku eemaldamine raud(II)sulfaadi abil happelises keskkonnas; ammoniaak määratakse meetodi 2.1 kohaselt;

3.3. nitraatlämmastiku määramiseks lahutatakse punkti 3.1.2 kohaselt saadud tulemusest tulemus 3.2 või lahutatakse lahustuvast üldlämmastikust (3.1.2) ammooniumlämmastiku ja karbamiidlämmastiku summa (3.4 + 3.5);

3.4. ammooniumlämmastiku määramiseks voolutatakse ammoniaak üle külmalt pärast nõrka leelistamist, kusjuures ammoniaak püütakse väävelhappe lahusesse ja määratakse meetodi 2.1 kohaselt;

3.5. *karbamiidlämmastik:*

3.5.1. karbamiidist saadakse ureaasi toimel ammoniaak, mis määratakse tiitrimise abil vesinikkloriidhappe standardlahusega

3.5.2. või kasutatakse gravimeetrilist ksanhüdroolmeetodit: kuna kompleksväetistes on biureedi absoluutne sisaldus üldiselt väike, võib ilma suurema veata karbamiidlämmastiku sisalduse arvutamisel biureedi kaasasadestumist mitte arvestada

3.5.3. või hinnatakse sisaldust järgmises tabelis esitatud vahede põhjal:

Variant	Nitraatlämmastik	Ammooniumlämmastik	Vahe
1	Puudub	Esineb	(3.1.1) – (3.4)
2	Esineb	Esineb	(3.2) – (3.4)

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

4.1. Kaaliumsulfaat, analüüsipuhas

4.2. Raud, analüüsipuhas, taandatud vesinikuga (ettenähtud rauakogus peab taandama vähemalt 50 mg nitraatlämmastikku)

4.3. Kaaliumnitraat, analüüsipuhas

4.4. Ammooniumsulfaat, analüüsipuhas

▼B

4.5. Karbamiid, analüüsipuhas

▼M4

4.6. Väävelhappe lahus: 0,1 mol/l

▼B

4.7. Kontsentreeritud naatriumhüdroksiidi lahus: ligikaudu 30(massi-/mahu) protsendiline NaOH vesilahus, ammoniaagivaba

4.8. Naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,2 M, karbonaadivaba

4.9. Väävelhape, d_{20} = 1,84 g/ml

4.10. Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus: ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.11. Äädikhape: 96–100 %

4.12. Väävelhappe lahus, ligikaudu 30 (massi-/mahu)protsenti H_2SO_4, ammoniaagivaba

4.13. Raud(II)sulfaat: kristalliline, $FeSO_4 . 7H_2O$

▼M4

4.14. Tiitritud väävelhappe lahus: 0,05 mol/l

▼B

4.15. Oktüülalkohol

4.16. Kaaliumkarbonaadi küllastunud lahus:

4.17. Naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi lahus: 0,1 M

4.18. Baariumhüdroksiidi küllastunud lahus

4.19. Naatriumkarbonaadi lahus: 10 (massi-/mahu)protsenti

4.20. Vesinikkloriidhape: 2 M

4.21. Vesinikkloriidhappe lahus: 0,1 M

4.22. *Ureaasi lahus*

0,5 aktiivset ureaasi suspendeeritakse 100 ml destilleeritud vees ning reguleeritakse 0,1 M vesinikkloriidhappe (4.21) lisamise abil pH väärtusele 5,4 (mõõdetakse pH-meetriga).

4.23. *Ksanthüdrool*

Etanooli või metanooli (4.28) baasil valmistatud 5 % lahus (mitte kasutada reaktiivi, mis sisaldab rohkesti lahustumatut materjali). Lahust võib säilitada kolm kuud õhutihedalt suletud pudelis pimedas kohas.

4.24. *Katalüsaator*

Vaskoksiid (CuO): 0,3–0,4 g iga määramise kohta või ekvivalentne kogus vasksulfaatpentahüdraati ($CuSO_4 . 5H_2O$, 0,95–1,25 g iga määramise kohta).

4.25. Pimsskivigraanulid, pestud vesinikkloriidhappega ja kaltsineeritud

4.26. *Indikaatorlahused*

4.26.1. Segaindikaator

Lahus A: 1 g metüülpunast lahustatakse 37 ml 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahuses ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Lahus B: 1 g metüleensinist lahustatakse vees ja täiendatakse lahuse maht veega ühe liitrini.

Segatakse kokku üks mahuosa lahust A ja kaks mahuosa lahust B.

See indikaator on happelises lahuses lilla, neutraalses lahuses hall ja leeliselises lahuses roheline. Segaindikaatorlahust lisatakse 0,5 ml (10 tilka).

▼B

4.26.2. Metüülpunasest valmistatud indikaatorlahus

0,1 g metüülpunast lahustatakse 50 ml 95 % etanoolis. Täiendatakse veega 100 ml-ni ja vajaduse korral filtreeritakse. Seda indikaatorit (4–5 tilka) võib kasutada eespool kirjeldatud indikaatori asemel.

4.27. *Indikaatorpaberid*

Lakmusega ja bromotümoolsinisega immutatud paber (või muu indikaatorpaber, mille tundlikkuse pH-vahemik on 6–8).

4.28. Etanool või metanool: 95 (massi-/mahu)protsenti

5. **Seadmed**

5.1. *Destilleerimisaparaat*

Vt meetod 2.1.

5.2. *Seade ammooniumlämmastiku määramiseks (7.5.1)*

Vt meetod 2.6.1 ja joonis 6.

5.3. *Seade karbamiidlämmastiku määramiseks ureaasimeetodil (7.6.1)*

Vt meetod 2.6.1 ja joonis 7.

5.4. Pöördloksuti, 35–40 pööret minutis

5.5. pH-meeter

5.6. *Klaasnõud:*

mahtpipetid, 2, 5, 10, 20, 25, 50 ja 100 ml,

pika kaelaga Kjeldahli kolb, 300 ja 500 ml,

mõõtekolvid, 100, 250, 500 ja 1 000 ml,

klaasfiltertiiglid, pooride läbimõõt 5–15 μ

uhmer.

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Meetodid**

7.1. *Lahuse ettevalmistamine analüüsiks*

Kaalutakse 10 g proovi 1 mg täpsusega ja asetatakse kaalutis 500 ml mõõtekolbi. Lisatakse 50 ml vett ja seejärel 20 ml lahjendatud soolhappe lahust (4.10). Loksutatakse. Lastakse seista, kuni CO_2 eraldumine lõpeb. Lisatakse 400 ml vett, loksutatakse pool tundi (5.4), täiendatakse veega mahumärgini, homogeniseeritakse ja filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva nõusse.

7.2. *Üldlämmastik*

7.2.1. Proov ei sisalda nitraate

300 ml Kjeldahli kolbi pipeteeritakse filtraadi (7.1) alikvoot, mis sisaldab kuni 100 mg lämmastikku. Lisatakse 15 ml kontsentreeritud väävelhapet (4.9), 0,4 g vaskoksiidi või 1,25 g vasksulfaati (4.24) ja mõned klaashelmed keemistsentriteks. Alguses kuumutatakse mõõdukalt, kuni algab reaktsioon, seejärel suurendatakse kuumust, kuni vedelik muutub värvusetuks või nõrgalt rohekaks ja ilmuvad silmnähtavad valged aurud. Pärast jahutamist kantakse lahus üle destillatsioonikolbi, lahjendatakse veega ligikaudu 500 milliliitrini ja lisatakse mõned pimsskivigraanulid (4.25). Destillatsioonikolb ühendatakse destillatsiooniseadmega (5.1) ja jätkatakse määramisprotseduuri punkti 7.1.1.2 kohaselt (meetod 2.6.1).

7.2.2. Proov sisaldab nitraate

500 ml Erlenmeyeri kolbi pipeteeritakse filtraadi (7.1) alikvoot, mis sisaldab kuni 40 mg nitaadi lämmastikku. Sellel analüüsietapil ei ole lämmastiku üldkogus oluline. Lisatakse 10 ml 30 % väävelhapet (4.12) ja 5 g taandatud rauda (4.2) ning kaetakse Erlenmeyeri kolb viivitamata uuriklaasiga. Kuumutatakse nõrgalt, kuni saavutatakse püsiv kuid mitte äge reaktsioon. Seejärel lõpetatakse kuumutamine ja jäetakse kolb seisma toatemperatuuril kolmeks tunniks. Vedelik kantakse kvan-

▼B

titatiivselt üle 250 ml mõõtekolbi, kusjuures lahustumata rauda üle ei kanta. Kolb täidetakse veega mahumärgini. Homogeniseeritaksehoolikalt. 300 ml Kjeldahli kolbi pipeteeritakse alikvoot, mis sisaldab kuni 100 mg lämmastikku. Lisatakse 15 ml kontsentreeritud väävelhapet (4.9), 0,4 g vaskoksiidi või 1,25 g vasksulfaati (4.24) ja mõned klaashelmed keemistsentriteks. Alguses kuumutatakse mõõdukalt, kuni algab reaktsioon, seejärel suurendatakse kuumust, kuni vedelik muutub värvusetuks või nõrgalt rohekaks ja ilmuvad silmnähtavad valged aurud. Pärast jahutamist kantakse lahus kvantitatiivselt üle destillatsioonikolbi, lahjendatakse veega ligikaudu 500 milliliitrini ja lisatakse mõned pimsskivigraanulid (4.25). Destillatsioonikolb ühendatakse destillatsiooniseadmega (5.1) ja jätkatakse määramisprotseduuri punkti 7.1.1.2 kohaselt (meetod 2.6.1).

7.2.3. Pimekatse

Samades tingimustes tehakse pimekatse (ilma proovita) ja saadud tulemust kasutatakse lõpptulemuse arvutamisel.

7.2.4. Arvutuseeskiri

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

kus:

▼M4

a= pimekatse puhul kulutatud 0,2 mol/l naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi tiiterlahuse (4.8) milliliitrite arv, juhul kui destillatsiooniseadme (4.6) vastuvõtukolbi pipeteeriti 50 ml 0,1 mol/l väävelhappe lahust,

▼B

A= analüüsi puhul kulutatud 0,2 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi tiiterlahuse (4.8) milliliitrite arv,

M= proovi mass grammides alikvoodi (7.2.1 või 7.2.2) kohta

7.3. *Üldlämmastik, välja arvatud nitraatlämmastik*

7.3.1. Analüüs

300 ml Kjeldahli kolbi pipeteeritakse filtraadi (7.1) alikvoot, mis sisaldab kuni 50 mg uuritavat lämmastikku. Lahjendatakse veega 100 milliliitrini, lisatakse 5 g raud(II)sulfaati (4.13), 20 ml kontsentreeritud väävelhapet (4.9) ja mõned klaashelmed keemistsentiteks. Alguses kuumutatakse mõõdukalt, seejärel suurendatakse kuumust, kuni ilmuvad valged aurud. Reaktsiooni jätkatakse 15 minuti. Seejärel lõpetatakse kuumutamine ja lisatakse 0,4 g vaskoksiidi või 1,25 g vasksulfaati (4.24) katalüsaatoriks. Jätkatakse kuumutamist, nii et aurude eraldumine jätkuks veel 10–15 minutit. Pärast jahutamist kantakse Kjeldahli kolvi sisu kvantitatiivselt üle destillatsioonikolbi (5.1). Lahjendatakse veega ligikaudu 500 milliliitrini ja lisatakse mõned pimsskivigraanulid (4.25). Destillatsioonikolb ühendatakse destillatsiooniseadmega ja jätkatakse määramisprotseduuri punkti 7.1.1.2 kohaselt (meetod 2.6.1).

7.3.2. Pimekatse

Vt 7.2.3.

7.3.3. Arvutuseeskiri

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

kus:

▼M4

a= pimekatse puhul kulutatud 0,2 mol/l naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi tiiterlahuse (4.8) milliliitrite arv, juhul kui destillatsiooniseadme (4.6) vastuvõtukolbi pipeteeriti 50 ml 0,1 mol/l väävelhappe lahust,

▼B

A= analüüsi puhul kulutatud 0,2 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi tiiterlahuse (4.8) milliliitrite arv,

M= proovi mass grammides uuritava alikvoodi kohta.

7.4. *Nitraatlämmastik*

leitakse vahe alusel:

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.3)

või

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.5)

või

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.6)

7.5. *Ammooniumlämmastik*

7.5.1. Analüüs

Seadme (5.2) kuiva reaktsioonianumasse pipeteeritakse filtraadi (7.1) alikvoot, mis sisaldab kuni 20 mg ammooniumlämmastikku. Reaktsioonianum ühendatakse seadmega. ►M4 300 ml Erlenmeyeri kolbi pipeteeritakse 50 ml 0,05 mol/l väävelhappe tiiterlahust (4.14) ja piisavalt destilleeritud vett, nii et vedeliku tase oleks õhu sissejuhtimiseks mõeldud toru otsast ligikaudu 5 cm kõrgemal. ◄ Reaktsioonianumasse lisatakse külgharu kaudu destilleeritud vett, nii et vedeliku üldmaht oleks ligikaudu 50 ml, ja segatakse. Selleks et gaasivoo sissejuhtimise ajal vältida vahutamist, lisatakse mõned tilgad oktüülalkoholi (4.15). Lisatakse 50 ml kaaliumkarbonaadi küllastunud lahust (4.16) ja alustatakse viivitamata vabanenud ammoniaagi väljatõrjumist külmast suspensioonist. Selleks vajaliku tugeva õhuvoo (ligikaudu 3 liitrit minutis) puhastatamiseks lastakse õhk eelnevalt läbi pesupudelitest, milles on lahjendatud väävelhappe ja lahjendatud naatriumhüdroksiidi lahused. Suruõhu asemel võib kasutada vaakumit (veejugapumpa) tingimusel, et seadme ühendused on õhukindlad.

Ammoniaagi väljatõrjumine on üldiselt kolme tunni möödumisel lõppenud.

Siiski on mõistlik selle kontrollimiseks vahetada vastuvõtukolb. Pärast väljatõrjumise lõpetamist lahutatakse vastuvõtukolb seadmest, loputatakse jahuti otsa ja kolvi seinu väikese koguse destilleeritud veega ja tiitritakse happe liig tagasi 0,1 M naatriumhüdroksiidi standardlahusega (4.17).

7.5.2. Pimekatse

Vt 7.2.3.

7.5.3. Arvutuseeskiri

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

kus:

▼M4

a= pimekatse puhul kulutatud 0,1 mol/l naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi tiiterlahuse (4.17) milliliitrite arv, juhul kui destillatsiooniseadme (5.2) 300 ml Erlenmeyeri vastuvõtukolbi pipeteeriti 50 ml 0,05 mol/l väävelhappe tiiterlahust (4.14),

▼B

A= analüüsi puhul kulutatud 0,1 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi tiiterlahuse (4.17) milliliitrite arv,

M= proovi mass grammides uuritava alikvoodi kohta.

7.6. *Karbamiidlämmastik*

7.6.1. Ureaasimeetod

500 ml mõõtekolbi kantakse mahtpipeti abil filtraadi (7.1) alikvoot, milles on kuni 250 mg karbamiidlämmastikku. Fosfaatide sadestamiseks lisatakse vajalik kogus baariumhüdroksiidi küllastunud lahust (4.18), kuni edasisel lisamisel sadet juurde ei teki. Baariumioonide

▼B

liig (ja võimalikud lahustunud kaltsiumioonid) eemaldatakse 10 % naatriumkarbonaadi lahuse (4.19) abil. Segul lastakse settida ja kontrollitakse, kas sadestumine oli täielik. Mõõtekolb täidetakse mahumärgini, homogeniseeritakse ja lahus filtreeritakse läbi kurdfiltri. 50 ml saadud filtraati pipeteeritakse seadmesse (5.3) kuuluvasse 300 ml Erlenmeyeri kolbi. Hapestatakse 2 M vesinikkloriidhappega (4.20) pH väärtuseni 3,0, (mõõdetakse pH-meetriga). Seejärel tõstetekse filtraadi pH väärtuseni 5,4, kasutades 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahust (4.17). Ammoniaagi kadude vältimiseks ureaasiga hüdrolüüsimise ajal suletakse Erlenmeyeri kolb korgiga, mis on varustatud tilklehtriga ja väikese ammoniaagipüüduriga, milles on täpselt 2 ml 0,1 M vesinikkloriidhappe lahust (4.21). Kolbi lisatakse jaotuslehtri abil 20 ml ureaasi lahust (4.22). Kolb jäetakse seisma üheks tunniks 20–25 °C juures. Seejärel pipeteeritakse jaotuslehtrisse 25 ml 0,1 M vesinikkloriidhappe lahust (4.21), lastakse sellel joosta kolbi ja loputatakse jaotuslehtrit väikese koguse veega. Erlenmeyeri kolvis olevasse lahusesse kantakse kvantitatiivselt üle ka ammoniaagipüüduri sisu. Happe liig tiitritakse tagasi 0,1 M naatriumhüdroksiidi standardlahusega (4.17) kuni pH väärtuseni 5,4 (mõõdetakse pH-meetriga).

Märkused

1. Pärast sadestamist baariumhüdroksiidi lahusega ja naatriumkarbonaadi lahusega täidetakse mõõtekolb mahumärgini, lahus filtreeritakse ja neutraliseeritakse võimalikult kiiresti.

2. Tiitrimise lõppu võib määrata ka indikaatori (4.26) abil, kuigi värvuse muutumist on raskem märgata.

7.6.2. Pimekatse

Vt 7.2.3.

7.6.3. Arvutuseeskiri

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

kus:

a= pimekatse puhul kulutatud 0,1 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi tiiterlahuse (4.17) milliliitrite arv, tingimusel et pimekatse on tehtud täpselt samades tingimustes, nagu analüüs,

A= analüüsi puhul kulutatud 0,1 M naatriumhüdroksiidi või kaaliumhüdroksiidi tiiterlahuse (4.17) milliliitrite arv,

M= proovi mass grammides uuritava alikvoodi kohta.

7.6.4. Gravimeetriline ksanthüdroolimeetod

100 ml keeduklaasi pipeteeritakse filtraadi (7.1) alikvoot, milles on kuni 20 mg karbamiidlämmastikku. Lisatakse 40 ml äädikhapet (4.11). Segatakse klaaspulgaga minut aega ja lastakse võimalikul sademel settida 5 minutit. Filtreeritakse ja pestakse mõne milliliitri äädikhappega (4.11). Lisatakse filtraadile tilkhaaval ja klaaspulgaga pidevalt segades 10 ml ksanthüdrooli lahust (4.23). Segu jäetakse seisma kuni sademe ilmumiseni ja segatakse uuesti 1–2 minutit. Lastakse seista poolteist tundi. Filtreeritakse läbi eelnevalt kuivatatud ja kaalutud klaasfiltertiigli, kasutades nõrka vaakumit; pestakse kolm korda 5 ml etanooliga (4.28), kusjuures ei püüta eemaldada kogu äädikhapet. Klaasfiltertiigel asetatakse ahju ja hoitakse tund aega 130 °C juures (temperatuur ei tohi tõusta üle 145 °C), seejärel jahutatakse eksikaatoris ja kaalutakse.

7.6.5. Arvutuseeskiri

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

kus:

m= tekkinud sademe mass grammides,

M= proovi mass grammides uuritava alikvoodi kohta.

▼B

Tulemuses tehakse pimekatset arvestav parandus. Kuna kompleksväetistes on biureedi sisaldus väike, võib ilma suurema veata karbamiidlämmastiku sisalduse arvutamisel biureeti mitte arvestada

7.6.6. Hindamine vahe alusel

Karbamiidlämmastikku võib arvutada ka järgmise tabeli kohaselt.

Variant	Nitraadi N	Ammooniumi N	Karbamiidi N
1	Puudub	Esineb	(7.2.4) – (7.5.3)
2	Esineb	Esineb	(7.3.3) – (7.5.3)

8. **Tulemuste kontrollimine**

Enne iga analüüsi tegemist kontrollitakse, kas seade töötab nõuetekohaselt ja kas meetodit rakendatakse õigesti, kasutades selleks etalonlahust, mis sisaldab erinevaid lämmastiku vorme samasugustes osades, nagu uuritav proov. Etalonlahus valmistatakse kaaliumnitraadi (4.3), ammooniumsulfaadi (4.4) ja karbamiidi (4.5) tiiterlahustest.

Meetodid 3

Fosfor

Meetodid 3.1

Eraldamine

Meetod 3.1.1

Anorgaanilistes hapetes lahustuva fosfori eraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis esitatakse anorgaanilistes hapetes lahustuva fosfori määramise protseduur.

2. **Rakendusala**

Käesolevat protseduuri rakendatakse I lisas loetletud fosfaatväetiste puhul.

3. **Põhimõte**

Fosfor eraldatakse väetisest lämmastikhappe ja väävelhappe segu abil.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

4.1. Väävelhape, d_{20} = 1,84 g/ml.

4.2. Lämmastikhape, d_{20} = 1,40 g/ml

5. **Seadmed**

Tavalised laboriseadmed.

5.1. Kjeldali kolb, vähemalt 500 ml, või ümarkolb, 250 ml, varustatud klaastoruga, mis täidab püstjahuti ülesannet.

5.2. Mõõtekolb, 500 ml.

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

▼B

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutis*

Kaalutakse 2,5 g uuritavat proovi täpsusega 0,001 g ja asetatakse kaalutis kuiva Kjeldahli kolbi.

7.2. *Eraldamine*

Lisatakse 15 ml vett ja segatakse, kuni aine suspendeerub. Lisatakse alguses 20 ml lämmastikhapet (4.2) ja seejärel ettevaatlikult 30 ml väävelhapet (4.1).

Pärast seda, kui esialgne tormiline reaktsioon on vaibunud, aetakse kolvi sisu aeglaselt keema ja keedetakse 30 minutit. Kolvil lastakse jahtuda ja lisatakse ettevaatlikult segades ligikaudu 150 ml vett. Keetmist jätkatakse veel 15 minutit.

Kolvil lastakse täielikult jahtuda ja vedelik kantakse kvantitatiivselt üle 500 ml mõõtekolbi. Mõõtekolb täidetakse mahumärgini, lahust segatakse ja filtreeritakse läbi kuiva fosfaadivaba kurdfiltri, kusjuures esimene portsion filtraati visatakse ära.

7.3. *Määramine*

Fosfor määratakse saadud lahuse alikvoodis meetodi 3.2 abil.

Meetod 3.1.2

2 % sipelghappes (20 g/l) lahustuva fosfori eraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks 2 % sipelghappes (20 g/l) lahustuva fosfori määramise protseduur.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse ainult fosforiidihiibade puhul.

3. **Põhimõte**

Selleks et eristada fosforiidihiiba fosforiidist, eraldatakse eritingimustes sipeghappes lahustuv fosfor.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Sipelghape, 2 % (20 g/l)*

Märkus

82 ml sipelghappele (kontsentratsioon 98–100 %, d_{20} = 1,22 g/ml) lisatakse destilleeritud vett üldmahuni 5 liitrit.

5. **Seadmed**

Tavalised laboriseadmed.

5.1. Mõõtekolb (nt Stohmanni mõõtekolb), 500 ml

5.2. Pöördloksuti, 35–40 pööret minutis

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutis*

Kaalutakse 5 g uuritavat proovi täpsusega 0,001 g ja asetatakse kaalutis kuiva 500 ml laia kaelaga Stohmanni mõõtekolbi (5.1).

7.2. *Eraldamine*

Kolbi pidevalt käes pöörates, lisatakse 2 % sipelghapet (4.1), mille temperatuur on 20 ± 1 °C, kuni sipelghappe tase on ligikaudu 1 cm allpool mahumärki, seejärel täidetakse kolb mahumärgini. Kolb suletakse kummikorgiga ja seda loksutatakse pöördloksutil (5.2) 20 ± 1 °C juures 30 minutit.

▼B

Lahus filtreeritakse läbi kuiva fosfaadivaba kurdfiltri kuiva klaasnõusse. Esimene portsion filtraadist visatakse ära.

7.3. *Määramine*

Fosfor määratakse täiesti selge filtraadi alikvoodis meetodi 3.2 abil.

Meetod 3.1.3

2 % sidrunhappes (20 g/l) lahustuva fosfori eraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks 2 % sidrunhappes (20 g/l) lahustuva fosfori määramise protseduur.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit kasutatakse ainult erinevate aluselise räbu liikide puhul (vt lisa IA).

3. **Põhimõte**

Väetisest eraldatakse fosfor 2 % sidrunhappe lahuse (20 g/l) abil kindlaksmääratud tingimustes.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

4.1. 2 % sidrunhappe lahus, kristallilisest sidrunhappest ($C_6H_8O_7$. H_2O)

Märkus

Sidrunhappe lahuse kontsentratsiooni kontrollimiseks tiitritakse 10 ml sidrunhappe lahust 0,1 M naatriumhüdroksiidi standardlahusega, kasutades indikaatorina fenoolftaleiini.

Kui kontsentratsioon vastab nõutud tasemele, kulub tiitrimiseks 28,55 ml standardlahust.

5. **Seadmed**

5.1. Pöördloksuti, 35–40 pööret minutis

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Analüüs tehakse laboratooriumile esitatud originaalprooviga, kusjuures eelnevalt segatakse originaalproovi hoolikalt homogeensuse tagamiseks. Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutis*

Kaalutakse 5 g uuritavat proovi täpsusega 0,001 g ja asetatakse kaalutis kuiva 600 ml kolbi, millel on vedeliku põhjalikuks loksutamiseks piisavalt lai kael.

7.2. *Eraldamine*

Lisatakse 500 ± 1 ml sidrunhappe lahust, mille temperatuur on 20 ± 1 °C. Reaktiivi esimeste milliliitrite lisamisel loksutatakse kolbi energiliselt käsitsi, selleks et ei moodustuks klompe ja aine ei kleepuks kolvi seintele. Kolb suletakse kummikorgiga ja seda loksutatakse pöördloksutil (5.1) 20 ± 2 °C juures täpselt 30 minutit.

Filtreeritakse viivitamata läbi kuiva fosfaadivaba kurdfiltri kuiva klaasnõusse, kusjuures esimesed 20 ml filtraati visatakse ära. Filtreerimist jätkatakse seni, kuni saadakse fosfori määramiseks küllaldane kogus filtraati.

7.3. *Määramine*

Eraldatud fosfor määratakse saadud lahuse alikvoodis meetodi 3.2 abil.

▼B

Meetod 3.1.4

Neutraalses ammooniumtsitraadi lahuses lahustuva fosfori eraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis esitatakse neutraalses ammooniumtsitraadi lahuses lahustuva fosfori määramise protseduur.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse kõigi väetiste puhul, millele on kehtestatud neutraalses ammooniumtsitraadi lahuses lahustuva fosfori piirsisaldused (vt I lisa).

3. **Põhimõte**

Fosfor eraldatakse neutaalse ammooniumtsitraadi lahuse abil (pH 7,0) kindlaksmääratud tingimustes 65 °C juures.

4. **Reaktiiv**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

4.1. *Neutraalne ammooniumtsitraadi lahus (pH 7,0)*

1 liiter seda lahust sisaldab 185 g kristallilist sidrunhapet ja lahuse tihedus 20 °C ja pH = 7,0 juures on 1,09.

Lahus valmistatakse järgmiselt.

370 g kristallilist sidrunhapet ($C_6H_8O_7$. H_2O) lahustatakse ligikaudu 1,5 liitris vees ja ligilähedaselt neutraalse lahuse saamiseks lisatakse 345 ml ammooniumhüdroksiidi lahust (28–29 % NH_3). Juhul kui NH_3 sisaldus on alla 28 %, lisatakse vastavalt suurem kogus ammooniumhüdroksiidi lahust ja kasutatakse sidrunhappe lahuse valmistamiseks vastavalt väiksemat kogust vett.

Lahus jahutatakse ja täpseks neutraliseerimiseks sukeldatakse sellesse pH-meetri elektroodid. Segades mehaanilise seguriga, lisatakse tilkhaaval ammooniumhüdroksiidi lahust (28–29 % NH_3), kuni 20 °C juures saavutatakse pH väärtus 7,0. Seejärel täiendatakse lahuse maht 2 liitrini ja kontrollitakse uuesti pH-d. Reaktiivi hoitakse kinnises nõus ja kontrollitakse korrapäraselt selle pH-d.

5. **Seadmed**

5.1. Keeduklaas, 2 l

5.2. pH-meeter

5.3. Erlenmeyeri kolb, 200 või 250 ml

5.4. Mõõtekolvid, 500 ml ja 2 000 ml

5.5. Veevann, termostateeritav 65 °C juures, varustatud sobiva seguriga (vt joonis 8).

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutis*

Kaalutakse 1–3 g uuritavat väetiseproovi (vt käesoleva määruse lisa IA ja lisa IB) ja asetatakse kaalutis 200 või 250 ml Erlenmeyeri kolbi, millesse on eelnevalt pandud 100 ml ammooniumtsitraadi lahust, mille temperatuur on 65 °C.

7.2. *Lahuse analüüs*

▼B

Erlenmyeri kolb suletakse korgiga ja kolbi loksutatakse väetise suspendeerimiseks nii, et ei tekiks klompe. Kork eemaldatakse hetkeks rõhu tasakaalustamiseks ja suletakse Erlenmeyeri kolb uuesti. Veevanni temperatuuri reguleeritakse nii, et temperatuur kolvis oleks täpselt 65 °C, kolb asetatakse veevanni ja kinnitatakse seguri külge (vt joonis 8). Segamise kestel [1] peab suspensiooni tase kolvis olema pidevalt allpool vee taset veevannis. Mehaanilise segamise intensiivsus regueeritakse selliseks, et oleks tagatud kogu aine püsimine suspensioonis.

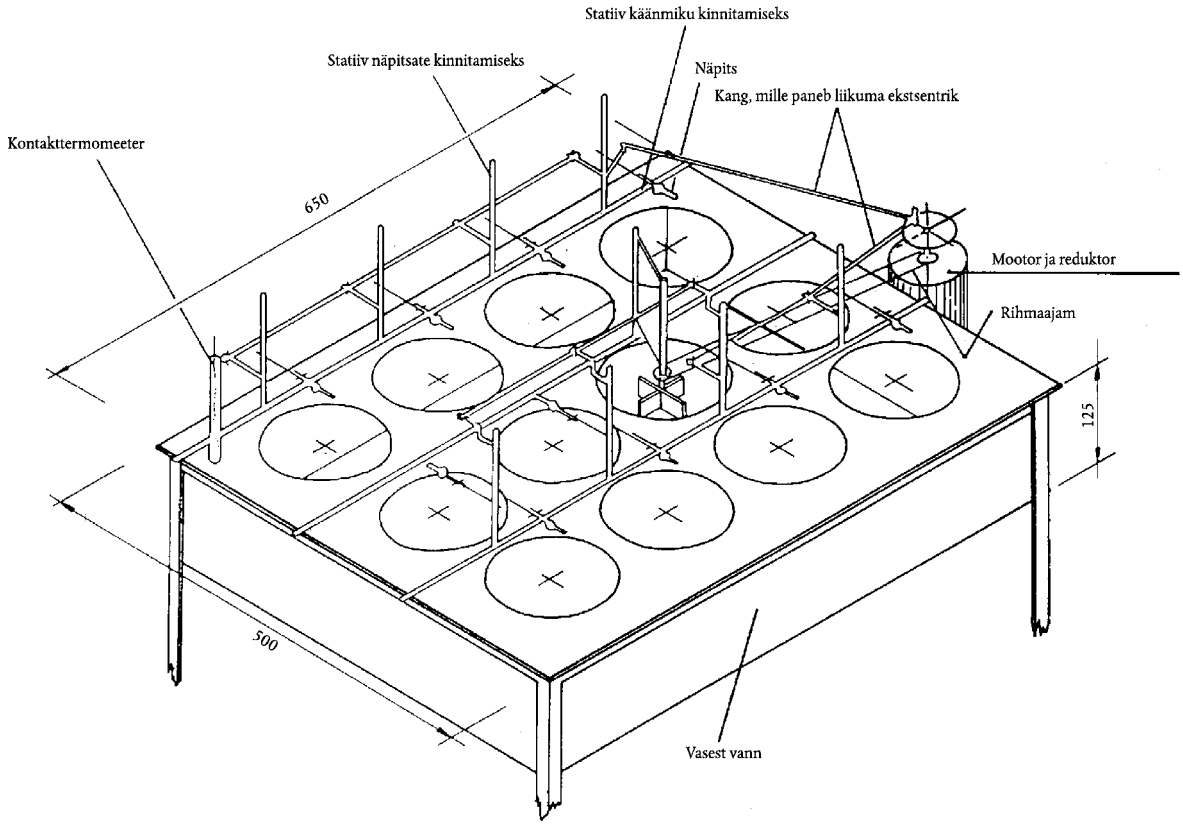
Pärast segamist täpselt tund aega eemaldatakse Erlenmeyeri kolb veevannist.

Kolb jahutatakse viivitamata voolava vee all toatemperatuurini ja kantakse viivitamata Erlenmeyeri kolvist kvantitatiivselt üle 500 ml mõõtekolbi, kasutades selleks veejuga pesupudelist. Seejärel täidetakse mõõtekolb veega mahumärgini. Segatakse hoolikalt. Filtreeritakse läbi kuiva keskmise tihedusega fosfaadivaba kurdfiltri kuiva nõusse, kusjuures esimene osa filtraadist (ligikaudu 50 ml) visatakse ära.

Kogutakse ligikaudu 100 ml selget filtraati.

7.3. *Määramine*

Saadud ekstraktis määratakse fosfor meetodi 3.2 abil.



Joonis 8

[1] Kui mehaanilist segajat ei ole, võib kolbi loksutada käsitsi iga viie minuti järel.

▼B

Meetodid 3.1.5

Eraldamine leeliselise ammooniumtsitraadi lahuse abil

Meetod 3.1.5.1

Lahustuva fosfori eraldamine Petermanni meetodil 65 °C juures

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis esitatakse leeliselises ammooniumtsitraadi lahuses lahustuva fosfori määramise protseduur.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse ainult sadestatud dikaltsiumfosfaat-dihüdraadi ($CaHPO_4 . 2H_2O$) puhul.

3. **Põhimõte**

Fosfor eraldatakse leeliselise ammooniumtsitraadi lahuse (Petermanni lahus) abil kindlaksmääratud tingimustes 65 °C juures.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud vesi või demineraliseeritud vesi, mille karakteristikud on samad nagu destilleeritud veel.

4.1.

Petermanni lahus

4.2. *Karakteristikud*

▼M4

Sidrunhape ($C_6H_8O_7.H_2O$): 173 g liitri kohta.

Ammoniaagi sisaldus: 42 g ammooniumlämmastikku liitri vee kohta.

Väävelhappe lahus: 0,25 mol/l

pH 9,4–9,7

▼B

Valmistamine diammooniumtsitraadist

931 g diammooniumtsitraati (molekulmass 226,19) lahustatakse ligikaudu 3 500 ml vees 5 l mõõtekolvis. Kolbi jahutatakse voolava vee vannis ning lisatakse väikeste portsionite haaval ja segades ammooniumhüdroksiidi lahust. Näiteks juhul, kui amooniumhüdroksiidi lahuse d_{20} = 906 g/ml, mis tähendab, et see sisaldab 20,81 massiprotsenti ammooniumlämmastikku, tuleb lisada 502 ml ammooniumhüdroksiidi lahust. Lahuse temperatuur reguleeritakse väärtusele 20 °C, kolb täidetakse destilleeritud veega mahumärgini ja lahust segatakse.

Valmistamine sidrunhappest ja ammooniumhüdroksiidi lahusest

865 g sidrunhapemonohüdraati lahustatakse ligikaudu 2 500 ml destilleeritud vees ligikaudu 5 l nõus. Nõu asetatakse jäävanni ning lisatakse väikeste portsionite haaval ja pidevalt loksutades ammooniumhüdroksiidi lahust, kasutades lehtrit, mille toru on sukeldatud sidrunhappe lahusesse. Näiteks juhul, kui amooniumhüdroksiidi lahuse d_{20} = 906 g/ml, mis tähendab, et see lahus sisaldab 20,81 massiprotsenti ammooniumlämmastikku, tuleb lisada 1 114 ml ammooniumhüdroksiidi lahust. Temperatuur reguleeritakse väärtusele 20 °C, lahus kantakse üle 5 l mõõtekolbi, täidetakse mõõtekolb destilleeritud veega mahumärgini ja lahust segatakse.

Ammooniumlämmastiku sisaldust kontrollitakse järgmiselt.

250 ml kolbi kantakse 25 ml lahust, kolb täidetakse destilleeritud veega mahumärgini ja lahust segatakse. 25 ml saadud lahuses määratakse ammooniumlämmastiku sisaldus protseduuri 2.1 abil. Kui lahuse kontsentratsioon vastab nõutud tasemele, kasutatakse 15 ml 0,5 N H_2SO_4.

Kui ammooniumlämmastiku sisaldus on üle 42 g/l, tõrjutakse ammoniaak välja väärisgaasi vooga või mõõduka kuumutamise abil, kuni saavutatakse pH 9,7. Seejärel tehakse teine määramine.

▼B

Kui ammooniumlämmastiku sisaldus on alla 42 g/l, lisatakse ammooniumhüdroksiidi lahuse kogus, mille mass M grammides väljendub valemiga:

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

ja maht V milliliitrites 20 °C juures väljendub valemiga:

$$V = \frac{M}{0,906}$$

Juhul kui V on alla 25 ml, lisatakse ammooniumhüdroksiidi lahus otse 5 liitrisesse mõõtekolbi koos pulbrilise sidrunhappega, mille mass on V × 0,173 g.

Kui V on üle 25 ml, on mugavam valmistada veel üks liiter reaktiivi järgmisel viisil.

Kaalutakse 173 g sidrunhapemonohüdraati. Kaalutis lahustatakse 500 ml vees 1 l mõõtekolvis.. Rakendades eespool kirjeldatud ettevaatusabinõusid, lisatakse kuni 225 + V × 1 206 ml ammooniumhüdroksiidi lahust, mida kasutati 5 liitri reaktiivi valmistamisel. Mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse.

Saadud üheliitrine kogus lahust segatakse 4 975 milliliitri eelnevalt valmistatud lahusega.

5. **Seadmed**

5.1. Veevann, reguleeritav temperatuurile 65 ± 1 °C

5.2. Mõõtekolb (nt Stohmanni mõõtekolb), 500 ml

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutis*

Kaalutakse 1 g uuritavat proovi täpsusega 0,001 g ja asetatakse kaalutis 500 ml mõõtekolbi (5.2).

7.2. *Eraldamine*

Lisatakse 200 ml leeliselist ammooniumtsitraadi lahust (4.1). Mõõtekolb suletakse korgiga ja loksutatakse kolbi energiliselt käsitsi, selleks et ei moodustuks klompe ja aine ei kleepuks kolvi seintele.

Mõõtekolb asetatakse veevanni 65 °C juures ja loksutatakse kolbi iga 5 minuti järel esimese poole tunni jooksul. Pärast iga loksutamist kergitatakse korki rõhu tasakaalustamiseks. Vee tase veevannis peab olema kõrgemal vedeliku tasemest kolvis. Kolb jäetakse veevanni veel üheks tunniks 65 °C juures, kusjuures kolbi loksutatakse iga 10 minuti järel. Seejärel võetakse kolb veevannist välja, jahutatakse temperatuurini ligikaudu 20 °C, ja täiendatakse maht veega 500 milliliitrini. Pärast segamist filtreeritakse lahus läbi kuiva fosfaadivaba kurdfiltri, kusjuures esimene portsion filtraati visatakse ära.

7.3. *Määramine*

Eraldatud fosfaadid määratakse saadud lahuse alikvoodis meetodi 3.2 abil.

Meetod 3.1.5.2

Lahustuva fosfori eraldamine Petermanni meetodil toatemperatuuril

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis esitatakse külmas leeliselises ammooniumtsitraadi lahuses lahustuva fosfori määramise protseduur.

▼B

2. **Rakendusala**

Meetodit rakendatakse ainult peenestatud fosfaatide puhul.

3. **Põhimõte**

Fosfor eraldatakse leeliselise ammooniumtsitraadi lahuse (Petermanni lahus) abil kindlaksmääratud tingimustes 20 °C juures.

4. **Reaktiiv**

Vt meetod 3.1.5.1.

5. **Seadmed**

5.1. Tavaline laborivarustus jamõõtekolb (nt Stohmanni mõõtekolb), 250 ml

5.2. Pöördloksuti, 35–40 pööret minutis

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutis*

Kaalutakse 2,5 g uuritavat proovi täpsusega 0,001 g ja asetatakse kaalutis 250 ml mõõtekolbi (5.1).

7.2. *Eraldamine*

Lisatakse väike kogus Petermanni lahust 20 °C juures ja loksutatakse tugevasti, selleks et ei moodustuks klompe ja aine ei kleepuks kolvi seintele. Seejärel täidetakse mõõtekolb Petermanni lahusega mahumärgini ja mõõtekolb suletakse kummikorgiga.

Loksutatakse pöördloksutil (5.2) kaks tundi. Filtreeritakse viivitamata läbi kuiva fosfaadivaba kurdfiltri kuiva nõusse, kusjuures esimene portsion filtraati visatakse ära.

7.3. *Määramine*

Fosfor määratakse saadud lahuse alikvoodis meetodi 3.2 abil.

Meetod 3.1.5.3

Joulie leeliselises ammooniumtsitraadi lahuses lahustuva fosfori eraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis esitatakse Joulie leeliselises ammooniumtsitraadi lahuses lahustuva fosfori määramise protseduur.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse kõikide liht- ja kompleksfosforväetiste puhul, milles fosfaadid esinevad kaltsiumalumofosfaatidena.

3. **Põhimõte**

Fosfaadid eraldatakse energilise loksutamise abil kindlaksmääratud viisil valmistatud leeliselise ammooniumtsitraadi lahusega 20 °C juures (vajaduse korral oksiini juuresolekul).

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

4.1. *Joulie leeliseline ammooniumtsitraadi lahus*

1 liitris lahuses sisaldub 400 g sidrunhapet ja 153 g ammoniaaki (NH_3). Vaba ammoniaagi sisaldus on ligikaudu 55 grammi 1 liitri kohta. Lahuse valmistamiseks võib kasutada ühte järgmist meetodit.

4.1.1. 400 g sidrunhapet ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) lahustatakse ligikaudu 600 ml ammooniumhüdroksiidi lahuses (d_{20} = 0,925 g/ml, mis vastab NH_3 sisaldusele 200 g/l). Sidrunhapet lisatakse järk-järgult 50–80 g portsionite haaval, hoides temperatuuri allpool 50 °C. Seejärel täiendatakse maht ammooniumhüdroksiidi lahusega märgini.

▼B

4.1.2. 432 g ammooniumvesiniktsitraati ($C_6H_{14}N_2O_7$) lahustatakse 300 ml vees 1 l mõõtekolvis. Lisatakse 440 ml ammooniumhüdroksiidi lahust (d_{20} = 0,925 g/ml). Lahuse maht täiendatakse veega 1 liitrini.

M ä r k u s

Ammoniaagi üldsisalduse kontrollimine.

250 ml mõõtekolbi pannakse 10 ml tsitraadilahuse alikvoot ja kolb täidetakse veega mahumärgini. Ammooniumlämmastiku sisaldus saadud lahuses määratakse 25 ml alikvoodis meetodi 2.1 abil.

▼M4

1 ml H_2SO_4 0.25 mol/l = 0,008516 g NH_3

▼B

Juhul kui need tingimused on täidetud, loetakse reaktiiv nõuetele vastavaks, kui tiitrimiseks kulub 17,7–18 ml titranti.

Juhul kui tiiterlahust kulub ettenähtust vähem, lisatakse täiendavalt 4,25 ml ammooniumhüdroksiidi lahust (d_{20} = 0,925 g/l) 18 milliliitrist vähem kulutatud titrandi iga 0,1 ml kohta.

4.2. 8-hüdroksükinoliin (oksiin), pulber

5. **Seadmed**

5.1. Tavaline laborivarustus ja väike klaas- või portselanuhmer uhmrinuiaga

5.2. Mõõtekolb, 500 ml

5.3. Mõõtekolb, 1 000 ml

5.4. Pöördloksuti, 35–40 pööret minutis

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutis*

Kaalutakse 1 g uuritavat proovi täpsusega 0,0005 g ja asetatakse kaalutis väikesesse uhmrisse. Proovi niisutamiseks lisatakse ligikaudu 10 tilka ammooniumtsitraadi lahust (4.1) ja hõõrutakse väga ettevaatlikult uhmrinuiaga.

7.2. *Eraldamine*

Seejärel lisatakse veel 20 ml ammooniumtsitraadi lahust (4.1), hõõrutakse pastataolise konsistentsini ja jäetakse umbes üheks minutiks seisma.

Vedelik dekanteeritakse 500 ml mõõtekolbi, jälgides, et eespool kirjeldatud märghõõrumidel terveks jäänud osaksesed ei läheks vedelikuga kaasa. Jäägile lisatakse 20 ml ammooniumtsitraadi lahust (4.1), hõõrutakse eespool kirjeldatud viisil ja vedelik dekanteeritakse samasse mõõtekolbi. Protseduuri korratakse veel 4 korda, nii et viienda korra lõpuks oleks kogu proov valatud mõõtekolbi. Nendele protseduuridele kokku peab kuluma ligikaudu 100 ml ammooniumtsitraadi lahust.

Uhmrit ja uhmrinuia loputatakse mõõtekolvi kohal 40 ml destilleeritud veega.

Mõõtekolb suletakse korgiga ja loksutatakse kolm tundi pöördloksutil (5.4).

Mõõtekolb jäetakse seisma 15–16 tunniks ja kolbi loksutatakse uuesti kolm tundi samades tingimustes. Kogu protseduuri jooksul hoitakse temperatuuri 20 ± 2 °C juures.

Seejärel täidetakse kolb destilleeritud veega mahumärgini. Saadud lahus filtreeritakse läbi kuiva filtri, esimene portsion filtraati visatakse ära ja filtraat kogutakse kuiva kolbi.

7.3. *Määramine*

Eraldatud fosfor määratakse saadud lahuse alikvoodis meetodi 3.2 abil.

▼B

8. **Liide**

Kui kasutatakse oksiini, võib käesolevat meetodit rakendada ka magneesiumi sisaldavate väetiste puhul. Oksiini soovitatakse kasutada juhul, kui magneesiumi ja difosforpentaoksiidi sisalduste suhe on üle 0,03 ($Mg/P_2O_5 > 0,03$). Sellisel juhul lisatakse niisutatud uuritavale proovile 3 g oksiini. Kui proov ei sisalda magneesiumi, ei sega tõenäoliselt oksiini kasutamine edasist määramist. Juhul kui on siiski teada, et proov ei sisalda magneesiumi, võib oksiini mitte kasutada.

Meetod 3.1.6

Vees lahustuva fosfori eraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks vees lahustuva fosfori määramise protseduur.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse kõikide väetiste puhul, milles tuleb määrata vees lahustuv fosfor.

3. **Põhimõte**

Eraldamine veega loksutamise abil kindlaksmääratud tingimustes.

4. **Reaktiiv**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

5. **Seadmed**

5.1. Mõõtekolb (nt Stohmanni mõõtekolb), 500 ml

5.2. Pöördloksuti, 35–40 pööret minutis

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutis*

Kaalutakse 5 g uuritavat proovi täpsusega 0,001 g ja asetatakse kaalutis 500 ml mõõtekolbi (5.1).

7.2. *Eraldamine*

Mõõtekolbi lisatakse 450 ml vett, mille temperatuur on 20–25 °C.

Mõõtekolbi loksutatakse pöördloksutil (5.2) 30 minutit.

Seejärel täidetakse mõõtekolb veega mahumärgini, segatakse põhjalikult loksutamise abil ja filtreeritakse läbi kuiva fosfaadivaba kurdfiltri kuiva nõusse.

7.3. *Määramine*

Fosfor määratakse saadud lahuse alikvoodis meetodi 3.2 abil.

Meetod 3.2

Eraldatud fosfori määramine

(Gravimeetriline kinoliinfosfomolübdaatmeetod)

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis esitatakse väetistest eraldatud fosfori määramise protseduur.

▼B

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit kasutatakse erinevate fosfori esinemisvormide ([1]) määramiseks kõikides vätiseekstraktides.

3. **Põhimõte**

Pärast seda, kui kõik erinevad fosfori esinemisvormid, v. a ortofosfaadid, on läbinud võimaliku hüdrolüüsi protseduuri, sadestatakse ortofosfaatioonid happelises keskkonnas kinoliinfosfomolübdaadina.

Sade filtreeritakse, pestakse, kuivatatakse 250 °C juures ja kaalutakse.

Kui sadestamiseks kasutatakse naatriummolübdaadi või ammooniummolübdaadi alusel valmistatud reaktiivi, ei sega lahuses tõenäoliselt leiduvad ained (anorgaanilised ja orgaanilised happed,ammooniumioonid, lahusuvad silikaadid jt) määramist nendes tingimustes.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

4.1. Kontsentreeritud lämmastikhape (d_{20} = 1,40 g/ml).

4.2. *Reaktiivi valmistamine*

4.2.1. Reaktiivi valmistamine naatriummolübdaadi alusel

Lahus A: 70 g naatriummolübdaatdihüdraati lahustatakse 100 ml destilleeritud vees.

Lahus B: 60 g sidrunhapemonohüdraati lahustatakse 100 ml destilleeritud vees ja lisatakse 85 ml kontsentreeritud lämmastikhapet (4.1).

Lahus C: Lahus C saadakse lahuse A ja lahuse B kokkusegamisel.

Lahus D: 50 ml destilleeritud veele lisatakse 35 ml kontsentreeritud lämmastikhapet (4.1) ja seejärel 5 ml värskelt destilleeritud kinoliini. Saadud lahus valatakse lahusesse C, segatakse hoolikalt ja lastakse seista pimedas järgmise päevani. Seejärel täiendatakse lahuse maht destilleeritud veega 500 millliliitrini ja lahus filtreeritakse läbi klaasfiltertiigli (5.6).

4.2.2. Reaktiivi valmistamine ammooniummolübdaadi alusel

Lahus A: 100 g ammooniummolübdaati lahustatakse 300 ml destilleeritud vees, nõrgalt kuumutades ja aeg-ajalt segades.

Lahus B: 120 g sidrunhapemonohüdraati lahustatakse 200 ml destilleeritud vees ja lisatakse 170 ml kontsentreeritud lämmastikhapet (4.1).

Lahus C: 70 ml kontsentreeritud lämmastikhappele (4.1) lisatakse 10 ml värskelt destilleeritud kinoliini.

Lahus D: Lahusesse B valatakse aeglaselt ja hoolikalt segades lahus A. Pärast hoolikat segamist lisatakse lahus C ja täiendatakse maht 1 liitrini. Segul lastakse seista pimedas kaks päeva ja seejärel filtreeritakse lahus läbi klaasfiltertiigli (5.6).

Reaktiive 4.2.1 ja 4.2.2 kasutatakse ühesugusel viisil; neid hoitakse suletud polüetüleenpudelites pimedas.

5. **Seadmed**

5.1. Tavaline laborivarustus ja laia kaelaga Erlenmeyeri kolb, 500 ml.

5.2. Mahtpipetid, 10, 25 ja 1 000 ml

5.3. Filtertiigel, pooride läbimõõt 5–20 μm

5.4. Büchneri kolb

5.5. Kuivatuskapp, termostateeritav 250 ± 10 °C juures

5.6. Klaasfiltertiigel, pooride läbimõõt 5–20 μm

([1]) Anorgaanilistes hapetes lahustuv fosfor, vees lahustuv fosfor, ammooniumtsitraadi lahustes lahustuv fosfor, 2 % sidrunhappe lahuses lahustuv fosfor ja 2 % sipelghappe lahuses lahustuv fosfor.

▼B

6. **Protseduur**

6.1. *Lahuse ettevalmistamine*

Väetiseekstraktist võetakse mahtpipeti abil alikvoot (vt tabel 2), mis sisaldab ligikaudu 0,01 g P_2O_5, ja pannakse see 500 ml Erlenmeyeri kolbi. Lisatakse 15 ml kontsentreeritud lämmastikhapet ([1]) (4.1) ja lahjendatakse veega üldmahuni ligikaudu 100 ml.

Tabel 2

Fosfaadilahuse alikvoodi kindlaksmääramine

Väetise P_2O_5 sisaldus (%)	Väetise P sisaldus (%)	Uuritava proovi kaalutis (g)	Lahjendusmaht (ml)	Uuritava lahuse alikvoot (ml)	Lahjendusmaht (ml)	Alikvoot, mis võetakse sadestamiseks (ml)	Tegur F kinoliinfosfomolübdaadi massi ümberarvutamiseks P_2O_5 sisalduseks (%)	Tegur F' kinoliinfosfomolübdaadi massi ümberarvutamiseks P sisalduseks (%)
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

6.2. *Hüdrolüüs*

Kui on alust arvata, et lahus sisaldab metafosfaate, pürofosfaate või polüfosfaate, tehakse hüdrolüüs järgmiselt.

Erlenmeyei kolvi sisu kuumutatakse nõrga keemiseni ja hoitakse lahust keemistemperatuuril kuni hüdrolüüsi lõppemiseni (harilikult tund aega). Selleks et vältida kadusid ülepurskamise tõttu ja ülemäärast aurustumist, mis võib vähendada lahuse algmahtu enam kui poole võrra, varustatakse Erlenmeyeri kolb püstjahutiga. Pärast hüdrolüüsi lisatakse lahusele destilleeritud vett esialgse mahuni.

6.3. *Klaasfiltertiigli kaalumine*

Klaasfiltertiiglit (5.3) kuivatatakse kuivatuskapis 250 (± 10) °C juures vähemalt 15 minutit. Seejärel klaasfiltertiigel jahutatakse eksikaatoris ja kaalutakse.

6.4. *Sadestamine*

Erlenmeyeri kolvis olev happeline lahus kuumutatakse keemiseni ja kinoliinfosfomolübdaati sadestamiseks lisatakse tilkhaaval ja pidevalt segades 40 ml sadestusreaktiivi (reaktiiv 4.2.1 või 4.2.2). ([2]) Erlenmeyeri kolb asetatakse auruvanni ja aeg-ajalt loksutades hoitakse seda auruvannis 15 minutit. Lahus filtreeritakse viivitamata või pärast jahtumist.

6.5. *Filtreerimine ja pesemine*

Lahus filtreeritakse dekanteerimise ja vaakumi abil. Erlenmeyeri kolbi jäänud sadet pestakse 30 ml veega. Pesuvesi dekanteeritakse ja filtreeritakse. Pesemist korratakse 5 korda. Kolbi jäänud sade kantakse veega pestes kvantitatiivselt üle klaasfiltertiiglisse. Pestakse 5 korda à 20 ml veega, kusjuures enne järjekordse veeportsioni lisamist võimaldatakse

([1]) Kontsentreeritud lämmastikhapet tuleb lisada 21 ml, juhul kui sadestatav lahus sisaldab üle 15 ml tsitraadilahust (neutraalne tsitraadilahus, Petermanni lahus või Joulie leeliseline ammooniumtsitraadi lahus).

([2]) Sadestusreaktiivi tuleb lisada 80 ml, juhul kui sadestatav fosfaadilahus sisaldab üle 15 ml tsitraadilahust (neutraalne tsitraadilahus, Petermanni lahus või Joulie leeliseline ammooniumtsitraadi lahus), mida on hapestatud 21 ml kontsentreeritud lämmastikhappega (vt joonealune märkus, punkt 6.1).

▼B

eelmisel pesuveel nõrguda läbi klaasfiltertiigli. Sademesse jäänud pesuvesi imetakse välja.

6.6. *Kuivatamine ja kaalumine*

Klaasfilertiiglit kuivatatakse väljastpoolt filterpaberiga. Seejärel asetatakse klaasfiltertiigel kuivatuskappi (5.5) ja hoitakse seda 250 °C juures konstantse massi saavutamiseni (harilikult 15 minutit). Klaasfiltertiiglil lastakse eksikaatoris jahtuda toatemperatuurini ning kaalutakse kiiresti.

6.7. *Pimekatse*

Iga määramiste seeria puhul tehakse pimekatse, kasutades reaktiive ja lahusteid (tsitraadilahus jt) samas suhtes nagu fosfori eraldamise puhul, ning pimekatse tulemust võetakse arvesse lõpptulemuse arvutamisel.

6.8. *Kontrollimine*

Tehakse kontrollmääramine, kasutades kaaliumdivesinikfosfaadi lahuse alikvooti, mis sisaldab 0,01 g P_2O_5.

7. **Arvutuseeskiri**

Kui on kasutatud tabelis 2 esitatud uuritava proovi kaalutisi ja lahjendusmahtusid, rakendatakse järgmisi valemeid:

$$\text{Väetise P sisaldus (\%)} = (A–a)F'$$

või

$$\text{Väetise } P_2O_5 \text{ sisaldus (\%)} = (A - a)F,$$

kus:

A= kinoliinfosfomolübdaadi mass grammides,

m= pimekatses saadud kinoliinfosfomolübdaadi mass grammides,

F ja F'= tabeli 2 kahes viimases veerus esitatud ümberarvutustegurid.

Kui uuritava proovi kaalutised ja lahjendused on teistsugused kui tabelis 2 ettenähtud, kasutatakse järgmisi valemeid:

$$\text{(\%) P in the fertiliser} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

või

$$\text{(\%) } P_2O_5 \text{ in the fertiliser} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

kus:

f= 0,032074 ja f' = 0,013984 on tegurid kinoliinfosfomolübdaadi massi ümberarvutamiseks vastavalt P_2O_5 sisalduseks ja P sisalduseks,

D= lahjendustegur,

M= uuritava proovi kaalutise mass grammides.

▼B

Meetod 4

Kaalium

Meetod 4.1

Vees lahustuva kaaliumi sisalduse määramine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks vees lahustuva kaaliumi määramise protseduur.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse kõikide I lisas loetletud kaaliumväetiste puhul.

3. **Põhimõte**

Uuritavas proovis sisalduv kaalium lahustatakse vees. Pärast kvantitatiivset määramist segavate ainete eemaldamist või sidumist sadestatakse kaalium kaaliumtetrafenüülboraadina nõrgalt leeliselises keskkonnas.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

4.1. *Formaldehüüd*

25–35 % selge formaldehüüdilahus.

4.2. Kaaliumkloriid, analüüsipuhas

4.3. *Naatriumhüdroksiidi lahus, 10 M*

Tuleb tagada, et kasutataks ainult kaaliumivaba naatriumhüdroksiidi.

4.4. *Indikaatorlahus*

0,5 g fenoolftaleiini lahustatakse 90 % etanoolis ja lahuse maht täiendatakse 100 milliliitrini.

4.5. *EDTA lahus*

4 g dinaatriumetüleendiamiintetraatsetaatdihüdraati lahustatakse vees 100 ml mõõtekolvis, maht täiendatakse märgini ja lahust segatakse.

Reaktiivi hoitakse plastnõus.

4.6. *Naatriumtetrafenüülboraadi lahus*

32,5 g naatriumtetrafenüülboraati lahustatakse 480 ml vees, lisatakse 2 ml naatriumhüdroksiidi lahust (4.3) ja 20 ml magneesiumkloriidi lahust (100 g $MgCl_2 . 6H_2O$ ühes liitris lahuses).

Lahust segatakse 15 minutit ja filtreeritakse läbi tiheda tuhavaba filtri.

Reaktiivi hoitakse plastnõus.

4.7. *Pesulahus*

20 ml naatriumtetrafenüülboraadi lahust (4.6) lahjendatakse veega üldmahuni 1 000 ml.

4.8. *Broomivesi*

Broomi küllastunud lahus vees.

5. **Seadmed**

5.1. Mõõtekolb, 1 000 ml

5.2. Keeduklaas, 250 ml

5.3. Filtertiiglid, pooride läbimõõt 5–20 μm

5.4. Kuivatuskapp, termostateeritav 120 ± 10 °C juures

▼B

5.5. Eksikaator

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

Representatiivse uuritava prooviosa saamiseks tuleb kaaliumsoolade puhul proov jahvatada küllaldase peenestusastmeni. Selleks kasutatakse meetodit 1 (erijuhtum 6a).

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutis*

Kaalutakse 10 g uuritavat proovi täpsusega 0,001 g (juhul kui kaaliumsool sisaldab üle 50 % kaaliumoksiidi, võetakse 5 grammine kaalutis). Uuritava proovi kaalutis asetatakse 600 ml keeduklaasi ja valatakse juurde ligikaudu 400 ml vett.

Kuumutatakse keemiseni ja keedetakse 30 minutit. Keeduklaasi sisu jahutatakse, kantakse kvantitatiivselt üle 1 000 ml mõõtekolbi, täiendatakse mahumärgini, segatakse ja filtreeritakse kuiva nõusse. Esimesed 50 ml filtraati visatakse ära (vt märkus, punkt 7.6).

7.2. *Uuritava alikvoodi ettevalmistamine sadestamiseks*

250 ml keeduklaasi kantakse pipeti abil filtraadi alikvoot, mis sisaldab 25–50 mg kaaliumi (vt tabel 3). Vajaduse korral lisatakse vett üldmahuni 50 ml.

Võimalike segavate komponentide eemaldamiseks lisatakse 10 ml EDTA lahust (4.5), mõned tilgad fenoolftaleiini lahust (4.4) ja tilkhaaval ning pidevalt segades naatriumhüdroksiidi lahust (4.3), kuni värvus muutub punaseks Seejärel lisatakse veel mõned tilgad naatriumhüdroksiidi lahust leelise liia tagamiseks (harilikult piisab uuritava alikvoodi neutraliseerimiseks ja leelise liia tagamiseks 1 milliliitrist naatriumhüdroksiidi lahusest).

Suurema osa ammoniaagi eemaldamiseks keedetakse lahust nõrgalt 15 minutit (vt punkt 7.6, märkus b).

Vajaduse korral lisatakse vett üldmahuni 60 ml.

Lahus aetakse keema, eemaldatakse keeduklaas kuumutusplaadilt ja lisatakse 10 ml formaldehüüdi (4.1). Lisatakse mõned tilgad fenoolftaleiini ja vajaduse korral täiendavalt naatriumhüdroksiidi lahust kuni selge punase värvuse ilmumiseni. Keeduklaas kaetakse uuriklaasiga ja asetatakse 15 minutiks auruvannile.

7.3. *Filtertiigli kaalumine*

Filtertiigel (vt punkt 5 “Seadmed”) asetatakse kuivatuskappi (5.4) ja kuivatatakse 120 °C juures (umbes 15 minutit) konstantse massini.

Filtertiigel jahthutatakse eksikaatoris ja kaalutakse.

7.4. *Sadestamine*

Keeduklaas eemaldatakse auruvannilt ja lisatakse keeduklaasi tilkhaaval ning pidevalt segades 10 ml naatriumtetrafenüülboraadi lahust (4.6). Lisamine kestab ligikaudu 2 minutit. Enne filtreerimist jäetakse segu vähemalt 10 minutiks seisma.

7.5. *Filtreerimine ja pesemine*

Lahus filtreeritakse vaakumi abil teadaoleva kaaluga filtertiiglisse, loputatakse keeduklaasi pesulahusega (4.7) ning pestakse sadet 3 korda pesulahusega (kokku kasutatakse 60 ml pesulahust) ja 2 korda à 5–10 ml veega.

Sademesse jäänud pesuvesi imetakse välja.

7.6. *Kuivatamine ja kaalumine*

Filertiiglit kuivatatakse väljastpoolt filterpaberiga. Filtertiigel koos sisuga asetatakse kuivatuskappi ja hoitakse teda 120 °C juures poolteist tundi. Seejärel jahutatakse filtertiigel eksikaatoris toatemperatuurini ja kaalutakse kiiresti.

▼B

Märkused

a) Juhul kui filtraat on tume, pipeteeritakse 100 ml mõõtekolbi lahuse alikvoot, mis sisaldab kuni 100 mg K_2O, lisatakse broomivett ja aetakse lahus keema broomi liia eemaldamiseks. Pärast jahtumist täiendatakse lahuse maht märgini, filtreeritakse ja filtraadi alikvoodis määratakse kvantitatiivselt kaalium.

b) Juhul kui ammooniumi lämmastik puudub või seda on vähe, ei ole vaja keeta 15 minutit.

7.7. *Uuritava proovilahuse alikvoodid ja ümberarvutustegurid*

Tabel 3

Meetod 4

Väetise K_2O sisaldus (%)	Väetise K sisaldus (%)	Uuritava proovi kaalutis (g)	Ekstrakti alikvoot, mis võetakse lahjendamiseks (ml)	Lahjendusmaht (ml)	Proovilahuse alikvoot, mis võetakse sadestamiseks (ml)	Ümberarvutustegur (F) $\frac{\%K_2O}{gTPBK}$	Ümberarvutustegur F′ $\frac{\%K}{gTPBK}$
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	kas –		10	131,400	109,060
			või 50	250	50	131,400	109,060
üle 50	üle 41,5	5	kas –	–	10	262,800	218,120
			või 50	250	50	262,800	218,120

7.8. *Pimekatse*

Iga määramiste seeria puhul tehakse pimekatse, kasutades reaktiive samas suhtes nagu analüüsi puhul, ning pimekatse tulemust võetakse arvesse lõpptulemuse arvutamisel

7.9. *Kontrollkatse*

Protseduuri metoodilise korrektsuse kontrollimiseks tehakse määramine, kasutades kaaliumkloriidi lahuse alikvooti, mis sisaldab kuni 40 mg K_2O.

8. **Arvutuseeskiri**

Kui on kasutatud tabelis 3 esitatud uuritava proovi kaalutisi ja lahjendusmahtusid, rakendatakse järgmisi valemeid:

$$\text{Väetise K}_2\text{O sisaldus (\%)} = (A - a)F$$

või

$$\text{Väetise K sisaldus (\%)} = (A - a)F'$$

kus:

A= uuritava proovi kaalutisest saadud sademe mass grammides,

A= pimekatsest saadud sademe mass grammides,

F ja F= ümberarvutusfaktorid (vt tabel 3).

Kui uuritava proovi kaalutised ja lahjendused on teistsugused kui tabelis 3 ettenähtud, kasutatakse järgmisi valemeid:

▼B

$$\text{Väetise } K_2O \text{ sisaldus } (\%) = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

või

$$\text{Väetise K sisaldus } (\%) = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

kus:

f= 0,1314 on tegur kaaliumtetrafenüülboraadi massi ümberarvutamiseks K_2O sisalduseks,

f'= 0,109 on tegur kaaliumtetrafenüülboraadi massi ümberarvutamiseks K sisalduseks,

D= lahjendutegur,

M= uuritava proovi kaalutise mass grammides.

Meetod 5

Määratlemata

Meetod 6

Kloor

Meetod 6.1

Kloriidide määramine orgaanilise aine puudumise korral

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks kloriidide määramise protseduur orgaanilise aine puudumise korral.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse kõikide orgaanilise aine vabade väetiste puhul.

3. **Põhimõte**

Vees lahustunud kloriidid sadestatakse happelises keskkonnas hõbenitraadi standardlahuse lisamise abil liiaga. Hõbenitraadi liig tiitritakse tagasi ammooniumtiotsüanaadi lahusega raud(III)ammooniumsulfaadi juuresolekul (Volhardi meetod).

4. **Reaktiivid**

Kloriidivaba destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

4.1. Nitrobenseen või dietüüleeter

4.2. Lämmastikhape, 10 M

4.3. *Indikaatorlahus*

40 g raud(III)ammooniumsulfaati, $Fe_2(SO_4)_3 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 24H_2O$, lahustatakse vees ja lahuse maht täiendatakse veega 1 liitrini.

4.4. *Hõbenitraadi standardlahus, 0,1 M*

Valmistamine

Kuna hõbenitraat on hügroskoopne ja teda ei saa kuivatada nii, et oleks välditud lagunemise oht, on soovitav kaaluda ligikaudu 9 g hõbenitraati, lahustada kaalutis vees ja täiendada lahuse maht 1 liitrini. Lahuse kontsentratsioon reguleeritakse väärtuseni 0,1 M, tiitrides põhiainet 0,1 M $AgNO_3$-ga.

▼B

5. **Seadmed**

5.1. Pöördloksuti, 35–40 pööret minutis

5.2. Büretid

5.3. Mõõtekolb, 500 ml

5.4. Erlenmeyeri kolb, 250 ml

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutise võtmine ja uuritava lahuse valmistamine*

Kaalutakse 5 g proovi täpsusega 0,001 g, asetatakse kaalutis 500 ml mõõtekolbi ja lisatakse 450 ml vett. Segatakse pool tundi pöördloksutil (5.1), täiendatakse maht destilleeritud veega 500 milliliitrini, segatakse ja filtreeritakse lahus keeduklaasi.

7.2. *Määramine*

Filtraadist võetakse alikvoot, mis sisaldab kuni 0,150 g kloori. Alikvoot võib olla näiteks 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) või 100 ml (1 g). Kui alikvoot on alla 50 ml, täiendatakse maht destilleeritud veega 50 milliliitrini.

Lisatakse 5 ml 10 M lämmastikhapet (4.2), 20 ml indikaatorlahust (4.3) ja 2 tilka ammooniumtiotsüanaadi standardlahust (viimati mainitud reaktiivi kogus mõõdetakse büretiga, mis täidetakse selleks otstarbeks nulltasemeni).

Teisest büretist lisatakse hõbenitraadi lahust (4.4) 2–5 ml liiaga. Seejärel lisatakse 5 ml nitrobenseeni või 5 ml dietüüleetrit (4.1) ja loksutatakse hoolikalt, nii et sade paakuks klompi. Hõbenitraadi liig tiitritakse tagasi 0,1 M ammooniumtiotsüanaadi lahusega (4.5), kuni ilmub punakaspruun värvus, mis jääb püsima ka pärast kolvi nõrka loksutamist.

M ä r k u s

Nitrobenseeni või dietüüleetrit (eeskätt nitrobenseeni) lisatakse selleks, et vältida hõbekloriidi reageerimist tiotsüanaatioonidega. Selle tulemusena saavutatakse selge värvuse muutumine.

7.3. *Pimekatse*

Samades tingimustes tehakse pimekatse (ilma proovita) ja saadud tulemust võetakse arvesse lõpptulemuse arvutamisel.

7.4. *Kontrollkatse*

Protseduuri metoodilise korrektsuse kontrollimiseks tehakse määramine, kasutades värskelt valmistatud kaaliumkloriidi lahuse alikvooti, mis sisaldab teadaolevat kogust (suurusjärgus 100 mg) kloriidioone.

8. **Arvutuseeskiri**

Analüüsi tulemused väljendatakse analüüsiks esitatud proovis sisalduva kloori protsentides.

Protsentides väljendatud kloori (Cl) sisaldus arvutatakse järgmise valemi abil:

$$\% \text{ kloriid} = 0,003546 \times \frac{(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M}$$

kus:

V_z= analüüsil kulunud 0,1 M hõbenitraadi lahuse milliliitrite arv,

V_{cz}= pimekatses kulunud 0,1 M hõbenitraadi lahuse milliliitrite arv,

V_a= analüüsil kulunud 0,1 M ammooniumtiotsüanaadi milliliitrite arv,

V_{ca}= pimekatses kulunud 0,1 M ammooniumtiotsüanaadi lahuse milliliitrite arv,

▼B

M= uuritava alikvoodi (7.2) mass grammides.

Meetodid 7

Peenestusmäär

Meetod 7.1

Peenestusmäära määramine

(kuivmenetlus)

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks peenestusmäära määramise protseduur kuivmenetluse abil.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse kõikide väetiseliikide puhul, millele kehtestatud peenestusmäära nõuele vastavuse kontrollimiseks tuleb kasutada 0,630 ja 0,160 mm avadega sõelu.

3. **Põhimõte**

Sõelte mehaanilise võngutamise abil määratakse toote fraktsioon, mille terade läbimõõt on üle 0,63 mm ja fraktsioon, mille terade läbimõõt on 0,160–0,630 mm, ning arvutatakse peenestusmäär protsentides.

4. **Seadmed**

4.1. Mehaaniline sõelavõnguti

4.2. Standardsõelad, läbimõõt 20 cm, kõrgus 5 cm, avade läbimõõt vastavalt 0,160 mm ja 0,630 mm

5. **Protseduur**

Kaalutakse ligikaudu 50 g ainet täpsusega 0,05 g. Mehaanilisele võngutile (4.1) kinnitatakse kaks sõela ja kogur, kusjuures suuremate avadega sõel paigutatakse kõrgemale. Uuritav proov pannakse ülemisele sõelale. Sõelutakse 10 minutit ja eemaldatakse alumisele sõelale jäänud materjal. Võnguti käivitatakse uuesti ja ühe minuti pärast kontrollitakse, kas selle aja jooksul alumisele sõelale jäänud kogus ületab 250 mg. Protseduuri korratakse (iga kord minut aega), kuni alumisele sõelale koguneb alla 250 mg materjali. Kummalegi sõelale jäänud materjal kaalutakse eraldi.

6. **Arvutuseeskiri**

$$\text{Peenestusmäär } (\%)\ 0,630\text{mm avadega sõela läbimise järgi} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\text{Peenestusmäär } (\%)\ 0,160\text{mm avadega sõela läbimise järgi} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

kus:

M_1= 0,630 mm avadega sõelale jäänud materjali kogus grammides,

M_2= 0,160 mm avadega sõelale jäänud materjali kogus grammides.

See fraktsioon on tegelikust väiksem 0,630 mm avadega sõelale jäänud koguse võrra.

Arvutuste tulemused ümardatakse täisarvuni.

Meetod 7.2

Fosforiidihiiva peenestusmäära määramine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas meetodis määratakse kindlaks fosforiidihiibade peenestusmäära määramise protseduur.

▼B

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse ainult fosforiidihiibade puhul.

3. **Põhimõte**

Väikese läbumõõduga osakestest koosnevate proovide puhul on kuivsõelumine raskendatud võimaliku paakumise tõttu. Sellepärast kasutatakse sellisel juhul tavaliselt märgsõelumist.

4. **Reaktiivid**

Naatriumheksametafosfaadi lahus, 1 %

5. **Seadmed**

5.1. Standardsõelad, läbimõõt 20 cm, kõrgus 5 cm, avade läbimõõt vastavalt 0,063 mm ja 0,125 mm; kogurid

5.2. Klaaslehter, läbimõõt 20 cm, kinnitatud statiivile

5.3. Keeduklaasid, 25 ml

5.4. Kuivatuskapp

6. **Analüüsiprotseduur**

6.1. *Kaalutis*

Kaalutakse ligikaudu 50 g ainet täpsusega 0,05 g. Sõelu pestakse mõlemast küljest veega ja paigutatakse 0,125 mm avadega sõel 0,063 mm avadega sõela kohale.

6.2. *Protseduur*

Uuritav proov pannakse ülemisele sõelale. Sõelutakse nõrga külma vee joaga (võib kasutada kraanivett), kuni sõela läbinud vesi jääb peaaegu selgeks. Jälgitakse, et vee vool oleks selline, et alumine sõel ei täituks veega.

Kui ülemisele sõelale jäänud materjali kogus enam ei muutu, eemaldatakse ülemine sõel ja asetatakse see ajutiselt kogurile.

Jätkatakse märgsõelumist läbi alumise sõela mõne minuti jooksul, kuni sõela läbinud vesi jääb peaaegu selgeks.

0,125 mm avadega sõel asetatakse uuesti 0,063 mm avadega sõela kohale. Kui kogurisse on kogunenud materjali, kantakse see üle ülemisele sõelale ja alustatakse uuesti sõelumist nõrga veevooluga, kuni sõela läbinud vesi jääb jälle selgeks.

Kummalegi sõelale jäänud materjal kantakse kvantitatiivselt üle erinevatesse keeduklaasidesse lehtri abil. Keeduklaasidesse valatakse vett ja materjal suspendeeritakse. Keeduklaasid jäetakse 1 minutiks seisma ja dekanteeritakse nii palju vett kui võimalik.

Keeduklaasid pannakse kaheks tunniks kuivatuskappi 150 °C juures.

Keeduklaasidel lastakse jahtuda ning materjal eraldatakse harja abil ja kaalutakse.

7. **Arvutuseeskiri**

Arvutuste tulemused ümardatakse täisarvuni.

$$\text{Peenestusmäär (\%) } 0,125\text{mm avadega sõela läbimise järgi} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\text{Peenestusmäär (\%) } 0,063\text{mm avadega sõela läbimise järgi} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

kus:

M_1= 0,125 mm avadega sõelale jäänud materjali kogus grammides,

M_2= 0,063 mm avadega sõelale jäänud materjali kogus grammides.

▼B

8. **Märkused**

Juhul kui pärast sõelumist leitakse klompe, tuleb analüüsi korrata järgmisel viisil.

50 g proovi puistatakse aeglaselt ja pidevalt segades 1 liitrilisse kolbi, milles on 50 ml naatriumheksametafosfaadi lahust. Kolb suletakse korgiga ja loksutatakse käsitsi tugevasti, nii et klombid laguneksid. Kogu suspensioon kantakse ülemisele sõelale ja pestakse kolbi põhjalikult. Analüüsi jätkatakse punktis 6.2 kirjeldatud viisil.

Meetodid 8

Sekundaartoiteelemendid

Meetod 8.1

Üldkaltsiumi, üldmagneesiumi, üldnaatriumi ja sulfaatidena esineva üldväävli eraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur üldkaltsiumi, üldmagneesiumi, üldnaatriumi ja sulfaatidena esineva üldväävli eraldamiseks nii, et ühte ja sama ekstrakti saaks kasutada iga vajaliku sekundaartoiteelemendi määramiseks.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse EÜ väetiste puhul, mille korral on käesolevas määruses ette nähtud üldkaltsiumi, üldmagneesiumi, üldnaatriumi ja sulfaatidena esineva üldväävli sisalduse deklareerimine.

3. **Põhimõte**

Sekundaartoiteelemendid solubiliseeritakse keetmise abil lahjendatud vesinikkloriidhappe lahuses.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus:*

ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

5. **Seadmed**

Elektriline kuumutusplaat, reguleeritava temperatuuriga

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Uuritav proov*

Uuritavast proovist võetakse 5 grammine kaalutis täpsusega 1 mg ning sellest eraldatakse kaltsium, magneesium, naatrium ja sulfaatidena esinev väävel.

Juhul kui väetis sisaldab üle 15 % väävlit (S) ehk üle 37,5 % SO_3 ja üle 18,8 % kaltsiumi (Ca) ehk üle 26,3 % CaO, eraldatakse kaltsium ja väävel siiski 1 grammisest kaalutisest, mis on võetud täpsusega 1 mg. Uuritava proovi kaalutis asetatakse 600 ml keeduklaasi.

7.2. *Lahuse valmistamine*

Lisatakse ligikaudu 400 ml vett ja väikeste koguste haaval 50 ml lahjendatud vesinikkloriidhappe lahust (4.1), kusjuures ollakse eriti ettevaatlik juhul, kui proov sisaldab märkimisväärses koguses karbonaate. Lahus aetakse keema, keedetakse 30 minutit, jahtutatakse aegajalt segades ja dekanteeritakse kvantitatiivselt 500 ml mõõtekolbi. Mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse. Lahus filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva nõusse, kusjuures esimene filtraadi portsion visatakse ära. Filtraat peab olema täiesti läbipaistev. Juhul kui filtraati kohe ei kasutata, suletakse nõu korgiga.

▼B

Meetod 8.2

Erinevates vormides esineva üldväävli eraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks üldväävli eraldamise protseduur juhtudeks, kui väävel esineb väetises elementvormis ja/või keemiliste ühenditena.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse EÜ väetiste puhul, mille korral on käesolevas määruses ette nähtud erinevates vormides (elementvorm, tiosulfaadid, sulfitid, sulfaadid) esineva üldväävli sisalduse deklareerimine.

3. **Põhimõte**

Elementaarne väävel muundatakse leeliselises keskkonnas polüsulfiidideks ja tiosulfaatideks; need ühendid koos võimalike väetises sisalduvate sulfititega oksüdeeritakse vesinikperoksiidiabil. Seega muundatakse erinevad väävli esinemisvormid sulfaatideks, mille määramiseks sadestatakse baariumsulfaat (meetod 8.9).

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus:*

ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d = 1,18)

4.2. Naatriumhüdroksiidi lahus, vähemalt 30 % NaOH, d = 1,33

4.3. Vesinikperoksiidi lahus, 30 massiprotsenti

4.4. Baariumkloriidi vesilahus, 1 l lahust sisaldab 122 g $BaCl_2 . 2H_2O$

5. **Seadmed**

Elektriline kuumutusplaat, reguleeritava temperatuuriga

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Uuritav proov*

Võetakse väetise kaalutis täpsusega 1 mg, mis sisaldab 80–350 mg väävlit (S) ehk 200–875 mg SO_3.

Üldjuhul (kui S < 15 %), on kaalutise mass 2,5 g. Uuritava proovi kaalutis asetatakse 400 ml keeduklaasi.

7.2. *Oksüdeerimine*

Lisatakse 20 ml naatriumhüdroksiidi lahust (4.2) ja 20 ml vett. Keeduklaas kaetakse uuriklaasiga. Keedetakse 5 minutit kuumutusplaadil (5.1). Seejärel võtakse keedulkaas kuumutusplaadilt ära, eemaldatakse keeduklaasi seintele kleepunud väävel kuuma vee joa abil ja keedetakse veel 20 minutit. Jahutatakse.

Lisatakse 2 ml portsionite haaval vesinikperoksiidi lahust (4.3), kuni reaktsiooni enam ei järgne. 6–8 milliliitrist vesinikperoksiidi lahusest piisab. Lastakse tund aega oksüdeeruda, seejärel keedetakse pool tundi ja jahutatakse.

7.3. *Uuritava lahuse ettevalmistamine*

Lisatakse ligikaudu 50 ml vett ja 50 ml vesinikkloriidhappe lahust (4.1).

— Kui väävli (S) sisaldus on alla 5 %:

filtreeritakse lahus 600 ml keeduklaasi. Filtrile jäänud sadet pestakse mitu korda külma veega. Pärast pesemist kontrollitakse baariumkloriidi lahuse (4.4) abil, et viimastes pesuvee filtraadi tilkades ei oleks sulfaatiooni. Filtraat peab olema täiesti selge. Sulfaadid määratakse kogu filtraadis meetodi 8.9 kohaselt.

▼B

— Kui väävli (S) sisaldus on üle 5 %:

kantakse lahus kvantitatiivselt üle 250 ml mõõtekolbi, mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse. Filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva nõusse. Filtraat peab olema täiesti selge. Juhul kui filtraati kohe ei kasutata, suletakse nõu korgiga. Saadud lahuse alikvoodis määratakse sulfaadid nende sadestamise abil baariumsulfaadina (meetod 8.9).

Meetod 8.3

Vees lahustuva kaltsiumi, magneesiumi, naatriumi ja sulfaatidena esineva väävli eraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur vees lahustuva kaltsiumi, magneesiumi, naatriumi ja sulfaatidena esineva väävli eraldamiseks nii, et ühte ja sama ekstrakti saaks kasutada iga vajaliku sekundaartoiteelemendi määramiseks.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse ainult väetiste puhul, mille korral on I lisas ette nähtud vees lahustuva kaltsiumi, magneesiumi, naatriumi ja sulfaatidena esineva väävli sisalduse deklareerimine.

3. **Põhimõte**

Sekundaartoiteelemendid solubiliseeritakse keevas vees.

4. **Reaktiivid**

Destilleeritud vesi või samaväärse kvaliteediga demineraliseeritud vesi

5. **Seadmed**

Elektriline kuumutusplaat, reguleeritava temperatuuriga

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Uuritav proov*

a) Kui väetis ei sisalda väävlit või sisaldab samaaegselt kuni 3 % väävlit (S) ehk 7,5 % SO_3 ja kuni 4 % kaltsiumi (Ca) ehk 5,6 % CaO, kaalutakse 5 g väetist täpsusega 1 mg.

a) Kui väetis sisaldab üle 3 % väävlit (S) ja üle 4 % kaltsiumi (Ca), kaalutakse 1 g väetist täpsusega 1 mg.

Uuritava proovi kaalutis asetatakse 600 ml keeduklaasi.

7.2. *Lahuse valmistamine*

Lisatakse ligikaudu 400 ml vett ja keedetakse 30 minutit. Jahutatakse aeg-ajalt segades ja dekanteeritakse kvantitatiivselt 500 ml mõõtekolbi. Kolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse.

Filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva nõusse. Esimene osa filtraadist visatakse ära. Filtraat peab olema täiesti läbipaistev.

Juhul kui filtraati kohe ei kasutata, suletakse nõu korgiga.

Meetod 8.4

Erinevates vormides esineva vees lahustuva väävli eraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks erinevates vormides esineva vees lahustuva väävli eraldamise protseduur.

▼B

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiste puhul, mille korral on ette nähtud vees lahustuva vääveltrioksiidi sisalduse deklareerimine.

3. **Põhimõte**

Väävel lahustatakse külmas vees ja muundatakse sulfaatideks vesinikperoksiidiga oksüdeerimise abil leeliselises keskkonnas.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus:*

ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.2. Naatriumhüdroksiidi lahus, vähemalt 30 % NaOH, d_{20} = 1,33 g/ml

4.3. Vesinikperoksiidi lahus, 30 massiprotsenti

5. **Seadmed**

5.1. Stohmanni mõõtekolb, 500 ml

5.2. Pöördloksuti, 30–40 pööret minutis

5.3. Elektriline kuumutusplaat, reguleeritava temperatuuriga

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Uuritav proov*

a) Kui väetis sisaldab samaaegselt kuni 3 % väävlit (S) ehk 7,5 % SO_3 ja kuni 4 % kaltsiumi (Ca) ehk 5,6 % CaO, kaalutakse 5 g väetist täpsusega 1 mg.

b) Kui väetis sisaldab üle 3 % väävlit (S) ja üle 4 % kaltsiumi (Ca), kaalutakse 1 g väetist täpsusega 1 mg.

Uuritava proovi kaalutis asetatakse 500 ml Stohmanni mõõtekolbi (5.1).

7.2. *Lahuse valmistamine*

Lisatakse ligikaudu 400 ml vett, mõõtekolb suletakse korgiga ja loksutatakse pöördloksutil (5.2) 30 minutit. Mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse. Filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva nõusse. Juhul kui filtraati kohe ei kasutata, suletakse nõu korgiga.

7.3. *Uuritava alikvoodi oksüdeerimine*

Filtraadist võetakse kuni 50 ml alikvoot, mis võimaluse korral sisaldab 20–100 mg väävlit (S).

Vajaduse korral täiendatakse lahuse maht veega 50 milliliitrini. Lisatakse 3 ml naatriumhüdroksiidi lahust (4.2) ja 2 ml vesinikperoksiidi lahust (4.3). Keeduklaas kaetakse uuriklaasiga ja keedetakse lahust nõrgalt tund aega kuumutusplaadil (5.3). Lisatakse 1 ml portsionite haaval vesinikperoksiidi lahust (kokku kuni 5 ml), kuni reaktsiooni enam ei järgne.

Lahus jahutatakse. Uuriklaas eemaldatakse ja loputatakse uuriklaasi alumist külge, kogudes pesuveed keeduklaasi. Lisatakse ligikaudu 20 ml lahjendatud vesinikkloriidhappe lahust (4.1). Lahuse maht täiendatakse veega ligikaudu 300 milliliitrini.

Sulfaadid määratakse kogu oksüdeeritud lahuses meetodi 8.9 abil.

Meetod 8.5

Elementaarse väävli eraldamine ja määramine

Hoiatus

Käesoleva analüüsimeetodi puhul kasutatakse süsinikdisulfiidi (CS_2). Seetõttu tuleb ohutuse tagamiseks rakendada erimeetmeid, pidades silmas eriti järgmist:

▼B

— CS_2 säilitamine,

— personali individuaalkaitsevahendid,

— tööhügieen,

— tulekahju ja plahvatuse vältimine,

— reakiivi nõuetekohane kõrvaldamine.

See meetod nõuab kõrge kvalifikatsiooniga personali ja sobiva varustusega laboratooriumi.

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks väetistes sisalduva elementaarse väävli eraldamise ja määramise protseduur.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse EÜ väetiste puhul, mille korral on I lisas ette nähtud elementvormis esineva üldväävli sisalduse deklareerimine.

3. **Põhimõte**

Pärast lahustuvate komponentide eemaldamist eraldatakse elementaarne väävel süsinikdisulfiidi abil ning eraldatud väävel määratakse gravimeetriliselt.

4. **Reaktiivid**

Süsinikdisulfiid

5. **Seadmed**

5.1. Lihvkorgiga ekstraheerimiskolb, 100 ml

5.2. Soxleti aparaat vajalike filtreerimielementidega

5.3. Vaakumpöördaurusti.

5.4. Sundventilatsiooniga elektriahi, reguleeritav temperatuurile 90 ± 2 °C

5.5. Petri tassid, portselanist, läbimõõt 5–7 cm, kõrgus kuni 5 cm

5.6. Elektriline kuumutusplaat, reguleeritava temperatuuriga

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Uuritav proov*

Kaalutakse 5–10 g proovi täpsusega 1 mg ja asetatakse kaalutis Soxleti aparaadi (5.2) ekstraheerimishülssi.

7.2. *Väävli eraldamine*

Soxleti aparaadi sisemust pestakse põhjalikult kuuma veega kõigi lahustuvate komponentide eemaldamiseks. Kuivatatakse ahjus (5.4) 90 °C juures vähemalt tund aega. Seejärel asetatakse Soxleti aparaati (5.2) filter.

Ekstraheerimiskolbi (5.1) pannakse mõned klaashelmed, ekstraheerimiskolb koos helmestega kaalutakse (P_0) ja valatakse sellesse ligikaudu 50 ml süsinikdisulfiidi (4.1).

Ekstraheerimiskolb ühendatakse Soxleti aparaadiga ja ekstraheeritakse elementaarset väävlit 6 tundi. Seejärel lülitatakse kütteelement välja ja pärast süsteemi jahtumist eemaldatakse ekstraheerimiskolb. Ekstraheerimiskolb ühendatakse vaakumpöördaurustiga (5.3) ja aurustatakse ekstrakti kuni kolvi sisu tahkub urbseks massiks.

Kolb kuivatatakse elektriahjus (5.4) 90 °C juures (üldjuhul tund aega) konstantse massini (P_1).

7.3. *Elementaarse väävli puhtuse määramine*

Teatavad ained võivad süsinikdisulfiidiga ekstraheerimise korral elementaarse väävliga kaasa ekstraheeruda. Elementaarse väävli puhtus määratakse järgmiselt.

▼B

Ekstraheerimskolvi sisu homogeniseeritakse võimalikult täielikult ja võetakse sellest 2–3grammine kaalutis (n) täpsusega 1 mg. Kaalutis asetatakse Petri tassi (5.5). Petri tass koos sisuga kaalutakse (P_2) ja asetatakse kuumutusplaadile (5.6), mille temperatuur ei tohi ületada 220 °C, et väävel ei süttiks. Sublimeeritakse 3–4 tundi konstantse massini (P_3).

Märkus

Mõne väetise puhul ei ole vaja määrata väävli puhtust. Sellisel juhul testi 7.2 ei tehta.

8. **Arvutuseeskiri**

Väetises leiduva elementaarse väävli (S) sisaldus protsentides arvutatakse järgmiselt.

$$\text{Väetises leiduv lisanditega S } (\%) \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

▼M4

$$\text{Eraldatud väävlipuhtus } (\%) = \frac{P_2 - P_3}{n} \times 100$$

▼B

$$\text{Väetises leiduvä??????uhasä??????S}(\%) = \frac{(\mathbf{P_1} - \mathbf{P_0})(\mathbf{P_2} - \mathbf{P_3})}{\mathbf{m} \times \mathbf{n}} \times \mathbf{100}$$

kus:

m= uuritava väetiseproovi mass grammides,

P_0= Soxhleti ekstraheerimiskolvi mass grammides,

P_1= Soxhleti ekstraheerimiskolvi ja lisanditega väävli mass grammides pärast kuivatamist,

n= lisanditega väävli mass grammides,

P_2= Petri tassi mass grammides,

P_3= Petri tassi mass grammides pärast väävli sublimeerimist.

Meetod 8.6

Eraldatud ja oksalaadina sadestatud kaltsiumi manganimeetriline määramine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks kaltsiumi määramise protseduur väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse EÜ väetiste puhul, mille korral on I lisas ette nähtud üldkaltsiumi ja/või vees lahustuva kaltsiumi sisalduse deklareerimine.

▼M4

3. **Põhimõte**

Ekstraheerimislahuse alikvoodis leiduv kaltsium sadestatakse oksalaadina pärast selle eraldamist ja lahustamist oksaalhappe kaaliumpermanganaadiga tiitrimise abil.

▼B

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus:*

ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.2. *Väävelhappe lahus, 1: 10*

kümnele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa väävelhapet (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.3. *Ammooniumhüdroksiidi lahus, 1: 1*

ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa ammooniumhüdroksiidi (d_{20} = 0,88 g/ml)

4.4. Ammooniumoksalaadi [$(NH_4)_2C_2O_4 . H_2O$] lahus, küllastunud toatemperatuuril (ligikaudu 40 g ammooniumoksalaati 1 liitris lahuses)

4.5. Sidrunhahappe lahus, 30 (massi-/mahu)protsenti

4.6. Ammooniumkloriidi lahus, 5 (massi-/mahu)protsenti

4.7. Broomtümoolsinise lahus 95 % etanoolis, 0,1 (massi-/mahu)protsenti

4.8. Broomkresoolrohelise lahus 95 % etanoolis, 0,04 (massi-/mahu)protsenti

4.9. Kaaliumpermanganaadi standardlahus, 0,02 M

5. **Seadmed**

5.1. Filtertiigel, pooride läbimõõt 5–20 μ

5.2. Köetav veevann

6. **Uuritava alikvoodi ettevalmistamine**

Meetodi 8.1 või 8.3 abil saadud ekstraktist võetakse pipeti abil alikvoot, mis sisaldab 15–50 mg Ca (ehk 21–70 mg CaO). Selle alikvoodi mahu tähiseks on v_2. Alikvoot kantakse 400 ml keeduklaasi. Vajaduse korral neutraliseeritakse alikvoot mõne tilga ammooniumhüdroksiidi lahusega (4.3), kusjuures indikaatori (4.7) värvus muutub rohelisest siniseks.

Lisatakse 1 ml sidrunhappe lahust (4.5) ja 5 ml ammooniumkloriidi lahust (4.6).

7. **Kaltsiumoksalaadi sadestmine**

Lisatakse ligikaudu 100 ml vett. Segu aetakse keema ja lisatakse 8–10 tilka indikaatorlahust (4.8) ning aeglaselt 50 ml kuuma ammooniumoksalaadi lahust (4.4). Sademe tekke korral lisatakse selle lahustamiseks mõni tilk vesinikkloriidhappe lahust (4.1). Neutraliseeritakse väga aeglaselt ja pidevalt segades ammooniumhüdroksiidi lahusega (4.3) pH väärtuseni 4,4–4,6 (indikaatori (4.8) värvus muutub rohelisest siniseks). Seejärel asetatakse keeduklaas ligikaudu 30 minutiks keevale veevannile (5.2).

Keeduklaas eemaldatakse veevannilt, jäetakse üheks tunniks seisma ja lahus filtreeritakse läbi klaasfiltertiigli.

8. **Kaltsiumoksalaadi sademe tiitrimine**

Keeduklaasi ja klaasfiltertiiglit pestakse, kuni ammooniumoksalaadi liig on täielikult eemaldatud (kontrollitakse, et pesuvees puuduks kloriidioon). Klaasfiltertiigel asetatakse 400 ml keeduklaasi ja lahustatakse sade 50 ml kuumas väävelhappe lahuses (4.2). Keeduklaasi lisatakse vett, nii et lahuse üldmaht oleks ligikaudu 100 ml. Lahus kuumutatakse temperatuurini 70–80 °C ja tiitritakse tilkhaaval kaaliumpermanganaadi lahusega (4.9), kuni roosa värvus jääb püsima üheks minutiks. Tiitrimiseks kulunud lahuse mahu tähiseks on n.

9. **Arvutuseeskiri**

Kaltsiumi (Ca) sisaldus väetises arvutatakse järgmise valemi abil:

$$\text{Ca}\ (\%) = n \times 0,2004 \times \frac{t}{0,02} \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

▼B

kus:

n= tiitrimiseks kulunud kaaliumpermanganaadi lahuse mahtmilliliitrites,

m= uuritava proovi mass grammides,

v_2= alikvoodi maht milliliitrites,

v_1= ekstrakti maht milliliitrites,

t= kaaliumpermanganaadi lahuse kontsentratsioon moolides liitri kohta.

CaO (%)= Ca (%) × 1,400

Meetod 8.7

Magneesiumi määramine aatomiabsorptsioonspektromeetria abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks magneesiumi määramise protseduur väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse meetodi 8.1 ja 8.3 abil saadud EÜ väetiste ekstraktide puhul, mille korral on ette nähtud üldmagneesiumi ja/või vees lahustuva magneesiumi sisalduse deklareerimine, välja arvatud järgmised sekundaartoiteelemente käsitlevas I lisa D osas loetletud väetised:

— väetiseliik 4 (kiseriit),

— väetiseliik 5 (magneesiumsulfaat) ja väetiseliik 5.1 (magneesiumsulfaadi lahus)

— ja välja arvatud järgmine kaaliumväetisi käsitlevas I lisa osas A3 nimetatud väetis:

— väetiseliik 7 (kiseriit kaaliumsulfaadi lisandiga),

— mille puhul rakendatakse meetodit 8.8.

Allpool sätestatud meetodit rakendatakse kõigi väetiseekstraktide puhul, mis sisaldavad kompleksomeetrilist määramist segavaid elemente sellistes kogustes, mis võivad takistada magneesiumi määramist komleksomeetria abil.

3. **Põhimõte**

Ekstrakt lahjendatakse vajalikul määral ja selles sisalduv magneesium määratakse absorptsioonspektromeetriliselt.

4. **Reaktiivid**

4.1. Vesinikkloriidhappe lahus, 1 M

4.2. Vesinikkloriidhappe lahus, 0,5 M

4.3. *Magneesiumi standardlahus, 1,00 mg/ml*

4.3.1. 1,013 g magneesiumsulfaati ($MgSO_4 . 7H_2O$) lahustatakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahuses (4.2)

4.3.2. Kaalutakse 1,658 g magneesiumoksiidi (MgO), mida on eelnevalt kaltsineeritud karbonaadi jälgede eemaldamiseks. Kaalutis asetatakse keeduklaasi, milles on 100 ml vett ja 120 ml 1 M vesinikkloriidhappe lahust (4.1). Pärast magneesiumoksiidi lahustumist kantakse lahus kvantitatiivselt üle 1 000 ml mõõtekolbi, maht täiendatakse märgini ja lahust segatakse

või

4.3.3. Müügilolev standardlahus

Selle lahuse kontrollimise eest vastutab laboratoorium.

▼B

4.4. *Strontsiumkloriidi lahus*

75 g strontsiumkloriidi ($SrCl_2 . 6H_2O$) lahustatakse kloorvesinikhappe lahuses (4.2) ja täiendatakse maht sama vesinikkloriidhappe lahusega 500 milliliitrini.

5. **Seadmed**

Aatomiabsorptsioonispektri mõõtmiseks kohandatud spektromeeter, magneesiumlambiga, reguleeritud lainepikkusele 285,2 nm

Õhk-atsetüleenleek

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetodid 8.1 ja 8.3.

7. **Protseduur**

7.1. Juhul kui väetise deklareeritud magneesiumi (Mg) sisaldus on üle 6 % (ehk üle 10 % MgO), võetakse ekstraktist (6) 25 ml alikvoot (V_1). Alikvoot kantakse 100 ml mõõtekolbi, täiendatakse lahuse maht veega märgini ja lahust segatakse. Lahjendustegur: $D_1 = 100/V_1$

7.2. Mõõdetakse pipeti abil 10 ml ekstrakti (6) või lahust (7.1) ja kantakse alikvoot 200 ml mõõtekolbi. Kolb täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahust segatakse. Lahjendustegur on 200/10.

7.3. Lahust (7.2) lahjendatakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) nii, et saada spektromeetri (5.1) optimaalsele mõõtepiirkonnale vastav kontsentratsioon. Vajaliku kontsentratsiooniga 100 ml lahuse valmistamiseks võetud alikvoodi tähiseks on V_2. Lahjendustegur: $D_2 = 100/V_2$.

Lõpplahus peab sisaldama 10 mahuprotsenti strontsiumkloriidi lahust (4.4).

7.4. *Pimekatselahuse valmistamine*

Pimekatselahuse valmistamiseks korratakse kogu protseduuri alates eraldamisest (meetod 8.1 või 8.3) selle erinevusega, et väetiseproovi ei kasutata.

7.5. *Kaliibrimislahuste valmistamine*

Standardlahuse (4.3) lahjendamise abil 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega valmistatakse 5 kaliibrimislahust spektromeetri (5.1) optimaalsele mõõtepiirkonnale vastavate kasvavate kontsentratsioonide järjekorras.

Need lahused peavad sisaldama 10 mahuprotsenti strontsiumkloriidi lahust (4.4).

7.6. *Mõõtmine*

Spektrofotomeeter (5.1) reguleeritakse lainepikkusele 285,2 nm.

Leeki pihustatakse üksteise järel kaliibrimislahuseid (7.5), uuritavat lahust (7.3) ja pimekatselahust (7.4), kusjuures enne iga pihustamist pestakse pihustit mõõdetava lahusega. Seda protseduuri korratakse kolm korda. Joonestatakse kaliibrimiskõver, kandes ordinaatteljele keskmise neelduvuse iga kaliibrimislahuse (7.5) puhul ja abstsissteljele vastava magneesiumisisalduse (µg/ml). Kaliibrimiskõvera abil määratakse magneesiumi kontsentratsioon uuritavas lahuses (7.3), X_s, ja pimekatselahuses (7.4), X_b.

8. **Arvutuseeskiri**

Magneesiumi (Mg) või magneesiumoksiidi (MgO) sisalduse arvutatamisel kasutatakse võrdlusbaasina kaliibrimislahustega saadud andmeid, kusjuures võetakse arvesse ka pimekatse tulemust.

Magneesiumi (Mg) protsent väetises arvutatakse järgmise valemi abil:

$$\mathrm{Mg}\ (\%) = \frac{(X_s - X_b)D_1(200/10)D_2 500,100}{1000.1000M}$$

kus:

▼B

X_s= kaliibrimiskõveralt loetud uuritava lahuse kontsentratsioon, µg/ml;

X_b= kaliibrimiskõveralt loetud pimekatselahuse kontsentratsioon, µg/ml;

D_1= lahjendustegur (7.1),

— D_1 = 4, kui lahendamiseks võetakse 25 ml ekstrakti,

— D_1 = 1, kui ekstrakti ei lahjendata;

— D_2 = lahjendustegur (7.3);

— M = sekundaartoiteelementide eraldamiseks kasutatud uuritava proovi kaalutise mass;

— MgO (%)= Mg (%)/0,6

Meetod 8.8

Magneesiumi määramine kompleksomeetria abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks magneesiumi määramise protseduur väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse järgmiste EÜ väetiste ekstraktide puhul, mille korral on ette nähtud üldmagneesiumi ja/või vees lahustuva magneesiumi sisalduse deklareerimine:

— I lisas loetletud väetised: lihtlämmastikväetised, mis kuuluvad liikidesse 1b + 1c (kaltsiummagneesiumnitraat), liiki 7 (magneesiumsulfonitraat), liiki 8 (magneesiumi sisaldavad lämmastikväetised) ja lihtkaaliumväetised, mis kuuluvad liiki 2 (rikastatud kainiit), liiki 4 (magneesiumi sisaldav kaaliumkloriid) ning liiki 6 (magneesiumsooli sisaldav kaaliumsulfaat),

— sekundaartoiteelemente käsitlevas I lisa osas D loetletud väetised.

3. **Põhimõte**

Magneesium solubiliseeritakse meetodite 8.1 ja/või 8.3 abil. Esimene tiitrimine EDTA-ga tehakse eriokroommust T juuresolekul Ca ja Mg määramiseks. Teine tiitrimine EDTA-ga tehakse kaltseiini või kaltsioonkarboksüülhappe juuresolekul Ca määramiseks. Magneesiumi sisaldus leitakse vahe alusel.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Magneesiumi standardlahus, 0,05 M:*

4.1.1. 1,232 g magneesiumsulfaati ($MgSO_4 . 7H_2O$) lahustatakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahuses (4.11) ja täiendatakse maht sama lahusega 100 milliliitrini,

või

4.1.2. kaalutakse 2,016 g magneesiumoksiidi (MgO), mida on eelnevalt kaltsineeritud karbonaadi jälgede eemaldamiseks. Kaalutis asetatakse keeduklaasi, milles on 100 ml vett

ja lisatakse, lahust segades, 120 ml ligikaudu 1 M vesinikkloriidhappe lahust (4.12).

Pärast magneesiumoksiidi lahustumist kantakse lahus kvantitatiivselt üle 1 000 ml mõõtekolbi. Mõõtekolb täidetakse mahumärgini ja lahust segatakse.

1 ml saadud lahust sisaldab 1,216 mg Mg (ehk 2,016 mg MgO).

Laboratoorium vastutab standardlahuse kontsentratsiooni kontrollimise eest.

4.2. *EDTA lahus, 0,05 M*

Kaalutakse 18,61 g dinaatriumetüleendiamiintetraatsetaatdihüdraati ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 . 2H_2O$), asetatakse kaalutis 1 000 ml keeduklaasi ja lahustatakse 600–800 ml vees. Lahus kantakse kvantitatiivselt üle

▼B

1 000 ml mõõtekolbi. Mõõtekolb täidetakse mahumärgini ja lahust segatakse. Lahuse kontsentratsiooni kontrollimiseks võetakse 20 ml alikvoot magneesiumi standardlahust (4.1) ja tiitritakse seda protseduuri (7.2) kohaselt.

1 ml EDTA lahust peab vastama 1,216 milligrammile Mg (ehk 2,016 milligrammile MgO) ja 2,004 milligrammile Ca (ehk 2,804 milligrammile CaO) (vt märkused 10.1 ja 10.6)

4.3. *Kaltsiumi standardlahus, 0,05 M*

Kaalutakse 5,004 g kuiva kaltsiumkarbonaati. Kaalutis asetatakse keeduklaasi, milles on 100 ml vett ja lisatakse, lahust segades, 120 ml ligikaudu 1 M vesinikkloriidhappe lahust (4.12).

Lahus aetakse keema süsihappegaasi eemaldamiseks, jahutatakse, kantakse kvantitatiivselt üle 1 l mõõtekolbi, mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse. Saadud lahuse kontsentratsiooni kontrollitakse EDTA lahuse (4.2) abil protseduuri (7.3) kohaselt. 1 ml kaltsiumi standardlahust sisaldab 2,004 milligrammi Ca (ehk 2,804 milligrammi CaO) ja peab vastama 1 milliliitrile 0,05 M EDTA lahusele (4.2).

4.4. *Kaltseiinindikaator*

1 g kaltseiini ja 100 g naatriumkloriidi segatakse uhmris hoolikalt kokku. iitrimisel kasutatakse 10 mg saadud segu. Indikaatori värvus muutub rohelisest oranžiks. Tiitritakse rohelise varjundita oranži värvuse saamiseni.

4.5. *Kaltsioonkarboksüülhapeindikaator*

400 mg kaltsioonkarboksüülhapet lahustatakse 100 ml metanoolis. Lahus säilib ligikaudu 4 nädalat. Tiitrimisel kasutatakse 3 tilka indikaatorlahust. Indikaatori värvus muutub punasest siniseks. Tiitritakse punase varjundita sinise värvuse saamiseni.

4.6. *Eriokroommust-T-st valmistatud indikaatorlahus*

300 g eriokroommust-T-d lahustatakse 25 ml propanool-1-st ja 15 ml trietanoolamiinist koosnevas segus. Lahus säilib ligikaudu 4 nädalat. Tiitrimisel kasutatakse 3 tilka indikaatorlahust. Indikaatori värvus muutub punasest siniseks; tiitritakse punase varjundita sinise värvuse saamiseni Indikaator muudab värvi ainult magneesiumi juuresolekul. Vajaduse korral lisatakse 1 ml standardlahust (4.1).

Kui lahus sisaldab nii kaltsiumi kui ka magneesiumi, moodustab EDTA kompleksi alguses kaltsiumiga ja seejärel magneesiumiga. Sellisel juhul määratakse mõlemad toiteelemendid koos.

4.7. *Kaaliumtsüaniidi lahus*

KCN vesilahus, 2 %. (Mitte pipeteerida suuga, vt 10.7.)

4.8. *Kaaliumhüdroksiidi ja kaaliumtsüaniidi lahus*

280 g KOH ja 66 g KCN lahustatakse vees, täiendatakse lahuse maht 1 liitrini ning segatakse.

4.9. *Puhverlahus, pH 10,5*

33 grammi ammooniumkloriidi lahustatakse 200 ml vees 500 ml mõõtekolvis, lisatakse 250 ml ammooniumhüdroksiidi lahust (d_{20} = 0,91 g/ml), mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse. Lahuse pH-d kontrollitakse korrapäraselt.

4.10. Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus: ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.11. Vesinikkloriidhappe lahus, umbes 0,5 M

4.12. Vesinikkloriidhappe lahus, umbes 1 M

4.13. Naatriumhüdroksiidi lahus, 5 M

5. **Seadmed**

5.1. Magnetsegur või mehaaniline segur

5.2. pH-meeter

▼B

6. **Kontrollkatse**

Tiitritakse lahuste (4.1) ja (4.3) alikvoote, mille mahud valitakse sellised, et suhe Ca/Mg oleks ligikaudu võrdne selle suhtega uuritava lahuse korral. Selleks võetakse a milliliitrit magneesiumi standardlahust (4.3) ja (b – a) milliliitrit kaltsiumi standardlahust (4.1), kusjuures a ja b on EDTA lahuse milliliitrite arvud, mis kulutati kaheks tiitrimiseks uuritava lahuse korral. Protseduur vastab nõuetele, kui EDTA, kaltsiumi ja magneesiumi lahuste kontsentratsioonid on täpselt ekvivalentsed. Kui see tingimus ei ole täidetud, tuleb vead kõrvaldada.

7. **Uuritava lahuse ettevalmistamine**

Vt meetodid 8.1 ja 8.3.

8. **Määramine**

8.1. *Alikvoodid*

Alikvoodid peavad sisaldama võimaluse korral 9–18 mg magneesiumi (ehk 15–30 mg MgO).

8.2. *Tiitrimine eriokroommust T juuresolekul*

400 ml keedukaasi pipeteeritakse uuritava lahuse alikvoot (8.1). Happe liig neutraliseeritakse 5 M naatriumhüdroksiidi lahusega (4.12), kasutades pH-meetrit. Seejärel lahjendatakse lahust ligikaudu 100 milliliitrini ja lisatakse 5 ml puhverlahust (4.9). pH-meetri abil mõõdetud pH väärtus peab olema 10,5 ± 0,1. Lisatakse 2 ml kaaliumtsüaniidi lahust (4.7) ja 3 tilka eriokroommust-T-st valmistatud indikaatorlahust (4.6). Tiitritakse EDTA lahusega (4.2), segades ettevaatlikult seguril (5.1) (vt märkused 10.2, 10.3 ja 10.4). Tiitrimiseks kulunud 0,05 M EDTA lahuse milliliitrite arvu tähiseks on b.

8.3. *Tiitrimine kaltseiini või kaltsioonkarboksüülhappe juuresolekul*

400 ml keeduklaasi pipeteeritakse uuritava lahuse alikvoot, mille maht on võrdne eespool kirjeldatud tiitrimiseks võetud alikvoodi mahuga. Happe liig neutraliseeritakse 5 M naatriumhüdroksiidi lahusega (4.13), kasutades pH-meetrit. Seejärel lahjendatakse lahust ligikaudu 100 milliliitrini. Lisatakse 10 ml KOH/KCN lahust (4.8) ja indikaatorit (4.4 või 4.5). Tiitritakse EDTA lahusega (4.2), segades ettevaatlikult seguril (5.1) (vt märkused 10.2, 10.3 ja 10.4). Tiitrimiseks kulunud 0,05 M EDTA lahuse milliliitrite arvu tähiseks on a.

9. **Arvutuseeskiri**

Kui on tegemist EÜ väetisega, mille puhul käesolev meetod on rakendatav (5 g väetist 500 ml ekstrakti kohta), arvutatakse kontsentratsioonid järgmiselt:

$$\text{MgO (Väetise sisaldus) (\%)} = \frac{(b - a) \times T}{M}$$

$$\text{Mg (Väetise sisaldus) (\%)} = \frac{(b - a) \times T'}{M}$$

kus:

a= 0,05 M EDTA lahuse milliliitrite arv, mis kulutati tiitrimiseks kaltseiini või kaltsioonkarboksüülhappe juuresolekul,

b= 0,05 M EDTA lahuse milliliitrite arv, mis kulutati tiitrimiseks eriokroommust T juuresolekul,

M= proovi mass grammides uuritava alikvoodi kohta,

T= 0,2016 × EDTA lahuse molaarsus/0,05 (vt 4.2),

T= 0,1216 × EDTA lahuse molaarsus/0,05 (vt 4.2).

10. **Märkused**

10.1. Kompleksomeetrias on EDTA ja metalli söhhiomeetriline suhe alati 1: 1, vaatamata sellele, et EDTA on neljavalentne ja olenemata sellest, milline on metalli valents. Sellepärast ei väljendata EDTA-st valmis-

▼B

tatud tiitrimislahuse ja EDTA standardlahuse kontsentratsiooni mitte normaalsusena, vaid alati molaarsusena.

10.2. Kompeksomeetrilised indikaatorid on sageli tundlikud õhu suhtes. Indikaatorlahus võib tiitrimise ajal valastuda. Sellisel juhul lisatakse veel 1–2 tilka indikaatorlahust. See kehtib eriti eriokroommust T ja kaltsioonkarboksüülhappe puhul.

10.3. Metall-indikaatorkompleksid on sageli suhteliselt püsivad ja värvuse muutumiseks võib kuluda aega. Sellepärast lisatakse viimased EDTA tilgad aeglaselt ja selle kontrollimiseks, et värvus ei ole veel muutunud, lisatakse 1 tilk 0,05 M magneesiumi (4.1) või kaltsiumi (4.3) lahust. See kehtib eriti eriokroom-magneesiumkompleksi puhul.

10.4. Indikaatori värvuse muutumist ei jälgita mitte vertikaalsuunas, vaid horisontaalsuunas läbi lahuse, kusjuures keeduklaas asetatakse valgele taustale hästi valgustatud kohas. Selleks et hõlbustada värvuse muutumise jälgimist, võib keeduklaasi asetada ka mattklaasile, mida altpoolt mõõdukalt valgustab 25 W pirn.

10.5. See analüüs nõuab teatavat kogemust. Muu hulgas tuleb jälgida ka värvuse muutumist standardlahuste 4.1 ja 4.3 korral. On soovitav, et analüüse teeks üks ja see sama keemialaboratooriumi töötaja.

10.6. Kui kasutatakse garanteeritud kontsentratsiooniga EDTA lahust (nt Titrisol, Normex), võib see hõlbustada standardlahuste 4.1, 4.2 ja 4.3 ekvivalentsuse kontrollimist.

10.7. Kaaliumtsüaniidi sisaldavaid lahuseid ei tohi valada valamusse, kuni tsüaniidid ei ole muundatud kahjututeks ühenditeks näiteks leelistamise ja sellele järgneva oksüdeerimise abil naatriumhüpokloritiga.

Meetod 8.9

Sulfaatide määramine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks sulfaatidena esineva väävli määramise protseduur väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse sulfaatide määramiseks väetiseekstraktides, mis on saadud meetodi 8.1, 8.2, 8.3 või 8.4 abil.

3. **Põhimõte**

Sulfaadid määratakse baariumsulfaadina gravimeetriliselt.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus:*

ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.2. Baariumkloriidi lahus: 122 g $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ ühes liitris lahuses

4.3. Hõbenitraadi lahus: 5 g hõbenitraati ühes liitris lahuses

5. **Seadmed**

5.1. Portselantiiglid

5.2. Köetav veevann

5.3. Kuivatuskapp, termostateeritav 105 ± 1 °C juures

5.4. Elektriahi, termostateeritav 800 ± 50 °C juures

6. **Protseduur**

6.1. *Alikvoodi võtmine*

Ühest punktis 2 nimetatud väetiseekstraktist võetakse pipeti abil alikvoot, mis sisaldab 20–100 mg S ehk 50–250 mg SO_3.

Alikvoot kantakse sobiva mahutavusega keeduklaasi, lisatakse ligikaudu 20 ml lahjendatud vesinikkloriidhappe lahust (4.1) ja täiendatakse maht veega ligikaudu 300 milliliitrini.

▼B

6.2. *Sadestamine*

Segu aetakse keema, ja lisatakse tilkhaaval ja tugevasti segades ligikaudu 20 ml baariumkloriidi lahust (4.2) ja keedetakse mõne minuti jooksul.

Keeduklaas kaetakse uuriklaasiga ja asetatakse 1 tunniks keevale veevannile (5.2). Seejärel jäetakse keeduklaas seisma umbes 60 °C juures, kuni supernatant selgineb. Selge lahus dekanteeritakse läbi tiheda tuhavaba filtri. Sadet pestakse mitu korda kuuma veega. Sademe pesemist jätkatakse filtril kuni kloriidivaba filtraadi saamiseni. Kloriidiooni puudumist filtraadis kontrollitakse hõbenitraadi lahuse abil (4.3).

6.3. *Sademe põletamine ja kaalumine*

Filterpaber ja sade asetatakse porselantiiglisse (5.1), mis on eelnevalt kaalutud täpsusega 0,1 mg, kuivatatakse kuivatuskapis (5.3) ja tuhastatakse elektriahjus (5.4) 800 °C juures pool tundi. Seejärel jahutatakse portselantiigel eksikaatoris ja kaalutakse 0,1 mg täpsusega.

7. **Arvutuseeskiri**

1 mg baariumsulfaati vastab 0,137 milligrammile väävlile (S) ehk 0,343 milligrammile vääveltrioksiidile (SO_3).

Väävli (S) protsent väetises arvutatakse järgmise valemi abil:

$$S\ (\%) = w \times 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3\ (\%) = S(\%) \times 2,5$$

kus:

w= baariumsulfaadi sademe mass milligrammides,

v_1= ekstrakti maht milliliitrites,

v_2= alikvoodi maht milliliitrites,

m= uuritava proovi mass grammides.

Meetod 8.10

Eraldatud naatriumi määramine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks naatriumi määramise protseduur väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse EÜ väetiste puhul, mille korral on I lisas ette nähtud naatriumi sisalduse deklareerimine.

3. **Põhimõte**

Meetodi 8.1 ja/või 8.3 abil saadud ekstrakt lahjendatakse vajalikul määral ja määratakse lahuse naatriumisisaldus leekemissioonspektromeetria abil.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus:*

ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa analüüsipuhast vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.2. Alumiiniumnitraat, $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$

4.3. Tseesiumkloriid, CsCl

4.4. Naatriumkloriid (NaCl), veevaba

▼B

4.5. *Tseesiumkloriidi ja alumiiniumnitraadi lahus*

50 g tseesiumkloriidi (4.3) ja 250 g alumiiniumnitraati (4.2) lahustatakse vees 1 000 ml mõõtekolvis, täiendatakse maht veega märgini ning segatakse.

4.6. *Naatriumi standardlahus, Na sisaldus 1 mg/ml*

2,542 g naatriumkloriidi (4.4) lahustatakse vees 1 000 ml mõõtekolvis, lisatakse 10 ml lahjendatud vesinikkloriidhappe lahust (4.1), mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse.

5. **Seadmed**

Leekemissioonspektri mõõtmiseks kohandatud spektromeeter, reguleeritud lainepikkusele 589,3 nm

6. **Kaliibrimislahused**

6.1. 250 ml mõõtekolbi pannakse 10 ml standardlahust (4.6), mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse. Na sisaldus lahuses: 40 μg/ml.

6.2. 100 ml mõõtekolbidesse pannakse 0, 5, 10, 15, 20 ja 25 ml vahelahust (6.1), igasse mõõtekolbi lisatakse 10 ml lahust (4.5), täidetakse mõõtekolvid mahumärgini ja lahuseid segatakse. Na sisaldus lahustes: 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 μg/ml.

7. **Uuritavate lahuste valmistamine**

Olenevalt meetodi 8.1 või 8.3 kohaselt valmistatud ekstrakti (5 g väetist 500 ml ekstrakti kohta) naatriumisisaldusest, tehakse järgmises tabelis ettenähtud lahjendused.

Na_2O (%)	Na (%)	Vahelahjendus		Lõpplahjendus		Lahjendusaste
		Alikvoot (ml), v_2	Lahjendusmaht (ml), v_3	Uuritav alikvoot (ml), v	Lahjendusmaht (ml), v_3	
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

Vahelahjendused tehakse veega. Lõpplahjenduse tegemisel lisatakse 100 ml mõõtekolbi 10 ml lahust (4.5).

Kui uuritav proov on 1 g, korrutatakse lõpplahjenduse maht (v_4) 5-ga.

8. **Määramine**

Spektromeeter (5.1) valmistatakse ette mõõtmisteks lainepikkusel 589,3 nm. Seadme kaliibrimiseks mõõdetakse emissioonisignaalid kaliibrimislahuste (6.2) puhul. Seejärel reguleeritakse seadme tundlikkus selliseks, et kõige suurema kontsentratsiooniga kaliibrimislahuse korral saaks kasutada kogu skaalat. Seejärel mõõdetakse uuritava lahuse emissioonisignaal. Seda protseduuri korratakse kolm korda.

9. **Tulemuste arvutamine**

Ehitatakse kaliibrimiskõver, märkides ordinaatteljele emissioonisignaali keskmised väärtused iga kaliibrimislahuse puhul ja abstsisstelje vastavad kontsentratsioonid mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml). Kaliibrimiskõvera abil leitakse uuritava lahuse naatriumisisaldus. Naatriumisisalduse arvutamisel võetakse arvesse tehtud lahjendusi. Tulemus väljendatakse protsentides proovi massist.

Naatriumi (Na) protsent väetises arvutatakse järgmise valemi abil:

$$\text{Na}\ (\%) = \text{x}.\frac{v_3}{v_4}\frac{v_1}{v_2}\frac{10^{-2}}{\text{m}}$$

▼B

$$N_2O\ (\%) = Na(\%) \times 1,348$$

kus:

x= spektrofotomeetri küvetti pandud lahuse kontsentratsioon, µg/ml,

v_1= ekstrakti maht milliliitrites,

v_2= alikvoodi maht milliliitrites vahelahjenduse puhul,

v_3= lahjendusmaht milliliitrites vahelahjenduse puhul,

v_4= alikvoodi maht milliliitrites lõpplahjenduse puhul (lahjendusmaht 100 ml),

m= uuritava proovi mass grammides.

Meetodid 9

Analüüsimeetodid juhtumiks, kui mikroelementide sisaldus ei ületa 10 %

Meetod 9.1

Mikroelementide kooseraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur järgmiste mikroelementide eraldamiseks: üldboor, üldkoobalt, üldvask, üldraud, üldmangaan, üldmolübdeen, ja üldtsink. Eesmärk on teha võimalikult vähe eraldamisi ning võimaluse korral kasutada iga eespool loetletud mikroelemendi üldsisalduse määramiseks ühte ja sama ekstrakti.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse I lisa osas E loetletud EÜ väetiste puhul, mis sisaldavad ühte või mitut järgmist mikroelementi: boor, koobalt, vask, raud, mangaan, molübdeen ja tsink. Seda võib kasutada iga mikroelmendi puhul, mille deklareeritud sisaldus on 10 % või väiksem.

3. **Põhimõte**

Proov lahustatakse keevas lahjendatud vesinikkloriidhappe lahuses.

Märkus

Eraldamine on empiiriline ja võib olla mittekvantitatiivne, olenevalt tootest või muudest väetise koostisainetest. Eriti teatavate mangaani oksiidide korral võib eraldatud kogus olla oluliselt väiksem tootes sisalduvast mangaani üldkogusest. Väetise tootja tagab, et deklareeritud koostis vastaks käesolevas meetodis ettenähtud tingimustes tegelikult eraldatavale kogusele.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud veinikkloriidhappe (HCl) lahus, ligikaudu 6 M:*

ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.2. Kontsentreeritud ammooniumhüdroksiidi lahus, NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml

5. **Seadmed**

Elektriline kuumutusplaat, reguleeritava temperatuuriga

Märkus

Kui on vaja määrata boori sisaldust ekstraktis, ei tohi kasutada boorsilikaatklaasist nõusid. Kuna käesolevas meetodis kasutatakse keetmist, on soovitav kasutada kvarts- või teflonnõusid. Juhul kui nõude pesemisel on kasutatud boraate sisaldavaid detergente, tuleb nõusid hoolikalt loputada.

▼B

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutis*

Väetiseproovist võetakse kaalutis massiga 2–10 g, olenevalt deklareeritud mikroelementide sisaldusest. Mõõtepiirkonda jääva kontsentratsiooniga lõpplahuse saamiseks tehakse vajalikud lahjendused järgmise tabeli kohaselt. Kaalutised võetakse 1 mg täpsusega.

Deklareeritud mikroelementide sisaldus väetises (%)	< 0,01	0,01–< 5	≥ 5–10
Kaalutise mass (g)	10	5	2
Kaalutises sisalduva mikroelemendi mass (mg)	1	0,5–250	100–200
Ekstrakti maht V (ml)	250	500	500
Mikroelemndi sisaldus ekstraktis (mg/l)	4	1–500	200–400

Kaalutis asetatakse 250 ml keeduklaasi.

7.2. *Lahuse valmistamine*

Kaalutist niisutatakse vajaduse korral vähese veega, lisatakse ettevaatlikult väikeste portsionite kaupa lahjendatud vesinikkloriidhapet (4.1) suhtes 10 ml vesinikkloriidhapet 1 g väetise kohta, ja seejärel lisatakse ligikaudu 50 ml vett. Keeduklaas kaetakse uuriklaasiga ja sisu segatakse. Segu aetakse kuumutusplaadil keema, keedetakse 30 minutit ja jahtutatakse aeg-ajalt segades. Lahus kantakse kvantitatiivselt üle 250 või 500 ml mõõtekolbi (vt tabel), mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt. Filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva nõusse, kusjuures esimene portsion filtraati visatakse ära. Filtraat peab olema täiesti selge.

Juhul kui nõud ei suleta korgiga, on soovitav määrata mikroleemendid selge filtraadi alikvootides viivitamatult.

Märkus

Juhul, kui ekstraktis tuleb määrata boori sisaldus, reguleeritakse pH kontsentreeritud ammooniumhüdroksiidi (4.2) lisamise abil väärtusele 4–6.

8. **Määramine**

Iga mikroelemendi sisaldus määratakse selle mikrolemendi määramisprotseduuris kindlaksmääratud mahuga alikvoodis.

Vajaduse korral eemaldatakse alikvoodist orgaanilised kelaaditekitid ja kompleksimoodustajad meetodi 9.3 abil. Juhul kui mikroelemendid määratakse aatomiabsorptsioonspekromeetriliselt, võib kelaaditekitite jakompleksimoodustajate eemaldamine olla mittevajalik.

Meetod 9.2

Vees lahustuvate mikroelementide eraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur järgmiste mikroelementide lahustuvvormide eraldamiseks: boor, koobalt, vask, raud, mangaan, molübdeen ja tsink. Eesmärk on teha võimalikult vähe eraldamisi ning võimaluse korral kasutada iga eespool loetletud mikroelemendi sisalduse määramiseks ühte ja sama ekstrakti.

▼B

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse I lisas loetletud EÜ väetiste puhul, mis sisaldavad ühte või mitut järgmist mikroelementi: boor, koobalt, vask, raud, mangaan, molübdeen ja tsink. Seda võib kasutada iga mikroelmendi puhul, mille deklareeritud sisaldus on 10 % või väiksem.

3. **P õ h i m õ t e**

Mikroelementide eraldamiseks loksutatakse väetist veega 20 ± 2 °C juures.

Märkus

Eraldamine on empiiriline ja võib olla või mitte olla kvantitatiivne.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud veinikkloriidhappe (HCl) lahus, ligikaudu 6 M*

Ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

5. **S e a d m e d**

5.1. Rotatsioonloksuti, ligikaudu 35–40 pööret minutis

5.2. pH-meeter

M ä r k u s

Kui on vaja määrata boori sisaldust ekstraktis, ei tohi kasutada boorsilikaatklaasist nõusid. Soovitav on eraldamiseks kasutada kvartsklaasist nõusid. Juhul kui nõude pesemisel on kasutatud boraate sisaldavaid detergente, tuleb nõusid hoolikalt loputada.

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutis*

Väetiseproovist võetakse kaalutis massiga 2–10 g, olenevalt deklareeritud mikroelementide sisaldusest. Mõõtepiirkonda jääva kontsentratsiooniga lõpplahuse saamiseks tehakse vajalikud lahjendused järgmise tabeli kohaselt. Kaalutised võetakse 1 mg täpsusega.

Deklareeritud mikroelementide sisaldus väetises (%)	< 0,01	0,01–< 5	≥ 5–10
Kaalutise mass (g)	10	5	2
Kaalutises sisalduva mikroelemendi mass (mg)	1	0,5–250	100–200
Ekstrakti maht V (ml)	250	500	500
Mikroelemndi sisaldus ekstraktis (mg/l)	4	1–500	200–400

Kaalutis asetatakse 250 või 500 ml mõõtekolbi.

7.2. *Lahuse valmistamine*

250 ml mõõtekolvi korral lisatakse 200 ml vett, 500 ml mõõtekolvi korral 400 ml vett.

Mõõtekolb suletakse tihedasti korgiga ja loksutatakse tugevasti käes, kuni väetis jaotub ühtlaselt, seejärel asetatakse mõõtekolb pöördloksutile ja loksutatakse 30 minutit.

Mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

▼B

7.3. *Uuritava lahuse ettevalmistamine*

Filtreeritakse viivitamata puhtasse kuiva kolbi. Kolb suletakse korgiga. Mikroelemendid määratakse viivitamata pärast filtreerimist.

Märkus

Juhul kui filtraat muutub järk-järgult häguseks, eraldatakse mikroelemendid uuesti punktides 7.1 ja 7.2 kirjedatud protseduuri kohaselt, kusjuures kasutatakse kolbi mahutavusega Ve. Lahus filtreeritakse kuiva kaliibritud kolbi mahutavusega W, millessse on eelnevalt pandud 5,00 ml lahjendatud vesinikkloriidhapet (4.1). Filtreerimine lõpetatakse hetkel, kui vedeliku tase jõuab kaliibrimismärgini. Lahust segatakse hoolikalt.

Nendel tingimustel väljendub arvutuseeskirjas esineva V väärtus järgmise valemiga:

$$V = Ve \times W/(W–5).$$

Arvutuseeskirjas esinev lahjendus oleneb leitud V väärtusest.

8. **Määramine**

Iga mikroelemendi sisaldus määratakse selle mikrolemendi määramisprotseduuris kindlaksmääratud mahuga alikvoodis.

Vajaduse korral eemaldatakse alikvoodist orgaanilised kelaaditekitid ja kompleksimoodustajad meetodi 9.3 abil. Juhul kui mikroelemendid määratakse aatomiabsorptsioonspekromeetriliselt, võib kelaaditekitite jakompleksimoodustajate eemaldamine olla mittevajalik.

Meetod 9.3

Orgaaniliste ainete eemaldamine väetiseekstraktist

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur orgaaniliste ainete eemaldamiseks väetiseekstraktidest.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 9.1 ja 9.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida mikroelementide üldsisaldused ja/või nende lahustuvvormide sisaldused kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

Märkus

Orgaanilise aine juuresolek väikestes kogustes ei sega mikroelementide aatomiabsorpsioonspektromeetrilist määramist.

3. **Põhimõte**

Ekstrakti alikvoodis leiduvad orgaanilised ained oksüdeeritakse vesinikperoksiidi abil.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud veinikkloriidhappe (HCl) lahus, ligikaudu 0,5 M:*

20 mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.2. Vesinikperoksiidi lahus, 30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml, ei tohi sisaldada mikroelemente

5. **Seadmed**

Elektriline kuumutusplaat, reguleeritava temperatuuriga

6. **Protseduur**

100 ml keeduklaasi pannakse 25 ml protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt saadud ekstrakti. Juhul kui kasutati protseduuri 9.2, lisatakse 5 ml lahjendatd vesinikkloriidhappe lahust (4.1). Seejärel lisatakse kaks

▼B

tilka vesinikperoksiidi lahust (4.2), keeduklaas kaetakse uuriklaasiga ja ekstrakt jäetakse oksüdeeruma toatemperatuuril ligikaudu üheks tunniks. Seejärel aetakse segu järk-järgult keema ja keedetakse pool tundi. Vajaduse korral lisatakse lahusele pärast jahtumist 5 ml vesinikperoksiidi lahust ja segu keedetakse vesinikperoksiidi liia eemaldamiseks. Pärast jahtumist kantakse lahus kvantitatiivselt üle 50 ml mõõtekolbi ja täiendatakse maht märgini. Vajaduse korral lahus filtreeritakse.

Vastavat lahjendust võetakse arvesse alikvootide võtmisel ja tootes sisalduvate mikroelementide protsendi arvutamisel.

Meetod 9.4

Mikroelementide määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil

(üldmeetod)

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks üldprotseduur teatavate mikroelementide sisalduse määramiseks väetiseekstraktides aatomiabsorpsioonspektromeetria abil.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 9.1 ja 9.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida mikroelementide üldsisaldused ja/või nende lahustuvvormide sisaldused kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

Üksikasjad, mis on seotud selle protseduuri kohandamisega erinevate mikroelementide määramiseks, on esitatud vastavate erimeetodite kirjeldustes.

Märkus

Enamikul juhtudel ei sega orgaaniliste ainete juuresolek väikestes kogustes aatomiabsorptsioonspektromeetrilist määramist.

3. **Põhimõte**

Ekstrakti töödeldakse vajaduse korral segavate keemiliste ainerühmade eemaldamiseks, ja lahjendatakse nii, et selle kontsentratsioon vastaks spekromeetri optimaalsele mõõtepiirkonnale uuritava mikroelemeni määramiseks sobival lainepikkusel.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud veinikkloriidhappe (HCl) lahus, ligikaudu 6 M:*

ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.2. *Lahjendatud veinikkloriidhappe (HCl) lahus, ligikaudu 0,5 M:*

20 mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.3. *Lantaanisoola lahused (10 g La 1 liitris lahuses)*

Seda reaktiivi kasutatakse koobalti, raua, mangaani ja tsingi määramiseks. Selle saamiseks võib:

a) lahustada lantaanoksiidi vesinikkloriidhappes (4.1). 11,73 g lantaanoksiidi (La_2O_3) pannakse 150 ml vette 1 l mõõtekolvis ja lisatakse 120 ml 6 M vesinikkloriidhappe lahust (4.1). Pärast lantaanoksiidi lahustumist täidetakse mõõtekolb veega 1 liitrini ja lahust segatakse hoolikalt. Saadud lahuse vesinikkloriidhappesisaldus on ligikaudu 0,5 M;

b) valmistada lantaankloriidi, lantaansulfaadi või lantaannitraadi lahuse. 26,7 g lantaankloriidheptahüdraati ($LaCl_3$. 7H2O) või 31,2 g lantaannitraatheksahüdraati [$La(NO_3)_3$. $6H_2O$] või 26,2 g lantaansulfaatnonahüdraati [$La_2(SO_4)_3$. $9H_2O$] lahustatakse 150 ml vees ja lisatakse 85 ml 6 M vesinikkloriidhapet (4.1). Pärast lahustumist täiendatakse lahuse maht veega 1 liitrini ja lahust segatakse

▼B

hoolikalt. Saadud lahuse vesinikkloriidhappesisaldus on ligikaudu 0,5 M.

4.4. *Kaliibrimislahused*

Kaliibrimislahused valmistatakse mikroelementide määramise erimeetodite puhul kindlaksmääratud protseduuride kohaselt.

5. **Seadmed**

Aatomiabsorptsioonspektromeeter, mille valgusallika emissioonispekter sobib uuritavate mikroelementide karakteristlike neeldumisribadega.

Analüüsija peab järgima seadme valmistaja juhendeid ja oskama seadet käsitseda. Seade peab vajaduse korral (Co ja Zn) võimaldama kasutada taustakorrektsiooni. Leegi saamiseks kasutatakse atsetüleeni ja õhku.

6. **Uuritava lahuse valmistamine**

6.1. *Uuritavate mikroelementide ekstrakti valmistamine*

Vt protseduurid 9.1 ja/või 9.2 ning vajaduse korral 9.3.

6.2. *Uuritava lahuse töötlemine*

Protseduuri 9.1, 9.2 või 9.3 abil saadud ekstrakti alikvooti lahjendatakse veega ja/või vesinikkloriidhappega (4.1) või (4.2) nii, et uuritava mikroelemendi sisaldus mõõdetavas lõpplahuses vastaks kasutatavale kaliibrimisvahemikule (7.2) ja et vesinikkloriidhappe sisaldus lõpplahuses oleks 0,5–2,5 M. Selleks tehakse üks või mitut sammlahjendust.

Ekstrakti lahjendamisel saadud lõpplahusest võetakse alikvoot, mille maht on a ml, ja kantakse see 100 ml mõõtekolbi. Koobalti, raua, mangaani või tsingi määramise korral lisatakse 10 ml lantaanisoola lahust (4.3), mõõtekolb täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt. Saadud lahust kasutatakse lõpplahusena mõõtmiseks. Selle lahuse lahjendusteguri tähiseks on D.

7. **Protseduur**

7.1. *Pimekatselahuse valmistamine*

Pimekatselahuse valmistamiseks korratakse kogu protseduuri alates eraldamisest selle erinevusega, et väetiseproovi ei kasutata.

7.2. *Kaliibrimislahuste valmistamine*

Lähtudes kaliibrimisrea emalahusest, mis on saadud iga mikroelemendi määramismeetodi puhul ettenähtud viisil, valmistatakse 100 ml mõõtekolbides vähemalt viis kaliibrimislahust spektromeetri optimaalsele mõõtepiirkonnale vastavate kasvavate kontsentratsioonide järjekorras. Vajaduse korral reguleeritakse vesinikloriidhappe sisaldust nii, et see oleks võimalikult lähedane vesinikkloriidhappe sisaldusele lahjendatud uuritavas lahuses (6.2). Koobalti, raua, mangaani või tsing määramise korral lisatakse 10 ml protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust (4.3). Maht täiendatakse märgini 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) ja lahust segatakse.

7.3. *Määramine*

Aatomiabsorptsioonspektromeeter (5) valmistatakse ette määramiseks ja reguleeritakse asjakohase mikroelemendi määramismeetodi puhul ettenähtud lainepikkusele.

Leeki pihustatakse kolm korda üksteise järel kaliibrimislahuseid (7.2), uuritavat lahust (6.2) ja pimekatselahust (7.1), registreerides iga tulemuse ja loputades pihustit enne iga pihustamist destilleeritud veega.

Ehitatakse kaliibrimiskõver, kandes ordinaatteljele keskmised spektromeetri näidud iga kaliibrimislahuse (7.2) puhul ja abstsissteljele vastavad mikroelemendi kontsentratsioonid, mis väljendatakse mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml).

Saadud kaliibrimiskõvera abil määratakse asjakohase mikroelemendi sisaldused uuritavas lahuses x_s (6.2) ja pimekatselahuses x_b (7.1), mis väljendatakse mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml).

8. **Arvutuseeskiri**

Mikroelemendi sisaldus (E) väetises arvutatakse järgmise valemi abil:

▼B

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

juhul, kui kasutati meetodit 9.3, on arvutusvalem järgmine:

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

kus:

E on väetises leiduva uuritava mikroelemendi massiprotsent,

x_s on uuritava lahuse (6.2), kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

x_b on pimekatselahuse (7.1) kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

V on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt saadud ekstrakti maht millilii-trites,

D on protseduuri 6.2 kohane lahjendustegur,

M on protseduuri 9.1 või 9.2 kohane uuritava proovi kaalutis gram-mides.

Lahjendusteguri D arvutuseeskiri:

Kui a1, a2, a3, …, ai ja a on alikvoodid milliliitrites ning v1, v2, v3, …, vi ja 100 on neile vastavate lahjenduste mahud milliliitrites, arvu-tatakse lahjendustegur järgmise valemi abil:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Meetod 9.5

Boori määramine väetiseekstraktides asometiin H ja spektromeetria abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur boori määra-miseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 9.1 ja 9.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida boori üldsisaldus ja/või boori lahustuv-vormide sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisaga.

3. **Põhimõte**

Boraatioonid moodustavad asometiin H lahuses kollase kompleksi, mille kontsentratsioon määratakse molekuliabsorptsioonspektromeetri-liselt 410 nm juures. Segavad ioonid seotakse kompleksi EDTA abil.

4. **Reaktiivid**

4.1. *EDTA-puhverlahus*

500 ml mõõtekolbi pannakse 300 ml vett ja lisatakse:

— 75 g ammooniumatsetaati (NH_4OOCCH_3);

— 10 g dinaatriumetüleendiamiintetraatsetaati, Na_2EDTA;

— 40 ml äädikhapet, CH_3COOH, d_{20} = 1,05 g/ml.

Mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt. Lahuse pH, mis mõõdetakse klaaselektroodi abil, peab olema 4,8 ± 0,1.

4.2. *Asometiini H lahus*

200 ml mõõtekolbi pannakse:

▼B

— 10 ml puhverlahust (4.1);

— 400 mg asometiini H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$);

— 2 g askorbiinhapet ($C_6H_8O_6$).

— Mõõtekolb täidetakse mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt. Seda reaktiivi ei valmistata ülemäära, sest ta säilib ainult mõne päeva jooksul.

4.3. *Boori sisaldavad kaliibrimislahused*

4.3.1. Boori põhilahus, 100 μg/ml

0,5719 g boorhapet (H_2BO_3) lahustatakse vees 1 000 ml mõõtekolvis. Mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse. Lahus valatakse plastpudelisse ja seda hoitakse külmikus.

4.3.2. Boori kaliibrimisrea emalahus, 10 μg/ml

500 ml mõõtekolbi pannakse 50 ml põhilahust (4.3.1). Kolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse.

5. **Seadmed**

Molekuliabsorptsiooni mõõtmiseks kohandatud spektromeeter, reguleeritud lainepikkusele 410 nm, varustatud küvettidega, mille optilise tee pikkus on 10 mm.

6. **Uuritava lahuse ettevalmistamine**

6.1. *Boori lahuse valmistamine*

Vt protseduurid 9.1 ja/või 9.2 ning vajaduse korral 9.3.

6.2. *Uuritava lahuse ettevalmistamine*

Ekstrakti (6.1) alikvoot lahjendatakse nii, et saavutatakse punktis 7.2 ettenähtud kntsentratsioon. Selleks võib olla vaja kahte sammlahjendust. Saadud lahuse lahjendusteguri tähiseks on D.

6.3. *Korrektsioonilahuse valmistamine*

Juhul kui uuritav lahus (6.2) on värviline, kasutatakse vastavat korrektsioonilahust, mille valmistamiseks segatakse plastkolvis kokku 5 ml uuritavat lahust (6.2), 5 ml EDTA-puhverlahust (4.1) ja 5 ml vett.

7. **Protseduur**

7.1. *Pimekatselahuse valmistamine*

Pimekatselahuse valmistamiseks korratakse kogu protseduuri alates eraldamisest selle erinevusega, et väetiseproovi ei kasutata.

7.2. *Kaliibrimislahuste valmistamine*

0, 5, 10, 15, 20 ja 25 ml kaliibrimisrea emalahust (4.3.3) kantakse 100 ml mõõtekolbidesse. Kolvid täidetakse veega 100 milliliitrini ja lahuseid segatakse. Saadud lahuste boorisisaldused on 0–2,5 μg/ml.

7.3. *Värvusreaktsioon*

Eraldi plastkolbidesse kantakse 5 ml kaupa kaliibrimislahused (7.2), uuritav lahus (6.2) ja pimekatselahus (7.1). Igasse kolbi lisatakse 5 ml EDTA-puhverlahust (4.1) ja 5 ml asometiini H lahust (4.2).

Segatakse hoolikalt ja lastakse seista pimedas kaks ja pool kuni kolm tundi värvusreaktsiooni toimumiseks.

7.4. *Määramine*

Mõõdetakse neelduvused vee suhtes 410 nm juures protseduuri (7.3) kohaselt saadud lahustes ja vajaduse korral ka korrektsioonilahuses (6.3). Enne iga uue näidu registreerimist loputatakse küvette veega.

8. **Arvutuseeskiri**

Ehitatakse kaliibrimiskõver, kandes abstsissteljele kaliibrimislahuste kontsentratsioonid (7.2) ja ordinaatteljele spektromeetrilt loetud neelduvuse väärtused (7.4).

Kaliibrimiskõvera abil leitakse boori sisaldus pimekatselahuses (7.1), boori sisaldus uuritavas lahuses (6.2) ja, juhul kui lahus on värviline,

▼B

uuritava lahuse parandatud kontsentratsioon. Viimati mainitud väärtuse saamiseks lahutatakse uuritava lahuse (6.2) puhul saadud neelduvuse väärtusest neelduvuse väärtus korrektsioonilahuse (6.3) puhul ja vahe alusel leitakse uuritava lahuse parandatud kontsentratsioon. Registreeritakse uuritava lahuse (6.2) kontsntratsiooni parandamata või parandatud väärtus x_s, ja pimekatselahuse kontsentratsioon x_b.

Boori protsent väetises arvutatakse järgmise valem abil:

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

juhul kui kasutati protseduuri (9.3), on arvutusvalem järgmine:

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

kus:

B on boori protsent väetises,

x_s on uuritava lahuse kontsentratsiooni parandamata või parandatud väärtus (μg/ml),

x_b on pimekatselahuse (7.1) kontsentratsioon (μg/ml),

V on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt saadud ekstrakti maht milliliitrites,

D on protseduuri 6.2 kohane lahjendustegur,

M on punkti 9.1 või 9.2 kohaselt võetud kaalutise mass grammides.

Lahjendusteguri D arvutuseeskiri: kui a1 ja a2 on sammlahjenduste puhul võetud alikvoodid ning v1a v2 on vastavad lahjendusmahud, arvutatakse lahjendustegur D järgmise valemi abil:

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

Meetod 9.6

Koobalti määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur koobalti määramiseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 9.1 ja 9.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida koobalti üldsisaldus ja/või koobalti lahustuvvormide sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

3. **Põhimõte**

Ekstrakti töödeldakse ja lahjendatakse vajalikul viisil ning koobalti sisaldus ekstraktis määratakse aatomiabsorptsioonspektromeetriliselt.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 6 M:*

vt meetod 9.4 (4.1).

4.2. *Vesinikkloriidhappe lahus, 0,5 M:*

vt meetod 9.4 (4.2).

4.3. *Lantaanisoola lahused (10 g La 1 liitris lahuses):*

vt meetod 9.4 (4.3).

▼B

4.4. *Koobalti kaliibrimislahused*

4.4.1. Koobalti põhilahus, 1 000 µg/ml

Kaalutakse 1 g koobaltit täpsusega 0,1 mg, kaalutis kantakse 250 ml keeduklaasi, lisatakse 25 ml 6 M vesinikkloriidhappe lahust (4.1) ja kuumutatakse keeduklaasi kuumutusplaadil, kuni koobalt on täielikult lahustunud. Pärast jahtumist kantakse lahus kvantitatiivselt üle 1 000 ml mõõtekolbi, täidetakse kolb veega mahumärgini ja lahust segatakse.

4.4.2. Koobalti kaliibrimisrea emalahus, 100 µg/ml

100 ml mõõtekolbi pannakse 10 ml põhilahust (4.4.1), mõõtekolb täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

5. **Seadmed**

Aatomiabsorptsioonspektromeeter see Method 9.4 (5). Seade peab olema varustatud valgusallikaga, mille emissioonispekter sobib koobalti karakteristliku neeldumisribaga, 240,7 nm. Spektromeeter peab võimaldama kasutada taustakorrektsiooni

6. **Uuritava lahuse valmistamine**

6.1. *Koobalti ekstrakt*

Vt protseduurid 9.1 ja/või 9.2 ning vajaduse korral 9.3.

6.2. *Lahuse ettevalmistamine mõõtmiseks:*

vt meetod 9.4 (6.2). Uuritav lahus peab sisaldama 10 mahuprotsenti lantaanisoola lahust (4.3).

7. **Protseduur**

7.1. *Pimekatselahuse valmistamine:*

vt meetod 9.4 (7.1). Pimekatselahus peab sisaldama 10 mahuprotsenti protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust.

7.2. *Kaliibrimislahuste valmistamine:*

vt meetod 9.4 (7.2).

Selleks et koobalti sisaldus oleks vahemikus 0–5 µg/ml, pannakse 100 ml mõõtekolbidesse eraldi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml kaliibrimisrea emalahust (4.4.2). Vajaduse korral reguleeritakse vesinikkloriidhappe sisaldus võimalikult lähedaseks vesinikkloriidhappe sisaldusele uuritavas lahuses. Igasse mõõtekolbi lisatakse 10 ml protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust. Mõõtekolvid täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) 100 milliliitrini ja lahuseid segatakse hoolikalt. Saadud kaliibrimislahuste koobaltisisaldused on vastavalt 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 µg/ml.

7.3. *Määramine*

See Method 9.4 (7.3). Spektromeeter (5) valmistatakse ette mõõtmisteks lainepikkusel 240,7 nm.

8. **Arvutuseeskiri**

Vt meetod 9.4 (8).

Koobalti protsent väetises arvutatakse järgmise valem abil:

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

juhul kui kasutati protseduuri (9.3), on arvutusvalem järgmine:

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

kus:

Co on koobalti protsent väetises,

▼B

x_s on uuritava lahuse (6.2), kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

x_b on pimekatselahuse (7.1) kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

V on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt saadud ekstrakti maht millilii-trites,

D on protseduuri 6.2 kohane lahjendustegur,

M on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt võetud kaalutise mass grammides.

Lahjendusteguri D arvutuseeskiri: Kui a1, a2, a3, …, ai ja a on alikvoodid milliliitrites ning v1, v2, v3, …, vi ja 100 on neile vastavate lahjenduste mahud milliliitrites, arvutatakse lahjendustegur järgmise valemi abil:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Meetod 9.7

Vase määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur vase määramiseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 9.1 ja 9.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida vase üldsisaldus ja/või vase lahustuvvormide sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

3. **Põhimõte**

Ekstrakti töödeldakse ja lahjendatakse vajalikul viisil ning vase sisaldus ekstraktis määratakse aatomiabsorptsioonspektromeetriliselt.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 6 M:*

vt meetod 9.4 (4.1).

4.2. *Vesinikkloriidhappe lahus, 0,5 M:*

vt meetod 9.4 (4.2).

4.3. Vesinikperoksiidi lahus, 30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml, ei tohi sisaldada mikroelemente

4.4. *Vase kaliibrimislahused*

4.4.1. Vase põhilahus, 1 000 μg/ml

Kaalutakse 1 g vaske täpsusega 0,1 mg, kaalutis kantakse 250 ml keeduklaasi, lisatakse 25 ml 6 M vesinikkloriidhappe lahust (4.1) ja 5 ml vesinikperoksiidi lahust (4.3) ning kuumutatakse keeduklaasi kuumutusplaadil, kuni vask on täielikult lahustunud. Lahus kantakse kvantitatiivselt üle 1 000 ml mõõtekolbi, mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

4.4.2. Vase kaliibrimisrea emalahus, 100 μg/ml

200 ml mõõtekolbi pannakse 20 ml põhilahust (4.4.1), mõõtekolb täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

5. **Seadmed**

Aatomiabsorptsioonspektri mõõtmiseks kohandatud spektromeeter: vt meetod 9.4 (5). Seade peab olema varustatud valgusallikaga, mille emissioonispekter sobib vase karakteristliku neeldumisribaga, 324,8 nm.

▼B

6. **Uuritava lahuse valmistamine**

6.1. *Vase ekstrakt:*

vt protseduurid 9.1 ja/või 9.2 ning vajaduse korral 9.3

6.2. *Lahuse ettevalmistamine mõõtmiseks:*

vt meetod 9.4 (6.2).

7. **Protseduur**

7.1. *Pimekatselahuse valmistamine:*

vt meetod 9.4 (7.1).

7.2. *Kaliibrimislahuste valmistamine:*

vt meetod 9.4 (7.2).

Selleks et vase sisaldus oleks vahemikus 0–5 μg/ml, pannakse 100 ml mõõtekolbidesse eraldi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml kaliibrimisrea emalahust (4.4.2). Vajaduse korral reguleeritakse vesinikkloriidhappe sisaldus võimalikult lähedaseks vesinikkloriidhappe sisaldusele uuritavas lahuses (6.2). Mõõtekolvid täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahuseid segatakse hoolikalt. Saadud kaliibrimislahuste vasesisaldused on vastavalt 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 μg/ml.

7.3. *Määramine:*

See Method 9.4 (7.3). Spektromeeter (5) valmistatakse ette mõõtmisteks lainepikkusel 324,8 nm.

8. **Arvutuseeskiri**

Vt meetod 9.4 (8).

Vase protsent väetises arvutatakse järgmise valem abil:

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

juhul kui kasutati protseduuri (9.3), on arvutusvalem järgmine:

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

kus:

Cu on vase protsent väetises,

x_s on uuritava lahuse (6.2), kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

x_b on pimekatselahuse (7.1) kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

V on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt saadud ekstrakti maht millilii-trites,

D on protseduuri 6.2 kohane lahjendustegur,

M on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt võetud kaalutise mass grammides.

Lahjendusteguri D arvutuseeskiri: Kui a1, a2, a3, …, ai ja a on alikvoodid milliliitrites ning v1, v2, v3, …, vi ja 100 on neile vastavate lahjenduste mahud milliliitrites, arvutatakse lahjendustegur järgmise valemi abil:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

Meetod 9.8

Raua määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur raua määramiseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 9.1 ja 9.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida raua üldsisaldus ja/või raua lahustuvvormide sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

3. **Põhimõte**

Ekstrakti töödeldakse ja lahjendatakse vajalikul viisil ning raua sisaldus ekstraktis määratakse aatomiabsorptsioonspektromeetriliselt.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 6 M:*

vt meetod 9.4 (4.1).

4.2. *Vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 0,5 M:*

vt meetod 9.4 (4.2).

4.3. Vesinikperoksiidi lahus, 30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml, ei tohi sisaldada mikroelemente

4.4. *Lantaanisoola lahused (10 g La 1 liitris lahuses):*

vt meetod 9.4 (4.3).

4.5. *Raua kaliibrimislahused*

4.5.1. Koobalti põhilahus, 1 000 µg/ml

Kaalutakse 1 g raudtraati täpsusega 0,1 mg, kaalutis kantakse 500 ml keeduklaasi, lisatakse 200 ml 6 M vesinikkloriidhappe lahust (4.1) ja 15 ml vesinikperoksiidi lahust (4.3) ning kuumutatakse keeduklaasi kuumutusplaadil, kuni raud on täielikult lahustunud. Pärast jahtumist kantakse lahus kvantitatiivselt üle 1 000 ml mõõtekolbi, Mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

4.5.2. Raua kaliibrimisrea emalahus, 100 µg/ml

200 ml mõõtekolbi pannakse 20 ml põhilahust (4.5.1), Mõõtekolb täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

5. **Seadmed**

Aatomiabsorptsioonspektromeeter: vt meetod 9.4 (5). Seade peab olema varustatud valgusallikaga, mille emissioonispekter sobib raua karakteristliku neeldumisribaga, 248,3 nm.

6. **Uuritava lahuse valmistamine**

6.1. *Raua ekstrakt:*

vt protseduurid 9.1 ja/või 9.2 ning vajaduse korral 9.3

6.2. *Lahuse ettevalmistamine mõõtmiseks:*

vt meetod 9.4 (6.2). Uuritav lahus peab sisaldama 10 mahuprotsenti lantaanisoola lahust.

7. **Protseduur**

7.1. *Pimekatselahuse valmistamine:*

vt meetod 9.4 (7.1). Pimekatselahus peab sisaldama 10 mahuprotsenti protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust.

7.2. *Kaliibrimislahuste valmistamine:*

vt meetod 9.4 (7.2).

▼B

Selleks et raua sisaldus oleks vahemikus 0–5 μg/ml, pannakse 100 ml mõõtekolbidesse eraldi 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 ml kaliibrimisrea emalahust (4.5.2). Vajaduse korral reguleeritakse vesinikkloriidhappe sisaldus võimalikult lähedaseks vesinikkloriidhappe sisaldusele uuritavas lahuses. Igasse mõõtekolbi lisatakse 10 ml protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust. Mõõtekolvid täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahuseid segatakse hoolikalt. Saadud kaliibrimislahuste rauasisaldused on vastavalt 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 μg/ml.

7.3. *Määramine:*

vt meetod 9.4 (7.3). Spektromeeter (5) valmistatakse ette mõõtmisteks lainepikkusel 248,3 nm.

8. **Arvutuseeskiri**

Vt meetod 9.4 (8).

Raua protsent väetises arvutatakse järgmise valem abil:

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

juhul kui kasutati protseduuri (9.3), on arvutusvalem järgmine:

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

kus:

Fe on raua protsent väetises,

x_s on uuritava lahuse (6.2), kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

x_b on pimekatselahuse (7.1) kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

V on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt saadud ekstrakti maht milliliitrites,

D on protseduuri 6.2 kohane lahjendustegur,

M on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt võetud kaalutise mass grammides;

Lahjendusteguri D arvutuseeskiri: Kui a1, a2, a3, …, ai ja a on alikvoodid milliliitrites ning v1, v2, v3, …, vi ja 100 on neile vastavate lahjenduste mahud milliliitrites, arvutatakse lahjendustegur järgmise valemi abil:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a).$$

Meetod 9.9

Mangaani määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur mangaani määramiseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 9.1 ja 9.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida mangaani üldsisaldus ja/või mangaani lahustuvvormide sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

3. **Põhimõte**

Ekstrakti töödeldakse ja lahjendatakse vajalikul viisil ning mangaani sisaldus ekstraktis määratakse aatomiabsorptsioonspektromeetriliselt.

▼B

4. **Reaktiivid**

4.1. *Vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 6 M:*

vt meetod 9.4 (4.1).

4.2. *Vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 0,5 M:*

vt meetod 9.4 (4.2).

4.3. *Lantaanisoola lahused (10 g La 1 liitris lahuses):*

vt meetod 9.4 (4.3).

4.4. *Mangaani kaliibrimislahused*

4.4.1. Mangaani põhilahus, 1 000 µg/ml

Kaalutakse 1 g mangaani täpsusega 0,1 mg, asetatakse kaalutis 250 ml keeduklaasi, lisatakse 25 ml 6 M vesinikkloriidhappe lahust (4.1) ja kuumutatakse keeduklaasi kuumutusplaadil, kuni mangaan on täielikult lahustunud. Pärast jahtumist kantakse lahus kvantitatiivselt üle 1 000 ml mõõtekolbi, mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

4.4.2. Mangaani kaliibrimisrea emalahus, 100 µg/ml

200 ml mõõtekolbi pannakse 20 ml põhilahust (4.4.1) ja lahjendatakse seda 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2). Mõõtekolb täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

5. **Seadmed**

Aatomiabsorptsioonspektromeeter vt meetod 9.4 (5). Seade peab olema varustatud valgusallikaga, mille emissioonispekter sobib mangaani karakteristliku neeldumisribaga, 279,6 nm.

6. **Uuritava lahuse valmistamine**

6.1. *Mangaani ekstrakt:*

vt protseduurid 9.1 ja/või 9.2 ning vajaduse korral 9.3

6.2. *Lahuse ettevalmistamine mõõtmiseks*

vt meetod 9.4 (6.2). Uuritav lahus peab sisaldama 10 mahuprotsenti lantaanisoola lahust (4.3).

7. **Protseduur**

7.1. *Pimekatselahuse valmistamine:*

vt meetod 9.4 (7.1). Pimekatselahus peab sisaldama 10 mahuprotsenti protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust.

7.2. *Kaliibrimislahuste valmistamine:*

vt meetod 9.4 (7.2).

Selleks et mangaani sisaldus oleks vahemikus 0–5 µg/ml, pannakse 100 ml mõõtekolbidesse eraldi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml kaliibrimisrea emalahust (4.4.2). Vajaduse korral reguleeritakse vesinikkloriidhappe sisaldus võimalikult lähedaseks vesinikkloriidhappe sisaldusele uuritavas lahuses. Igasse mõõtekolbi lisatakse 10 ml protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust. Kolb täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) 100 ml mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt. Saadud kaliibrimislahuste mangaanisisaldused on vastavalt 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 µg/ml.

7.3. *Määramine*

vt meetod 9.4 (7.3). Spektromeeter (5) valmistatakse ette mõõtmisteks lainepikkusel 279,6 nm.

8. **Arvutuseeskiri**

Vt meetod 9.4 (8).

Mangaani protsent väetises arvutatakse järgmise valemi abil:

▼B

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

juhul kui kasutati protseduuri (9.3), on arvutusvalem järgmine:

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

kus:

B on mangaani protsent väetises,

x_s on uuritava lahuse (6.2), kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

x_b on pimekatselahuse (7.1) kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

V on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt saadud ekstrakti maht millilii-trites,

D on protseduuri 6.2 kohane lahjendustegur,

M on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt võetud kaalutise mass gram-mides.

Lahjendusteguri D arvutuseeskiri: Kui a1, a2, a3, …, ai ja a on alikvoodid milliliitrites ning v1, v2, v3, …, vi ja 100 on neile vasta-vate lahjenduste mahud milliliitrites, arvutatakse lahjendustegur järg-mise valemi abil:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a).$$

Meetod 9.10

Molübdeeni määramine väetiseekstraktides ammooniumtiotsüanaatkompleksi spektromeetria abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur molübdeeni määramiseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 9.1 ja 9.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida molübdeeni üldsisaldus ja/või molüb-deeni lahustuvvormide sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

3. **Põhimõte**

Molübdeen(V) moodustab happelises keskkonnas SCN-ioonidega kompleksi $[MoO(SCN)_5]$.

See kompleks ekstraheeritakse n-butüülatsetaadiga. Segavad ioonid nagu raudioon jäävad veefaasi. Kollakasoranž värvus määratakse mole-kuliabsorptsioonspektromeetriliselt 470 nm juures.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud veinikkloriidhappe (HCl) lahus, ligikaudu 6 M:*

vt meetod 9.4 (4.1).

4.2. *Vase lahus 1,5 M vesinikkloriidhappes, 70 mg/l*

Kaalutakse 275 mg vasksulfaati ($CuSO_4 . 5H_2O$), kaalutis asetatakse 1 000 ml mõõtekolbi, lahustatakse 250 ml 6 M vesinikkloriidhappe lahuses (4.1), mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust sega-takse hoolikalt.

▼B

4.3. *Askorbiinhappe lahus, 50 g/l*

50 g askorbiinhapet ($C_6H_8O_6$) lahustatakse vees 1 000 ml mõõtekolvis. Mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt. Saadud lahust säilitatakse külmikus.

4.4. n-butüülatsetaat

4.5. *Ammooniumtiotsüanaadi lahus, 0,2 M*

15,224 g NH_4SCN lahustatakse vees 1 000 ml mõõtekolvis, Mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt. Saadud lahust säilitatakse tumedas pudelis.

4.6. *Tina(II)kloriidi lahus 1 M vesinikkloriidhappes, 50 g/l*

Lahus valmistatakse vahetult enne kasutamist ja ta peab olema täiesti selge. Selge lahuse saamiseks tuleb kasutada kõrge puhtusastmega tina (II)kloriidi.

100 ml lahuse saamiseks lahustatakse 5 g $SnCl_2 . 2H_2O$ 35 ml 6 M vesinikkloriidhappe lahuses (4.1), lisatakse 10 ml vase lahust (4.2), lahuse maht täiendatakse veega 100 milliliitrini ja lahust segatakse hoolikalt.

4.7. *Molübdeeni kaliibrimislahused*

4.7.1. Molübdeeni põhilahus, 500 μg/ml

Kaalutakse 0,920 g ammooniummolübdaati [$(NH_4)_6Mo_7O_{24} . 4H_2O$] täpsusega 0,1 mg, kaalutis asetatakse 1 000 ml mõõtekolbi, lahustatakse 6 M vesinikkloriidhappe lahuses (4.1), mõõtekolb täidetakse 6 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.1) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

4.7.2. Molübdeeni vahelahus, 25 μg/ml

500 ml mõõtekolbi pannakse 25 ml põhilahust (4.7.1), mõõtekolb täidetakse 6 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.1) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

4.7.3. Molübdeeni kaliibrimisrea emalahus, 2,5 μg/ml

100 ml mõõtekolbi pannakse 10 ml vahelahust (4.7.2), mõõtekolb täidetakse 6 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.1) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

5. **Seadmed**

5.1. Molekuliabsorptsiooni mõõtmiseks kohandatud spektromeeter, reguleeritud lainepikkusele 470 nm, varustatud küvettidega, mille optilise tee pikkus on 20 mm.

5.2. Jaotuslehtrid, 200 või 250 ml

6. **Uuritava lahuse ettevalmistamine**

6.1. *Molübdeeni ekstrakt:*

vt protseduurid 9.1 ja/või 9.2 ning vajaduse korral 9.3

6.2. *Uuritava lahuse ettevalmistamine*

Ekstrakti (6.1) alikvooti lahjendatakse 6 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.1) nii, et saadakse sobiv molübdeeni kontsentratsioon. Lahjendusteguri tähiseks on D.

Lahjendatud ekstraktist võetakse alikvoot a, mis sisaldab 1–12 μg molübdeeni, pannakse see jaotuslehtrisse (5.2) ja täiendatakse lahuse maht 6 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.1) 50 milliliitrini.

7. **Protseduur**

7.1. *Pimekatselahuse valmistamine*

Pimekatselahuse valmistamiseks korratakse kogu protseduuri alates eraldamisest selle erinevusega, et väetiseproovi ei kasutata.

7.2. *Kaliibrimislahuste valmistamine*

Valmistatakse vähemalt 6 kaliibrimislahust spektromeetri optimaalsele mõõtepiirkonnale vastavate kasvavate kontsentratsioonide järjekorras.

▼B

Molübdeenikoguste intervalli 0–12,5 μg katmiseks pannakse eraldi jaotuslehtritesse (5.2) vastavalt 0, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml kaliibrimisrea emalahust (4.7.3) ja täiendatakse lahuste mahud 6 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.1) 50 milliliitrini. Jaotuslehtrid sisaldavad vastavalt 0, 2,5, 5, 7,5, 10 ja 12,5 μg molübdeeni.

7.3. *Kompleksi saamine ja eraldamine*

Kõikidesse protseduuride 6.2, 7.1 ja 7.2 kohaselt ettevalmistatud jaotuslehtritesse eraldi lisatakse allpool esitatud järjekorras järgmised reaktiivid:

— 10 ml vase lahust (4.2) ja

— 20 ml askorbiinhappe lahust (4.3),

lahuseid segatakse hoolikalt ning jaotuslehtrid jäetakse 2–3 minutiks seisma. Seejärel lisatakse:

— 10 ml n-butüülatsetaati (4.4) (mahtpipeti abil) ja

— 20 ml ammooniumtiotsüanaadi lahust (4.5).

Moodustunud kompleksi ekstraheerimiseks orgaanilisse faasi loksutatakse jaotuslehtreid üks minut, lastakse faasidel eralduda ja pärast kahe faasi eraldumist lastakse veefaas jaotuslehtritest täielikult välja ja visatakse ära. Seejärel lisatakse orgaanilise faasi läbipesemiseks:

— 10 ml tina(II)kloriidi lahust (4.6),

Jaotuslehtreid loksutatakse üks minut, lastakse faasidel eralduda ja valatakse ära kogu veefaas. Orgaaniline faas kogutakse katseklaasi, selleks et oleks võimalik kokku koguda selles hõljuvad veetilgad.

7.4. *Määramine*

Mõõdetakse neelduvus 470 nm juures protseduuri 7.3 kohaselt saadud lahuses, kusjuures võrdluslahusena kasutatakse kaliibrimislahust (7.2), mille molübdeenisisaldus on 0 μg/ml.

8. **Arvutuseeskiri**

Ehitatakse kaliibrimiskõver, kandes abstsissteljele kaliibrimislahustes (7.2) leiduva molübdeeni massid mikrogrammides (μg) ja ordinaatteljele vastavad spektromeetrilt loetud neelduvuse väärtused (7.4).

Kaliibrimiskõvera abil määratakse uuritavas lahuses (6.2) ja pimekatselahuses (7.1) leiduva molübdeeni mass. Nende masside tähisteks on vastavalt x_s ja x_b.

Molübdeeni protsent väetises arvutatakse järgmise valemi abil:

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

juhul kui kasutati protseduuri (9.3), on arvutusvalem järgmine:

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

kus:

Mo on molübdeeni protsent väetises,

a on viimasest lahjendusest (6.2) võetud alikvoodi maht milliliitrites,

x_s on uuritavas lahuses (6.2), leiduva Mo mass mikrogrammides (μg),

x_b on pimekatselahuses (7.1) leiduva Mo mass mikrogrammides (μg) tingimusel, et pimekatselahuse maht on võrdne uuritava lahuse (6.2) alikvoodi mahuga a,

V on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt saadud ekstrakti maht milliliitrites,

D on protseduuri 6.2 kohane lahjendustegur,

M on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt võetud kaalutise mass grammides.

▼B

Lahjendusteguri D arvutuseeskiri: kui a1 ja a2 on sammlahjenduste puhul võetud alikvoodid ning v1 ja v2 on vastavad lahjendusmahud, arvutatakse lahjendustegur D järgmise valemi abil:

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

Meetod 9.11

Tsingi määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur tsingi määramiseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 9.1 ja 9.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida tsingi üldsisaldus ja/või tsingi lahustuvvormide sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

3. **Põhimõte**

Ekstrakti töödeldakse ja lahjendatakse vajalikul viisil ning tsingi sisaldus ekstraktis määratakse aatomiabsorptsioonspektromeetriliselt.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 6 M :*

vt meetod 9.4 (4.1).

4.2. *Vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 0,5 M:*

vt meetod 9.4 (4.2).

4.3. *Lantaanisoola lahused (10 g La 1 liitris lahuses):*

vt meetod 9.4 (4.3).

4.4. *Tsingi kaliibrimislahused*

4.4.1. Tsingi põhilahus, 1 000 μg/ml

Kaalutakse 1 g tsingipulbrit või tsingihelbeid täpsusega 0,1 mg, kaalutis asetatakse 1 000 ml mõõtekolbi ja lahustatakse 25 ml 6 M vesinikkloriidhappe lahuses (4.1). Pärast tsingi täielikku lahustumist täidetakse mõõtekolb veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

4.4.2. Tsingi kaliibrimisrea emalahus, 100 μg/ml

200 ml mõõtekolbi pannakse 20 ml põhilahust (4.4.1) ja lahjendatakse seda 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2). Mõõtekolb täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

5. **Seadmed**

Aatomiabsorptsioonspektromeeter: vt meetod 9.4 (5). Seade peab olema varustatud valgusallikaga, mille emissioonispekter sobib tsingi karakteristliku neeldumisribaga, 213,8 nm. Spektromeeter peab võimaldama kasutada taustakorrektsiooni.

6. **Uuritava lahuse valmistamine**

6.1. *Tsingi ekstrakt:*

vt protseduurid 9.1 ja/või 9.2 ning vajaduse korral 9.3

6.2. *Uuritava lahuse ettevalmistamine:*

vt meetod 9.4 (6.2). Uuritav lahus peab sisaldama 10 mahuprotsenti lantaanisoola lahust (4.3).

▼B

7. **Protseduur**

7.1. *Pimekatselahuse valmistamine:*

vt meetod 9.4 (7.1). Pimekatselahus peab sisaldama 10 mahuprotsenti protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust.

7.2. *Kaliibrimislahuste valmistamine:*

vt meetod 9.4 (7.2).

Selleks et tsingi sisaldus oleks vahemikus 0–5 μg/ml, pannakse 100 ml mõõtekolbidesse eraldi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml kaliibrimisrea emalahust (4.4.2). Vajaduse korral reguleeritakse vesinikkloriidhappe sisaldus võimalikult lähedaseks vesinikkloriidhappe sisaldusele uuritavas lahuses. Igasse mõõtekolbi lisatakse 10 ml protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust. Mõõtekolb täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt. Saadud kaliibrimislahuste tsingisisaldused on vastavalt 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 μg/ml.

7.3. *Määramine:*

vt meetod 9.4 (7.3). Spektromeeter (5) valmistatakse ette mõõtmisteks lainepikkusel 213,8 nm.

8. **Arvutuseeskiri**

Vt meetod 9.4 (8).

Tsingi protsent väetises arvutatakse järgmise valemi abil:

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

juhul kui kasutati protseduuri (9.3), on arvutusvalem järgmine:

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

kus:

Zn on tsingi protsent väetises,

x_s on uuritava lahuse (6.2), kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

x_b on pimekatselahuse (7.1) kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

V on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt saadud ekstrakti maht milliliitrites,

D on protseduuri 6.2 kohane lahjendustegur,

M on protseduuri 9.1 või 9.2 kohaselt võetud kaalutise mass grammides.

Lahjendusteguri D arvutuseeskiri: Kui a1, a2, a3, …, ai ja a on alikvoodid milliliitrites ning v1, v2, v3, …, vi ja 100 on neile vastavate lahjenduste mahud milliliitrites, arvutatakse lahjendustegur järgmise valemi abil:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

Meetodid 10

Analüüsimeetodid juhtumiks, kui mikroelementide sisaldus on üle 10 %

Meetod 10.1

Mikroelementide kooseraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur järgmiste mikroelementide eraldamiseks: üldboor, üldkoobalt, üldvask, üldraud, üldmangaan, üldmolübdeen, ja üldtsink. Eesmärk on teha võimalikult vähe eraldamisi ning võimaluse korral kasutada iga eespool loetletud mikroelemendi üldsisalduse määramiseks ühte ja sama ekstrakti.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse I lisa osas E loetletud EÜ väetiste puhul, mis sisaldavad ühte või mitut järgmist mikroelementi: boor, koobalt, vask, raud, mangaan, molübdeen ja tsink. Seda võib kasutada iga mikroelmendi puhul, mille deklareeritud sisaldus on üle 10 %.

3. **Põhimõte**

Proov lahustatakse keevas vesinikkloriidhappe lahuses.

Märkus

Eraldamine on empiiriline ja võib olla mittekvantitatiivne, olenevalt tootest või muudest väetise koostisainetest. Eriti teatavate mangaani oksiidide korral võib eraldatud kogus olla oluliselt väiksem tootes sisalduvast mangaani üldkogusest. Väetise tootja tagab, et deklareeritud koostis vastaks käesolevas meetodis ettenähtud tingimustes tegelikult eraldatavale kogusele.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud veinikkloriidhappe (HCl) lahus, ligikaudu 6 M:*

ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.2. Kontsentreeritud ammooniumhüdroksiidi lahus, NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml

5. **Seadmed**

5.1. Elektriline kuumutusplaat, reguleeritava temperatuuriga

5.2. pH-meeter

Märkus

Kui on vaja määrata boori sisaldust ekstraktis, ei tohi kasutada boorsilikaatklaasist nõusid. Kuna käesolevas meetodis kasutatakse keetmist, on soovitav kasutada kvarts- või teflonnõusid. Juhul kui nõude pesemisel on kasutatud boraate sisaldavaid detergente, tuleb nõusid hoolikalt loputada.

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutis*

Väetiseproovist võetakse kaalutis massiga 1–2 g, olenevalt deklareeritud mikroelementide sisaldusest. Mõõtepiirkonda jääva kontsentratsiooniga lõpplahuse saamiseks tehakse vajalikud lahjendused järgmise tabeli kohaselt. Kaalutised võetakse 1 mg täpsusega.

▼B

Deklareeritud mikroelementide sisaldus väetises (%)	> 10 < 25	≥ 25
Kaalutise mass (g)	2	1
Kaalutises sisalduva mikroelemendi mass (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Ekstrakti maht V (ml)	500	500
Mikroelemndi sisaldus ekstraktis (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Kaalutis asetatakse 250 ml keeduklaasi.

7.2. *Lahuse valmistamine*

Kaalutist niisutatakse vajaduse korral vähese veega, lisatakse ettevaatlikult väikeste portsionite kaupa lahjendatud vesinikkloriidhapet (4.1) suhtes 10 ml vesinikkloriidhapet 1 g väetise kohta, ja seejärel lisatakse ligikaudu 50 ml vett. Keeduklaas kaetakse uuriklaasiga ja sisu segatakse. Segu aetakse kuumutusplaadil keema, keedetakse 30 minutit ja jahtutatakse aeg-ajalt segades. Lahus kantakse kvantitatiivselt üle 500 ml mõõtekolbi, mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt. Filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva nõusse, kusjuures esimene portsion filtraati visatakse ära. Filtraat peab olema täiesti selge.

Juhul kui nõud ei suleta korgiga, on soovitav määrata mikroleemendid selge filtraadi alikvootides viivitamatult.

M ä r k u s

Juhul, kui ekstraktis tuleb määrata boori sisaldus, reguleeritakse pH kontsentreeritud ammooniumhüdroksiidi lisamise abil väärtusele 4–6.

8. **Määramine**

Iga mikroelemendi sisaldus määratakse selle mikrolemendi määramisprotseduuris kindlaksmääratud mahuga alikvoodis.

Meetodeid 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 ja 10.10 ei tohi kasutada kelaatsete ja kompleksi seotud mikroelementide määramiseks. Nendel juhtudel tuleb enne mikroelementide määramist rakendada meetodit 10.3.

Juhul kui mikroelemendid määratakse aatomiabsorptsioonspektromeetriliselt (meetodid 10.8 ja 10.11), ei ole meetodi 10.3 kohane töötlemine vajalik.

Meetod 10.2

Vees lahustuvate mikroelementide eraldamine

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur järgmiste mikroelementide lahustuvvormide eraldamiseks: boor, koobalt, vask, raud, mangaan, molübdeen ja tsink. Eesmärk on teha võimalikult vähe eraldamisi ning võimaluse korral kasutada iga eespool loetletud mikroelemendi sisalduse määramiseks ühte ja sama ekstrakti.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse I lisa osas E loetletud EÜ väetiste puhul, mis sisaldavad ühte või mitut järgmist mikroelementi: boor, koobalt, vask, raud, mangaan, molübdeen ja tsink. Seda võib kasutada iga mikroelmendi puhul, mille deklareeritud sisaldus on üle 10 %.

3. **Põhimõte**

Mikroelementide eraldamiseks loksutatakse väetist veega 20 ± 2 °C juures.

M ä r k u s

Eraldamine on empiiriline ja võib olla või mitte olla kvantitatiivne.

▼B

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud veinikkloriidhappe (HCl) lahus, ligikaudu 6 M*

ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

5. **Seadmed**

5.1. Rotatsioonloksuti, ligikaudu 35–40 pööret minutis

Märkus

Kui on vaja määrata boori sisaldust ekstraktis, ei tohi kasutada boorsilikaatklaasist nõusid. Soovitav on eraldamiseks kasutada kvartsklaasist nõusid. Juhul kui nõude pesemisel on kasutatud boraate sisaldavaid detergente, tuleb nõusid hoolikalt loputada.

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

Vt meetod 1.

7. **Protseduur**

7.1. *Kaalutis*

Väetiseproovist võetakse kaalutis massiga 1–2 g, olenevalt deklareeritud mikroelementide sisaldusest. Mõõtepiirkonda jääva kontsentratsiooniga lõpplahuse saamiseks tehakse vajalikud lahjendused järgmise tabeli kohaselt. Kaalutised võetakse 1 mg täpsusega.

Deklareeritud mikroelementide sisaldus väetises (%)	> 10 < 25	≥ 25
Kaalutise mass (g)	2	1
Kaalutises sisalduva mikroelemendi mass (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Ekstrakti maht V (ml)	500	500
Mikroelemndi sisaldus ekstraktis (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Kaalutis asetatakse 500 ml mõõtekolbi.

7.2. *Lahuse valmistamine*

Lisatakse ligikaudu 400 ml vett.

Mõõtekolb suletakse tihedasti korgiga ja loksutatakse tugevasti käes, kuni väetis jaotub ühtlaselt, seejärel asetatakse mõõtekolb pöördloksutile ja loksutatakse 30 minutit.

Mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

7.3. *Uuritava lahuse ettevalmistamine*

Filtreeritakse viivitamata puhtasse kuiva kolbi. Kolb suletakse korgiga. Mikroelemendid määratakse viivitamata pärast filtreerimist.

Märkus

Juhul kui filtraat muutub järk-järgult häguseks, eraldatakse mikroelemendid uuesti punktides 7.1 ja 7.2 kirjedatud protseduuri kohaselt, kusjuures kasutatakse kolbi mahutavusega Ve. Lahus filtreeritakse kuiva kaliibritud kolbi mahutavusega W, millessse on eelnevalt pandud 5 ml lahjendatud vesinikkloriidhapet (4.1). Filtreerimine lõpetatakse hetkel, kui vedeliku tase jõuab kaliibrimismärgini. Lahust segatakse hoolikalt.

Nendel tingimustel väljendub arvutuseeskirjas esineva V väärtus järgmise valemiga:

$$V = Ve \times W/(W–5)$$

Arvutuseeskirjas esinev lahjendus oleneb leitud V väärtusest.

▼B

8. **Määramine**

Iga mikroelemendi sisaldus määratakse selle mikrolemendi määramisprotseduuris kindlaksmääratud mahuga alikvoodis.

Meetodeid 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 ja 10.10 ei tohi kasutada kelaatsete ja kompleksi seotud mikroelementide määramiseks. Nendel juhtudel tuleb enne mikroelementide määramist rakendada meetodit 10.3.

Juhul kui mikroelemendid määratakse aatomiabsorptsioonspektromeetriliselt (meetodid 10.8 ja 10.11), ei ole meetodi 10.3 kohane töötlemine vajalik.

Meetod 10.3

Orgaaniliste ainete eemaldamine väetiseekstraktidest

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur orgaaniliste ainete eemaldamiseks väetiseekstraktidest.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 10.1 ja 10.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida mikroelementide üldsisaldused ja/või nende lahustuvvormide sisaldused kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

Märkus

Orgaanilise aine juuresolek väikestes kogustes ei sega mikroelementide aatomiabsorpsioonspektromeetrilist määramist.

3. **Põhimõte**

Ekstrakti alikvoodis leiduvad orgaanilised ained oksüdeeritakse vesinikperoksiidi abil.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud veinikkloriidhappe (HCl) lahus, ligikaudu 0,5 M*

20 mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.2. Vesinikperoksiidi lahus, 30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml, ei tohi sisaldada mikroelemente

5. **Seadmed**

Elektriline kuumutusplaat, reguleeritava temperatuuriga

6. **Protseduur**

100 ml keeduklaasi pannakse 25 ml protseduuri 10.1 või 10.2 kohaselt saadud ekstrakti. Juhul kui kasutati protseduuri 10.2, lisatakse 5 ml lahjendatd vesinikkloriidhappe lahust (4.1). Seejärel lisatakse 5 ml vesinikperoksiidi lahust (4.2). Keeduklaas kaetakse uuriklaasiga. ja ekstrakt jäetakse oksüdeeruma toatemperatuuril ligikaudu üheks tunniks. Seejärel aetakse segu järk-järgult keema ja keedetakse pool tundi. Vajaduse korral lisatakse lahusele pärast jahtumist 5 ml vesinikperoksiidi lahust ja lahust keedetakse vesinikperoksiidi liia eemaldamiseks. Pärast jahtumist kantakse lahus kvantitatiivselt üle 50 ml mõõtekolbi ja täiendatakse maht märgini. Vajaduse korral lahust filtreeritakse.

Vastavat lahjendust võetakse arvesse alikvootide võtmisel ja tootes sisalduvate mikroelementide protsendi arvutamisel.

▼B

Meetod 10.4

Mikroelementide määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil

(üldmeetod)

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks üldprotseduur raua ja tsingi sisalduse määramiseks väetiseekstraktides aatomiabsorpsioonspektromeetria abil.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 10.1 ja 10.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida raua üldsisaldus või tsingi üldsisaldus ja/või raua või tsingi lahustuvvormide sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

Üksikasjad, mis on seotud selle protseduuri kohandamisega erinevate mikroelementide määramiseks, on esitatud vastavate erimeetodite kirjeldustes.

Märkus

Enamikul juhtudel ei sega orgaaniliste ainete juuresolek väikestes kogustes aatomiabsorptsioonspektromeetrilist määramist.

3. **Põhimõte**

Ekstrakti töödeldakse vajaduse korral segavate keemiliste ainerühmade eemaldamiseks, ja lahjendatakse nii, et selle kontsentratsioon vastaks spekromeetri optimaalsele mõõtepiirkonnale uuritava mikroelemeni määramiseks sobival lainepikkusel.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Lahjendatud veinikkloriidhappe (HCl) lahus, ligikaudu 6 M:*

ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.2. *Lahjendatud veinikkloriidhappe (HCl) lahus, ligikaudu 0,5 M:*

20 mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.3. *Lantaanisoola lahused (10 g La 1 liitris lahuses)*

Seda reaktiivi kasutatakse raua ja tsingi määramiseks. Selle saamiseks võib:

a) lahustada lantaanoksiidi vesinikkloriidhappes (4.1). 11,73 g lantaanoksiidi (La_2O_3) pannakse 150 ml vette 1 l mõõtekolvis ja lisatakse 120 ml 6 M vesinikkloriidhappe lahust (4.1). Pärast lantaanoksiidi lahustumist täidetakse mõõtekolb veega 1 liitrini ja lahust segatakse hoolikalt. Saadud lahuse vesinikkloriidhappesisaldus on ligikaudu 0,5 M; või

b) valmistada lantaankloriidi, lantaansulfaadi või lantaannitraadi lahuse. 26,7 g lantaankloriidheptahüdraati ($LaCl_3$. 7H2O) või 31,2 g lantaannitraatheksahüdraati [$La(NO_3)_3$. $6H_2O$] või 26,2 g lantaansulfaatnonahüdraati [$La_2(SO_4)_3$. $9H_2O$] lahustatakse 150 ml vees ja lisatakse 85 ml 6 M vesinikkloriidhapet (4.1). Pärast lahustumist täiendatakse lahuse maht veega 1 liitrini ja lahust segatakse hoolikalt. Saadud lahuse vesinikkloriidhappesisaldus on ligikaudu 0,5 M.

4.4. *Kaliibrimislahused*

Kaliibrimislahused valmistatakse mikroelementide määramise erimeetodite puhul kindlaksmääratud protseduuride kohaselt.

5. **Seadmed**

Aatomiabsorptsioonspektromeeter, mille valgusallika emissioonispekter sobib uuritavate mikroelementide karakteristlike neeldumisribadega.

▼B

Analüüsija peab järgima seadme valmistaja juhendeid ja oskama seadet käsitseda. Seade peab vajaduse korral (Zn) võimaldama kasutada taustakorrektsiooni. Leegi saamiseks kasutatakse atsetüleeni ja õhku.

6. **Uuritava lahuse valmistamine**

6.1. *Uuritavate mikroelementide ekstrakti valmistamine:*

vt protseduurid 10.1 ja/või 10.2 ning vajaduse korral 10.3.

6.2. *Uuritava lahuse töötlemine*

Protseduuri 10.1, 10.2 või 10.3 abil saadud ekstrakti alikvooti lahjendatakse veega ja/või vesinikkloriidhappega (4.1) või (4.2) nii, et uuritava mikroelemendi sisaldus mõõdetavas lõpplahuses vastaks kasutatavale kaliibrimisvahemikule (7.2) ja et vesinikkloriidhappe sisaldus lõpplahuses oleks 0,5–2,5 M. Selleks tehakse üks või mitut sammlahjendust.

Lõpplahuse saamiseks võetakse lahjendatud ekstraktist alikvoot ja pannakse see 100 ml mõõtekolbi. Selle alikvoodi maht on a ml. Mõõtekolbi lisatakse 10 ml lantaanisoola lahust (4.3), mõõtekolb täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt. Vastava lahjendusteguri tähiseks on D.

7. **Protseduur**

7.1. *Pimekatselahuse valmistamine*

Pimekatselahuse valmistamiseks korratakse kogu protseduuri alates eraldamisest selle erinevusega, et väetiseproovi ei kasutata.

7.2. *Kaliibrimislahuste valmistamine*

Lähtudes kaliibrimisrea emalahusest, mis on saadud iga mikroelemendi määramismeetodi puhul ettenähtud viisil, valmistatakse 100 ml mõõtekolbides vähemalt viis kaliibrimislahust spektromeetri optimaalsele mõõtepiirkonnale vastavate kasvavate kontsentratsioonide järjekorras. Vajaduse korral reguleeritakse vesinikloriidhappe sisaldust nii, et see oleks võimalikult lähedane vesinikkloriidhappe sisaldusele lahjendatud uuritavas lahuses (6.2). Raua või tsing määramise korral lisatakse 10 ml protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust (4.3). Mõõtekolvid täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahuseid segatakse hoolikalt.

7.3. *Määramine*

Aatomiabsorptsioonspektromeeter (5) valmistatakse ette määramiseks ja reguleeritakse asjakohase mikroelemendi määramismeetodi puhul ettenähtud lainepikkusele.

Leeki pihustatakse kolm korda üksteise järel kaliibrimislahuseid (7.2), uuritavat lahust (6.2) ja pimekatselahust (7.1), registreerides iga tulemuse ja loputades pihustit enne iga pihustamist destilleeritud veega.

Ehitatakse kaliibrimiskõver, kandes ordinaatteljele keskmised spektromeetri näidud iga kaliibrimislahuse (7.2) puhul ja abstsissteljele vastavad mikroelemendi kontsentratsioonid, mis väljendatakse mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml).

Saadud kaliibrimiskõvera abil määratakse asjakohase mikroelemendi sisaldused uuritavas lahuses x_s (6.2) ja pimekatselahuses x_b (7.1), mis väljendatakse mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml).

8. **Arvutuseeskiri**

Mikroelemendi sisaldus (E) väetises arvutatakse järgmise valemi abil:

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

juhul, kui kasutati meetodit 10,3, on arvutusvalem järgmine:

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

kus:

▼B

E on väetises leiduva uuritava mikroelemendi massiprotsent,

x_s on uuritava lahuse (6.2), kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

x_b on pimekatselahuse (7.1) kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

V on protseduuri 10.1 või 10.2 kohaselt saadud ekstrakti maht milliliitrites,

D on protseduuri 6.2 kohane lahjendustegur,

M on protseduuri 10,1 või 10,2 kohane uuritava proovi kaalutis grammides.

Lahjendusteguri D arvutuseeskiri:

Kui a1, a2, a3, …, ai ja a on alikvoodid milliliitrites ning v1, v2, v3, …, vi ja 100 on neile vastavate lahjenduste mahud milliliitrites, arvutatakse lahjendustegur järgmise valemi abil:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Meetod 10.5

Boori määramine väetise soolhapeekstraktides atsidimeetrilise tiitrimise abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur boori määramiseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 10.1 ja 10.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida boori üldsisaldus ja/või boori lahustuvvormide sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

3. **Põhimõte**

Boori määramiseks moodustatakse mannitoboorkompleks, mille saamiseks kasutatakse järgmist reaktsiooni:

$$C_6H_8(OH)_6 + H_3BO_3C_6H_{15}O_8B + H_2O$$

Kompleks tiitritakse naatriumhüdroksiidi lahusega pH väärtuseni 6,3.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Metüülpunasest valmistatud indikaatorlahus*

0,1 g metüülpunast ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) lahustatakse 50 ml 95 % etanoolis 100 ml mõõtekolvis. Mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

4.2. *Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 0,5 M*

20 mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (HCl, d_{20} = 1,18 g/ml)

4.3. *Naatriumhüdroksiidi lahus, ligikaudu 0,5 M*

Lahus peab olema karbonaadivaba. 20 g granuleeritud naatriumhüdroksiidi (NaOH) lahustatakse 800 ml keedetud vees 1 l mõõtekolvis. Pärast jahtumist täidetakse kolb keedetud veega 1 000 ml mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

4.4. *Naatriumhüdroksiidi standardlahus, ligikaudu 0,025 M*

Lahus peab olema karbonaadivaba. 0,5 M naatriumhüdroksiidi lahusest (4.3) tehakse 20kordne lahjendus keedetud veega ja saadud lahust segatakse hoolikalt. Saadud lahuse booriarv määratakse punkti 9 kohaselt.

▼B

4.5. *Boori kaliibrimislahus, 100 μg/ml*

Kaalutakse 0,5719 g boorhapet (H_2BO_3) täpsusega 0,1 mg, kaalutis kantakse 1 000 ml mõõtekolbi ja lahustatakse vees. Mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt. Lahus valatakse plastpudelisse ja seda hoitakse külmikus.

4.6. D-mannitool ($C_6H_{14}O_6$), pulber

4.7. Naatriumkloriid (NaCl)

5. **Seadmed**

5.1. pH-meeter klaaselektroodiga

5.2. Magnetsegur

5.3. Keeduklaas, 400 ml, ja teflonkattega segamispulk

6. **Uuritava lahuse ettevalmistamine**

6.1. *Boori ekstrakti valmistamine*

Vt meetodid 10.1, 10.2 ja vajaduse korral 10.3.

7. **Protseduur**

7.1. *Määramine*

Ekstraktist (6.1) võetakse alikvoot a, mis sisaldab 2–4 mg boori (B), pannakse see 400 ml keeduklaasi (5.3) ja lisatakse 150 ml vett

ning mõned tilgad metüülpunasest valmistatud indikaatorlahust (4.1).

Juhul kui mikroelementide eraldamiseks kasutati meetodit 10.2, lisatakse lahuse hapestatamiseks 0,5 M vesinikkloriidhapet (4.2), kuni indikaator muudab värvi, ning lisatakse seejärel veel 0,5 ml 0,5 M vesinikkloriidhapet (4.2).

Seejärel lisatakse 3 g naatriumkloriidi (4.7), aetakse lahus keema süsihappegaasi eemaldamiseks ja lastakse lahusel jahtuda. Keeduklaas asetatakse magnetsegurile (5.2) ja lahusesse sukeldatakse eelkaliibritud pH-meetri elektoodid (5.1).

Lahuse pH reguleeritakse täpselt väärtusele 6.3, lisades alguses 0,5 M naatriumhüdroksiidi lahust (4.3) ja seejärel 0,025 M naatriumhüdroksiidi lahust (4.4).

Seejärel lisatakse 20 g D-mannitooli (4.6), aine lahustatakse täielikult ja lahust segatakse hoolikalt. Tiitritakse 0,025 M naatriumhüdroksiidi lahusega (4.4) pH väärtuseni 6,3 (see väärtus peab püsima vähemalt 1 minuti). Tiitrimiseks kulunud naatriumhüdroksiidi lahuse mahu tähiseks on X_1.

8. **Pimekatselahus**

Pimekatselahuse valmistamiseks korratakse kogu protseduuri alates eraldamisest selle erinevusega, et väetiseproovi ei kasutata. Pimekatselahuse tiitrimiseks kulunud naatriumhüdroksiidi lahuse mahu tähiseks on X_0.

9. **Naatriumhüdroksiidi lahuse (4.4) booriarv**

400 ml keeduklaasi pipeteeritakse 20 ml (2,0 mg B) kaliibrimislahust (4.5) ja lisatakse mõned tilgad metüülpunasest valmistatud indikaatorlahust (4.1). Seejärel lisatakse 3 g naatriumkloriidi (4.7) ja vesinikkloriidhappe lahust (4.2), kuni indikaator (4.1) muudab värvi.

Maht täiendatakse ligikaudu 150 milliliitrini, aetakse lahus järk-järgult keema süsihappegaasi eemaldamiseks ja lastakse lahusel jahtuda. Keeduklaas asetatakse magnetsegurile (5.2) ja lahusesse sukeldatakse eelkaliibritud pH-meetri elektoodid (5.1). Lahuse pH reguleeritakse täpselt väärtusele 6.3, lisades alguses 0,5 M naatriumhüdroksiidi lahust (4.3) ja seejärel 0,025 M naatriumhüdroksiidi lahust (4.4).

Seejärel lisatakse 20 g D-mannitooli (4.6), aine lahustatakse täielikult ja lahust segatakse hoolikalt. Tiitritakse 0,025 M naatriumhüdroksiidi lahusega (4.4) pH väärtuseni 6,3 (see väärtus peab püsima vähemalt 1 minut). Tiitrimiseks kulunud naatriumhüdroksiidi lahuse mahu tähiseks on V_1.

▼B

Samal viisil valmistatakse pimekatselahus selle erinevusega, et kaaliibrimislahuse asemel võetakse 20 ml vett. Pimekatselahuse tiitrimiseks kulunud naatriumhüdroksiidi lahuse mahu tähiseks on V_0.

Naatriumhüdroksiidi (NaOH) standardlahuse (4.4) booriarv F arvutatakse järgmise valemi abil:

$$F\ (mg/ml) = 2/(V_1 - V_0)$$

1 ml naatriumhüdroksiidi lahust, mille kontsentratsioon on täpselt 0,025 M, vastab 0,27025 mg boorile (B).

10. **Arvutuseeskiri**

Boori protsent väetises arvutatakse järgmise valem abil:

$$B\ (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

kus:

B (%) on boori protsent väetises,

X_1 on uuritava lahuse tiitrimiseks kulunud 0,025 M naatriumhüdroksiidi (4.4) maht milliliitrites,

X_0 on pimekatselahuse tiitrimiseks kulunud 0,025 M naatriumhüdroksiidi (4.4) maht milliliitrites,

F on 0,025 M naatriumhüdroksiidi lahuse (4.4) booriarv milligrammides milliliitri kohta (mg/ml),

V on protseduuri 10.1 või 10.2 kohaselt saadud ekstrakti maht milliliitrites,

a on ekstrakti (6.1) alikvoodi (7.1) maht milliliitrites,

M on protseduuri 10.1 või 10.2 kohaselt võetud kaalutise mass grammides.

Meetod 10.6

Koobalti gravimeetriline määramine väetiseekstraktides 1-nitroso-2-naftooli abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur koobalti määramiseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 10.1 ja 10.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida koobalti sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

3. **Põhimõte**

Koobalt(III) seostub 1-nitroso-2-naftooliga, kusjuures tekib Co $(C_{10}H_6ONO)_3 \cdot 2H_2O$ punane sade. Ekstraktis leiduv koobalt viiakse vormi koobalt(III) ja sadestatakse 1-nitroso-2-naftooliga äädikhappe keskkonnas. Sade filtreeritakse, pestakse, kuivatatakse konstantse massini ja kaalutakse $Co(C_{10}H_6ONO)_3 \cdot 2H_2O$ vormis.

4. **Reaktiivid**

4.1. Vesinikperoksiidi (H_2O_2,) lahus, 30 %, d_{20} = 1,11 g/ml

4.2. *Naatriumhüdroksiidi lahus, ligikaudu 2 M*

8 g granuleeritud naatriumhüdroksiidi lahustatakse 100 ml vees.

▼B

4.3. *Lahjendatud vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 6 M*

1 mahuosale veele lisatakse üks mahuosa vesinikkloriidhapet (d_{20} = 1,18 g/ml)

4.4. Äädikhape, CH_3CO_2H, 99,7 % , d_{20} = 1,05 g/ml

4.5. *Äädikhappe lahus, 1: 2, ligikaudu 6 M*

2 mahuosale veele lisatakse 1 mahuosa äädikhapet (4.4)

4.6. 1-nitroso-2-naftooli lahus äädikhappes: 4 g 1-nitroso-2-naftooli lahustatakse 100 ml äädikhappes (4.4), lisatakse 100 ml leiget vett, segatakse hoolikalt ja filtreeritakse viivitamata. Lahust kasutatakse kohe pärast valmistamist.

5. **Seadmed**

5.1. Filtertiigel P16/ISO 4 793, poorsus 4, mahutavus 30 või 50 ml

5.2. Kuivatuskapp, termostateeritav 130 ± 2 °C juures

6. **Uuritava lahuse ettevalmistamine**

6.1. *Koobalti ekstrakti valmistamine*

vt meetodid 10.1 ja 10.2

6.2. *Uuritava lahuse ettevalmistamine*

400 ml keeduklaasi pannakse ekstrakti alikvoot, mis sisaldab kuni 20 mg koobaltit (Co). Juhul kui ekstrakti valmistamiseks kasutati meetodit 10.2, lisatakse lahuse hapestamiseks 5 tilka vesinikkloriidhappe lahust (4.3). Seejärel lisatakse 10 ml vesinikperoksiidi lahust (4.1). Oksüdeerijal lastakse toimida külmas lahuses 15 minutit, seejärel täiendatakse lahuse maht veega ligikaudu 100 milliliitrini. Keeduklaas kaetakse uuriklaasiga. Lahus aetakse keema, keedetakse ligikaudu 10 minutit ja jahutatakse. Leelistatamiseks lisatakse tilkhaaval naatriumhüdroksiidi lahust (4.2), kuni hakkab sadestuma must koobalthüdroksiid.

7. **Määramisprotseduur**

Lisatakse 10 ml äädikhapet (4.4), lahuse maht täiendatakse veega ligikaudu 200 milliliitrini ja kuumutatakse keemiseni. Lisatakse büretist tilkhaaval ja lahust pidevalt segades 20 ml 1-nitroso-2-naftooli lahust (4.6). Segatakse tugevasti sademe koaguleerimiseks.

Filtreeritakse läbi eelnevalt kaalutud filtertiigli (5.1) hoolitsedes selle eest, et filtertiigel ei ummistuks. Selleks jälgitakse, et filtreerimise kestel oleks sade vedelikuga kaetud.

Keeduklaasi pestakse lahjendatud äädikhappe lahusega (4.5) kogu sademe eemaldamiseks. Sadet filtertiiglil pestakse lahjendatud äädikhappe lahusega (4.5) ja seejärel kolm korda kuuma veega.

Kuivatatakse kuivatuskapis (5.2) 130 ± 2 °C juures konstantse massini.

8. **Arvutuseeskiri**

1 milligramm $Co(C_{10}H_6ONO)_3 \cdot 2H_2O$ sadet vastab 0,096381 milligrammile koobaltile (Co).

Koobalti (Co) protsent väetises arvutatakse järgmise valem abil:

$$Co\ (\%) = X \times 0,0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

kus:

X on sademe mass milligrammides,

V on protseduuri 10.1 või 10.2 kohaselt saadud ekstrakti maht milliliitrites,

a on viimasest lahjendusest võetud alikvoodi maht milliliitrites,

D on alikvoodi lahjendustegur,

M on uuritava proovi mass grammides.

▼B

Meetod 10.7

Vase titrimeetriline määramine väetiseekstraktides

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur vase määramiseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 10.1 ja 10.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida vase sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

3. **Põhimõte**

Vask(II)-ioonid redutseeritakse happelises keskkonnas kaaliumjodiidi toimel:

$$2Cu^{++} + 4I^{-} \rightarrow 2CuI + I_2$$

Vabanenud joodi tiitritakse standardse naatriumtiosulfaadi lahusega tärklise (indikaator) juuresolekul, kusjuures reaktsioon kulgeb järgmise võrrandi kohaselt:

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

4. **Reaktiivid**

4.1. Lämmastikhape, HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml

4.2. Karbamiid, $[(NH_2)_2\ C = 0]$

4.3. *Ammooniumbifluoriidi lahus, 10 (massi-/mahu)protsenti NH_4HF_2*

Reaktiivi hoitakse plastnõus.

4.4. *Ammooniumhüdroksiidi lahus, 1 + 1*

ühele mahuosale veele lisatakse üks mahuosa ammooniumhüdroksiidi (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml).

4.5. *Naatriumtiosulfaadi standardlahus*

7,812 g naatriumtiosulfaatpentahüdraati ($Na_2S_2O_35H_2O$) lahustatakse vees 1 l mõõtekolvis. Lahus valmistatakse nii, et 1 ml lahust oleks ekvivalentne 2 mg vasega. Stabiliseerimiseks lisatakse mõned tilgad kloroformi. Lahust hoitakse klaasanumas kaitstuna otsese valguse eest.

4.6. Kaaliumjodiid, KI

4.7. *Kaaliumtiotsüanaadi lahus, 25 (massi-/mahu)protsenti KSCN*

Lahust säilitatakse plastpudelis.

4.8. *Tärkliselahus, ligikaudu 0,5 %*

600 ml keeduklaasi pannakse 2,5 g tärklist, lisatakse umbes 500 ml vett, keedetakse segades ja jahutatakse toatemperatuurini. Lahus säilib lühikest aega. Lahuse säilivusaega võib pikendada, kui sellele lisada ligikaudu 10 mg elavhõbejodiidi.

5. **Uuritava lahuse ettevalmistamine**

Vase ekstrakti valmistamine

Vt meetodid 10.1 ja 10.2.

6. **Määramisprotseduur**

6.1. *Lahuse ettevalmistamine tiitrimiseks*

500 ml Erlenmeyeri kolbi pannakse vase ekstrakti alikvoot, mis sisaldab 20-40 mg Cu.

▼B

Lahust keedetakse lühikest aega hapniku liia eemaldamiseks ja seejärel täiendatakse alikvoodi maht veega ligikaudu 100 milliliitrini. Lisatakse 5 ml lämmastikhapet (4.1), aetakse lahus keema ja keedetakse ligikaudu pool minutit.

Erlenmeyeri kolb eemaldatakse kuumutusplaadilt, lisatakse ligikaudu 3 g karbamiidi (4.2) ja keedetakse uuesti ligikaudu pool minutit.

Kolb eemaldatakse kuumutusplaadilt ja lisatakse 200 ml külma vett. Vajaduse korral jahutatakse kolvi sisu toatemperatuurini.

Lisatakse järk-järgult ammooniumhüdroksiidi lahust (4.4), kuni lahus muutub siniseks, seejärel lisatakse täiendavalt veel 1 ml ammooniumhüdroksiidi lahust (4.4).

Lisatakse 50 ml ammooniumbifluoriidi lahust (4.3) ja segatakse.

Seejärel lisatakse kolbi ja lahustatakse 10 g kaaliumjodiidi (4.3).

6.2. *Lahuse tiitrimine*

Erlenmeyeri kolb asetatakse magnetsegurile. Kolbi pannakse segamispulk ja reguleeritakse magnetsegur vajalikule pöörlemiskiirusele.

Lisatakse büretist naatriumtiosulfaadi standardlahust (4.5), kuni vabast joodist tingitud pruuni värvuse intensiivsus väheneb.

Lisatakse 10 ml tärkliselahust (4.8).

Jätkatakse tiitrimist naatriumtiosulfaadi lahusega (4.5), kuni punakaslilla värvus on peaaegu kadunud.

Lisatakse 20 ml kaaliumtiotsüanaadi lahust (4.7) ja jätkatakse tiitrimist lillakassinise värvuse täieliku kadumiseni.

Märgitakse üles tiitrimiseks kulunud naatriumtiosulfaadi lahuse maht.

7. **Arvutuseeskiri**

1 ml naatriumtiosulfaadi standardlahust (4.5) vastab 2 mg vasele (Cu).

Vase protsent väetises arvutatakse järgmise valem abil:

$$\text{Cu}\ (\%) = \text{X}\frac{\text{V}}{\text{a} \times \text{M} \times 5}$$

kus:

X on tiitrimiseks kulunud naatriumtiosulaadi lahuse maht milliliitrites,

V on protseduuri 10.1 või 10.2 kohaselt saadud ekstrakti maht milliliitrites,

a on alikvoodi maht milliliitrites,

M on protseduuri 10.1 või 10.2 kohaselt võetud kaalutise mass grammides.

Meetod 10.8

Raua määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur raua määramiseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 10.1 ja 10.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida raua üldsisaldus ja/või raua lahustuvvormide sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

3. **Põhimõte**

Ekstrakti töödeldakse ja lahjendatakse vajalikul viisil ning raua sisaldus ekstraktis määratakse aatomiabsorptsioonspektromeetriliselt.

▼B

4. **Reaktiivid**

4.1. *Vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 6 M:*

vt meetod 10.4 (4.1).

4.2. *Vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 0,5 M:*

vt meetod 10.4 (4.2).

4.3. Vesinikperoksiidi lahus, 30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml, ei tohi sisaldada mikroelemente

4.4. *Lantaanisoola lahused (10 g La 1 liitris lahuses):*

vt meetod 10.4 (4.3).

4.5. *Raua kaliibrimislahused*

4.5.1. Raua põhilahus, 1 000 µg/ml

Kaalutakse 1 g raudtraati täpsusega 0,1 mg, kaalutis kantakse 500 ml keeduklaasi, lisatakse 200 ml 6 M vesinikkloriidhappe lahust (4.1) ja 15 ml vesinikperoksiidi lahust (4.3) ning kuumutatakse keeduklaasi kuumutusplaadil, kuni raud on täielikult lahustunud. Pärast jahtumist kantakse lahus kvantitatiivselt üle 1 000 ml mõõtekolbi. Mõõtekolb täidetakse veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

4.5.2. Raua kaliibrimisrea emalahus, 100 µg/ml

200 ml mõõtekolbi pannakse 20 ml põhilahust (4.5.1), Mõõtekolb täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

5. **Seadmed**

Aatomiabsorptsioonspektromeeter: vt meetod 10.4 (5). Seade peab olema varustatud valgusallikaga, mille emissioonispekter sobib raua karakteristliku neeldumisribaga, 248,3 nm.

6. **Uuritava lahuse ettevalmistamine**

6.1. *Raua ekstrakt:*

vt protseduurid 10.1 ja/või 10.2 ning vajaduse korral 10.3

6.2. *Lahuse ettevalmistamine mõõtmiseks:*

vt meetod 10.4 (6.2). Uuritav lahus peab sisaldama 10 mahuprotsenti lantaanisoola lahust.

7. **Protseduur**

7.1. *Pimekatselahuse valmistamine:*

vt meetod 10.4 (7.1). Pimekatselahus peab sisaldama 10 mahuprotsenti protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust.

7.2. *Kaliibrimislahuste valmistamine:*

vt meetod 10,4 (7.2).

Selleks et raua sisaldus oleks vahemikus 0–5 µg/ml, pannakse 100 ml mõõtekolbidesse eraldi 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 ml kaliibrimisrea emalahust (4.5.2). Vajaduse korral reguleeritakse vesinikkloriidhappe sisaldus võimalikult lähedaseks vesinikkloriidhappe sisaldusele uuritavas lahuses. Igasse mõõtekolbi lisatakse 10 ml protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust. Mõõtekolvid täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahuseid segatakse hoolikalt. Saadud kaliibrimislahuste rauasisaldused on vastavalt 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 µg/ml.

7.3. *Määramine:*

vt meetod 10.4 (7.3). Spektromeeter (5) valmistatakse ette mõõtmisteks lainepikkusel 248,3 nm.

8. **Arvutuseeskiri**

Vt meetod 10.4 (8).

Raua protsent väetises arvutatakse järgmise valem abil:

▼B

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

juhul kui kasutati protseduuri 10.3, on arvutusvalem järgmine:

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

kus:

Fe on raua protsent väetises,

x_s on uuritava lahuse (6.2), kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

x_b on pimekatselahuse (7.1) kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

V on protseduuri 10.1 või 10.2 kohaselt saadud ekstrakti maht milliliitrites,

D on protseduuri 6.2 kohane lahjendustegur,

M on protseduuri 10.1 või 10.2 kohaselt võetud kaalutise mass grammides,

Lahjendusteguri D arvutuseeskiri: Kui a1, a2, a3, …, ai ja a on alikvoodid milliliitrites ning v1, v2, v3, …, vi ja 100 on neile vastavate lahjenduste mahud milliliitrites, arvutatakse lahjendustegur järgmise valemi abil:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Meetod 10.9

Mangaani määramine väetiseekstraktides tiitrimise abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur mangaani määramiseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 10.1 ja 10.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida mangaani sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

3. **Põhimõte**

Juhul kui ekstrakt sisaldab kloriidioone, eemaldatakse need ekstrakti keetmise abil väävelhappega. Mangaan oksüdeeritakse naatriumvismutaadi toimel lämmastikhappe keskkonnas. Tekkinud permanganaat taandatakse raud(II)sulfaadi liia lisamise abil. Raud(II)sulfaadi liig tiitritakse tagasi kaaliumpermanganaadi lahusega.

4. **Reaktiivid**

4.1. Kontsentreeritud väävelhape, H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml

4.2. *Väävelhappe lahus, ligikaudu 9 M*

1 mahuosale veele lisatakse ettevaatlikult 1 mahuosa kontsentreeritud väävelhapet (4.1).

4.3. *Lämmastikhappe lahus, 6 M*

4 mahuosale veele lisatakse 3 mahuosa lämmastikhapet (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml)

4.4. *Lämmastikhappe lahus, 0,3 M*

19 mahuosale veele lisatakse 1 mahuosa 6 M lämmastikhapet.

4.5. Naatriumvismutaat, 85 % $NaBiO_3$

▼B

4.6. Diatomiit

4.7. Ortofosforhape, H_3PO_4, 15 M, d_{20} = 1,71 g/ml

4.8. *Raud(II)sulfaadi lahus, 0,15 M*

41,6 g raud(II)sulfaatheptahüdraati ($FeSO_4 . 7H_2O$) lahustatakse vees 1 l mõõtekolvis.

Lisatakse 25 ml kontsentreeritud väävelhapet (4.1) ja 25 ml fosforhapet (4.7). Mõõtekolb täidetakse 1 000 milliliitrini ja lahust segatakse.

4.9. *Kaaliumpermanganaadi lahus, 0,02 M.*

Kaalutakse 3,160 g kaaliumpermanganaati ($KMnO_4$) 0,1 mg täpsusega, kaalutis lahustatakse vees ja lahuse maht täiendatakse veega 1 000 milliliitrini.

4.10. *Hõbenitraadi lahus, ligikaudu 0,1 mol/l*

1,7 g hõbenitraati ($AgNO_3$) lahustatakse vees ja lahuse maht täiendatakse 100 milliliitrini.

5. **Seadmed**

5.1. Filtertiigel P16/ISO 4 793, poorsus 4, mahutavus 50 ml, ühendatud 500 ml imikolviga

5.2. Magnetsegur

6. **Uuritava lahuse ettevalmistamine**

6.1. *Mangaani ekstrakt:*

vt meetodid 10.1 ja 10.2 Juhul kui ei teata, kas uuritav ekstrakt sisaldab kloriidioone, kontrollitakse seda ühe tilga hõbenitraadi lahuse (4.10) lisamisega.

6.2. Kui kloriidioone ei esine, pannakse kõrgesse 400 ml keeduklaasi ekstrakti alikvoot, mis sisaldab 10–20 mg mangaani. Lahuse maht reguleeritakse ligikaudu 25 milliliitrini kas aurustamise või vee lisamise abil. Lisatakse 2 ml kontsentreeritud väävelhapet (4.1).

6.3. *Kui ekstrakt sisaldab kloriidioone, tuleb need eemaldada järgmiselt.*

Kõrgesse 400 ml keeduklaasi pannakse ekstrakti alikvoot, mis sisaldab 10–20 mg mangaani. Lisatakse 5 ml 9 M väävelhappe lahust (4.2). Lahus aetakse tõmbekapis kuumutusplaadil keema ja keedetakse, kuni ohtrate valgete aurude eraldumine lakkab. Keetmist jätkatakse, kuni lahuse maht väheneb ligikaudu 2 milliliitrini (keeduklaasi põhja jääb õhuke kelme või siirupjas vedelik). Keeduklaasil lastakse jahtuda toatemperatuurini.

Lisatakse ettevaatlikult 25 ml vett ja kontrollitakse veel kord kloriidioonide olemasolu ühe tilga hõbenitraadi lahuse (4.10) lisamisega. Juhul kui kloriide veel esineb, lisatakse 5 ml 9 M väävelhappe lahust (4.2) ja kloriidioonide eemaldamist korratakse.

7. **Protseduur**

400 ml keeduklaasi, mis sisaldab uuritavat lahust, lisatakse 25 ml 6 M lämmastikhappe lahust (4.3) ja 2,5 g naatriumvismutaati (4.5). Segatakse tugevasti kolm minutit magnetseguril (5.2).

Lisatakse 50 ml 0,3 M lämmastikhappe lahust (4.4) ja segatakse uuesti. Filtreeritakse vaakumi abil läbi filtertiigli (5.1), mille põhi on kaetud diatomiidiga (4.6). Filtertiiglit pestakse korduvalt 0,3 M lämmastikhappe lahusega (4.4) värvusetu filtraadi saamiseni.

Filtraat ja pesuveed kantakse üle 500 ml keeduklaasi, segatakse ja lisatakse 25 ml 0,15 M raud(II)sulfaadi lahust (4.8). Juhul kui filtraat muutub pärast raud(II)sulfaadi lisamist kollaseks, lisatakse 3 ml 15 M ortofosforhapet (4.7).

Raud(II)sulfaadi liig tiitritakse tagasi, lisades büretist 0,02 M kaaliumpermanganaadi lahust (4.9), kuni lahus muutub roosaks ja värvus püsib ühks minut. Pimekatse tehakse samades tingimustes, selle erinevusega, et väetiseproovi ei kasutata.

M ä r k u s

Oksüdeeritud lahus ei tohi kokku puutuda kummiga.

▼B

8. **Arvutuseeskiri**

1 ml 0,02 M kaaliumpermanganaadi lahust vastab 1,099 mg mangaanile (Mn).

Mangaani protsent väetises arvutatakse järgmise valem abil:

$$\text{Mn}\ (\%)\ (x_b - x_s)\ \times\ 0,1099\ \times\ \frac{V}{a\ \times\ M}$$

kus:

x_b on pimekatselahuse puhul tiitrimiseks kulunud kaaliumpermanganaadi lahuse maht milliliiitrites,

x_b on uuritava lahuse puhul tiitrimiseks kulunud kaaliumpermanganaadi lahuse maht milliliiitrites,

V on protseduuri 10.1 või 10.2 kohaselt saadud ekstrakti maht milliliitrites,

a on ekstrakti alikvoodi maht milliliitrites,

M on uuritava proovi mass grammides.

Meetod 10.10

Molübdeeni gravimeetriline määramine väetiseekstraktides 8-hüdroksükinoliini abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur molübdeeni määramiseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 10.1 ja 10.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida molübdeeni sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

3. **Põhimõte**

Molübdeeni sisalduse määramiseks sadestatakse molübdeen molübdeenoksinaadina kindlaksmääratud tingimustes.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Väävelhappe lahus, ligikaudu 1M*

1 l mõõtekolbi valatakse 800 ml vett, lisatakse ettevaatlikult 55 ml väävelhapet (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml) ja segatakse. Pärast jahtumist täidetakse kolb 1 liitrini ja lahust segatakse.

4.2. *Lahjendatud ammooniumhüdroksiidi lahus, 1: 3*

3 mahuosale veele lisatakse 1 mahuosa ammooniumhüdroksiidi (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml).

4.3. *Lahjendatud äädikhappe lahus, 1: 3*

3 mahuosale veele lisatakse 1 mahuosa kontsentreeritud äädikhapet (CH_3COOH, 99,7 %, d_{20} = 1,049 g/ml).

4.4. *Dinaatriumetüleendiamiintetraatsetaadi (Na_2EDTA) lahus*

5 g Na_2EDTA lahustatakse vees 100 ml mõõtekolvis. Mõõtekolb täidetakse mahumärgini ja lahust segatakse.

4.5. *Puhverlahus*

15 ml kontsentreeritud äädikhapet ja 30 g ammooniumatsetaati lahustatakse vees 100 ml mõõtekolvis. Mõõtekolb täidetakse 100 milliliitrini.

▼B

4.6. *8-hüdroksükinoliini (oksiini) lahus3*

g 8-hüdroksükinoliini lahustatakse 5 ml kontsentreeritud äädikhappes 100 ml mõõtekolvis. Lisatakse 80 ml vett. Lisatakse tilkhaaval ammooniumhüdroksiidi lahust (4.2), kuni lahus muutub häguseks, ja seejärel lisatakse äädikhappe lahust (4.3), kuni lahus uuesti selgineb.

Mõõtekolb täidetakse veega 100 milliliitrini.

5. **Seadmed**

5.1. Filtertiigel P16/ISO 4 793, poorsus 4, mahutavus 30 ml

5.2. pH-meeter klaaselektroodiga

5.3. Kuivatuskapp, mis on reguleeritav temperatuurile 130–135 °C

6. **Uuritava proovi ettevalmistamine**

6.1. Molübdeeni ekstrakti valmistamine: vt meetodid 10.1 ja 10.2

7. **Protseduur**

7.1. *Uuritava lahuse ettevalmistamine*

250 ml mõõtekolbi pannakse molübdeeni ekstrakti alikvoot, mis sisaldab 25–100 mg molübdeeni (Mo). Mõõtekolb täidetakse veega 50 milliliitrini.

Lahuse pH reguleeritakse väärtusele 5, lisades tilkhaaval väävelhappe lahust (4.1). Lisatakse 15 ml EDTA lahust (4.4) ja seejärel 5 ml puhverlahust (4.5). Lahuse maht täiendatakse veega ligikaudu 80 milliliitrini.

7.2. *Sadestamine ja sademe pesemine*

Sadestamine

Lahust soojendatakse natuke ja pidevalt segades hakatakse lisama oksiini lahust (4.6). Sadestamist jätkatakse, kuni sadet enam nähtavalt ei lisandu. Seejärel lisatakse veel täiendavalt oksiini lahust, kuni sademepealne lahus muutub nõrgalt kollaseks. Harilikult piisab 20 ml reaktiivi lisamisest. Sadet soojendatakse nõrgalt veel 2–3 minutit.

Filtreerimine ja pesemine

Filtreeritakse läbi filtertiigli (5.1). Loputatakse mitu korda 20 ml kuuma veega. Pesuveed muutuvad järk-järgult värvusetuks, mis näitab, et sademes ei ole enam oksiini.

7.3. *Sademe kaalumine*

Sade kuivatatakse (vähemalt 1 tund) 130–135 °C juures konstantse massini,

seejärel jahutatakse eksikaatoris ja kaalutakse.

8. **Arvutuseeskiri**

1 milligrammi molübdenüüloksinaati, $MoO_2(C_9H_6ON)_2$, vastab 0,2305 milligrammile molübdeenile (Mo).

Molübdeeni protsent väetises arvutatakse järgmise valem abil:

$$\text{Mo}\ (\%) = \text{X} \times 0,02305 \times \frac{\text{V} \times \text{D}}{\text{a} \times \text{M}}$$

kus:

X on molübdenüüloksinaatsademe mass milligrammides,

V on protseduuri 10.1 või 10.2 kohaselt saadud ekstrakti maht milliliitrites,

a on viimasest lahjendusest võetud alikvoodi maht milliliitrites,

D on alikvoodi lahjendustegur,

M on uuritava proovi mass grammides.

▼B

Meetod 10.11

Tsingi määramine väetiseekstraktides aatomiabsorptsioonspektromeetria abil

1. **Rakendatavus**

Käesolevas dokumendis määratakse kindlaks protseduur tsingi määramiseks väetiseekstraktides.

2. **Rakendusala**

Käesolevat meetodit rakendatakse väetiseproovide analüüsil, millest mikroelemendid on eraldatud protseduuride 10.1 ja 10.2 kohaselt, ja mille puhul tuleb deklareerida tsingi sisaldus kooskõlas käesoleva määruse I lisa osaga E.

3. **Põhimõte**

Ekstrakti töödeldakse ja lahjendatakse vajalikul viisil ning tsingi sisaldus ekstraktis määratakse aatomiabsorptsioonspektromeetriliselt.

4. **Reaktiivid**

4.1. *Vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 6 M:*

vt meetod 10.4 (4.1).

4.2. *Vesinikkloriidhappe lahus, ligikaudu 0,5 M:*

vt meetod 10.4 (4.2).

4.3. *Lantaanisoola lahused (10 g La 1 liitris lahuses):*

vt meetod 10.4 (4.3).

4.4. *Tsingi kaliibrimislahused*

4.4.1. Tsingi põhilahus, 1 000 µg/ml

Kaalutakse 1 g tsingipulbrit või tsingihelbeid täpsusega 0,1 mg, kaalutis asetatakse 1 000 ml mõõtekolbi ja lahustatakse 25 ml 6 M vesinikkloriidhappe lahuses (4.1). Pärast tsingi täielikku lahustumist täidetakse mõõtekolb veega mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

4.4.2. Tsingi kaliibrimisrea emalahus, 100 µg/ml

200 ml mõõtekolbi pannakse 20 ml põhilahust (4.4.1) ja lahjendatakse seda 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2). Mõõtekolb täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahust segatakse hoolikalt.

5. **Seadmed**

Aatomiabsorptsioonspektromeeter:

vt meetod 10.4 (5). Seade peab olema varustatud valgusallikaga, mille emissioonispekter sobib tsingi karakteristliku neeldumisribaga, 213,8 nm. Spektromeeter peab võimaldama kasutada taustakorrektsiooni

6. **Uuritava lahuse ettevalmistamine**

6.1. *Tsingi ekstrakt:*

vt meetod 10.1 ja/või 10.2.

6.2. *Lahuse ettevalmistamine mõõtmiseks:*

vt meetod 10,4 (6.2). Uuritav lahus peab sisaldama 10 mahuprotsenti lantaanisoola lahust (4.3).

7. **Protseduur**

7.1. *Pimekatselahuse valmistamine*

vt meetod 10.4 (7.1). Pimekatselahus peab sisaldama 10 mahuprotsenti protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust.

7.2. *Kaliibrimislahuste valmistamine*

vt meetod 10.4 (7.2). Selleks, et tsingi sisaldus oleks vahemikus 0–5 µg/ml, pannakse 100 ml mõõtekolbidesse eraldi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja

▼B

5 ml kaliibrimisrea emalahust (4.4.2). Vajaduse korral reguleeritakse vesinikkloriidhappe sisaldus võimalikult lähedaseks vesinikkloriidhappe sisaldusele uuritavas lahuses. Igasse mõõtekolbi lisatakse 10 ml protseduuri 6.2 puhul mainitud lantaanisoola lahust. Mõõtekolvid täidetakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (4.2) mahumärgini ja lahuseid segatakse hoolikalt.

Saadud kaliibrimislahuste tsingisisaldused on vastavalt 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 μg/ml.

7.3. *Määramine:*

vt meetod 10.4 (7.3). Spektromeeter (5) valmistatakse ette mõõtmisteks lainepikkusel 213,8 nm.

8. **Arvutuseeskiri**

Vt meetod 10.4 (8).

Tsingi protsent väetises arvutatakse järgmise valem abil:

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

juhul, kui kasutati meetodit 10.3, on arvutusvalem järgmine:

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

kus:

Zn on tsingi protsent väetises,

x_s on uuritava lahuse kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

x_b on pimekatselahuse kontsentratsioon mikrogrammides milliliitri kohta (μg/ml),

V on protseduuri 10.1 või 10.2 kohaselt saadud ekstrakti maht milliliitrites,

D on protseduuri 6.2 kohane lahjendustegur,

M on protseduuri 10.1 või 10.2 kohaselt võetud kaalutise mass grammides,

Lahjendusteguri D arvutuseeskiri:

Kui a1, a2, a3, …, ai ja a on alikvoodid milliliitrites ning v1, v2, v3, …, vi ja 100 on neile vastavate lahjenduste mahud milliliitrites, arvutatakse lahjendustegur järgmise valemi abil:

$$D = (v1/a1)\ \times\ (v2/a2)\ \times\ (v3/a3)\ \times\ \ldots \times\ (vi/ai)\ \times\ (100/a)$$

▼B

V LISA

A. **DOKUMENDID, MILLEST TOOTJAD VÕI NENDE ESINDAJAD JUHINDUVAD TEHNILISE KAUSTA KOOSTAMISEL UUE VÄETISELIIGI KANDMISEKS KÄESOLEVA MÄÄRUSE I LISASSE**

1. Juhend tehnilise kausta koostamiseks väetisele märke "EÜ väetis" taotlemisel.

Euroopa Ühenduste Teataja C 138, 20.5 1994, lk 14.

2. Komisjoni 5. märtsi 1991. aasta direktiiv 91/155/EMÜ, milles määratletakse ja sätestatakse ohtlikke valmistisi käsitleva eriteabe süsteemi üksikasjalik kord direktiivi 88/379/EMÜ artikli 10 rakendamiseks.

Euroopa Ühenduste Teataja L 76/35, 22.3.1991, lk 35.

3. Komisjoni 10. detsembri 1993. aasta direktiiv 93/112/EÜ, millega muudetakse komisjoni direktiivi 91/155/EMÜ, milles määratletakse ja sätestatakse ohtlikke valmistisi käsitleva eriteabe süsteemi üksikasjalik kord nõukogu direktiivi 88/379/EMÜ artikli 10 rakendamiseks.

Euroopa Ühenduste Teataja L 314, 16.12.1993, lk 38.

B. **AKREDITEERIMISSTANDARDID SEOSES LABORATOORIUMIDEGA, KES ON PÄDEVAD OSUTAMA VAJALIKKE TEENUSEID, ET KONTROLLIDA EÜ VÄETISTE VASTAVUST KÄESOLEVA MÄÄRUSE JA SELLE LISADE NÕUETELE**

1. Laboratooriumide tasemel rakendatav standard:

EN ISO/IEC 17025. Pädevuse üldnõuded katse- ja mõõtelaboratooriumidele.

2. Akrediteerimisasutuste tasemel rakendatav standard:

EN 45003. Mõõte- ja katselaboratooriumide akrediteerimise süsteem: tegevuse ja tunnustamise üldnõuded.