Tämä asiakirja on ainoastaan dokumentointitarkoituksiin. Toimielimet eivät vastaa sen sisällöstä.

►**B** **EUROOPAN PARLAMENTIN JA NEUVOSTON ASETUS (EY) N:o 2003/2003,**

annettu 13 päivänä lokakuuta 2003,

lannoitteista

(ETA:n kannalta merkityksellinen teksti)

(EUVL L 304, 21.11.2003, s. 1)

Muutettu:

		virallinen lehti		
		N:o	sivu	päivämäärä
►**M1**	Neuvoston asetus (EY) N:o 885/2004, annettu 26 päivänä huhtikuuta 2004	L 168	1	1.5.2004
►**M2**	Komission asetus (EY) N:o 2076/2004, annettu 3 päivänä joulukuuta 2004	L 359	25	4.12.2004
►**M3**	Neuvoston asetus (EY) N:o 1791/2006, annettu 20 päivänä marraskuuta 2006	L 363	1	20.12.2006
►**M4**	Komission asetus (EY) N:o 162/2007 annettu 19 päivänä helmikuuta 2007	L 51	7	20.2.2007

▼B

EUROOPAN PARLAMENTIN JA NEUVOSTON ASETUS (EY) N:o 2003/2003,

annettu 13 päivänä lokakuuta 2003,

lannoitteista

(ETA:n kannalta merkityksellinen teksti)

EUROOPAN PARLAMENTTI JA EUROOPAN UNIONIN NEUVOSTO, jotka

ottavat huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen ja erityisesti sen 95 artiklan,

ottavat huomioon komission ehdotuksen ([1]),

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

noudattavat perustamissopimuksen 251 artiklassa määrättyä menettelyä ([3]),

sekä katsovat seuraavaa:

(1) Lannoitteita koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 18 päivänä joulukuuta 1975 annettua neuvoston direktiiviä 76/116/ETY ([4]), yksiravinteisia runsastyppisiä ammoniumnitraattilannoitteita koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 15 päivänä heinäkuuta 1980 annettua neuvoston direktiiviä 80/876/ETY ([5]), runsastyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden ominaisuuksien, raja-arvojen ja räjähtämättömyyden valvontaa koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 8 päivänä joulukuuta 1986 annettua komission direktiiviä 87/94/ETY ([6]) ja lannoitteiden näytteenotto- ja analyysimenetelmiä koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 22 päivänä kesäkuuta 1977 annettua komission direktiiviä 77/535/ETY ([7]) on useaan otteeseen muutettu huomattavilta osiltaan. Komission Euroopan parlamentille ja neuvostolle antaman tiedonannon ”Sisämarkkinoiden lainsäädännön yksinkertaistaminen (SLIM)” ja yhtenäismarkkinoiden toimintasuunnitelman mukaisesti mainitut direktiivit olisi selkeyden vuoksi kumottava ja korvattava yhdellä säädöksellä.

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

(3) Lannoitteilla on kussakin jäsenvaltiossa oltava tietyt pakottavien säännösten mukaiset tekniset ominaisuudet. Nämä säännökset,

---

([1]) EYVL C 51 E, 26.2.2002, s. 1 ja EYVL C 227 E, 24.9.2002, s. 503.
([2]) EYVL C 80, 3.4.2002, s. 6.
([3]) Euroopan parlamentin lausunto, annettu 10. huhtikuuta 2002 (EUVL C 127 E, 29.5.2003, s. 160), neuvoston yhteinen kanta, vahvistettu 14. huhtikuuta 2003 (EUVL C 153 E, 1.7.2003, s. 56), ja Euroopan parlamentin päätös, tehty 2. syyskuuta 2003 (ei vielä julkaistu virallisessa lehdessä).
([4]) EYVL L 24, 30.1.1976, s. 21, direktiivi sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivillä 98/97/EY (EYVL L 18, 23.1.1999, s. 60).
([5]) EYVL L 250, 23.9.1980, s. 7, direktiivi sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivillä 97/63/EY (EYVL L 335, 6.12.1997, s. 15).
([6]) EYVL L 38, 7.2.1987, s. 1, direktiivi sellaisena kuin se on muutettuna direktiivillä 88/126/ETY (EYVL L 63, 9.3.1988, s. 12).
([7]) EYVL L 213, 22.8.1977, s. 1, direktiivi sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna direktiivillä 95/8/EY (EYVL L 86, 20.4.1995, s. 41).

▼B

jotka koskevat erityisesti lannoitetyyppien koostumusta, määritelmiä ja nimityksiä sekä niiden merkitsemistä ja pakkaamista, ovat eri jäsenvaltioissa erilaisia. Säännösten erot ovat esteenä yhteisön sisäiselle kaupalle, joten säännökset olisi sen vuoksi yhdenmukaistettava.

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

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

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

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

(8) Valmistusmenetelmien ja käytettyjen lähtöaineiden vuoksi lannoitetuotannossa esiintyy eriasteista vaihtelua. Näytteenotto- ja analyysimenetelmissä voi myös olla eroja. Tämän vuoksi on tarpeen vahvistaa ilmoitettavien ravinnesisältöjen sallitut poikkeamat. Maataloudenharjoittajan kannalta on suotavaa pitää nämä poikkeamat pieninä.

(9) Jäsenvaltioiden hyväksymien ja komissiolle ilmoittamien laboratorioiden olisi virallisesti tarkastettava, että EY-lannoitteet ovat tässä asetuksessa säädettyjen laatua ja koostumusta koskevien vaatimusten mukaiset.

(10) Ammoniumnitraatti on pääasiallinen ainesosa monissa tuotteissa, joista osa on tarkoitettu käytettäväksi lannoitteina ja osa räjähteinä. On tarpeen antaa runsastyppisiä EY-ammoniumnitraattilannoitteita koskevia täydentäviä yhteisön säännöksiä, kun otetaan huomioon tämäntyyppisten lannoitteiden erityisluonne ja siitä johtuvat yleiseen turvallisuuteen sekä työntekijöiden terveyteen ja suojeluun liittyvät vaatimukset.

(11) Eräät näistä tuotteista voivat olla vaarallisia, ja niitä voidaan tietyissä tapauksissa käyttää muihin kuin aiottuihin käyttötarkoituksiin. Tämä saattaa aiheuttaa vaaraa ihmisille ja omaisuudelle. Valmistajat on tämän vuoksi velvoitettava toteuttamaan aiheellisia toimenpiteitä tällaisen käytön välttämiseksi ja erityisesti kyseisten lannoitteiden jäljitettävyyden varmistamiseksi.

(12) Yleisen turvallisuuden takaamiseksi on erittäin tärkeää määritellä yhteisön tasolla ne ominaisuudet, jotka erottavat runsastyppiset EY-ammoniumnitraattilannoitteet muista ammoniumnitraattityypeistä, joita käytetään räjähteinä käytettävien tuotteiden valmistukseen.

(13) Runsastyppisillä EY-ammoniumnitraattilannoitteilla olisi oltava tietyt ominaisuudet niiden vaarattomuuden varmistamiseksi. Valmistajien olisi varmistettava, että kaikki runsastyppiset ammoniumnitraattilannoitteet ovat läpäisseet räjähtämättömyyskokeen ennen niiden markkinoille saattamista.

(14) On tarpeen antaa suljetussa lämpökäsittelyssä käytettäviä menetelmiä koskevat säännöt, vaikka nämä menetelmät eivät välttämättä simuloi kaikkia olosuhteita kuljetuksen ja varastoinnin aikana.

▼B

(15) Lannoitteet voivat kontaminoitua aineilla, jotka voivat aiheuttaa vaaran ihmisten ja eläinten terveydelle ja ympäristölle. Myrkyllisyyttä, ekomyrkyllisyyttä ja ympäristöä käsittelevän tiedekomitean lausunnon johdosta komissio aikoo käsitellä kysymystä kivennäislannoitteiden sisältämästä kadmiumista, jota ei ole tarkoituksella sisällytetty lannoitteeseen, ja laatii tarvittaessa asetusehdotuksen, jonka se aikoo antaa Euroopan parlamentille ja neuvostolle. Vastaava arviointi tehdään tarvittaessa myös muista kontaminoivista aineista.

(16) On säädettävä menettelystä, jota jokaisen valmistajan tai valmistajan edustajan, joka haluaa sisällyttää uuden lannoitetyypin liitteeseen I voidakseen käyttää lannoitteessa merkintää ”EY-lannoite”, on noudatettava.

(17) Tämän asetuksen täytäntöönpanemiseksi tarvittavista toimenpiteistä olisi päätettävä menettelystä komissiolle siirrettyä täytäntöönpanovaltaa käytettäessä 28 päivänä kesäkuuta 1999 annetun neuvoston päätöksen 1999/468/EY ([1]) mukaisesti.

(18) Jäsenvaltioiden olisi säädettävä tämän asetuksen säännösten rikkomiseen sovellettavista seuraamuksista. Ne voivat säätää, että valmistajalle, joka ei noudata 27 artiklan säännöksiä, voidaan määrätä sakko, joka on kymmenen kertaa markkinoille saatetun sääntöjen vastaisen lannoite-erän markkina-arvo.

(19) Direktiivit 76/116/ETY, 77/535/ETY, 80/876/ETY ja 87/94/ETY olisi kumottava,

OVAT ANTANEET TÄMÄN ASETUKSEN:

I OSASTO

YLEISET SÄÄNNÖKSET

I LUKU

Soveltamisala ja määritelmät

1 artikla

Soveltamisala

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

2 artikla

Määritelmät

Tässä asetuksessa tarkoitetaan:

a) ”lannoitteella” ainetta, jonka vaikutus perustuu pääasiassa kasvinravinteisiin;

b) ”pääravinteella” vain alkuaineita typpi, fosfori ja kalium;

c) ”sivuravinteella” alkuaineita kalsium, magnesium, natrium ja rikki;

d) ”hivenravinteilla” alkuaineita boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki, jotka ovat kasvien kasvulle välttämättömiä määrinä, jotka ovat pieniä verrattuna pää- ja sivuravinteiden määriin;

([1]) EYVL L 184, 17.7.1999, s. 23.

▼B

e) ”epäorgaanisella lannoitteella” lannoitetta, jonka ilmoitettavat ravinteet ovat uuttamalla tai fysikaalisten ja/tai kemiallisten teollisuusprosessien avulla saatujen kivennäisaineiden muodossa. Kalsiumsyanamidi, urea ja sen kondensaatiotuotteet sekä tuotteet, joihin urea on liittynyt, sekä kelatoituja tai kompleksoituja hivenravinteita sisältävät lannoitteet voidaan yleisen käytännön mukaan luokitella epäorgaanisiksi lannoitteiksi;

f) ”kelatoidulla hivenravinteella” hivenravinnetta, joka on sitoutuneena johonkin liitteessä I olevan E jakson 3 kohdan 1 alakohdassa lueteltuun orgaaniseen molekyyliin;

g) ”kompleksoidulla hivenravinteella” hivenravinnetta, joka on sitoutuneena johonkin liitteessä I olevan E jakson 3 kohdan 2 alakohdassa lueteltuun molekyyliin,

h) ”lannoitetyypillä” lannoitteita, joilla on liitteen I mukainen yhteinen tyyppinimi;

i) ”yksiravinteisella lannoitteella” typpi-, fosfori- tai kaliumlannoitetta, jonka tuoteselosteessa ilmoitetaan vain yksi pääravinne;

j) ”moniravinteisella lannoitteella” lannoitetta, jonka tuoteselosteessa ilmoitetaan vähintään kaksi pääravinnetta ja joka saadaan kemiallisin menetelmin, sekoittamalla tai näitä molempia menetelmiä käyttäen;

k) ”kemiallisella lannoitteella” moniravinteista lannoitetta, joka saadaan kemiallisen reaktion avulla, liuottamalla tai kiinteässä olomuodossa rakeistamalla ja jonka tuoteselosteessa ilmoitetaan vähintään kaksi pääravinnetta. Kiinteässä olomuodossa jokainen rae sisältää kaikkia ravinteita ilmoitetussa koostumussuhteessa;

l) ”lannoiteseoksella” lannoitetta, joka saadaan ilman kemiallista reaktiota sekoittamalla kuivana useita lannoitteita;

m) ”lehtilannoitteella” lannoitetta, joka on tarkoitettu viljelykasvien lehtilannoitukseen ja viljelykasvien lehtien kautta tapahtuvaan ravinteidenottoon;

n) ”nestemäisellä lannoitteella” suspensiona tai liuoksena olevia lannoitteita;

o) ”lannoiteliuoksella” nestemäistä lannoitetta, jossa ei ole kiinteitä ainehiukkasia;

p) ”lannoitesuspensiolla” kaksifaasista lannoitetta, jossa kiinteät ainehiukkaset säilyvät suspensiossa nestefaasissa;

q) ”tuoteselostuksella” ilmoitusta erikseen määriteltyjen sallittujen poikkeamien rajoissa pysyvistä ravinteiden määristä sekä ravinteiden muodoista ja liukoisuuksista;

r) ”ilmoitetulla pitoisuudella” ravinteen (tai sen oksidin) pitoisuutta, joka yhteisön lainsäädännön mukaan ilmoitetaan EY-lannoitteen pakkausmerkinnässä tai EY-lannoitteen mukana seuraavissa asiakirjoissa;

s) ”sallitulla poikkeamalla” määritetyn ravinnepitoisuuden arvon sallittua poikkeamaa ilmoitetun ravinnepitoisuuden arvosta;

t) ”eurooppalaisilla standardeilla” CEN-standardeja (Euroopan standardointikomitean standardeja), jotka yhteisö on virallisesti tunnustanut ja joiden viitetiedot on julkaistu *Euroopan unionin virallisessa lehdessä*;

u) ”pakkauksella” säiliötä, joka voidaan sulkea tiiviisti ja jota käytetään lannoitteen säilyttämiseen, suojaamiseen, käsittelyyn ja jakeluun, ja jonka vetoisuus on enintään 1 000 kilogrammaa;

v) ”irtolannoitteella” lannoitetta, jota ei ole pakattu tässä asetuksessa säädetyllä tavalla;

▼B

w) ”markkinoille saattamisella” lannoitteen toimittamista maksua vastaan tai maksutta taikka sen varastointia toimittamista varten. Lannoitteen tuonti Euroopan yhteisön tullialueelle katsotaan markkinoille saattamiseksi;

x) ”valmistajalla” luonnollista henkilöä tai oikeushenkilöä, joka on vastuussa lannoitteen markkinoille saattamisesta. Tuottaja, maahantuoja, omaan lukuunsa toimiva pakkaaja tai kuka tahansa henkilö, joka muuttaa lannoitteen ominaisuuksia, katsotaan valmistajaksi. Jakelijaa, joka ei muuta lannoitteen ominaisuuksia, ei kuitenkaan katsota valmistajaksi.

II LUKU

Markkinoille saattaminen

3 artikla

EY-lannoite

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

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

4 artikla

Yhteisöön sijoittautuminen

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

5 artikla

Vapaa liikkuvuus

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

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

6 artikla

Pakolliset tiedot

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

a) typpi pelkästään alkuaineena (N), ja

b) joko fosfori ja kalium pelkästään alkuaineina (P, K), tai

c) fosfori ja kalium pelkästään oksideina (P_2O_5, K_2O), tai

d) fosfori ja kalium samanaikaisesti sekä alkuaineina että oksideina.

▼B

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

a) fosfori (P) = fosforipentoksidi (P_2O_5) × 0,436,

b) kalium (K) = kaliumoksidi (K_2O) × 0,830.

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

a) oksideina (CaO, MgO, Na_2O, SO_3), tai

b) alkuaineina (Ca, Mg, Na, S), tai

c) molemmilla mainituilla tavoilla.

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

a) kalsium (Ca) = kalsiumoksidi (CaO) × 0,715,

b) magnesium (Mg) = magnesiumoksidi (MgO) × 0,603,

c) natrium (Na) = natriumoksidi (Na_2O) × 0,742,

d) rikki (S) = rikkitrioksidi (SO_3) × 0,400.

Lasketun oksidi- tai alkuainepitoisuuden ilmoittava luku pyöristetään lähimpään desimaaliin.

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

4. Kun liitteessä I olevassa A, B, C ja D jaksossa lueteltuihin lannoitetyyppeihin kuuluvat EY-lannoitteet sisältävät yhtä tai useampaa hivenravinteista boori, kobolttti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni tai sinkki, on niiden pitoisuudet ilmoitettava, jos seuraavat edellytykset täyttyvät:

a) lannoitteeseen on lisätty hivenravinteita vähintään liitteessä I olevan E jakson 2 kohdan 2 ja 3 alakohdassa määritellyt vähimmäismäärät,

b) EY-lannoite on edelleen liitteessä I olevassa A, B, C ja D jaksossa asetettujen vaatimusten mukainen.

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

6. Lannoitteen hivenravinnepitoisuus on ilmoitettava seuraavasti:

a) liitteessä I olevan E jakson 1 kohdassa lueteltuihin lannoitetyyppeihin kuuluvien lannoitteiden osalta kyseisen jakson 1 kohdan 6 sarakkeen vaatimusten mukaisesti;

b) edellä a alakohdassa tarkoitettujen lannoitteiden sellaisten seosten osalta, jotka sisältävät vähintään kahta hivenravinnetta ja jotka täyttävät liitteessä I olevan E jakson 2 kohdan 1 alakohdassa asetetut vaatimukset, ja liitteessä I olevassa A, B, C ja D kohdassa lueteltuihin lannoitetyyppeihin kuuluvien lannoitteiden osalta ilmoitetaan:

   i) kokonaispitoisuus prosentteina lannoitteen massasta, ja

   ii) vesiliukoisen ainesosan pitoisuus prosentteina lannoitteen massasta, jos vesiliukoisen ainesosan pitoisuus on vähintään puolet kokonaispitoisuudesta.

▼B

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

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

7 artikla

Tunnistemerkinnät

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

2. Jos lannoitteet toimitetaan pakkauksissa, nämä tunnistemerkinnät on tehtävä pakkauksiin tai pakkauksiin kiinnitettyihin etiketteihin. Irtolannoitteiden osalta merkintöjen on oltava tavaran mukana seuraavissa asiakirjoissa.

8 artikla

Jäljitettävyys

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

9 artikla

Merkinnät

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

a) Pakolliset tunnistemerkinnät:

— ilmaisu ”EY-LANNOITE” suuraakkosin;

— jos sellainen on olemassa, lannoitetyypin nimi liitteen I mukaisesti;

— lannoiteseosten osalta tyyppinimen jälkeen merkintä ”mekaaninen seos”;

— jäljempänä 19, 21 tai 23 artiklassa tarkoitetut lisämerkinnät;

— ravinteet on ilmaistava sekä sanoin että kemiallisin merkein, esimerkiksi: typpi (N), fosfori (P), fosforipentoksidi (P_2O_5), kalium (K), kaliumoksidi (K_2O), kalsium (Ca), kalsiumoksidi (CaO), magnesium (Mg), magnesiumoksidi (MgO), natrium (Na), natriumoksidi (Na_2O), rikki (S), rikkitrioksidi (SO_3), boori (B), kupari (Cu), koboltti (Co), rauta (Fe), mangaani (Mn), molybdeeni (Mo) ja sinkki (Zn);

— jos lannoite sisältää hivenravinteita, joista osa tai kaikki ovat kemiallisesti sitoutuneena orgaaniseen molekyyliin, hivenravinteen nimen jälkeen on lisättävä jokin seuraavista määritteistä:

▼B

i) "…-kelaatti" (kelatoivan aineen nimi tai sen lyhennys liitteessä I olevan E jakson 3 kohdan 1 alakohdan mukaisesti);

ii) "…-kompleksi" (kompleksoivan aineen nimi liitteessä I olevan E jakson 3 kohdan 2 alakohdan mukaisesti);

— lannoitteen sisältämät hivenravinteet on lueteltava niiden kemiallisten merkkien mukaisessa aakkosjärjestyksessä: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn;

— liitteessä I olevan E jakson 1 ja 2 kohdassa olevien tuotteiden yksityiskohtaiset käyttöohjeet;

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

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

— valmistajan nimi tai toiminimi ja osoite.

b) Valinnaiset tunnistemerkinnät:

— kuten liitteessä I;

— varastointi- ja käsittelyohjeet ja niiden lannoitteiden osalta, joita ei ole lueteltu liitteessä I olevan E jakson 1 ja 2 kohdassa, lannoitteen tarkat käyttöohjeet;

— tiedot lannoitteen käyttömääristä ja -edellytyksistä niissä maaperä- ja viljelyolosuhteissa, joissa lannoitetta on tarkoitus käyttää;

— valmistajan oma tunnus ja tuotteen kauppanimi.

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

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

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

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

10 artikla

Pakkausmerkinnät

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

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

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

▼B

11 artikla

Kielet

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

12 artikla

Pakkaus

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

13 artikla

Sallitut poikkeamat

1. EY-lannoitteiden ravinnepitoisuuksien on noudatettava liitteessä II vahvistettuja sallittuja poikkeamia. Sallittujen poikkeamien tarkoituksena on ottaa huomioon valmistus-, näytteenotto- ja analyysimenetelmissä ilmenevät vaihtelut.

2. Valmistaja ei saa järjestelmällisesti käyttää hyväkseen liitteessä II määriteltyjä sallittuja poikkeamia.

3. Liitteessä I määriteltyihin vähimmäis- ja enimmäispitoisuuksiin ei sallita poikkeamia.

14 artikla

Lannoitteita koskevat vaatimukset

Lannoitetyyppi voidaan sisällyttää liitteeseen I ainoastaan,

a) jos ravinteet liukenevat siitä tehokkaasti,

b) jos sitä varten on käytettävissä asianmukaiset näytteenotto- ja analyysi- sekä vaadittaessa testimenetelmät,

c) jos se ei tavanomaisissa käyttöoloissa vaikuta haitallisesti ihmisten, eläinten tai kasvien terveyteen taikka ympäristöön.

15 artikla

Suojalauseke

1. Jos jäsenvaltiolla on perusteltua aihetta epäillä, että tietty EY-lannoite on vaaraksi ihmisten, eläinten tai kasvien turvallisuudelle tai terveydelle taikka ympäristölle, vaikka kyseinen lannoite täyttää tämän asetuksen vaatimukset, jäsenvaltio voi väliaikaisesti kieltää tämän lannoitteen markkinoille saattamisen alueellaan tai asettaa sitä varten erityisehtoja. Sen on välittömästi ilmoitettava tästä muille jäsenvaltioille ja komissiolle sekä ilmoitettava samalla päätöksensä perusteet.

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

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

▼B

II OSASTO

ERI LANNOITETYYPPEJÄ KOSKEVAT SÄÄNNÖKSET

I LUKU

Epäorgaaniset pääravinnelannoitteet

16 artikla

Soveltamisala

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

17 artikla

Pääravinteita sisältävien lannoitteiden sivuravinteita koskeva tuoteseloste

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

a) 2 prosenttia kalsiumoksidia (CaO), eli 1,4 prosenttia Ca,

b) 2 prosenttia magnesiumoksidia (MgO), eli 1,2 prosenttia Mg,

c) 3 prosenttia natriumoksidia (Na_2O), eli 2,2 prosenttia Na,

d) 5 prosenttia rikkitrioksidia (SO_3), eli 2 prosenttia S.

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

18 artikla

Kalsium, magnesium, natrium ja rikki

1. Liitteessä I olevassa A, B ja C jaksossa lueteltujen lannoitteiden magnesium-, natrium- ja rikkipitoisuudet on ilmoitettava jollakin seuraavista tavoista:

a) kokonaispitoisuus, joka ilmoitetaan prosentteina lannoitteen massasta;

b) jos liukoisen ainesosan pitoisuus on vähintään neljäsosa kokonaispitoisuudesta, ilmoitetaan alkuaineen kokonaispitoisuus ja vesiliukoisen ainesosan pitoisuus prosentteina lannoitteen massasta;

c) jos alkuaine on täysin vesiliukoinen, ilmoitetaan ainoastaan vesiliukoisen ainesosan pitoisuus prosentteina lannoitteen massasta.

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

▼B

19 artikla

Tunnistemerkinnät

1. Edellä 9 artiklan 1 kohdan a alakohdassa tarkoitettujen pakollisten tunnistemerkintöjen lisäksi on tehtävä tämän artiklan 2, 3, 4, 5 ja 6 kohdan mukaiset merkinnät.

2. Moniravinteisten lannoitteiden osalta on tyyppinimen jälkeen lisättävä:

i) ilmoitettavien sivuravinteiden kemialliset merkit sulkeissa pääravinteiden kemiallisten merkkien jälkeen;

ii) luvut, jotka osoittavat pääravinnepitoisuudet. Ilmoitettavat sivuravinnepitoisuudet on esitettävä sulkeissa pääravinnepitoisuuksien jälkeen.

3. Tyyppinimen jälkeen saadaan ilmoittaa ainoastaan sellaisia lukuja, jotka osoittavat pää- ja sivuravinnepitoisuuksia.

4. Hivenravinnepitoisuuksia ilmoitettaessa on merkittävä sanat ”sisältää hivenravinteita” tai sana ”sisältää”, jonka jälkeen on merkittävä lannoitteen sisältämän yhden tai useamman hivenravinteen nimi ja niiden kemialliset merkit.

5. Pää- ja sivuravinteiden ilmoitettu pitoisuus on ilmoitettava kokonaislukuina tai tarvittaessa, jos käytettävissä on asianmukainen analyysimenetelmä, yhden desimaalin tarkkuudella prosenttiosuutena lannoitteen massasta.

Lannoitteiden, jotka sisältävät useampaa kuin yhtä ilmoitettavaa ravinnetta, pääravinteet on ilmoitettava seuraavassa järjestyksessä: N, P_2O_5 ja/tai P, K_2O ja/tai K, ja sivuravinteet seuraavassa järjestyksessä: CaO ja/tai Ca, MgO ja/tai Mg, Na_2O ja/tai Na, SO_3 ja/tai S.

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

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

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

II LUKU

Epäorgaaniset sivuravinnelannoitteet

20 artikla

Soveltamisala

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

21 artikla

Tunnistemerkinnät

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

▼B

2. Hivenravinteita ilmoitettaessa on merkittävä sanat ”sisältää hivenravinteita” tai sana ”sisältää”, jonka jälkeen on merkittävä lannoitteen sisältämän yhden tai useamman hivenravinteen nimi ja niiden kemialliset merkit.

3. Sivuravinteiden pitoisuus on ilmoitettava kokonaislukuina tai tarvittaessa, jos käytettävissä on asianmukainen analyysimenetelmä, yhden desimaalin tarkkuudella prosenttiosuutena lannoitteen massasta.

Useampaa kuin yhtä sivuravinnetta sisältävissä lannoitteissa järjestys on seuraava:

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

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

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

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

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

III LUKU

Epäorgaaniset hivenravinnelannoitteet

22 artikla

Soveltamisala

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

23 artikla

Tunnistemerkinnät

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

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

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

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

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

▼B

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

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

24 artikla

Pakkaus

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

IV LUKU

Runsastyppiset ammoniumnitraattilannoitteet

25 artikla

Soveltamisala

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

Tämäntyyppinen lannoite voi sisältää epäorgaanisia tai inerttejä aineita.

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

26 artikla

Turvatoimet ja -tarkastukset

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

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

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

27 artikla

Räjähtämättömyyskoe

Valmistajan on varmistettava, että kaikki markkinoille saatetut runsastyppiset EY-ammoniumnitraattilannoitetyypit ovat läpäisseet tämän asetuksen liitteessä III olevissa jaksoissa 2, 3 (menetelmä 1, 3 kohta) ja 4 kuvatun räjähtämättömyyskokeen, sanotun kuitenkaan rajoittamatta 26 artiklassa tarkoitettujen toimenpiteiden soveltamista. Koe on tehtävä jossakin 30 artiklan 1 kohdassa tai 33 artiklan 1 kohdassa tarkoitetussa hyväksytyssä laboratoriossa. Valmistajien on toimitettava kokeen tulok-

▼B

set asianomaisen jäsenvaltion toimivaltaisille viranomaisille vähintään viisi päivää ennen lannoitteen markkinoille saattamista tai tuonnin osalta vähintään viisi päivää ennen lannoitteen saapumista Euroopan yhteisön rajoille. Sen jälkeen valmistajan on edelleen taattava, että kaikki markkinoille saatetut lannoite-erät voivat läpäistä edellä mainitun kokeen.

28 artikla

Pakkaus

Runsastyppisiä ammoniumnitraattilannoitteita saadaan toimittaa lopulliselle käyttäjälle ainoastaan asianmukaisesti pakattuina.

III OSASTO

LANNOITTEIDEN VAATIMUSTENMUKAISUUDEN ARVIOINTI

29 artikla

Valvontatoimet

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

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

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

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

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

30 artikla

Laboratoriot

1. Jäsenvaltioiden on toimitettava komissiolle luettelo niistä alueellaan sijaitsevista hyväksytyistä laboratorioista, joilla on pätevyys tarjota tarvittavat palvelut sen tarkastamiseksi, että EY-lannoitteet ovat tämän asetuksen vaatimusten mukaisia. Näiden laboratorioiden on oltava liitteessä V olevassa B jaksossa tarkoitettujen standardien mukaisia. Ky-

▼B

seinen luettelo on toimitettava 11 päivään kesäkuuta 2004 mennessä sekä aina, kun sitä myöhemmin muutetaan.

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

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

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

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

IV OSASTO

LOPPUSÄÄNNÖKSET

I LUKU

Liitteiden mukauttaminen

31 artikla

Uudet EY-lannoitteet

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

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

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

32 artikla

Komiteamenettely

1. Komissiota avustaa komitea.

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

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

3. Komitea vahvistaa työjärjestyksensä.

▼B

II LUKU

Siirtymäsäännökset

33 artikla

Toimivaltaiset laboratoriot

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

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

34 artikla

Pakkaukset ja merkinnät

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

III LUKU

Loppusäännökset

35 artikla

Kumotut direktiivit

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

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

36 artikla

Seuraamukset

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

37 artikla

Kansalliset säännökset

Jäsenvaltioiden on ilmoitettava komissiolle 11 päivään kesäkuuta 2005 mennessä tämän asetuksen 6 artiklan 1 ja 2 kohdan, 29 artiklan 1

▼B

kohdan ja 36 artiklan nojalla hyväksymänsä kansalliset säännökset ja viipymättä kaikki niiden muutokset.

38 artikla

Voimaantulo

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

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

▼B

SISÄLLYS

LIITE I – **EY-lannoitetyyppien luettelo**

A Epäorgaaniset yksiravinteiset pääravinnelannoitteet

A.1 Typpilannoitteet

A.2 Fosfaattilannoitteet

A.3 Kaliumlannoitteet

B Epäorgaaniset moniravinteiset pääravinnelannoitteet

B.1 NPK-lannoitteet

B.2 NP-lannoitteet

B.3 NK-lannoitteet

B.4 PK-lannoitteet

C Epäorgaaniset nestemäiset lannoitteet

C.1 Yksiravinteiset nestemäiset lannoitteet

C.2 Moniravinteiset nestemäiset lannoitteet

D Epäorgaaniset sivuravinnelannoitteet

E Epäorgaaniset hivenravinnelannoitteet

E.1 Yhtä hivenravinnetta sisältävät lannoitteet

E.1.1 Boori

E.1.2 Koboltti

E.1.3 Kupari

E.1.4 Rauta

E.1.5 Mangaani

E.1.6 Molybdeeni

E.1.7 Sinkki

E.2 Hivenravinteiden vähimmäispitoisuus lannoitteessa painoprosenttina

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

LIITE II – **Sallitut poikkeamat**

1. Epäorgaaniset yksiravinteiset pääravinnelannoitteet N:nä, P_2O_5:na, K_2O:na, MgO:na, Cl:na ilmoitettu absoluuttinen arvo massaprosentteina

2. Epäorgaaniset moniravinteiset pääravinnelannoitteet

3. Lannoitteiden sisältämät sivuravinteet

4. Lannoitteiden sisältämät hivenravinteet

LIITE III – **Runsastyppisiä ammoniumnitraattilannoitteita koskevat tekniset määräykset**

1. Yksiravinteisten runsastyppisten ammoniumnitraattilannoitteiden ominaisuudet ja raja-arvot

2. Runsastyppisten ammoniumnitraattilannoitteiden räjähtävyyden määrittämiseksi tehtävän kokeen kuvaus

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

4. Räjähtävyyden määrittäminen

LIITE IV – **Näytteenotto- ja analyysimenetelmät**

A Lannoitteiden valvonnassa käytettävä näytteenottomenetelmä

▼B

1. Tarkoitus ja soveltamisala
2. Näytteenottajat
3. Määritelmät
4. Välineistö
5. Määrää koskevat vaatimukset
6. Ohjeet näytteen ottoa, esikäsittelyä ja pakkaamista varten
7. Lopullisen näytteen pakkaaminen
8. Näytteenottopöytäkirja
9. Näytteiden lähettäminen

B Lannoitteiden analyysimenetelmät

Yleistä

Lannoitteiden analyysimenetelmiä koskevat yleiset määräykset

Menetelmä 1	– Näytteen esikäsittely analysointia varten
Menetelmät 2	– Typpi
Menetelmä 2.1	– Ammoniumtypen määritys
Menetelmät 2.2	– Nitraatti- ja ammoniumtypen määritys
Menetelmä 2.2.1	– Nitraatti- ja ammoniumtypen määritys Ulschin menetelmällä
Menetelmä 2.2.2	– Nitraatti- ja ammoniumtypen määritys Arndin menetelmällä
Menetelmä 2.2.3	– Nitraatti- ja ammoniumtypen määritys Devardan menetelmällä
Menetelmät 2.3	– Kokonaistyppipitoisuuden määritys
Menetelmä 2.3.1	– Nitraatittoman kalsiumsyanamidin typpipitoisuuden määritys
Menetelmä 2.3.2	– Kokonaistyppipitoisuuden määritys nitraatteja sisältävässä kalsiumsyanamidissa
Menetelmä 2.3.3	– Urean sisältämän typen kokonaismäärän määrittäminen
Menetelmä 2.4	– Syanamiditypen määrittäminen
Menetelmä 2.5	– Urean biureetin spektrometrinen määritys
Menetelmät 2.6	– Eri typpimuotojen määritys samasta näytteestä
Menetelmä 2.6.1	–Eri typpimuotojen sisältämän typen määritys samasta lannoitenäytteestä, joka sisältää typpeä nitraatti-, ammonium-, urea- ja syanamidityppenä
Menetelmä 2.6.2	–Eri typpimuotojen määrittäminen lannoitteista, jotka sisältävät typpeä ainoastaan nitraatti-, ammonium- ja ureatypen muodossa
Menetelmät 3	–Fosfori
Menetelmät 3.1	–Uuttaminen
Menetelmä 3.1.1	–Mineraalihappoihin liukenevan fosforin uuttaminen
Menetelmä 3.1.2	–Prosenttiseen muurahaishappoon (20 g/l) liukenevan fosforin uuttaminen
Menetelmä 3.1.3	–Prosenttiseen sitruunahappoon (20 g/l) liukenevan fosforin uuttaminen
Menetelmä 3.1.4	–Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin uuttaminen
Menetelmät 3.1.5	–Emäksisellä ammoniumsitraatilla uuttaminen
Menetelmä 3.1.5.1	–Liukoisen fosforin uuttaminen Petermannin mukaisesti 65 °C:ssa

▼B

Menetelmä 3.1.5.2	–Liukoisen fosforin uuttaminen Petermannin menetelmällä huoneenlämpötilassa
Menetelmä 3.1.5.3	–Joulien emäksiseen ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin uuttaminen
Menetelmä 3.1.6	–Vesiliukoisen fosforin uuttaminen
Menetelmä 3.2	–Uutetun fosforin määrittäminen (gravimetrinen menetelmä, jossa käytetään kinoliinifosfomolybdaattia)
Menetelmä 4	–Kalium
Menetelmä 4.1	–Vesiliukoisen kaliumin pitoisuuden määrittäminen
Menetelmä 6	–Kloori
Menetelmä 6.1	–Kloridien määrittäminen orgaanisen aineksen puuttuessa
Menetelmä 5	–…
Menetelmät 7	–Jauhatuksen hienous
Menetelmä 7.1	–Jauhatuksen hienouden määrittäminen (kuivamenetelmä)
Menetelmä 7.2	–Pehmeiden luonnonfosfaattien jauhatushienouden määrittäminen
Menetelmät 8	–Sivuravinteet
Menetelmä 8.1	–Kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja sulfaattimuodossa olevan rikin kokonaismäärän uuttaminen
Menetelmä 8.2	–Eri muodoissa olevan rikin kokonaismäärän uuttaminen
Menetelmä 8.3	–Vesiliukoisen kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja (sulfaattimuotoisen) rikin uuttaminen
Menetelmä 8.4	–Eri muodoissa olevan vesiliukoisen rikin uuttaminen
Menetelmä 8.5	–Alkuainerikin uuttaminen ja määritys
Menetelmä 8.6	–Uutetun kalsiumin manganometrinen määritys oksalaattina saostamisen jälkeen
Menetelmä 8.7	–Magnesiumin atomiabsorptiospektrometrinen määritys
Menetelmä 8.8	–Magnesiumin kompleksometrinen titraus
Menetelmä 8.9	–Sulfaattien määrittäminen
Menetelmä 8.10	–Uutetun natriumin määrittäminen
Menetelmät 9	–Hivenravinteet, joiden pitoisuus on enintään 10 prosenttia
Menetelmä 9.1	–Hivenravinteiden kokonaismäärän uuttaminen
Menetelmä 9.2	–Vesiliukoisten hivenravinteiden uuttaminen
Menetelmä 9.3	–Orgaanisten aineiden poistaminen lannoiteuutteista
Menetelmä 9.4	–Lannoiteuutteiden hivenravinteiden määritys atomiabsorptiospektrometrisesti (yleinen menettely)
Menetelmä 9.5	–Boorin määritys lannoiteuutteista spektrometrinen menetelmä atsometiini-h:lla
Menetelmä 9.6	–Koboltin määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti
Metelmä 9.7	–Kuparin määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti

▼B

Menetelmä 9.8	–Raudan määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti
Menetelmä 9.9	–Mangaanin määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti
Menetelmä 9.10	–Molybdeenin määritys lannoiteuutteista ammoniumtiosyanaattikompleksin spektrometrisellä määrityksellä
Menetelmä 9.11	–Sinkin määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti
Menetelmät 10	–Hivenravinteet joiden pitoisuus on suurempi kuin 10 prosenttia
Menetelmä 10.1	–Hivenravinteiden kokonaismäärän uuttaminen
Menetelmä 10.2	–Vesiliukoisten hivenravinteiden uuttaminen
Menetelmä 10.3	–Orgaanisten yhdisteiden poistaminen lannoiteuutteista
Menetelmä 10.4	–Lannoiteuutteiden hivenravinteiden määritys atomiabsorptiospektrometrisesti (yleinen menettely)
Menetelmä 10.5	–Boorin määritys lannoiteuutteesta asidometrisellä titrauksella
Menetelmä 10.6	–Koboltin määritys lannoiteuutteista gravimetrisellä menetelmällä 1-nitroso-2-naftolilla
Menetelmä 10.7	–Kuparin määritys lannoiteuutteesta titrimetrisellä menetelmällä
Menetelmä 10.8	–Raudan määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti
Menetelmä 10.9	–Mangaanin määritys lannoiteuutteesta titraamalla
Menetelmä 10.10	–Molybdeenin määritys lannoiteuutteista gravimetrisellä menetelmällä 8-hydroksikinoliinillä
Menetelmä 10.11	–Sinkin määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti

LIITE V

A	Luettelo asiakirjoista, joihin valmistajien tai niiden edustajien on tutustuttava laatiakseen tekniset asiakirjat uuden lannoitetyypin lisäämiseksi tämän asetuksen liitteeseen I
B	Akkreditointistandardit niitä laboratorioita varten, joilla on pätevyys ja valtuudet tarjota palvelut sen tarkastamiseksi, että EY-lannoitteet ovat tämän asetuksen ja sen liitteiden vaatimusten mukaisia

LIITE I

EY-LANNOITETYYPPIEN LUETTELO

A. **Epäorgaaniset yksiravinteiset pääravinnelannoitteet**

A.1 *Typpilannoitteet*

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
1 (a)	Kalsiumnitraatti	Kemiallinen valmiste, jonka keskeisenä aineosana on kalsiumnitraatti ja joka sisältää mahdollisesti myös ammoniumnitraattia	15 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä tai nitraatti- ja ammoniumtyppenä Ammoniumtypen enimmäispitoisuus: 1,5 %		Kokonaistyppi *Haluttaessa ilmoitettavat lisäaineet:* Nitraattityppi Ammoniumtyppi
1 (b)	Kalsiummagnesiumnitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa kalsiumnitraattia ja magnesiumnitraattia	13 % N Typpi ilmoitetaan nitraattityppenä. Vesiliukoisen magnesiumin pitoisuus ilmoitetaan magnesiumoksidina; vähimmäispitoisuus: 5 % MgO		Nitraattityppi Vesiliukoinen magnesiumoksidi
1 (c)	Magnesiumnitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa heksahydratoitua magnesiumnitraattia	10 % N Typpi ilmoitetaan nitraattityppenä 14 % MgO Magnesium ilmoitetaan vesiliukoisena magnesiumoksidina	Kun valmistetta pidetään kaupan kidemuodossa, tyyppinimeen voidaan lisätä maininta ”kiteinen”	Nitraattityppi Vesiliukoinen magnesiumoksidi

▼B

1	2	3	4	5	6
2 (a)	Natriumnitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa natriumnitraattia	15 % N Typpi ilmoitetaan nitraattityppenä		Nitraattityppi
2 (b)	Chilensalpietari	Caliche'sta (luonnon Chilensalpietari) valmistettu tuote, joka sisältää pääasiassa natriumnitraattia	15 % N Typpi ilmoitetaan nitraattityppenä		Nitraattityppi
3 (a)	Kalsiumsyanamidi	Kemiallinen valmiste, jonka keskeisenä aineosana on kalsiumsyanamidi ja joka sisältää myös kalsiumoksidia ja mahdollisesti pieniä määriä ammoniumsuoloja ja ureaa	18 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä; vähintään 75 % ilmoitetusta typestä on sitoutuneena syanamidimuotoon		Kokonaistyppi
3 (b)	Typpipitoinen kalsiumsyanamidi	Kemiallinen valmiste, jonka keskeisenä aineosana on kalsiumsyanamidi ja joka sisältää myös kalsiumoksidia ja mahdollisesti pieniä määriä ammoniumsuoloja ja ureaa sekä lisättyä nitraattia	18 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä. Vähintään 75 % ilmoitetusta ei-nitraattitypestä on sitoutuneena syanamidimuotoon. Nitraattityppipitoisuus: — vähimmäispit. 1 % N — enimmäispit. 3 % N		Kokonaistyppi Nitraattityppi

▼B

1	2	3	4	5	6
4	Ammoniumsulfaatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa ammoniumsulfaattia	20 % N Typpi ilmoitetaan ammoniumtyppenä		Ammoniumtyppi
5	Ammoniumnitraatti tai kalsiummammoniumnitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa ammoniumnitraattia ja joka voi sisältää täyteaineita, esim. jauhettua kalkkikiveä, kalsiumsulfaattia, jauhettua dolomiittia, magnesiumsulfaattia tai kiseriittiä	20 % N Typpi ilmoitetaan nitraatti- ja ammoniumtyppenä. Kumpikin näistä kattaa noin puolet mukana olevasta typestä. Katso tarvittaessa tämän asetuksen liitteessä III oleva 1 ja 2 jakso.	Kalsiumammoniumnitraattimerkintä varataan lannoitteille, jotka sisältävät vain kalsiumkarbonaattia (esim. kalkkikiveä) ja/tai magnesiumkarbonaattia ja kalsiumkarbonaattia (esim. dolomiittia) ammoniumnitraatin lisäksi. Karbonaattien vähimmäispitoisuuden on oltava 20 % ja puhtausasteen vähintään 90 %.	Kokonaistyppi Nitraattityppi Ammoniumtyppi
6	Ammoniumsulfaattinitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa ammoniumnitraattia ja ammoniumsulfaattia	25 % N Typpi ilmoitetaan ammonium- ja nitraattityppenä. Nitraattitypen vähimmäispitoisuus: 5 %		Kokonaistyppi Ammoniumtyppi Nitraattityppi
7	Magnesiumsulfonitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa ammoniumnitraattia, ammoniumsulfaattia ja magnesiumsulfaattia	19 % N Typpi ilmoitetaan ammonium- ja nitraattityppenä. Nitraattitypen vähimmäispitoisuus: 6 % N 5 % MgO Vesiliukoinen magnesium ilmoitetaan magnesiumoksidina		Kokonaistyppi Ammoniumtyppi Nitraattityppi Vesiliukoinen magnesiumoksidi

▼B

1	2	3	4	5	6
8	Magnesiumammoniumnitraatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa ammoniumnitraatteja ja eräitä magnesiumsuoloja, kuten dolomiittimagnesiumkarbonaattia ja/tai magnesiumsulfaattia	19 % N Typpi ilmoitetaan ammonium- ja nitraattityppenä. Nitraattitypen vähimmäispitoisuus: 6 % N 5 % MgO Magnesium ilmoitetaan magnesiumoksidin kokonaispitoisuutena		Kokonaistyppi Ammoniumtyppi Nitraattityppi Magnesiumoksidin kokonaispitoisuus ja mahdollisesti vesiliukoinen magnesiumoksidi
9	Urea	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa karbonyylidiamidia (karbamidia)	44 % N Kokonaisureatyppi (biureetti mukaan luettuna) Biureetin enimmäispitoisuus: 1,2 %		Kokonaistyppi, joka ilmoitetaan ureatyppenä
10	Krotonylideenidiurea	Tuote, joka saadaan urean ja krotonaldehydin reagoidessa Monomeeriyhdiste	28 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä Vähintään 25 % N krotonylideenidiureasta Ureatypen enimmäispitoisuus: 3 %		Kokonaistyppi Ureatyppi, jos sen pitoisuus on vähintään 1 paino- % Krotonylideenidiurean typpi
11	Isobutylideenidiurea	Tuote, joka saadaan urean ja isobutyylialdehydin reagoidessa Monomeeriyhdiste	28 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä Vähintään 25 % N isobutylideenidiureasta Ureatypen enimmäispitoisuus: 3 %		Kokonaistyppi Ureatyppi, jos sen pitoisuus on vähintään 1 paino- % Isobutylideenidiurean typpi
12	Ureaformaldehydi	Tuote, joka saadaan urean ja formaldehydin reagoidessa ja joka sisältää pääasiassa ureaformaldehydi-molekyylejä Polymeeriyhdiste	Kokonaistyppi 36 % Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä Vähintään 3/5:n ilmoitetusta kokonaistypestä on oltava kuumaan veteen liukoista Vähintään 31 % N ureaformaldehydistä peräisin Ureatypen enimmäispitoisuus: 5 %		Kokonaistyppi Ureatyppi, jos sen pitoisuus on vähintään 1 paino- % Kylmään veteen liukoinen ureaformaldehydin typpi Ainoastaan kuumaan veteen liukoinen ureaformaldehydin typpi

▼B

1	2	3	4	5	6
13	Typpilannoite, joka sisältää krotonylideenidiureaa	Kemiallinen valmiste, joka sisältää krotonylideenidiureaa ja yksiravinteista typpilannoitetta [luettelo A.1, lukuun ottamatta tuotteita 3 a, 3 b ja 5]	18 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä Vähintään 3 % typpeä ammonium- ja/tai nitraatti- ja/tai ureamuodossa Vähintään 1/3:n ilmoitetusta kokonaistypestä on oltava peräisin krotonylideenidiureasta Biureetin enimmäispitoisuus: (N urea + N krotonylideenidiurea) × 0,026		Kokonaistyppi Kaikki muodot, joiden pitoisuus on vähintään 1 %: nitraattityppi ammoniumtyppi ureatyppi Krotonylideenidiurean typpi
14	Typpilannoite, joka sisältää isobutylideenidiureaa	Kemiallinen valmiste, joka sisältää isobutylideenidiureaa ja yksiravinteista typpilannoitetta [luettelo A.1, lukuun ottamatta tuotteita 3 a, 3 b ja 5]	18 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä Vähintään 3 % typpeä ammonium- ja/tai nitraatti- ja/tai ureamuodossa Vähintään 1/3:n ilmoitetusta kokonaistypestä on oltava peräisin isobutylideenidiureasta Biureetin enimmäispitoisuus: (N urea + N isobutylideenidiurea) × 0,026		Kokonaistyppi Kaikki muodot, joiden pitoisuus on vähintään 1 %: nitraattityppi ammoniumtyppi ureatyppi Isobutylideenidiurean typpi
15	Typpilannoite, joka sisältää ureaformaldehydiä	Kemiallinen valmiste, joka sisältää ureaformaldehydiä ja yksiravinteista typpilannoitetta [luettelo A.1, lukuun ottamatta tuotteita 3 a, 3 b ja 5]	18 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä Vähintään 3 % typpeä ammonium- ja/tai nitraatti- ja/tai ureamuodossa Vähintään 1/3:n ilmoitetusta kokonaistypestä on oltava peräisin ureaformaldehydistä Ureaformaldehydin typen on sisällettävä vähintään 3/5 kuumaan veteen liukoista typpeä Biureetin enimmäispitoisuus: (N urea + N urea-formaldehydi) × 0,026		Kokonaistyppi Kaikki muodot, joiden pitoisuus on vähintään 1 %: — nitraattityppi — ammoniumtyppi — ureatyppi Ureaformaldehydin typpi Kylmään veteen liukoinen ureaformaldehydin typpi Ainoastaan kuumaan veteen liukoinen ureaformaldehydin typpi

▼B

1	2	3	4	5	6
16	Ammoniumsulfaatti, jossa on nitrifikaation estoaine (disyaanidiamidi)	Kemiallinen valmiste, joka sisältää ammoniumsulfaattia ja disyaanidiamidia	20 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä Ammoniumtypen vähimmäispitoisuus: 18 % Disyaanidiamidin typen vähimmäispitoisuus: 1,5 %		Kokonaistyppi Ammoniumtyppi Disyaanidiamidin typpi Selittävä huomautus ([a])
17	Ammoniumsulfonitraatti, jossa on nitrifikaation estoaine (disyaanidiamidi)	Kemiallinen valmiste, joka sisältää ammoniumsulfonitraattia ja disyaanidiamidia	24 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä Nitraattitypen vähimmäispitoisuus: 3 % Disyaanidiamidin typen vähimmäispitoisuus: 1,5 %		Kokonaistyppi Nitraattityppi Ammoniumtyppi Disyaanidiamidin typpi Selittävä huomautus ([a])
18	Ureaammoniumsulfaatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää ureaa ja ammoniumsulfaattia	30 % N Typpi ilmoitetaan ammonium- ja ureatyppenä Ammoniumtypen vähimmäispitoisuus: 4 % Rikki ilmoitetaan rikkitrioksidina: rikkitrioksidin vähimmäispitoisuus 12 % Biureetin enimmäispitoisuus: 0,9 %		Kokonaistyppi Ammoniumtyppi Ureatyppi Vesiliukoinen rikkitrioksidi

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

▼B

A.2 *Fosfaattilannoitteet*

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

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
1	Emäksinen kuona: — Tuomasfosfaatit — Tuomaskuona	Raudanvalmistuksessa fosforisulatetta käsittelemällä aikaansaatu valmiste, joka sisältää pääasiassa kalsiumsilikofosfaatteja	12 % P_2O_5 Fosfori ilmoitetaan mineraalihappoihin liukoisena fosforipentoksidina, kun vähintään 75 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen sitruunahappoon; tai 10 % P_2O_5 Fosfori ilmoitetaan 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukoisena fosforipentoksidina. Hiukkaskoko: — vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan — vähintään 96 % läpäisee 0,630 mm seulan		Mineraalihappoihin liukoinen kokonaisfosforipentoksidi, josta 75 % (painoprosentteina ilmoitettuna) liukenee 2-prosenttiseen sitruunahappoon (myynti Ranskaan, Italiaan, Espanjaan, Portugaliin, Kreikkaan ►M1 , Tšekkiin, Viroon, Kyprokseen, Latviaan, Liettuaan, Unkariin, Maltaan, Puolaan, Sloveniaan, Slovakiaan, ◄ ►M3 Bulgariaan ja Romaniaan ◄). Mineraalihappoihin liukoinen kokonaisfosforipentoksidi ja 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukoinen fosforipentoksidi (myynti Yhdistyneeseen kuningaskuntaan) 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukoinen fosforipentoksidi (myynti Saksaan, Belgiaan, Tanskaan, Irlantiin, Luxemburgiin, Alankomaihin ja Itävaltaan).

▼B

1	2	3	4	5	6
2 (a)	Normaali superfosfaatti	Valmiste, joka saadaan, kun jauhettu mineraalifosfaatti reagoi rikkihapon kanssa, ja jonka keskeisenä aineosana on monokalsiumfosfaatti ja joka sisältää myös kalsiumsulfaattia	16 % P_2O_5 Fosfori ilmoitetaan neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoisena P_2O_5:na, vähintään 93 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta on vesiliukoista Analyysinäyte: 1 g		Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen fosforipentoksidi Vesiliukoinen fosforipentoksidi
2 (b)	Väkevä superfosfaatti	Valmiste, joka saadaan, kun jauhettu raakafosfaatti reagoi rikkihapon ja fosforihapon kanssa, ja jonka keskeisenä aineosana on monokalsiumfosfaatti ja joka sisältää myös kalsiumsulfaattia	25 % P_2O_5 Fosfori ilmoitetaan neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoisena P_2O_5:na, vähintään 93 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta on vesiliukoista Analyysinäyte: 1 g		Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen fosforipentoksidi Vesiliukoinen fosforipentoksidi
▼M2 2 (c)	Kaksoissuperfosfaatti	Valmiste, joka saadaan, kun jauhettu raakafosfaatti reagoi fosforihapon kanssa, ja joka sisältää pääasiassa monokalsiumfosfaattia	38 % P_2O_5 Fosfori ilmoitetaan neutraalin ammoniumsitraattiin liukoisena P_2O_5:na, vähintään 85 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta on vesiliukoista Analyysinäyte: 3 g		Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen fosforipentoksidi Vesiliukoinen fosforipentoksidi

▼M2

1	2	3	4	5	6
▼B 3	Osittain liuennut raakafosfaatti	Valmiste, joka saadaan, kun raakafosfaatti liukenee osittain rikki- tai fosforihappoon ja joka sisältää pääasiassa monokalsiumfosfaattia, trikalsiumfosfaattia ja kalsiumsulfaattia	20 % P_2O_5 Fosfori ilmoitetaan mineraalihappoihin liukoisena P_2O_5:na, vähintään 40 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta on vesiliukoista. Hiukkaskoko: — vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan — vähintään 98 % läpäisee 0,630 mm seulan		Mineraalihappoihin liukoinen kokonaisfosforipentoksidi Vesiliukoinen fosforipentoksidi
4	Dikalsiumfosfaatti	Valmiste, joka saadaan saostamalla fosforihaposta, joka on valmistettu raakafosfaateista tai luista ja joka sisältää pääasiassa dikalsiumfosfaattidihydraattia	38 % P_2O_5 Fosfori ilmoitetaan emäksiseen ammoniumsitraattiin (Petermann) liukoisena P_2O_5:na, Hiukkaskoko: — vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan — vähintään 98 % läpäisee 0,630 mm seulan		Emäksiseen ammoniumsitraattiin liukoinen fosforipentoksidi

▼B

1	2	3	4	5	6
5	Kalsinoitu fosfaatti	Valmiste, joka saadaan kuumentamalla jauhettua raakafosfaattia emäksisten yhdisteiden ja piihapon kanssa ja jonka keskeisinä aineosina ovat emäksinen kalsiumfosfaatti ja kalsiumsilikaatti	25 % P_2O_5 Fosfori ilmoitetaan emäksiseen ammoniumsitraattiin (Petermann) liukoisena P_2O_5:na, Hiukkaskoko: — vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan — vähintään 96 % läpäisee 0,630 mm seulan		Emäksiseen ammoniumsitraattiin liukoinen fosforipentoksidi
6	Alumiinikalsiumfosfaatti	Amorfisessa muodossa oleva valmiste, joka saadaan kuumentamalla ja jauhamalla ja joka sisältää pääasiassa alumiini- ja kalsiumfosfaattia	30 % P_2O_5 Fosfori ilmoitetaan mineraalihappoihin liukoisena P_2O_5:na, vähintään 75 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta liukenee emäksiseen ammoniumsitraattiin (Joulie) Hiukkaskoko: — vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan — vähintään 98 % läpäisee 0,630 mm seulan		Mineraalihappoihin liukoinen kokonaisfosforipentoksidi Emäksiseen ammoniumsitraattiin liukoinen fosforipentoksidi

▼B

1	2	3	4	5	6
7	Pehmeä, jauhettu raakafosfaatti	Valmiste, joka saadaan jauhamalla pehmeitä mineraalifosfaatteja ja joka sisältää pääasiassa trikalsiumfosfaattia ja kalsiumkarbonaattia	25 % P_2O_5 Fosfori ilmoitetaan mineraalihappoihin liukoisena P_2O_5:na, vähintään 55 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen muurahaishappoon. Hiukkaskoko: — vähintään 90 % läpäisee 0,063 mm seulan — vähintään 99 % läpäisee 0,125 mm seulan		Mineraalihappoihin liukoinen kokonaisfosfori 2-prosenttiseen muurahaishappoon liukoinen fosforipentoksidi 0,063 mm seulan läpäisevä materiaali painoprosentteina

A.3 *Kaliumlannoitteet*

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
1	Kainiitti	Luonnon kaliumsuoloista saatava valmiste	10 % K_2O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K_2O:na 5 % MgO Magnesium ilmoitetaan vesiliukoisena magnesiumoksidina	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen kaliumoksidi Vesiliukoinen magnesiumoksidi

▼B

1	2	3	4	5	6
2	Rikastettu kainiittisuola	Luonnon kaliumsuoloja ja kaliumkloridia sekoittamalla saatu valmiste	18 % K_2O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K_2O:na	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen kaliumoksidi Haluttaessa voidaan ilmoittaa vesiliukoisen magnesiumoksidin pitoisuus, kun se on yli 5 %.
3	Kalisuola	Luonnon kaliumsuoloista saatu valmiste, joka sisältää pääasiassa kaliumkloridia	37 % K_2O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K_2O:na	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen kaliumoksidi
4	Magnesiumsuoloja sisältävä kaliumkloridi	Luonnon kaliumsuoloista magnesium-suoloja lisäämällä saatu valmiste, joka sisältää pääasiassa kaliumkloridia ja magnesiumsuoloja	37 % K_2O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K_2O:na 5 % MgO Magnesium ilmoitetaan vesiliukoisena magnesiumoksidina		Vesiliukoinen kaliumoksidi Vesiliukoinen magnesiumoksidi
5	Kaliumsulfaatti	Kaliumsuoloista kemiallisesti saatu valmiste, joka sisältää pääasiassa kaliumsulfaattia	47 % K_2O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K_2O:na. Enimmäisklooripitoisuus: 3 % Cl		Vesiliukoinen kaliumoksidi Haluttaessa voidaan ilmoittaa klooripitoisuus
6	Magnesiumsuolaa sisältävä kaliumsulfaatti	Kemiallinen valmiste, joka saadaan kaliumsuoloista mahdollisesti magnesiumsuoloja lisäämällä ja joka sisältää pääasiassa kaliumsulfaattia ja magnesiumsulfaattia	22 % K_2O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K_2O:na 8 % MgO Magnesium ilmoitetaan vesiliukoisena magnesiumoksidina Enimmäisklooripitoisuus: 3 % Cl	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen kaliumoksidi Vesiliukoinen magnesiumoksidi Haluttaessa voidaan ilmoittaa klooripitoisuus
7	Kaliumsulfaattia sisältävä kiseriitti	Tuote, joka saadaan lisäämällä kaliumsulfaattia kiseriittiin	8 % MgO Magnesium ilmoitetaan vesiliukoisena MgO:na 6 % K_2O Kalium ilmoitetaan vesiliukoisena K_2O:na Kokonaispitoisuus (MgO + K_2O): 20 % Enimmäisklooripitoisuus: 3 % Cl	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen magnesiumoksidi Vesiliukoinen kaliumoksidi Haluttaessa voidaan ilmoittaa klooripitoisuus

▼B

B. **Epäorgaaniset moniravinteiset pääravinnelannoitteet**

B.1 *NPK-lannoitteet*

B.1.1	Tyyppinimi:	NPK-lannoitteet
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti tai sekoittamalla valmistettu tuote, johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %)	— Yhteensä: 20 % ($N + P_2O_5 + K_2O$); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityyppi (3) Ammoniumtyyppi (4) Ureatyyppi (5) Syanamidityyppi	(1) Vesiliukoinen P_2O_5 (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P_2O_5 (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P_2O_5 (4) Ainoastaan mineraalihappoihin liukoinen P_2O_5 (5) Emäksiseen ammoniumsitraattiin (Petermann) liukoinen P_2O_5 (6a) Mineraalihappoihin liukoinen P_2O_5, kun vähintään 75 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen sitruunahappoon (6b) 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukoinen P_2O_5 (7) Mineraalihappoihin liukoinen P_2O_5, kun vähintään 75 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta liukenee emäksiseen ammoniumsitraattiin (Joulie)	Vesiliukoinen K_2O	(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin typpimuodon 2–5 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava. (3) Jos pitoisuus on yli 28 %, ks. liitteessä III oleva 2 jakso.	1. NPK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, alumiinikalsiumfosfaattia, osittain liuennutta raakafosfaattia eikä pehmeää, jauhettua raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuus 1, 2 tai 3: — kun vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2, — kun vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3; myös vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on ilmoitettava (liukoisuus 1).	1. Vesiliukoinen kaliumoksidi 2. Merkintä *"vähäkloorinen"*, kun Cl-pitoisuus enintään 2 %. 3. Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

1	2	3	4	5	6
	(8) Mineraalihappoihin liukoinen P_2O_5, kun vähintään 55 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen muurahaishappoon.			Ainoastaan mineraalihappoihin liukoisen P_2O_5:n pitoisuus ei saa ylittää 2:ta prosenttia. Määritettäessä lannoitetyypin 1 osalta liukoisuutta 2 ja 3 näytemäärä on 1 g. 2 (a) Pehmeää, jauhettua raakafosfaattia tai osittain liuennutta raakafosfaattia sisältävästä NPK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia eikä alumiinikalsiumfosfaattia, on ilmoitettava liukoisuudet 1, 3 ja 4. Tämän lannoitetyypin tulee sisältää: — vähintään 2 % ainoastaan mineraalihappoihin liukoista P_2O_5:a (liukoisuus 4); — vähintään 5 % veteen ja neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoista P_2O_5:a (liukoisuus 3); — vähintään 2,5 % vesiliukoista P_2O_5:a (liukoisuus 1). Tämä lannoitetyyppi on kaupan pidettäessä varustettava merkinnällä ”pehmeää, jauhettua raakafosfaattia sisältävä NPK-lannoite” tai ”osittain liuennutta raakafosfaattia sisältävä NPK-lannoite”. Määritettäessä lannoitetyypin 2a osalta liukoisuutta 3 näytemäärä on 3 g.	

1	2	3	4	5	6
	Fosfaattiraaka-aineiden hiukkaskoko: Tuomaskuona: vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan Alumiinikalsiumfosfaatti: vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan Kalsinoitu fosfaatti: vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan Pehmeä, jauhettu raakafosfaatti: vähintään 90 % läpäisee 0,063 mm seulan Osittain liuennut raakafosfaatti: vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan			2 (b) Alumiinikalsiumfosfaattia sisältävästä NPK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, pehmeää, jauhettua raakafosfaattia eikä osittain liuennutta raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuudet 1 ja 7; jälkimmäinen vesiliukoisuuden vähentämisen jälkeen. Tämän lannoitetyypin tulee sisältää: — vähintään 2 % vesiliukoista P_2O_5:a (liukoisuus 1); — vähintään 5 % P_2O_5:a liukoisuuden 7 mukaan. Tämä lannoitetyyppi on kaupan pidettäessä varustettava merkinnällä ”alumiinikalsiumfosfaattia sisältävä NPK-lannoite”. 3. Mikäli NPK-lannoite sisältää vain yhtä seuraavista fosfaattilannoitteista: Tuomaskuona, kalsinoitu fosfaatti, alumiinikalsiumfosfaatti tai pehmeä, jauhettu raakafosfaatti, tyyppinimen jäljessä on oltava maininta fosfaattiaineksesta. P_2O_5:n liukoisuus on ilmoitettava seuraavien liukoisuuksien mukaisesti: — Tuomaskuonaa lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 6a (Ranska, Italia, Espanja, Portugali, Kreikka ►M1 , Tšekki, Viro, Kypros, Latvia, Liettua, Unkari, Malta, Puola, Slovenia , Slovakia, ◄ ►M3 Bulgaria ja Romania ◄), 6b (Saksa, Belgia, Tanska, Irlanti, Luxemburg, Alankomaat, Yhdistynyt kuningaskunta ja Itävalta); — kalsinoituja fosfaatteja lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 5;	

▼B

1	2	3	4	5	6
				— alumiinikalsiumfosfaattia lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 7; — pehmeitä, jauhettuja raakafosfaatteja lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 8.	

B.1.2	Tyyppinimi:	NPK-lannoite, joka sisältää (tapauksen mukaan) krotonylideenidiureaa tai isobutylideenidiureaa tai ureaformaldehydiä
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallinen valmiste, joka sisältää krotonylideenidiureaa tai isobutylideenidiureaa tai ureaformaldehydiä ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 20 % ($N + P_2O_5 + K_2O$); — Kukin ravinne: — 5 % N. Vähintään ¼:n ilmoitetusta kokonaistyppipitoisuudesta on oltava peräisin typpimuodosta 5 tai 6 tai 7. Vähintään 3/5:n ilmoitetusta typpipitoisuudesta 7 on oltava lämpimään veteen liukoista. — 5 % P_2O_5, — 5 % K_2O.

▼B

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyppi (5) Krotonylideenidiurean typpi (6) Isobutylideenidiurean typpi (7) Ureaformaldehydin typpi (8) Ainoastaan kuumaan veteen liukoinen ureafomaldehydin typpi (9) Kylmään veteen liukoinen ureaformaldehydin typpi	(1) Vesiliukoinen P_2O_5 (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P_2O_5 (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P_2O_5	Vesiliukoinen K_2O	(1) Kokonaistyppi (2) Jos jonkin typpimuodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava. (3) Jokin typpimuodoista 5–7 (tapauksen mukaan). Typpimuoto 7 on ilmoitettava typpimuotona 8 ja 9.	NPK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, alumiinikalsiumfosfaattia, osittain liuennutta raakafosfaattia eikä raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuus 1, 2 tai 3: — kun vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2, — kun vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3; myös vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on ilmoitettava (liukoisuus 1). Ainoastaan mineraalihappoihin liukoisen P_2O_5:n pitoisuus ei saa ylittää 2:ta prosenttia. Liukoisuuksia 2 ja 3 määritettäessä näytemäärä on 1 g.	(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) Merkintä *”vähäkloorinen”*, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

▼B

B.2 *NP-lannoitteet*

B.2.1	Tyyppinimi:	NP-lannoitteet
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti tai sekoittamalla valmistettu tuote, johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % ($N + P_2O_5$); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % P_2O_5.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyppi (5) Syanamidityppi	(1) Vesiliukoinen P_2O_5 (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P_2O_5 (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P_2O_5 (4) Ainoastaan mineraalihappoihin liukoinen P_2O_5 (5) Emäksiseen ammoniumsitraattiin (Petermann) liukoinen P_2O_5 (6a) Mineraalihappoihin liukoinen P_2O_5, kun vähintään 75 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen sitruunahappoon (6b) 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukoinen P_2O_5 (7) Mineraalihappoihin liukoinen P_2O_5, kun vähintään 75 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta liukenee emäksiseen ammoniumsitraattiin (Joulie)		(1) Kokonaistyppi (2) Jos jonkin typpimuodon 2–5 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava.	1. NP-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, alumiinikalsiumfosfaattia, osittain liuennutta raakafosfaattia eikä pehmeää, jauhettua raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuus 1, 2 tai 3: — kun vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2, — kun vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3; myös vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on ilmoitettava (liukoisuus 1). Ainoastaan mineraalihappoihin liukoisen P_2O_5:n pitoisuus ei saa ylittää 2:ta prosenttia.	

1	2	3	4	5	6
	(8) Mineraalihappoihin liukoinen P_2O_5, kun vähintään 55 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen muurahaishappoon.			Määritettäessä lannoitetyypin 1 osalta liukoisuutta 2 ja 3 näytemäärä on 1 g. 2 (a) Pehmeää, jauhettua raakafosfaattia tai osittain liuennutta raakafosfaattia sisältävästä NP-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia eikä alumiinikalsiumfosfaattia, on ilmoitettava liukoisuudet 1, 3 ja 4. Tämän lannoitetyypin tulee sisältää: — vähintään 2 % ainoastaan mineraalihappoihin liukoista P_2O_5:a (liukoisuus 4); — vähintään 5 % veteen ja neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoista P_2O_5:a (liukoisuus 3); — vähintään 2,5 % vesiliukoista P_2O_5:a (liukoisuus 1). Tämä lannoitetyyppi on kaupan pidettäessä varustettava merkinnällä ”pehmeää, jauhettua raakafosfaattia sisältävä NP-lannoite” tai ”osittain liuennutta raakafosfaattia sisältävä NP-lannoite”. Määritettäessä lannoitetyypin 2a osalta liukoisuutta 3 näytemäärä on 3 g.	
Fosfaattiraaka-aineiden hiukkaskoko: Tuomaskuona vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan Alumiinikalsiumfosfaatti vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan Kalsinoitu fosfaatti vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan Pehmeä, jauhettu raakafosfaatti vähintään 90 % läpäisee 0,063 mm seulan Osittain liuennut raakafosfaatti vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan				2 (b) Alumiinikalsiumfosfaattia sisältävästä NP-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, pehmeää, jauhettua raakafosfaattia eikä osittain liuennutta raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuudet 1 ja 7; jälkimmäinen vesiliukoisuuden vähentämisen jälkeen. Tämän lannoitetyypin tulee sisältää: — vähintään 2 % vesiliukoista P_2O_5:a (liukoisuus 1)	

1	2	3	4	5	6
				— vähintään 5 % P_2O_5:a liukoisuuden 7 mukaan. Tämä lannoitetyyppi on kaupan pidettäessä varustettava merkinnällä ”alumiinikalsiumfosfaattia sisältävä NP-lannoite”. 3. Mikäli NP-lannoite sisältää vain yhtä seuraavista fosfaattilannoitteista: Tuomaskuona, kalsinoitu fosfaatti, alumiinikalsiumfosfaatti tai pehmeä, jauhettu raakafosfaatti, tyyppinimen jäljessä on oltava maininta fosfaattiaineksesta. P_2O_5:n liukoisuus on ilmoitettava seuraavien liukoisuuksien mukaisesti: — Tuomaskuonaa lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 6a (Ranska, Italia, Espanja, Portugali, Kreikka ►**M1** , Tšekki, Viro, Kypros, Latvia, Liettua, Unkari, Malta, Puola, Slovenia,Slovakia, ◄ ►**M3** Bulgaria ja Romania ◄), 6b (Saksa, Belgia, Tanska, Irlanti, Luxemburg, Alankomaat, Yhdistynyt kuningaskunta ja Itävalta); — kalsinoituja fosfaatteja lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 5; — alumiinikalsiumfosfaattia lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 7; — pehmeitä, jauhettuja raakafosfaatteja lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 8.	

B.2.2	Tyyppinimi:	NP-lannoite, joka sisältää (tapauksen mukaan) krotonylideenidiureaa tai isobutylideenidiureaa tai ureaformaldehydiä
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallinen valmiste, joka sisältää krotonylideenidiureaa tai isobutylideenidiureaa tai ureaformaldehydiä ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % (N + P_2O_5); — Kukin ravinne: — 5 % N. Vähintään ¼:n ilmoitetusta kokonaistyppipitoisuudesta on oltava peräisin typpimuodosta 5 tai 6 tai 7. Vähintään $^3/_5$:n ilmoitetusta typpipitoisuudesta 7 on oltava lämpimään veteen liukoista. — 5 % P_2O_5,

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyppi (5) Krotonylideenidiurean typpi (6) Isobutylideenidiurean typpi (7) Ureaformaldehydin typpi (8) Ainoastaan kuumaan veteen liukoinen ureaformaldehydin typpi (9) Kylmään veteen liukoinen ureaformaldehydin typpi	(1) Vesiliukoinen P_2O_5 (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P_2O_5 (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P_2O_5		(1) Kokonaistyppi (2) Jos jonkin typpimuodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava. (3) Jokin typpimuodoista 5–7 (tapauksen mukaan). Typpimuoto 7 on ilmoitettava typpimuotona 8 ja 9.	NP-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, alumiinikalsiumfosfaattia, osittain liuennutta raakafosfaattia eikä raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuus 1, 2 tai 3: — kun vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2, — kun vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3; myös vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on ilmoitettava (liukoisuus 1). Ainoastaan mineraalihappoihin liukoisen P_2O_5:n pitoisuus ei saa ylittää 2:ta prosenttia. Liukoisuuksia 2 ja 3 määritettäessä näytemäärä on 1 g.	

▼B

B.3 *NK-lannoitteet*

B.3.1	Tyyppinimi:	NK-lannoitteet
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti tai sekoittamalla valmistettu tuote, johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % (N + K_2O); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % K_2O.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityyppi (3) Ammoniumtyyppi (4) Ureatyyppi (5) Syanamidityyppi		Vesiliukoinen K_2O	(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin typpimuodon 2–5 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava.		(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) Merkintä ”vähäkloorinen”, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

▼B

B.3.2	Tyyppinimi:	NK-lannoite, joka sisältää (tapauksen mukaan) krotonylideenidiureaa tai isobutylideenidiureaa tai ureaformaldehydiä
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallinen valmiste, joka sisältää krotonylideenidiureaa tai isobutylideenidiureaa tai ureaformaldehydiä ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % ($N + K_2O$); — Kukin ravinne — 5 % N Vähintään $^1/_4$:n ilmoitetusta kokonaistyppipitoisuudesta on oltava peräisin typpimuodosta 5 tai 6 tai 7. Vähintään $^3/_5$:n ilmoitetusta typpipitoisuudesta 7 on oltava kuumaan veteen liukoista. — 5 % K_2O.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyppi (5) Krotonylideenidiurean typpi (6) Isobutylideenidiurean typpi (7) Ureaformaldehydin typpi (8) Ainoastaan kuumaan veteen liukoinen ureaformaldehydin typpi (9) Kylmään veteen liukoinen ureaformaldehydin typpi		Vesiliukoinen K_2O	(1) Kokonaistyppi (2) Jos jonkin typpimuodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava. (3) Jokin typpimuodoista 5–7 (tapauksen mukaan). Typpimuoto 7 on ilmoitettava typpimuotona 8 ja 9.		(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) Merkintä *"vähäkloorinen"*, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

▼B

B.4 *PK-lannoitteet*

Tyyppinimi:	PK-lannoitteet
Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti tai sekoittamalla valmistettu tuote, johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % (P_2O_5 + K_2O); — Kukin ravinne: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vesiliukoinen P_2O_5 (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P_2O_5 (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P_2O_5 (4) Ainoastaan mineraalihappoihin liukoinen P_2O_5 (5) Emäksiseen ammoniumsitraattiin (Petermann) liukoinen P_2O_5 (6a) Mineraalihappoihin liukoinen P_2O_5, kun vähintään 75 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen sitruunahappoon (6b) 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukoinen P_2O_5 (7) Mineraalihappoihin liukoinen P_2O_5, kun vähintään 75 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta liukenee emäksiseen ammoniumsitraattiin (Joulie)	Vesiliukoinen K_2O		1. PK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia, alumiinikalsiumfosfaattia, osittain liuennutta raakafosfaattia eikä pehmeää, jauhettua raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuus 1, 2 tai 3: — kun vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2, — kun vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3; myös vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on ilmoitettava (liukoisuus 1). Ainoastaan mineraalihappoihin liukoisen P_2O_5:n pitoisuus ei saa ylittää 2:ta prosenttia.	(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) Merkintä ”vähäkloorinen”, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

1	2	3	4	5	6
	(8) Mineraalihappoihin liukoinen P_2O_5, kun vähintään 55 % ilmoitetusta P_2O_5-pitoisuudesta liukenee 2-prosenttiseen muurahaishappoon.			Määritettäessä lannoitetyypin 1 osalta liukoisuutta 2 ja 3 näytemäärä on 1 g. 2 (a) Pehmeää, jauhettua raakafosfaattia tai osittain liuennutta raakafosfaattia sisältävästä PK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia eikä alumiinikalsiumfosfaattia, on ilmoitettava liukoisuudet 1, 3 ja 4. Tämän lannoitetyypin tulee sisältää: — vähintään 2 % ainoastaan mineraalihappoihin liukoista P_2O_5:a (liukoisuus 4); — vähintään 5 % veteen ja neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoista P_2O_5:a (liukoisuus 3); — vähintään 2,5 % vesiliukoista P_2O_5:a (liukoisuus 1). Tämä lannoitetyyppi on kaupan pidettäessä varustettava merkinnällä ”pehmeää, jauhettua raakafosfaattia sisältävä PK-lannoite” tai ”osittain liuennutta raakafosfaattia sisältävä PK-lannoite”.Määritettäessä lannoitetyypin 2a osalta liukoisuutta 3 näytemäärä on 3 g. 2 (b) Alumiinikalsiumfosfaattia sisältävästä PK-lannoitteesta, joka ei sisällä Tuomaskuonaa, kalsinoitua fosfaattia eikä osittain liuennutta raakafosfaattia, on ilmoitettava liukoisuudet 1 ja 7; jälkimmäinen vesiliukoisuuden vähentämisen jälkeen. Tämän lannoitetyypin tulee sisältää: — vähintään 2 % vesiliukoista P_2O_5:a (liukoisuus 1) — vähintään 5 % P_2O_5:a liukoisuuden 7 mukaan.	

Fosfaattiraaka-aineiden hiukkaskoko:

Tuomaskuona	vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan
Alumiinikalsiumfosfaatti	vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan
Kalsinoitu fosfaatti	vähintään 75 % läpäisee 0,160 mm seulan
Pehmeä, jauhettu raakafosfaatti	vähintään 90 % läpäisee 0,063 mm seulan
Osittain liuennut raakafosfaatti	vähintään 90 % läpäisee 0,160 mm seulan

1	2	3	4	5	6
				Tämä lannoitetyyppi on kaupan pidettäessä varustettava merkinnällä ”alumiinikalsiumfosfaattia sisältävä PK-lannoite”. 3. Mikäli PK-lannoite sisältää vain yhtä seuraavista fosfaattilannoitteista: Tuomaskuona, kalsinoitu fosfaatti, alumiinikalsiumfosfaatti tai pehmeä, jauhettu raakafosfaatti, tyyppinimen jäljessä on oltava maininta fosfaattiaineksesta. P_2O_5:n liukoisuus on ilmoitettava seuraavien liukoisuuksien mukaisesti: — Tuomaskuonaa lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 6a (Ranska, Italia, Espanja, Portugali, Kreikka ►**M1** , Tšekki, Viro, Kypros, Latvia, Liettua, Unkari, Malta, Puola, Slovenia, Slovakia, ◄ ►**M3** Bulgaria ja Romania ◄), 6b (Saksa, Belgia, Tanska, Irlanti, Luxemburg, Alankomaat, Yhdistynyt kuningaskunta ja Itävalta); — kalsinoituja fosfaatteja lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 5; — alumiinikalsiumfosfaattia lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 7; — pehmeitä, jauhettuja raakafosfaatteja lähtöaineena sisältävät lannoitteet: liukoisuus 8.	

▼B

C. **Epäorgaaniset nestemäiset lannoitteet**

C.1 *Yksiravinteiset nestemäiset lannoitteet*

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

▼B

1	2	3	4	5	6
4	Magnesiumnitraattiliuos	Valmiste, joka saadaan kemiallisesti ja liuottamalla magnesiumnitraattia veteen	6 % N Typpi ilmoitetaan nitraattityppenä 9 % MgO Magnesium ilmoitetaan vesiliukoisena magnesiumoksidina pH vähintään: 4		Nitraattityppi Vesiliukoinen magnesiumoksidi
5	Kalsiumnitraattisuspensio	Tuote, joka saadaan suspendoimalla veteen kalsiumnitraattia	8 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä tai nitraattityppenä ja ammoniumtyppenä. Ammoniumtypen enimmäispitoisuus: 1,0 % 14 % CaO Kalsium ilmoitetaan vesiliukoisena kalsiumoksidina (CaO).	Tyyppinimeen voidaan liittää yksi seuraavista ilmaisuista: — lehtilannoitteeksi — ravinneliuosten ja suspensioiden valmistamiseen; — kastelulannoitteeksi.	Kokonaistyppi Nitraattityppi Vesiliukoinen kalsiumoksidi sarakkeen 5 mukaisia käyttötarkoituksia varten
6	Ureaformaldehydiä sisältävä typpilannoiteliuos	Tuote, joka saadaan kemiallisesti tai liuottamalla veteen ureaformaldehydiä ja tämän asetuksen luetteloon A.1 sisältyvää typpilannoitetta, lukuun ottamatta tuotteita 3 a, 3 b ja 5	18 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä Vähintään 1/3:n ilmoitetusta kokonaistypestä on oltava peräisin ureaformaldehydistä. Biureetin enimmäispitoisuus: (urea- N + urea- formaldehydi-N) × 0,026		Kokonaistyppi Kaikki muodot, joiden pitoisuus on vähintään 1 %: — Nitraattityppi — Ammoniumtyppi — Ureatyppi Urea-formaldehydin typpi

▼B

1	2	3	4	5	6
7	Ureaformaldehydiä sisältävä typpilannoitesuspensio	Tuote, joka saadaan kemiallisesti tai suspendoimalla veteen ureaformaldehydiä ja tämän asetuksen luetteloon A.1 sisältyvää typpilannoitetta, lukuun ottamatta tuotteita 3 a, 3 b ja 5	18 % N Typpi ilmoitetaan kokonaistyppenä. Vähintään 1/3:n ilmoitetusta kokonaistypestä on oltava peräisin ureaformaldehydistä, josta vähintään 3/5:n on oltava lämpimään veteen liukoista. Biureetin enimmäispitoisuus: (urea- N + urea- formaldehydi-N) × 0,026		Kokonaistyppi Kaikki muodot, joiden pitoisuus on vähintään 1 %: — Nitraattityppi — Ammoniumtyppi — Ureatyppi Urea-formaldehydin typpi Kylmään veteen liukoinen urea-formaldehydin typpi Ainoastaan kuumaan veteen liukoinen urea-formaldehydin typpi

C.2 *Moniravinteiset nestemäiset lannoitteet*

C.2.1	Tyyppinimi:	NPK-lannoiteliuos
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti ja veteen liuottamalla aikaansaatu valmiste, joka säilyy stabiilina ilmanpaineen muutoksista huolimatta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) ja muut vaatimukset:	— Yhteensä: 15 %, ($N + P_2O_5 + K_2O$); — Kukin ravinne: 2 % N, 3 % P_2O_5, 3 % K_2O; — Biureetin enimmäispitoisuus: urea-N × 0,026.

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyppi	Vesiliukoinen P_2O_5	Vesiliukoinen K_2O	(1) Kokonaistyppi (2) Jos jonkin typpimuodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava. (3) Jos biureettipitoisuus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana ”vähäbiureettinen”.	Vesiliukoinen P_2O_5	(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) ”Vähäkloorinen”-merkintää voidaan käyttää vain, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

C.2.2	Tyyppinimi:	NPK-lannoitesuspensio
	Valmistusmenetelmä:	Nestemäisessä muodossa oleva valmiste, jonka ravinteet ovat peräisin sekä vesiliuoksesta että suspensiosta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) ja muut vaatimukset:	— Yhteensä: 20 %, (N + P_2O_5 + K_2O); — Kukin ravinne: 3 % N, 4 % P_2O_5, 4 % K_2O; — Biureetin enimmäispitoisuus: urea-N × 0,026.

▼B

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityyppi (3) Ammoniumtyyppi (4) Ureatyyppi	(1) Vesiliukoinen P_2O_5 (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P_2O_5 (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P_2O_5	Vesiliukoinen K_2O	(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin typpimuodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava. (3) Jos biureettipitoisuus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana ”vähäbiureettinen”.	Lannoitteet eivät saa sisältää Tuomaskuonaa, alumiinikalsiumfosfaattia, kalsinoituja fosfaatteja, osittain liuenneita fosfaatteja tai raakafosfaatteja. (1) Jos vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2 (2) Jos vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3 ja vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus.	(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) *”Vähäkloorinen”*-merkintää voidaan käyttää vain, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

C.2.3	Tyyppinimi:	NP-lannoiteliuos
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti ja veteen liuottamalla aikaansaatu valmiste, joka säilyy stabiilina ilmanpaineen muutoksista huolimatta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %)	— Yhteensä: 18 %, (N + P_2O_5); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % P_2O_5; — Biureetin enimmäispitoisuus: urea-N × 0,026.

▼B

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyyppi (2) Nitraattityyppi (3) Ammoniumtyyppi (4) Ureatyyppi	Vesiliukoinen P_2O_5		(1) Kokonaistyyppi (2) Jos jonkin typpimuodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava (3) Jos biureettipitoisuus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana ”vähäbiureettinen”.	Vesiliukoinen P_2O_5	

C.2.4	Tyyppinimi:	NP-lannoitesuspensio
	Valmistusmenetelmä:	Nestemäisessä muodossa oleva valmiste, jonka ravinteet ovat peräisin sekä vesiliuoksesta että -suspensiosta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 %, (N + P_2O_5); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % P_2O_5; — Biureetin enimmäispitoisuus: urea-N × 0,026.

▼B

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyppi	(1) Vesiliukoinen P_2O_5 (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P_2O_5 (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P_2O_5		(1) Kokonaistyppi (2) Jos jonkin typpimuodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava (3) Jos biureettipitoisuus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana ”vähäbiureettinen”.	(1) Jos vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2. (2) Jos vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3 ja vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus. Lannoitteet eivät saa sisältää Tuomaskuonaa, alumiinikalsiumfosfaattia, kalsinoituja fosfaatteja, osittain liuenneita fosfaatteja tai raakafosfaatteja.	

C.2.5	Tyyppinimi:	NK-lannoiteliuos
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti ja veteen liuottamalla aikaansaatu valmiste, joka säilyy stabiilina ilmanpaineen muutoksista huolimatta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 15 % (N + K_2O); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % K_2O; — Biureetin enimmäispitoisuus: urea-N × 0,026.

▼B

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyppi		Vesiliukoinen K_2O	(1) Kokonaistyppi (2) Jos jonkin typpimuodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava. (3) Jos biureettipitoisuus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana ”vähäbiureettinen”.		(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) *”Vähäkloorinen”*-merkintää voidaan käyttää vain, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

C.2.6	Tyyppinimi:	NK-lannoitesuspensio
	Valmistusmenetelmä:	Nestemäisessä muodossa oleva valmiste, jonka ravinteet ovat peräisin sekä vesiliuoksesta että -suspensiosta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % (N + K_2O); — Kukin ravinne: 3 % N, 5 % K_2O: — Biureetin enimmäispitoisuus: urea-N × 0,026

▼B

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Kokonaistyppi (2) Nitraattityppi (3) Ammoniumtyppi (4) Ureatyppi		Vesiliukoinen K_2O	(1) Kokonaistyppi (2) Jos jonkin typpimuodon 2–4 pitoisuus on vähintään 1 paino- %, se on ilmoitettava. (3) Jos biureettipitoisuus on alle 0,2 %, merkintään voidaan lisätä sana ”vähäbiureettinen”.		(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) ”Vähäkloorinen”-merkintää voidaan käyttää vain, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

C.2.7	Tyyppinimi:	PK-lannoiteliuos
	Valmistusmenetelmä:	Kemiallisesti ja veteen liuottamalla aikaansaatu valmiste, johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % (P_2O_5 + K_2O); — Kukin ravinne: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

▼B

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	Vesiliukoinen P_2O_5	Vesiliukoinen K_2O		Vesiliukoinen P_2O_5	(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) *"Vähäkloorinen"*-merkintää voidaan käyttää vain, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoi-suus voidaan ilmoittaa.

C.2.8	Tyyppinimi:	PK-lannoitesuspensio
	Valmistusmenetelmä:	Nestemäisessä muodossa oleva valmiste, jonka ravinteet ovat peräisin sekä vesiliuoksesta että -suspensiosta ja johon ei ole lisätty eläin- tai kasviperäisiä orgaanisia ravinteita
	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %):	— Yhteensä: 18 % (P_2O_5 + K_2O); — Kukin ravinne: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

▼B

Muoto, liukoisuus ja ravinnepitoisuus on ilmoitettava sarakkeiden 4, 5 ja 6 mukaisesti Hiukkaskoko			Lannoitteiden tunnistemerkinnät Muita vaatimuksia		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vesiliukoinen P_2O_5 (2) Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukoinen P_2O_5 (3) Neutraaliin ammoniumsitraattiin ja veteen liukoinen P_2O_5	Vesiliukoinen K_2O		(1) Jos vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on alle 2 %, ilmoitetaan vain liukoisuus 2. (2) 2) Jos vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus on vähintään 2 %, ilmoitetaan liukoisuus 3 ja vesiliukoisen P_2O_5:n pitoisuus. Lannoitteet eivät saa sisältää Tuomaskuonaa, alumiinikalsiumfosfaattia, kalsinoituja fosfaatteja, osittain liuenneita fosfaatteja tai raakafosfaatteja.	(1) Vesiliukoinen kaliumoksidi (2) ”Vähäkloorinen”-merkintää voidaan käyttää vain, kun Cl-pitoisuus on enintään 2 %. (3) Klooripitoisuus voidaan ilmoittaa.

▼B

D. **Epäorgaaniset sivuravinnelannoitteet**

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
1	Kalsiumsulfaatti	Kalsiumsulfaattia sisältävä luonnontuote tai teollinen valmiste, jossa vaihteleva vesipitoisuus	25 % CaO 35 % SO_3 Kalsium ja rikki ilmoitetaan kokonaispitoisuutena CaO + SO_3 Hiukkaskoko: — vähintään 80 % läpäisee 2 mm seulan — vähintään 99 % läpäisee 10 mm seulan	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Rikkitrioksidin kokonaispitoisuus Haluttaessa: kalsiumoksidin kokonaispitoisuus
2	Kalsiumkloridiliuos	Teollinen kalsiumkloridiliuos	12 % CaO Kalsium ilmoitetaan vesiliukoisena CaO:na		Kalsiumoksidi Haluttaessa: lehtilannoitteeksi
3	Rikki (alkuaineena)	Suhteellisen puhdas luonnontuote tai teollinen valmiste	98 % S (245 %: SO_3) Rikki ilmoitetaan kokonais-SO_3:na		Rikkitrioksidin kokonaispitoisuus
4	Kiseriitti	Kivennäisperäinen tuote, joka sisältää pääasiassa magnesiumsulfaattimonohydraattia	24 % MgO 45 % SO_3 Magnesium ja rikki ilmoitetaan vesiliukoisena MgO:na ja SO_3:na	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen magnesiumoksidi Haluttaessa: vesiliukoinen rikkitrioksidi

▼B

1	2	3	4	5	6
5	Magnesiumsulfaatti	Tuote, joka sisältää pääasiassa magnesiumsulfaattiheptahydraattia	15 % MgO 28 % SO_3 Magnesium ja rikki ilmoitetaan vesiliukoisena MgO:na ja SO_3:na	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen magnesiumoksidi Haluttaessa: vesiliukoinen rikkitrioksidi
5.1	Magnesiumsulfaattiliuos	Tuote, joka saadaan liuottamalla veteen teollista alkuperää olevaa magnesiumsulfaattia	5 % MgO 10 % SO_3 Magnesium ja rikki ilmoitetaan vesiliukoisena MgO:na ja SO_3:na	Tavanomaiset kauppanimet voidaan lisätä	Vesiliukoinen magnesiumoksidi Haluttaessa: vesiliukoinen rikkitrioksidi
5.2	Magnesiumhydroksidi	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa magnesiumhydroksidia	60 % MgO Hiukkaskoko: vähintään 99 % läpäisee 0,063 mm seulan		Kokonaismagnesiumoksidi
5.3	Magnesiumhydroksidisuspensio	Kemiallinen valmiste, joka saadaan suspendoimalla tyyppi 5.2	24 % MgO		Kokonaismagnesiumoksidi
6	Magnesiumkloridiliuos	Tuote, joka saadaan teollista magnesiumkloridia liuottamalla	13 % MgO Magnesium ilmoitetaan MgO:na Kalsiumin enimmäispitoisuus: 3 % CaO		Magnesiumoksidi

E. **Epäorgaaniset hivenravinnelannoitteet**

Selittävä huomautus: Jäljempänä olevia huomautuksia sovelletaan E osaan kokonaisuudessaan.

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

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

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

▼B

E.1 *Thtä hivenravinnetta sisältävät lannoitteet*

E.1.1 *Boori*

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

▼B

E.1.2 *Koboltti*

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

▼B

E.1.3 *Kupari*

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

▼B

1	2	3	4	5	6
3(f)	Kuparilannoiteliuos	Tuote, joka saadaan liuottamalla veteen lannoitteita 3(a) ja/tai 3 (d):n yhtä tyyppiä	Kuparia (Cu) vesiliukoisena 3 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava: (1) kivennäisanionin nimi tai kivennäisanionien nimet; (2) kelaatinmuodostajan nimi, jos sitä on käytetty.	Vesiliukoinen kupari (Cu) Kelatoitunut kupari (Cu), jos sitä on käytetty
3(g)	Kuparikloridioksidi	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa kuparikloridioksidia [$Cu_2Cl(OH)_3$]	Kokonaiskupari (Cu) 50 % Hiukkaskoko: vähintään 98 % läpäisee 0,063 mm seulan		Kokonaiskupari (Cu)
3(h)	Kuparikloridioksidi suspensiona	Tuote, joka saadaan suspendoimalla lannoitetta 3 g	Kokonaiskupari (Cu) 17 %		Kokonaiskupari (Cu)

▼M4

E.1.4 *Rauta*

Nro	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (painoprosenttia) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
4a	Rautasuola	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa raudan kivennäissuolaa	Rautaa (Fe) vesiliukoisena 12 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava kivennäisanionin nimi	Vesiliukoinen rauta (Fe)
4b	Rautakelaatti	Vesiliukoinen tuote, joka saadaan raudasta ja liitteessä I olevan E.3 kohdan luettelossa mainitusta kelaatinmuodostajasta tai siinä mainituista kelaatinmuodostajista kemiallisen reaktion tuloksena	Rautaa (Fe) vesiliukoisena 5 %, josta vähintään 80 % on kelatoitunut ja jossa vesiliukoisesta raudasta vähintään 50 % on ilmoitetun kelaatinmuodostajan tai ilmoitettujen kelaatinmuodostajien kelatoimaa	Kunkin sellaisen kelaatinmuodostajan nimi, joka mainitaan liitteessä I olevassa E.3.1 kohdassa ja joka kelatoi vähintään 1 % vesiliukoisesta raudasta	Vesiliukoinen rauta (Fe) Kunkin tyyppinimessä ilmoitetun ja eurooppalaisessa standardissa yksilöidyn ja kvantifioidun kelaatinmuodostajan kelatoima rauta (Fe)

▼M4

1	2	3	4	5	6
4c	Rautapohjainen lannoiteliuos	Tuote, joka saadaan liuottamalla veteen lannoitteita 4a ja/tai 4b:n yhtä tyyppiä	Rautaa (Fe) vesiliukoisena 2 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava: 1. kivennäisanionin nimi tai kivennäisanionien nimet 2. kunkin sellaisen käytetyn kelaatinmuodostajan nimi, joka kelatoi vähintään 1 % vesiliukoisesta raudasta (Fe)	Vesiliukoinen rauta (Fe) Kelatoitunut rauta (Fe), jos sitä on käytetty Kunkin tyyppinimessä ilmoitetun ja eurooppalaisessa standardissa yksilöidyn ja kvantifioidun kelaatinmuodostajan kelatoima rauta (Fe)

▼B

E.1.5 *Mangaani*

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

▼B

1	2	3	4	5	6
5(c)	Mangaanioksidi	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa mangaanioksidia	Kokonaismangaani (Mn) 40 % Hiukkaskoko: vähintään 80 % läpäisee 0,063 mm seulan		Kokonaismangaani (Mn)
5(d)	Mangaanipohjainen lannoite	Tuote, joka saadaan sekoittamalla lannoitteita 5(a) ja 5(c)	Kokonaismangaani (Mn) 17 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava mangaaniyhdisteiden nimet	Kokonaismangaani (Mn) Vesiliukoinen mangaani (Mn), jos sen pitoisuus on vähintään $^1/_4$ kokonaismangaanista
5(e)	Mangaanipohjainen lannoiteliuos	Tuote, joka saadaan liuottamalla veteen lannoitteita 5(a) ja/tai 5 (b):n yhtä tyyppiä	Mangaania (Mn) vesiliukoisena 3 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava: (1) kivennäisanionin nimi tai kivennäisanionien nimet; (2) kelaatinmuodostajan nimi, jos sitä on käytetty.	Vesiliukoinen mangaani (Mn) Kelatoitunut mangaani (Mn), jos sitä on käytetty

E.1.6 *Molybdeeni*

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
6(a)	Natriummolybdaatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa natriummolybdaattia	Molybdeenia (Mo) vesiliukoisena 35 %		Vesiliukoinen molybdeeni (Mo)

▼B

1	2	3	4	5	6
6(b)	Ammoniummolybdaatti	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa ammoniummolybdaattia	Molybdeenia (Mo) vesiliukoisena 50 %		Vesiliukoinen molybdeeni (Mo)
6(c)	Molybdeenipohjainen lannoite	Tuote, joka saadaan sekoittamalla lannoitteita 6(a) ja 6(b)	Molybdeenia (Mo) vesiliukoisena 35 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava molybdeeniyhdisteiden nimet	Vesiliukoinen molybdeeni (Mo)
6(d)	Molybdeenilannoiteliuos	Tuote, joka saadaan liuottamalla veteen lannoitteita 6(a) ja/tai 6 (b):n yhtä tyyppiä	Molybdeenia (Mo) vesiliukoisena 3 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava molybdeeniyhdisteen/-yhdisteiden nimi/nimet	Vesiliukoinen molybdeeni (Mo)

E.1.7 *Sinkki*

N:o	Tyyppinimi	Tiedot valmistusmenetelmistä sekä keskeisistä aineosista	Ravinteiden vähimmäispitoisuus (paino- %) Ravinteiden ilmoitustapa Muita vaatimuksia	Muita tietoja tyyppinimestä	Ravinteiden ilmoitettava pitoisuus Ravinteiden muoto ja liukoisuus Muita vaatimuksia
1	2	3	4	5	6
7(a)	Sinkkisuola	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa sinkkipitoista suolaa	Sinkkiä (Zn) vesiliukoisena 15 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava kivennäisanionin nimi	Vesiliukoinen sinkki (Zn)
7(b)	Sinkkikelaatti	Vesiliukoinen tuote, joka saadaan sinkistä ja kelaatinmuodostajasta kemiallisen reaktion tuloksena	Sinkkiä (Zn) vesiliukoisena 5 %, josta vähintään $^{8}/_{10}$ on kelatoitunut	Kelaatinmuodostajan nimi	Vesiliukoinen sinkki (Zn) Kelatoitunut sinkki (Zn)
7(c)	Sinkkioksidi	Kemiallinen valmiste, joka sisältää pääasiassa sinkkioksidia	Kokonaissinkki (Zn) 70 % Hiukkaskoko: vähintään 80 % läpäisee 0,063 mm seulan		Kokonaissinkki (Zn)

▼B

1	2	3	4	5	6
7(d)	Sinkkipohjainen lannoite	Tuote, joka saadaan sekoittamalla lannoitteita 7(a) ja 7(c)	Kokonaissinkki (Zn) 30 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava sinkkiyhdisteiden nimet	Kokonaissinkki (Zn) Vesiliukoinen sinkki (Zn), jos sen pitoisuus on vähintään $^1/_4$ kokonaissinkistä
7(e)	Sinkkipohjainen lannoiteliuos	Tuote, joka saadaan liuottamalla veteen lannoitteita 7(a) ja/tai 7 (b):n yhtä tyyppiä	Sinkkiä (Zn) vesiliukoisena 3 %	Tyyppinimessä on ilmoitettava: (1) kivennäisanionin nimi tai kivennäisanionien nimet; (2) kelaatinmuodostajan nimi, jos sitä on käytetty.	Vesiliukoinen sinkki (Zn) Kelatoitunut sinkki (Zn), jos sitä on käytetty

▼B

E.2 *Hivenravinteiden vähimmäispitoisuus lannoitteessa painoprosenttina*

E.2.1 *Kiinteät tai nestemäiset hivenravinnelannoiteseokset*

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

Hivenravinteiden kokonaismäärä kiinteässä seoksessa vähintään: 5 % lannoitteen massasta.

Hivenravinteiden kokonaismäärä nestemäisessä seoksessa vähintään: 2 % lannoitteen massasta.

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

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

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

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

▼M4

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

Seuraavat aineet hyväksytään, jos niitä vastaavat ravinteiden kelaatit täyttävät neuvoston direktiivin 67/548/ETY [1] vaatimukset.

E.3.1 *Kelaatinmuodostajat* [2]

Seuraavien happojen natrium-, kalium- tai ammoniumsuolat:

			Hapon CAS-numero [3]
Etyleenidiamiinitetraetikkahappo	EDTA	$C_{10}H_{16}O_8N_2$	60-00-4
2-hydroksietyyli-etyleenidiamiini-trietikkahappo	HEEDTA	$C_{10}H_{18}O_7N_2$	150-39-0
dietyleeni-triamiini-pentaetikkahappo	DTPA	$C_{14}H_{23}O_{10}N_3$	67-43-6
etyleenidiamiini-N,N'-di[(orto-hydroksifenyyli) etikkahappo]	[o,o] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	1170-02-1
etyleenidiamiini-N-[(orto-hydroksifenyyli) etikkahappo]-N'-[(para-hydroksifenyyli)etikkahappo]	[o,p] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	475475-49-1
etyleenidiamiini-N,N'-di[(orto-hydroksimetyylifenyyli)etikkahappo]	[o,o] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641632-90-8
etyleenidiamiini-N-[(orto-hydroksi-metyylifenyyli)etikkahappo]-N'-[(para-hydroksi-metyylifenyyli)etikkahappo]	[o,p] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641633-41-2
etyleenidiamiini-N,N'-di[(5-karboksi-2-hydroksifenyyli)etikkahappo]	EDDCHA	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$	85120-53-2
etyleenidiamiini-N,N'-di[(2-hydroksi-5-sulfofenyyli)etikkahappo] ja sen kondensaatiotuotteet	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 *Kompleksinmuodostajat* Luettelo laaditaan jatkossa.

[1] EYVL 196, 16.8.1967, s. 1.
[2] Kelaatinmuodostajat on yksilöitävä ja kvantifioitava eurooppalaisissa standardeissa, joissa käsitellään mainittuja kelaatinmuodostajia.
[3] Vain tiedoksi.

▼B

LIITE II

SALLITUT POIKKEAMAT

Tässä liitteessä esitetyt sallitut poikkeamat ovat massaprosentteina ilmoitettuja negatiivisia arvoja.

Erityyppisten EY-lannoitteiden ilmoitettujen ravinnepitoisuuksien sallitut poikkeamat ovat seuraavat:

1. **Epäorgaaniset yksiravinteiset pääravinnelannoitteet n:nä, P_2O_5:na, K_2O:na, MgO:na ja Cl:na ilmoitettu absoluuttinen arvo massaprosentteina**

1.1 *Typpilannoitteet*

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

1.2 *Fosfaattilannoitteet*

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

▼B

Muut fosfaattilannoitteet

P_2O_5-liukoisuus:	(lannoitteen nro liitteessä I)	
— mineraalihappoon	(3, 6, 7)	0,8
— muurahaishappoon	(7)	0,8
— neutraaliin ammoniumsitraattiin	(2a, 2b, 2c)	0,8
— emäksiseen ammoniumsitraattiin	(4, 5, 6)	0,8
— veteen	(2a, 2b, 3)	0,9
	(2c)	1,3

1.3 *Kaliumlannoitteet*

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

1.4 *Muut aineosat*

kloridi	0,2

2. **Epäorgaaniset moniravinteiset pääravinnelannoitteet**

2.1 *Ravinteet*

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

2.2 *Negatiivinen kokonaispoikkeama ilmoitetusta arvosta*

kaksiravinteiset lannoitteet	1,5
kolmiravinteiset lannoitteet	1,9

3. **Lannoitteiden sisältämät sivuravinteet**

Kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja rikin ilmoitettujen pitoisuuksien sallitut poikkeamat ovat yksi neljäsosa näiden ravinteiden ilmoitetusta pitoisuudesta, absoluuttiselta arvoltaan kuitenkin enintään 0,9 % CaO:n, MgO:n, Na_2O:n, ja SO_3:n osalta eli 0,64 kalsiumin (Ca) osalta, 0,55 magnesiumin (Mg) osalta, 0,67 natriumin (Na) osalta ja 0,36 rikin (S) osalta.

▼B

4. **Lannoitteiden sisältämät hivenravinteet**

Hivenravinteiden ilmoitetun pitoisuuden sallittu poikkeama on

— absoluuttiselta arvoltaan 0,4 %, kun pitoisuus on yli 2 %,

— yksi viidesosa ilmoitetusta arvosta, kun pitoisuus on enintään 2 %.

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

▼B

LIITE III

RUNSASTYPPISIÄ AMMONIUMNITRAATTILANNOITTEITA KOSKEVAT TEKNISET MÄÄRÄYKSET

1. **Yksiravinteisten runsastyppisten ammoniumnitraattilannoitteiden ominaisuudet ja raja-arvot**

1.1 *Huokoisuus (öljynpidätyskyky)*

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

1.2 *Palavat aineet*

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

1.3 *pH*

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

1.4 *Seula-analyysi*

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

1.5 *Kloori*

Suurin sallittu klooripitoisuus on 0,02 massaprosenttia.

1.6 *Raskasmetallit*

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

Kuparipitoisuus saa olla enintään 10 mg/kg.

Muille raskasmetalleille ei määrätä raja-arvoja.

2. **Runsastyppisten ammoniumnitraattilannoitteiden räjähtämättömyyden määrittämiseksi tehtävän kokeen kuvaus**

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

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

— saumaton teräsputki

— putken pituus: vähintään 1 000 mm,

— nimellishalkaisija ulkopuolelta mitattuna: vähintään 114 mm,

— seinän nimellispaksuus: vähintään 5 mm,

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

— koelämpötila: 15-25 °C,

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

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

▼B

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

Menetelmä 1

Lämpökäsittelyjen soveltamismenetelmät

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

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

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

2. **Liitteessä III olevassa 1 jaksossa tarkoitetut lämpökäsittelyt**

2.1 *Soveltamisala*

Tätä menetelmää käytetään lämpökäsittelyyn ennen lannoitteen öljynpidätyskyvyn määrittämistä.

2.2 *Periaate ja määritelmä*

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

2.3 *Välineistö*

Tavalliset laboratoriovälineet, erityisesti:

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

— erlenmeyerpulloja, joiden tilavuus on 150 ml.

2.4 *Menettely*

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

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

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

3. **Liitteessä III olevassa 2 jaksossa tarkoitetut lämpökäsittelyt**

3.1 *Soveltamisala*

Tätä menetelmää käytetään räjähtävyyskoetta edeltävässä lämpökäsittelyssä.

3.2 *Periaate ja määritelmä*

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

▼B

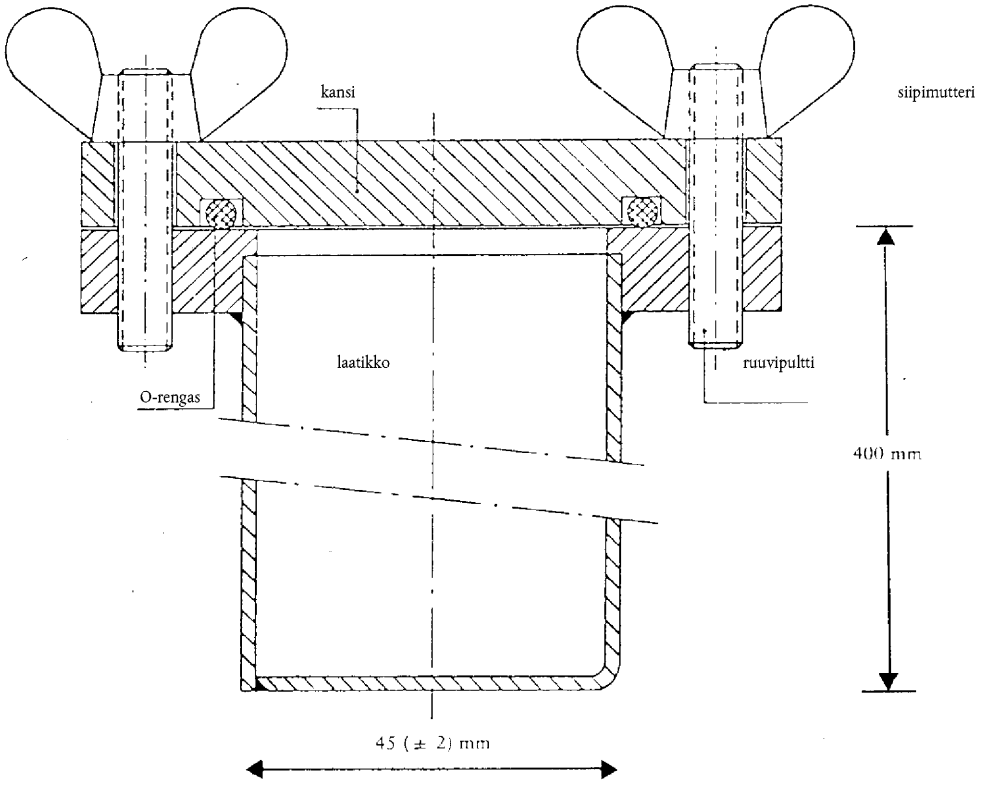
3.3 *Välineistö*

— vesiallas, jonka lämpötilaa voidaan säädellä termostaatilla 20 °C:sta 51 °C:seen ja jonka lämpenemis- ja jäähtymisnopeus on vähintään 10 °C/h, tai kaksi vesiallasta, joista toisen lämpötila on termostaatilla säädetty 20 °C:seen ja toisen 51 °C:seen. Altaiden vettä sekoitetaan koko ajan; altaan pitäisi olla tilavuudeltaan niin suuri, että vesi pääsee kiertämään riittävästi.

— ruostumattomasta teräksestä valmistettu laatikko, joka on kaikkialta vedenpitävä ja jonka keskellä on lämpöanturi. Laatikon ulkoleveys on 45 (± 2) mm ja seinämien paksuus 1,5 mm (katso kuva 1). Laatikon korkeus ja pituus voidaan valita niin, että ne sopivat vesihauteen mittoihin, esim. pituus 600 mm, korkeus 400 mm.

3.4 *Menettely*

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



Kuvio 1

▼B

Menetelmä 2

Öljynpidätyskyvyn määrittäminen

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Tässä asiakirjassa määritellään runsastyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden öljynpidätyskyvyn määrityksessä käytettävä menetelmä.

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

2. **Määritelmä**

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

3. **Periaate**

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

4. **Reagenssit**

Kaasuöljy

Viskositeetti enimmillään: 5 mPas 40 °C:ssa

Tiheys: 0,8-0,85 g/ml 20 °C:ssa

Rikkipitoisuus: ≤ 1,0 % (m/m)

Tuhka: ≤ 0,1 % (m/m)

5. **Välineistö**

Tavalliset laboratoriovälineet ja:

5.1 Vaaka, jolla voidaan punnita 0,01 gramman tarkkuudella

5.2 Dekantterilasi, jonka tilavuus on 500 ml

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

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

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

5.5 Suodatinpaperia, nopeaa suodatuslaatua, poimutettua, pehmeää, massa 150 g/m^2

5.6 Imupaperia (laboratoriolaatua)

6. **Menettely**

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

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

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

6.4 Kaksi suodatinpaperia (5.5) (noin 500 x 500 mm) asetetaan päällekkäin tasaiselle pinnalle; molempien suodatinpapereiden neljä reunaa taitetaan ylöspäin noin 40 mm:n leveydeltä, jotta rakeet eivät pyöri pois. Suodatinpapereiden keskelle asetetaan kaksi kerrosta imupaperia (5.6). Seulan (5.4) koko sisältö kaadetaan imupapereille ja rakeet levitetään tasaisesti pehmeällä, laakealla harjalla. Kahden minuutin kuluttua imupapereita nostetaan toiselta laidalta ja rakeet siirretään alla

▼B

oleville suodatinpapereille ja levitetään niille tasaisesti harjalla. Toinen suodatinpaperi asetetaan reunat samalla tavoin ylös käännettyinä näytteen päälle ja rakeita pyöritetään papereiden välissä pyörivin liikkein hiukan painaen. Pysähdytään aina kahdeksan pyörittävän liikkeen jälkeen ja nostetaan suodatinpapereiden vastakkaisia reunoja niin, että reunoille pyörineet rakeet palaavat keskustaan. Menetellään seuraavasti: Pyöritetään neljä täyttä ympyrää, ensin myötäpäivään ja sitten vastapäivään. Vieritetään sitten rakeet takaisin keskelle edellä kuvatulla tavalla. Koko sarja toistetaan kolme kertaa (24 pyöritystä, reunoja nostetaan kaksi kertaa). Uusi suodatinpaperi asetetaan varovasti alimman ja sen yllä olevan paperin väliin ja rakeet vieritetään uudelle paperille nostamalla ylemmän paperin reunoja. Rakeet peitetään uudella suodatinpaperilla ja yllä kuvattu sarja toistetaan. Rakeet kaadetaan taarattuun kulhoon välittömästi pyörittämisen jälkeen ja ne punnitaan uudelleen 0,01 gramman tarkkuudella niiden sisältämän kaasuöljyn massan määrittämiseksi.

6.5 *Pyörityksen toistaminen ja uudelleenpunnitus*

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

7. **Tuloksen laskeminen**

7.1 *Laskentamenetelmä ja -kaava*

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

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

jossa

m_1 on seulotun erän (6.2) massa grammoina,

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

Tulokseksi otetaan kahden määrityksen aritmeettinen keskiarvo.

Menetelmä 3

Palavien ainesosien määrittäminen

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

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

2. **Periaate**

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

3. **Reagenssit**

3.1 Kromi(VI)trioksidi CrO_3, analyysilaatua

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

3.3 Hopeanitraattiliuos: 0,1 mol/l

3.4 *Bariumhydroksidi*

Punnitaan 15 grammaa bariumhydroksidia [$Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$] ja liuotetaan se kuumaan veteen. Annetaan jäähtyä ja siirretään yhden litran

▼B

pulloon. Täytetään merkkiin ja sekoitetaan. Suodatetaan taitetun suodatinpaperin läpi.

3.5 Suolahapon standardiliuos: 0,1 mol/l

3.6 Natriumhydroksidin standardiliuos: 0,1 mol/l

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

3.8 Fenolftaleiini: liuos, jossa 2 g/l 60-prosenttisessa etanolissa (tilavuus/tilavuus)

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

3.10 Demineralisoitu vesi, juuri keitetty hiilidioksidin poistamiseksi

4. **Välineistö**

4.1 *Tavalliset laboratoriovälineet, etenkin*

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

— 600 ml:n dekantterilasi

4.2 Paineistettua typpeä.

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

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

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

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

4.3.4 Kaksipintalauhdutin C, 200 mm:n pituinen

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

4.3.6 Jäähaude E, joka pitää Drechsel-pullon viileänä

4.3.7 Kaksi absorptioastiaa F_1 ja F_2, läpimitaltaan 32-35 mm, joiden kaasunjakajana on 10 mm:n pienihuokoinen lasisintteri

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

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

5. **Menettely**

5.1 *Analyysinäyte*

Punnitaan noin 10 grammaa ammoniumnitraattia 0,001 gramman tarkkuudella.

5.2 *Karbonaattien poisto*

Analyysinäyte pannaan reaktiopulloon B. Lisätään 100 ml H_2SO_4:a (3.2). Rakeet liukenevat noin 10 minuutissa huoneen lämpötilassa. Laitteisto kootaan kaavakuvan mukaan: absorptioputken (A) toinen pää liitetään typpisäiliöön (4.2) 5-6 mm elohopeaa vastaavan paineen sisältävän yksisuuntaisen virtauslaitteen kautta ja toinen pää sisääntuloputkeen, joka johtaa reaktiopulloon. Vigreux-jakotislauskolonni (C') ja lauhdutin (C) vesikiertoineen asennetaan paikoilleen. Typen virtaus säädetään niin, että sitä virtaa kohtuullinen määrä liuoksen läpi, liuos kuumennetaan kiehumispisteeseen ja sitä lämmitetään kaksi minuuttia. Tämän ajan kuluttua ei enää pitäisi esiintyä kuplintaa. Jos kuplintaa kuitenkin näkyy, jatketaan lämmittämistä 30 minuuttia. Liuoksen annetaan jäähtyä ainakin 20 minuuttia typen virratessa sen läpi.

Laitteisto kootaan valmiiksi kaavakuvan mukaisesti yhdistämällä lauhdutinputki Drechsel-pulloon (D) ja pullo absorptioastioihin F_1 ja F_2. Typen on virrattava liuoksen läpi kokoamisenkin aikana. Kumpaankin absorptioastiaan (F_1 ja F_2) kaadetaan nopeasti 50 ml bariumhydroksidiliuosta (3.4).

▼B

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

5.3 *Hapetus ja absorptio*

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

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

Suodatetaan nopeasti imusuodatuksella ensin absorptioastian F_2 sisältö ja sen jälkeen astian F_1 sisältö käyttäen sintteriupokasta. Sakka kerätään huuhtelemalla absorptioastiat vedellä (3.10) ja upokas pestään 50 ml:lla samaa vettä. Upokas asetetaan 600 ml:n dekantterilasiin ja lisätään noin 100 ml keitettyä vettä (3.10). Kumpaankin absorptioastiaan kaadetaan 50 ml keitettyä vettä ja typen annetaan kulkea jakajien läpi viiden minuutin ajan. Vesi yhdistetään dekantterilasissa olevan veden kanssa. Toimenpide toistetaan, kunnes jakajat on huuhdeltu perusteellisesti.

5.4 *Orgaanisesta aineksesta peräisin olevien karbonaattien mittaaminen*

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

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

Annetaan jäähtyä ja titrataan takaisin natriumhydroksidiliuoksella (3.6).

6. **Nollakoe**

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

7. **Tuloksen laskeminen**

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

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

jossa

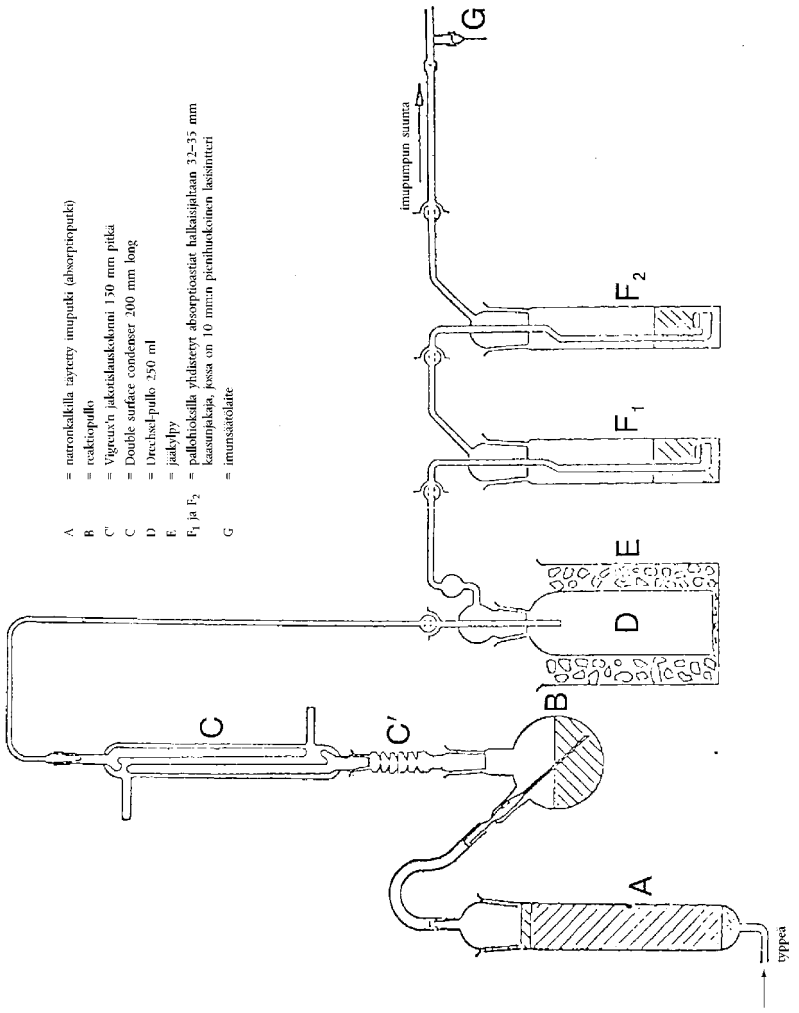
E = koe-erän massa grammoina,

V_1 = lisätyn 0,1-molaarisen suolahapon kokonaistilavuus ml:ina fenolftaleiinin värinmuutoksen jälkeen,

V_2 = takaisintitrauksessa käytetyn 0,1-molaarisen natriumhydroksidiliuoksen tilavuus ml:ina.

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

▼**B**


A = natronkalkilla täytetty imuputki (absorptioputki)
B = reaktiopullo
C' = Vigreux'n jakotislauskolonni 150 mm pitkä
C = Double surface condenser 200 mm long
D = Drechsel-pullo 250 ml
E = jääkylpy
F1 ja F2 = pallohioksilla yhdistetyt absorptioastiat halkaisijaltaan 32–35 mm kaasunjakaja, jossa on 10 mm:n pienihuokoinen lasisintteri
G = imunsäätölaite
imupumpun suunta
typpeä
A
B
C
C'
D
E
F1
F2
G

Kuvio 2

▼B

Menetelmä 4

pH-arvon määrittäminen

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

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

2. **Periaate**

Ammoniumnitraattiliuoksen pH-arvo mitataan pH-mittarilla.

3. **Reagenssit**

Hiilidioksiditon tislattu vesi tai hiilidioksiditon demineralisoitu vesi.

3.1 *Puskuriliuos, pH 6,88 20 °C:ssa*

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

3.2 *Puskuriliuos, pH 4,00 20 °C:ssa*

Liuotetaan 10,21 ± 0,01 grammaa kaliumvetyftalaattia ($KHC_8O_4H_4$) veteen, siirretään 1 000 ml:n mittapulloon, täytetään merkkiin ja sekoitetaan.

Liuosta säilytetään ilmatiiviissä astiassa.

3.3 Kaupallisilta markkinoilta saatavaa pH-standardiliuosta voidaan käyttää.

4. **Välineistö**

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

5. **Menettely**

5.1 *pH-mittarin kalibrointi*

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

5.2 *Määritys*

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

6. **Tuloksen laskeminen**

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

Menetelmä 5

Hiukkaskoon määrittäminen

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä runsastyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden seulomiseksi.

2. **Periaate**

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

▼B

3. **Välineistö**

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

3.2 Vaaka, jolla voidaan punnita 0,1 gramman tarkkuudella

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

4. **Menettely**

4.1 Näyte jaetaan edustavasti noin 100 gramman eriin.

4.2 Yksi eristä punnitaan 0,1 gramman tarkkuudella.

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

4.4 Seulaa ravistetaan joko käsin tai koneella sekä pysty- että vaakasuunnassa. Jos ravistetaan käsin, seulaa kopautetaan toisinaan. Tätä jatketaan 10 minuuttia tai siihen asti, että määrä, joka läpäisee kunkin seulan minuutissa, jää alle 0,1 gramman.

4.5 Seulat irrotetaan kukin vuorollaan ja niihin kasaantunut materiaali kerätään. Tarvittaessa harjataan kevyesti pehmeällä harjalla seulan kääntöpuolelta.

4.6 Kuhunkin seulaan sekä säiliöön kertynyt aines punnitaan 0,1 gramman tarkkuudella.

5. **Tulosten arviointi**

5.1 Muunnetaan hiukkasmassat kokonaishiukkasmassan (ei alkuperäismäärän) prosenttiosaksi.

Lasketaan säiliössä olevan materiaalin prosenttiosuus (ts. > 0,5 mm): A %.

Lasketaan 0,5 mm:n seulalla saadun materiaalin prosenttiosuus: B %.

Lasketaan 1,0 mm:n seulan läpäisseen materiaalin prosenttiosuus ts. (A + B) %.

Hiukkasmassojen summan tulisi olla enintään 2 % alkuperäisestä massasta.

5.2 On tehtävä vähintään kaksi erillistä analyysia. A:n rinnakkaistulosten ei tulisi erota enempää kuin 1,0 % toisistaan eikä B:n enempää kuin 1,5 % (absoluuttisesti). Jos näin ei ole, koe toistetaan.

6. **Tuloksen ilmoittaminen**

Tulos ilmoitetaan kahden määrityksen keskiarvona A:lle ja A + B:lle.

Menetelmä 6

Klooripitoisuuden määrittäminen (kloridi-ioneina)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

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

2. **Periaate**

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

3. **Reagenssit**

Kloriditon tislattu vesi tai kloriditon demineralisoitu vesi.

3.1 Asetoni AR.

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

▼B

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

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

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

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

4. **Välineistö**

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

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

4.3 Magneettisekoitin, jossa on teflonpeitteinen sauva

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

5. **Menettely**

5.1 *Hopeanitraattiliuoksen standardointi*

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

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

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

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

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

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

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

jossa

V_o on hopeanitraattiliuoksen kokonaismäärä millilitroina suurinta potentiaalinhyppäystä Δ_1E edeltävässä kohdassa,

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

b on Δ_2E:n viimeinen positiivinen arvo,

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

▼B

5.2 *Nollakoe*

Suoritetaan nollakoe ja otetaan se huomioon lopputulosta laskettaessa.

Reagenssien nollakokeen tulos V_4 millilitroina ilmoitettuna saadaan seuraavasta yhtälöstä:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

jossa

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

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

5.3 *Tarkistuskoe*

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

5.4 *Määritys*

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

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

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

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

6. **Tuloksen laskeminen**

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

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

jossa

T on käytetyn hopeanitraattiliuoksen konsentraatio, mol/l,

V_4 on nollakokeen (5.2) tulos millilitroina,

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

m on koeannoksen massa grammoina.

Taulukko 1 - Esimerkki

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

▼B

Hopeanitraattiliuoksen määrä V (ml)	Jännite E (mV)	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
5,20	319	13	

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

Menetelmä 7

Kuparin määrittäminen

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

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

2. **Periaate**

Näyte liuotetaan laimeaan suolahappoon ja kuparipitoisuus määritetään atomiabsorptiospektrofotometrillä.

3. **Reagenssit**

3.1 Suolahappo (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml)

3.2 Suolahappo, 6 mol/l liuos

3.3 Suolahappo, 0,5 mol/l liuos

3.4 Ammoniumnitraatti

3.5 Vetyperoksidi, 30-prosenttinen (massa/tilavuus)

3.6 Kupariliuos ([1]) (varastoliuos): punnitaan 1 gramma puhdasta kuparia 0,001 g:n tarkkuudella, liuotetaan 25 ml:aan 6-molaarista suolahappoa (3.2), lisätään 5 ml vetyperoksidia (3.5) annoksittain ja laimennetaan 1 litraksi vedellä. 1 ml tätä liuosta sisältää 1 000 mikrogrammaa kuparia (Cu).

3.6.1 Kupariliuos (laimennettu): pipetoidaan 10 ml varastoliuosta (3.6) 100 ml:aan vettä ja pipetoidaan 10 ml tätä liuosta 100 ml:aan vettä. 1 ml lopullista liuosta sisältää 10 mikrogrammaa kuparia (Cu).

Valmistetaan liuos käyttöhetkellä.

4. **Välineistö**

Atomiabsorptiospektrofotometri, johon kuuluu kuparilamppu (324,8 nm)

5. **Menettely**

5.1 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

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

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

([1]) Kaupallisesti saatavaa kuparistandardiliuosta voidaan käyttää.

▼B

Suodatetaan kuparittoman suodatinpaperin ([1]) läpi ja hylätään ensimmäiset 50 ml.

5.2 *Nollaliuos*

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

5.3 *Määritys*

5.3.1 Näyte- ja nollakoeliuoksen valmistaminen

Laimennetaan analyysiliuos (5.1) ja nollaliuos (5.2) 0,5-molaarisella suola-hapolla (3.3) kuparikonsentraatioltaan sopivaksi spektrometrin optimaaliselle mittausalueelle. Laimentamista ei tavallisesti tarvita.

5.3.2 Kalibrointiliuosten valmistaminen

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

5.4 *Mittaaminen*

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

Määritetään näyte- ja nollaliuoksen kuparipitoisuus kalibrointikäyrän avulla.

6. **Tuloksen laskeminen**

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

4. **Räjähtämättömyyden määrittäminen**

4.1 *Tarkoitus ja soveltamisala*

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä runsaasti typpeä sisältävien ammoniumnitraattilannoitteiden räjähtämättömyyden määrittämiseksi.

4.2 *Periaate*

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

4.3 *Materiaalit*

4.3.1 83-86 % pentriittiä sisältävä muoviräjähde

Tiheys: 1 500-1 600 kg/m^3

Räjähdysnopeus: 7 300-7 700 m/s

Massa: 500 ± 1 grammaa.

4.3.2 Seitsemän pituussuunnassa joustavaa sytytyslankaa, joiden päällys ei sisällä metallia

Täyttömassa: 11-13 g/m

Kunkin langan pituus: 400 ± 2 mm.

4.3.3 Sekundaarisesta räjähdysaineesta puristettu pelletti sytyttimen asettamista varten

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

([1]) Whatman 541 tai vastaava.

▼B

Tiheys: 1 500-1 600 kg/m^3

Halkaisija: 19-21 mm

Korkeus: 19-23 mm

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

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

Ulkohalkaisija: 113,1-115,0 mm

Seinän paksuus: 5,0-6,5 mm

Pituus: 1 005 (± 2) mm.

4.3.5 Pohjalevy

Materiaali: hyvin hitsautuva teräs

Ulottuvuudet: 160 × 160 mm

Paksuus: 5-6 mm.

4.3.6 Kuusi lyijysylinteriä

Halkaisija: 50 (± 1) mm

Korkeus: 100-101 mm

Materiaali: pehmeä lyijy, jonka puhtausaste on vähintään 99,5 %.

4.3.7 Teräsharkko

Pituus: vähintään 1 000 mm

Leveys: vähintään 150 mm

Korkeus: vähintään 150 mm

Massa: vähintään 300 kg, jollei teräsharkolla ole vakaata perustaa.

4.3.8 Lisälataukseen tarvittava muovi- tai pahvisylinteri

Seinän paksuus: 1,5-2,5 mm

Halkaisija: 92-96 mm

Korkeus: 64-67 mm.

4.3.9 Sytytin (sähköinen tai muu kuin sähköinen), jonka sytytysvoima on 8-10

4.3.10 Puukiekko

Halkaisija: 92-96 mm, jonka on sovittava muovi- tai pahvisylinterin (4.3.8) sisähalkaisijaan.

Paksuus: 20 mm.

4.3.11 Puusauva, jonka ulottuvuudet ovat samat kuin sytyttimellä (4.3.9)

4.3.12 Nuppineuloja (maksimipituus 20 mm)

4.4 *Menettely*

4.4.1 Teräsputkeen työnnettävän räjähdyspanoksen valmistaminen

Tarvikkeiden mukaan räjähdyspanos voidaan sytyttää kahdella tavalla.

4.4.1.1 Seitsemän kohdan samanaikainen sytytys

Käyttövalmis räjähdyspanos esitetään kuvassa 1.

4.4.1.1.1 Porataan puukiekkoon (4.3.10) reiät kiekon akselin keskuksen läpi sekä rinnakkain symmetrisesti 55 mm halkaisijasta sijaitsevan samankeskisen kehän läpi. Reikien halkaisijan tulee olla 6-7 mm (ks. kuvion 1 sarakkeet A-B) käytettävän sytytyslangan halkaisijan mukaan (4.3.2).

4.4.1.1.2 Leikataan seitsemän 400 mm:n mittaista joustavaa sytytyslankaa (4.3.2). Räjähdysaineen valumista sytytyslangan päistä vältetään leikkaamalla lanka siististi ja sulkemalla leikkauspäät liimalla. Kukin lanka työnnetään puukiekossa (4.3.10) olevien reikien läpi siten, että lankojen päät työntyvät muutaman senttimetrin päähän kiekon toiselta puolelta. Pieni nuppineula (4.3.12) työnnetään poikittain kunkin sytytys-

▼B

langan tekstiilisuojukseen 5-6 mm päähän langan päästä ja langan ympärille pannaan liimaa 2 cm:n leveydeltä nuppineulan vieressä olevaan kohtaan. Lopuksi vedetään jokaista lankaa sen pitkästä päästä, niin että nuppineula ja puukiekko koskevat toisiaan.

4.4.1.1.3 Muotoillaan muoviräjähde (4.3.1) 92-96 mm:n läpimittaiseksi sylinteriksi siten, että se mahtuu sylinteriin (4.3.8). Tämä sylinteri asetetaan pystyasentoon tasaiselle alustalle ja työnnetään muovailtu räjähde sisään. Työnnetään tämän jälkeen sylinterin yläosaan puukiekko ([1]), johon on kiinnitetty seitsemän sytytyslankaa, ja painetaan se alas räjähteeseen. Sylinterin korkeus (64-67 mm) säädetään siten, että sen yläreuna ei ulotu puutason yläpuolelle. Lopuksi sylinteri kiinnitetään koko ympärykseltään puukiekkoon esim. niiteillä tai pienillä nauloilla.

4.4.1.1.4 Ryhmitetään sytytyslankojen vapaat päät puusauvan (4.3.11) ympärille siten, että lankojen päät ovat kaikki sauvan kanssa samassa sauvaan nähden kohtisuorassa tasossa. Kiinnitetään langat kimpuksi sauvan ympärille teipillä ([2]).

4.4.1.2 Puristepallon keskussytytys

Käyttövalmis räjähdyspanos esitetään kuvassa 2.

4.4.1.2.1 Puristepallon valmistaminen

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

(Läpimitan suhteen korkeuteen pitäisi olla likimain 1:1)

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

4.4.1.2.2 Räjähdyspanoksen valmistaminen

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

4.4.2 Räjähtämättömyyskokeisiin tarvittavien teräsputkien valmistaminen

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

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

4.4.3 Teräsputken täyttäminen ja lataaminen

(Ks. kuviot 1 ja 2)

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

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

([1]) Puukiekon halkaisijan täytyy vastata sylinterin sisähalkaisijaa.

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

▼B

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

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

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

4.4.4 Teräsputken ja lyijysylinterien asettaminen (ks. kuvio 3)

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

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

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

4.4.5 Räjähdyksen valmistelu

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

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

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

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

4.4.5.4 Räjäytetään räjähde.

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

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

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

4.4.8 Kutakin näytettä kohti on suoritettava kaksi räjähdyskoetta.

4.5 *Koeraportti*

Seuraavien muuttujien arvot on ilmaistava kunkin räjähdyskokeen koeraportissa:

— teräsputken ulkohalkaisijan ja seinän paksuuden mitatut arvot,

▼B

— teräsputken Brinell-kovuus,

— putken ja näytteen lämpötila hiukan ennen räjäyttämistä,

— näytteen pakkaustiheys (kg/m^3) teräsputkessa,

— kunkin lyijysylinterin korkeus räjäytyksen jälkeen erittelemällä vastaava sylinterinumero,

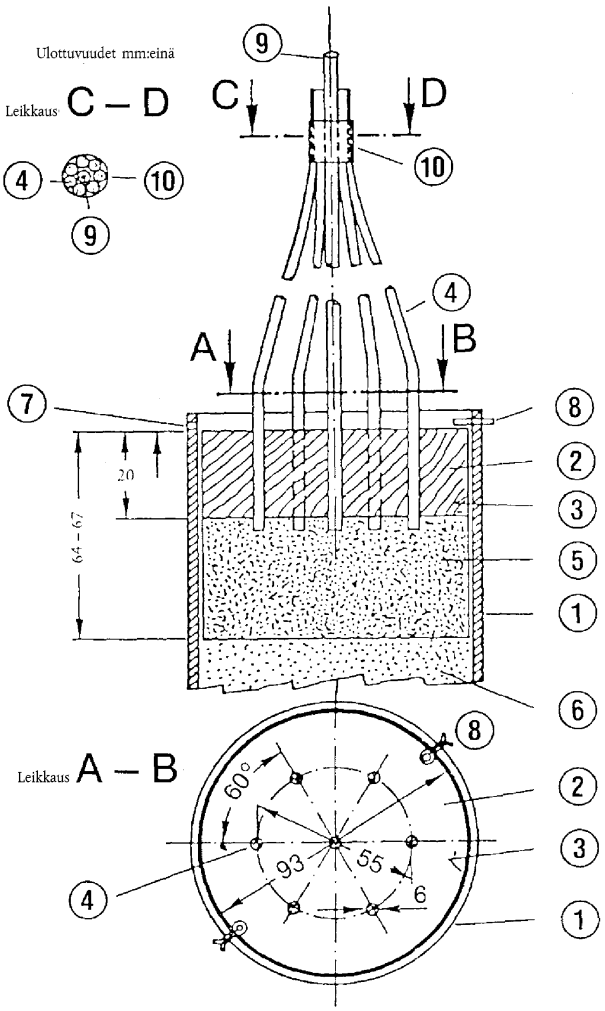
— räjähdyspanokseen käytetty sytytysmenetelmä.

4.5.1 Koetulosten arvioiminen

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

▼B

Seitsemän kohdan samanaikainen tehostinlataus



① Teräsputki

② Seitsemänreikäinen puukiekko

③ Muovi- tai pahvisylinteri

④ Sytytyslangat

⑤ Muoviräjähde

⑥ Näyte

⑦ Saksisokkaan ⑧ porattu, halkaisijaltaan 4 mm:n reikä

⑧ Saksisokka

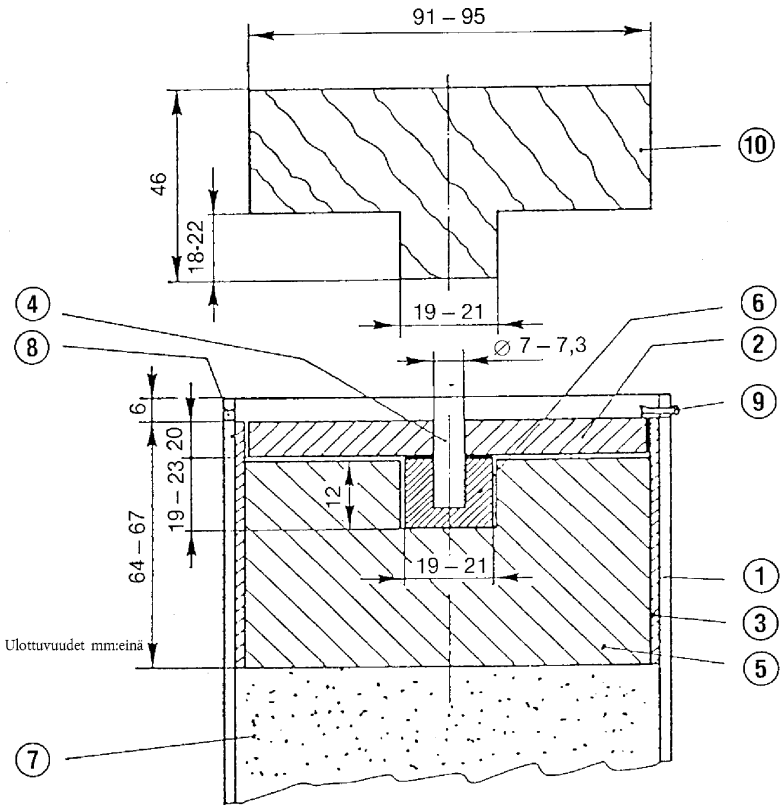
⑨ Puusauva, joka on ympäröity sytytyslangalla ④

⑩ Kiinnitysteippi, jolla sytytyslanka ④ kiinnitetään lujasti puusauvan ⑨ ympärille

Kuvio 1

▼B

Keskeltä sytytettävä tehostinlataus



① Teräsputki

② Puukiekko

③ Muovi- tai pahvisylinteri

④ Puusauva

⑤ Muoviräjähde

⑥ Puristepelletti

⑦ Näyte

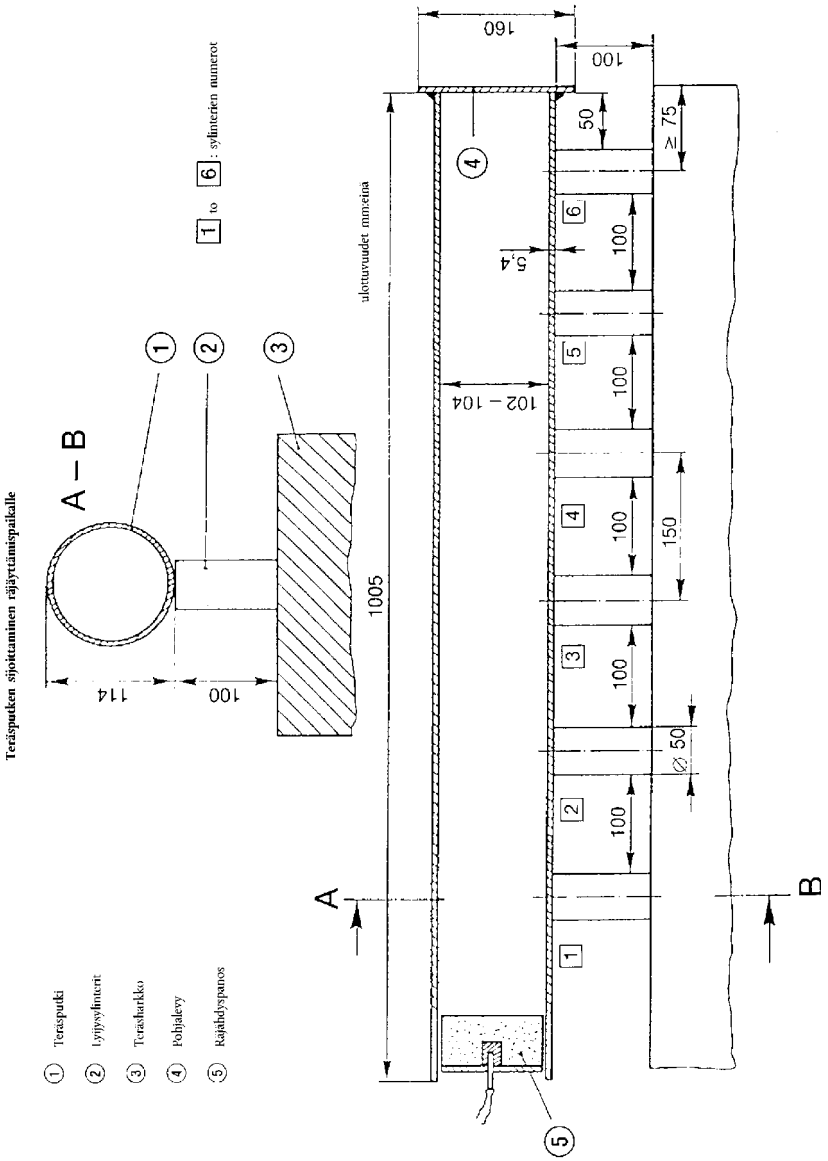
⑧ Saksisokkaa varten ⑧ porattu, halkaisijaltaan 4 mm:n reikä

⑨ Saksisokka

⑩ Puumuotti muoviräjähdettä ⑤ varten

Kuvio 2

▼**B**


Teräsputken sijoittaminen räjäyttämispaikalle
A – B
1 to 6 : sylinterien numerot
ulottuvuudet mmeinä
1 Teräsputki
2 Lyijysylinterit
3 Teräsharkko
4 Pohjalevy
5 Räjähdyspanos
114
100
160
100
50
≥ 75
5,4
102 – 104
1005
150
∅ 50
A
B

Kuvio 3

▼B

LIITE IV

NÄYTTEENOTTO- JA ANALYYSIMENETELMÄT

A. LANNOITTEIDEN VALVONNASSA KÄYTETTÄVÄ NÄYTTEENOTTOMENETELMÄ

JOHDANTO

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

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

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

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

2. **Näytteenottajat**

Näytteitä saavat ottaa vain jäsenvaltioiden kyseiseen tehtävään valtuuttamat erikoistuneet näytteenottajat.

3. **Määritelmät**

Tutkittava erä: tuoteyksikkömäärä, jonka katsotaan olevan ominaisuuksiltaan tasalaatuinen.

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

Kokoomanäyte: tutkittavan erän eri kohdista otetuista osanäytteistä muodostettu kokonaisnäyte.

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

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

4. **Välineistö**

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

4.2 *Kiinteiden lannoitteiden näytteenottoon tarkoitetut välineet*

4.2.1 Käsinäytteenotto

4.2.1.1 Tasapohjainen kauha, jossa on pystysuorat sivuseinämät

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

4.2.2 Mekaaninen näytteenotto

Liikkuvan lannoitteen näytteenotossa voidaan käyttää hyväksyttyä mekaanista laitetta.

4.2.3 Näytteenjakolaite

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

4.3 *Nestemäisten lannoitteiden näytteenottoon tarkoitetut välineet*

4.3.1 Käsinäytteenotto

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

▼B

4.3.2 Mekaaninen näytteenotto

Liikkuvien nestemäisten lannoitteiden näytteenottoon voidaan käyttää hyväksyttyä mekaanista laitetta.

5. **Määrää koskevat vaatimukset**

5.1 *Tutkittava erä*

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

5.2 *Osanäytteet*

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

5.2.1.1 Tutkittava erä enintään 2,5 tonnia:

Pienin sallittu osanäytteiden lukumäärä: seitsemän.

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

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

5.2.1.3 Tutkittava erä yli 80 tonnia:

Pienin sallittu osanäytteiden lukumäärä: 40.

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

5.2.2.1 Yli 1 kg:n pakkaukset

5.2.2.1.1 Tutkittavassa erässä alle 5 pakkausta:

Pienin sallittu tutkittavien pakkausten lukumäärä, joista otetaan osanäyte ([2]): kaikki pakkaukset.

5.2.2.1.2 Tutkittavassa erässä 5-16 pakkausta:

Pienin sallittu tutkittavien pakkausten lukumäärä, joista otetaan osanäyte ([2]): neljä.

5.2.2.1.3 Tutkittavassa erässä 17-400 pakkausta:

Pienin sallittu tutkittavien pakkausten lukumäärä, joista otetaan osanäyte ([2]):
$\sqrt{\text{tutkittavassa erässä olevien pakkausten määrä}}$ ([1])

5.2.2.1.4 Tutkittavassa erässä yli 400 pakkausta:

Pienin sallittu tutkittavien pakkausten lukumäärä, joista otetaan osanäyte ([2]): 20.

5.2.2.2 Enintään 1 kg:n pakkaukset:

Pienin sallittu tutkittavien pakkausten lukumäärä, joista otetaan osanäyte ([2]): neljä.

5.3 *Kokoomanäyte*

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

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

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

5.3.2.1 Yli 1 kg:n pakkaukset: 4 kg.

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

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

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

▼B

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

5.4 *Lopullinen näyte*

Lopullinen näyte on kokoomanäyte tarpeen mukaan supistettuna. Analyysi tehdään vähintään yhdestä lopullisesta näytteestä. Analyysia varten valmistetun lopullisen näytteen on oltava massaltaan vähintään 500 g.

5.4.1 Kiinteät ja nestemäiset lannoitteet

5.4.2 Näyte ammoniumnitraattilannoitteesta

Tarvittaessa kokoomanäytteestä saadaan lopullinen näyte kokeita varten määrää pienentämällä.

5.4.2.1 Pienin sallittu lopullisen näytteen massa liitteessä III olevan 1 jakson kokeissa: 1 kg.

5.4.2.2 Pienin sallittu lopullisen näytteen massa liitteessä III olevan 2 jakson kokeissa: 25 kg.

6. **Ohjeet näytteen ottoa, esikäsittelyä ja pakkaamista varten**

6.1 *Yleistä*

Näytteet otetaan ja valmistetaan mahdollisimman nopeasti noudattaen varotoimenpiteitä, joilla varmistetaan, että näytteet pysyvät tutkittavana olevaa lannoitetta edustavina. Kaikkien välineiden sekä pintojen ja astioiden, jotka joutuvat kosketuksiin näytteiden kanssa, tulee olla puhtaat ja kuivat.

Nestemäisen lannoitteen ollessa kyseessä tutkittava erä olisi mahdollisuuksien mukaan sekoitettava ennen näytteenottoa.

6.2 *Osanäytteet*

Osanäytteet otetaan satunnaistetusti koko tutkittavasta erästä ja niiden tulee olla likimain samansuuruisia.

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

Tutkittava erä jaetaan kuviteltuihin suunnilleen samansuuruisiin osiin. Osien lukumäärä valitaan satunnaistetusti siten, että se vastaa 5.2 kohdan mukaista osanäytteiden määrää. Jokaisesta osasta otetaan vähintään yksi näyte. Milloin yli 100 kg:n vetoisissa astioissa olevien irtolannoitteiden tai nestemäisten lannoitteiden näytteenotossa ei voida noudattaa kohdan 5.1 vaatimuksia, näytteenotto tulisi suorittaa tutkittavaa erää siirrettäessä (lastauksen tai purkamisen yhteydessä). Tässä tapauksessa näytteet otetaan edellä mainitulla tavalla satunnaisesti valituista, kuvitelluista osista.

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

Kun 5.2 kohdan mukainen lukumäärä pakkauksia on valittu näytteenottoa varten, poistetaan osa jokaisen pakkauksen sisällöstä. Tarvittaessa näytteet on otettava vasta sitten, kun pakkaukset on erikseen tyhjennetty.

6.3 *Kokoomanäytteen esikäsittely*

Kokoomanäyte on muodostettava sekoittamalla osanäytteet keskenään huolellisesti.

6.4 *Lopullisen näytteen esikäsittely*

Kokoomanäyte on muodostettava sekoittamalla osanäytteet keskenään huolellisesti ([1]).

Tarvittaessa kokoomanäyte supistetaan ensin ainakin kahden kilogramman painoiseksi (supistettu näyte) käyttämällä joko mekaanista näytteenjakolaitetta tai neljään osaan jakamisen periaatetta.

Valmistetaan vähintään kolme suunnilleen saman kokoista lopullista näytettä 5.4 kohdan määrällisten vaatimusten mukaisesti. Kukin näyte

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

▼B

pannaan sopivaan ilmatiiviiseen astiaan. Jotta vältettäisiin näytteen ominaisuuksien muuttuminen, noudatetaan kaikkia tarpeellisia varotoimia.

Liitteessä III olevan 1 ja 2 jakson mukaisiin kokeisiin tarkoitettuja lopullisia näytteitä on säilytettävä 0-25 °C:n lämpötilassa.

7. **Lopullisen näytteen pakkaaminen**

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

8. **Näytteenottopöytäkirja**

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

9. **Näytteiden lähettäminen**

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

B. LANNOITTEIDEN ANALYYSIMENETELMÄT

(Katso sisällysluettelo s. 2.)

Yleistä

Laboratoriovälineet

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

Tarkistusmittaukset

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

Lannoitteiden analyysimenetelmiä koskevat yleiset määräykset

1. Reagenssit

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

2. Vesi

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

3. Laboratoriovälineet

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

▼B

Menetelmä 1

Näytteen esikäsittely analysointia varten

1. **Tarkoitus**

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

2. **Periaate**

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

— toisaalta analyysimenetelmissä määrätty pienin punnitus edustaa laboratorionäytettä

— toisaalta lannoitteen hiukkaskoko ei ole voinut näytteen esikäsittelyssä muuttua niin, että lannoitteen liukoisuus eri uuttoreagenssissa muuttuu merkittävästi.

3. **Välineistö**

Näytteenjakolaite (ei välttämätön).

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

250 ml:n vetoisia ilmatiiviisti suljettavia pulloja.

Posliinisurvin ja huhmare tai jauhin.

4. **Käytettävän käsittelytavan valintaAlkuhuomautus:**

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

4.1 *Lopulliset näytteet, joita ei saa jauhaa*

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

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

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

4.3 *Lopulliset näytteet, joiden kaikki määritykset tehdään jauhetulle valmisteelle*

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

5. **Menettely**

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

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

▼B

6. **Erityistapaukset**

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

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

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

Jäännös punnitaan ja sen massa otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

c) Valmisteet, jotka hajoavat kuumennettaessa

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

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

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

Menetelmät 2

Typpi

Menetelmä 2.1

Ammoniumtypen määritys

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä ammoniumtypen määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

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

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

3. **Periaate**

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

4. **Reagenssit**

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

▼B

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

▼M4

4.2	Rikkihappo: 0,05 mol/l	muunnokseen a
4.3	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,1 mol/l	
4.4	Rikkihappo: 0,1 mol/	muunnokseen b (ks. huomautus 2)
4.5	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,2 mol/l	
4.6	Rikkihappo: 0,25 mol/l	muunnokseen c (ks. huomautus 2)
4.7	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,5 mol/l	

▼B

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

4.9 *Indikaattoriliuokset*

4.9.1 Seosindikaattori

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

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

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

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

4.9.2 Metyylipunaindikaattoriliuos

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

4.10 Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

4.11 Ammoniumsulfaatti, analyysia varten

5. **Välineistö**

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

Huomautus 1:

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

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

5.3 500 ml:n mittapullo

5.4 Pyörivä ravistin (35-40 kierrosta minuutissa)

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Liuoksen valmistaminen*

Näytteen liukoisuuskoe suoritetaan huoneenlämpöisessä vedessä 2 %:n mittasuhteessa (paino/tilavuus). Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella tau-

▼B

lukon 1 mukaisesti 5 tai 7 tai 10 g valmistettua näytettä, joka pannaan 500 ml:n mittapulloon. Liukoisuuskokeen tuloksen mukaisesti toimitaan seuraavasti:

a) Täydellisesti veteen liukenevat valmisteet

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

b) Valmisteet, jotka eivät liukene kokonaan veteen

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

7.2 *Liuoksen analysoiminen*

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

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

Kootaan tislauslaitteisto ja ammoniakin karkaamista varoen lisätään tislauspulloon 10 ml tai, mikäli testinäytteen liuottamiseksi on käytetty 20 ml suolahappoa (4.1), 20 ml väkevää natriumhydroksidiliuosta (4.8). Kuumennetaan pulloa hitaasti välttäen kovaa kiehumista. Kun liuos alkaa kiehua, tislataan noin 100 ml 10-15 minuutissa; tislattua liuosta tulisi olla noin 250 ml [2]. Kun ammoniakin kehittyminen on todennäköisesti lakannut, lasketaan keruupulloa niin, että jäähdyttimen jatkoputken pää on nesteen pinnan yläpuolella.

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

Huomautus 2:

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

7.3 *Nollakoe*

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

7.4 *Tarkistusmittaus*

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

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Analyysin tuloksena saadun ammoniumtypen määrä lannoitteessa ilmoitetaan prosentteina.

---

[1] Pipetoidun erän sisältämän ammoniumtypen määrä on taulukon 1 mukaan noin:
— 0,05 g muunnoksessa a,
— 0,10 g muunnoksessa b,
— 0,20 g muunnoksessa c.

[2] Jäähdytin on säädettävä niin, että ainetta kondensoituu jatkuvasti. Tislauksen tulisi olla valmis 30-40 minuutissa.

▼B

9. **Liitteet**

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

Taulukko 1

Lannoitteiden sisältämän ammoniumtypen ja ammonium- ja nitraattitypen määritys

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

Muunnos a

Tislattavan ammoniumtypen suurin sallittu määrä noin: 50 mg.

▼M4

Keruupulloon pantavan 0,05-molaarisen rikkihapon määrä: 50 ml.

▼B

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

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

[a] Tuloksen ilmoittamisessa tarvittavaa kaavaa varten:

— 50 tai 35 = millilitraa rikkihapon standardiliuosta, joka pannaan keruupulloon;
— A = millilitraa natrium- tai kaliumhydroksidia takaisintitrauksessa;
— F = kerroin, joka käsittää punnittavan määrän, laimennuksen, tislaukseen pipetoidun näyteliuoksen määrän ja sitä vastaavan tilavuuden.

Muunnos b

Tislattavan ammoniumtypen suurin sallittu määrä noin: 100 mg.

▼M4

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

▼B

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

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

▼B

Vakuutus (% N)	Punnittava määrä (g)	Laimennus (ml)	Tislattava näyteliuos (ml)	Tuloksen ilmoittaminen (a) (N % = (50 - A) × F)
20–40	7	500	20	(50 – A) × 1,00

(a) Tuloksen ilmoittamisessa tarvittavaa kaavaa varten:

— 50 tai 35 = millilitraa rikkihapon standardiliuosta, joka pannaan keruupulloon;
— A = millilitraa natrium- tai kaliumhydroksidia takaisintitrauksessa;
— F = kerroin, joka käsittää punnittavan määrän, laimennuksen, tislaukseen pipetoidun näyteliuoksen määrän ja sitä vastaavan tilavuuden.

Muunnos c

Tislattavan ammoniumtypen suurin sallittu määrä noin: 200 mg.

▼M4

Keruupulloon pantavan 0,25-molaarisen rikkihapon määrä: 35 ml.

▼B

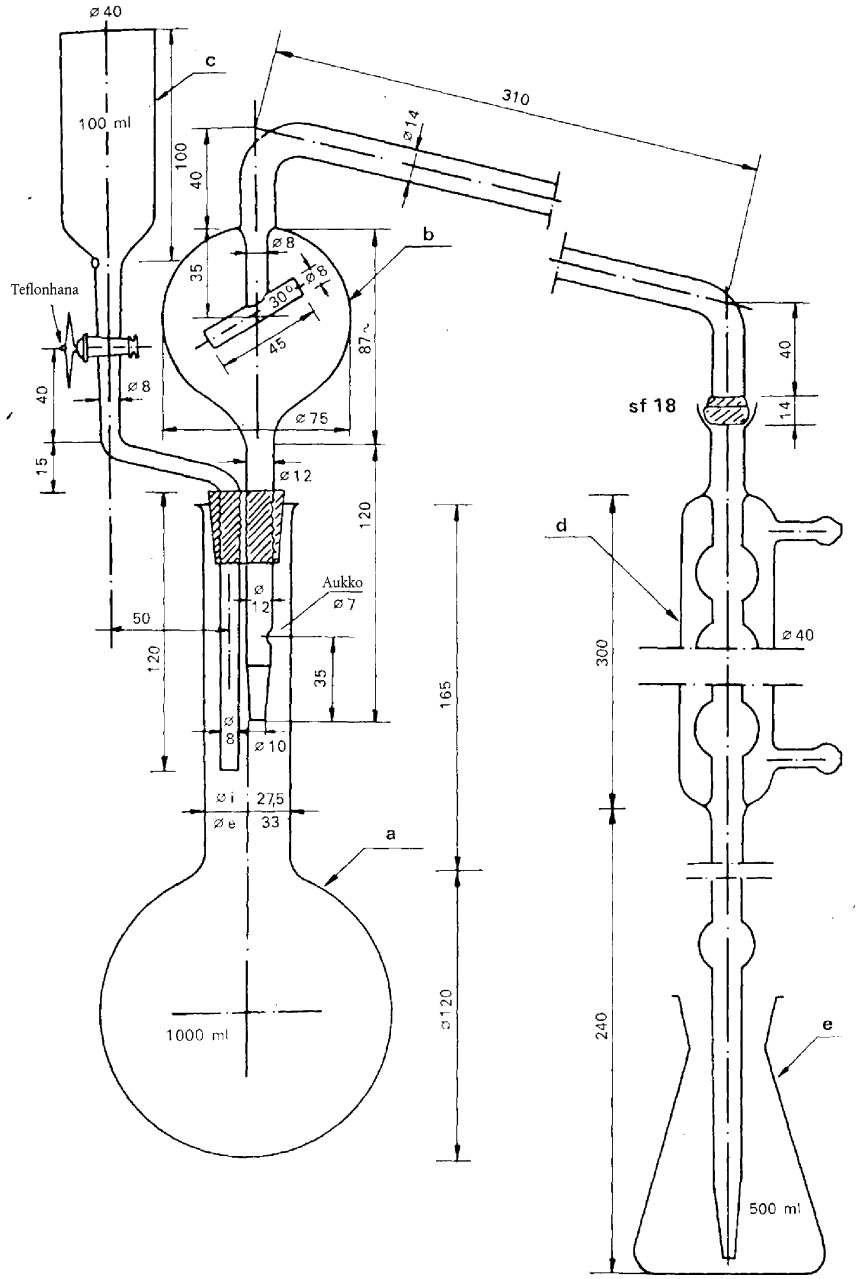
Takaisintitraus NaOH:lla tai KOH:lla, 0,5 mol/l.

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

(a) Tuloksen ilmoittamisessa tarvittavaa kaavaa varten:

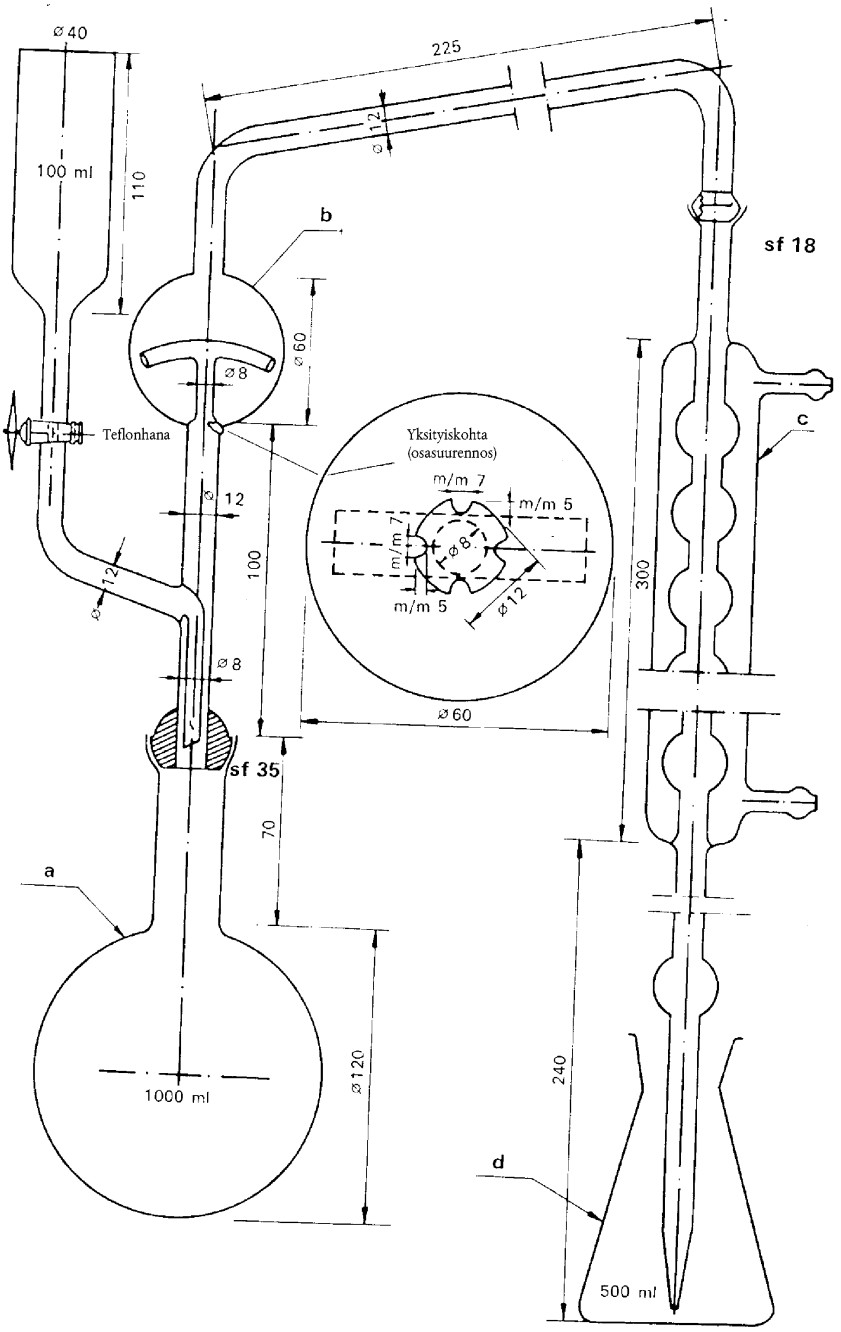
— 50 tai 35 = millilitraa rikkihapon standardiliuosta, joka pannaan keruupulloon;
— A = millilitraa natrium- tai kaliumhydroksidia takaisintitrauksessa;
— F = kerroin, joka käsittää punnittavan määrän, laimennuksen, tislaukseen pipetoidun näyteliuoksen määrän ja sitä vastaavan tilavuuden.

▼B


ø 40
c
100 ml
100
40
310
ø 14
b
ø 8
ø 8
35
30°
45
87 ~
Teflonhana
ø 8
40
ø 75
15
ø 12
120
sf 18
40
14
d
Aukko
ø 7
ø 12
50
120
35
165
ø 8
ø 10
ø i 27,5
ø e 33
a
1000 ml
≈ 120
300
ø 40
240
e
500 ml

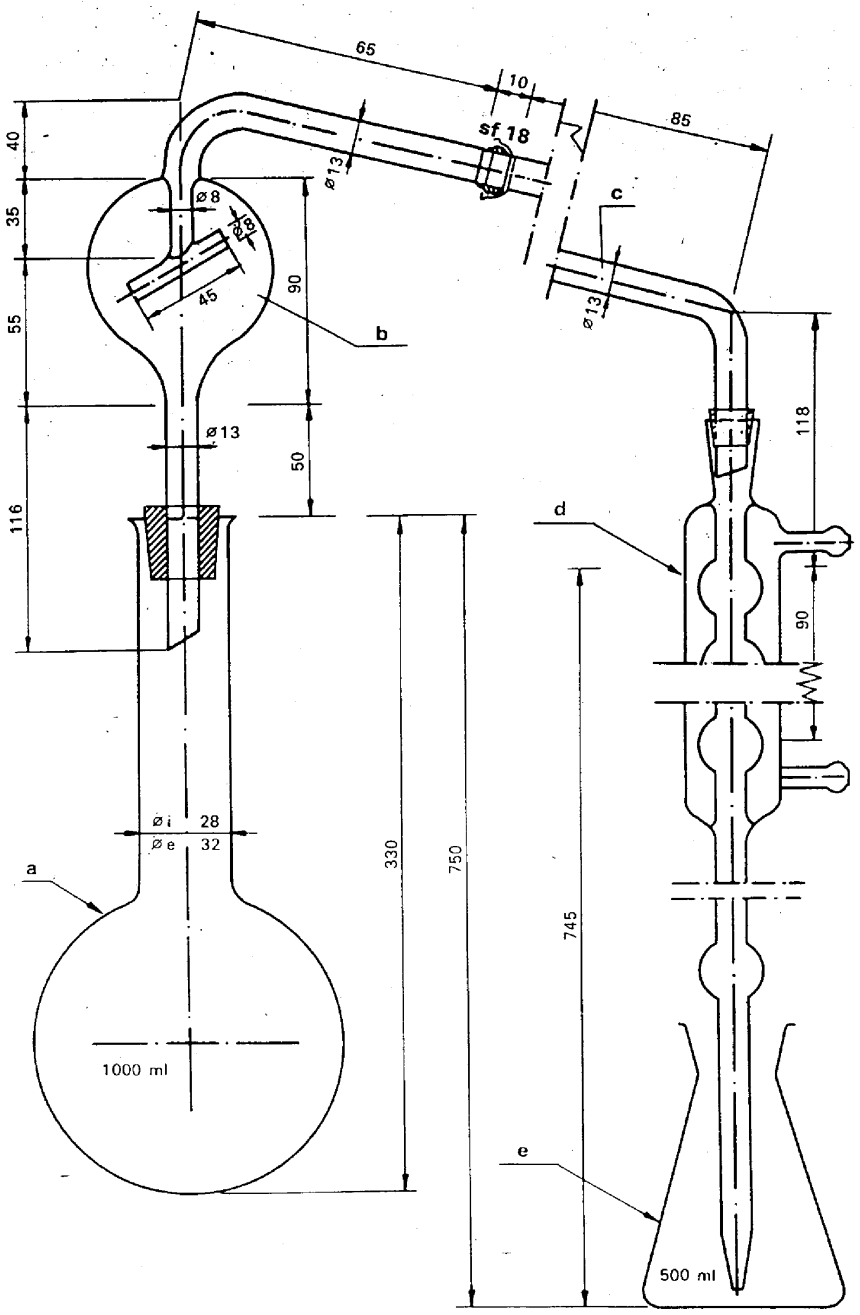
Kuvio 1

▼B


ø 40
100 ml
110
225
ø 12
b
sf 18
ø 60
ø 8
Teflonhana
Yksityiskohta
(osasuurennos)
m/m 7
m/m 5
m/m 7
ø 8
m/m 5
ø 12
ø 12
100
300
c
ø 8
ø 60
sf 35
70
a
ø 120
1000 ml
240
d
500 ml

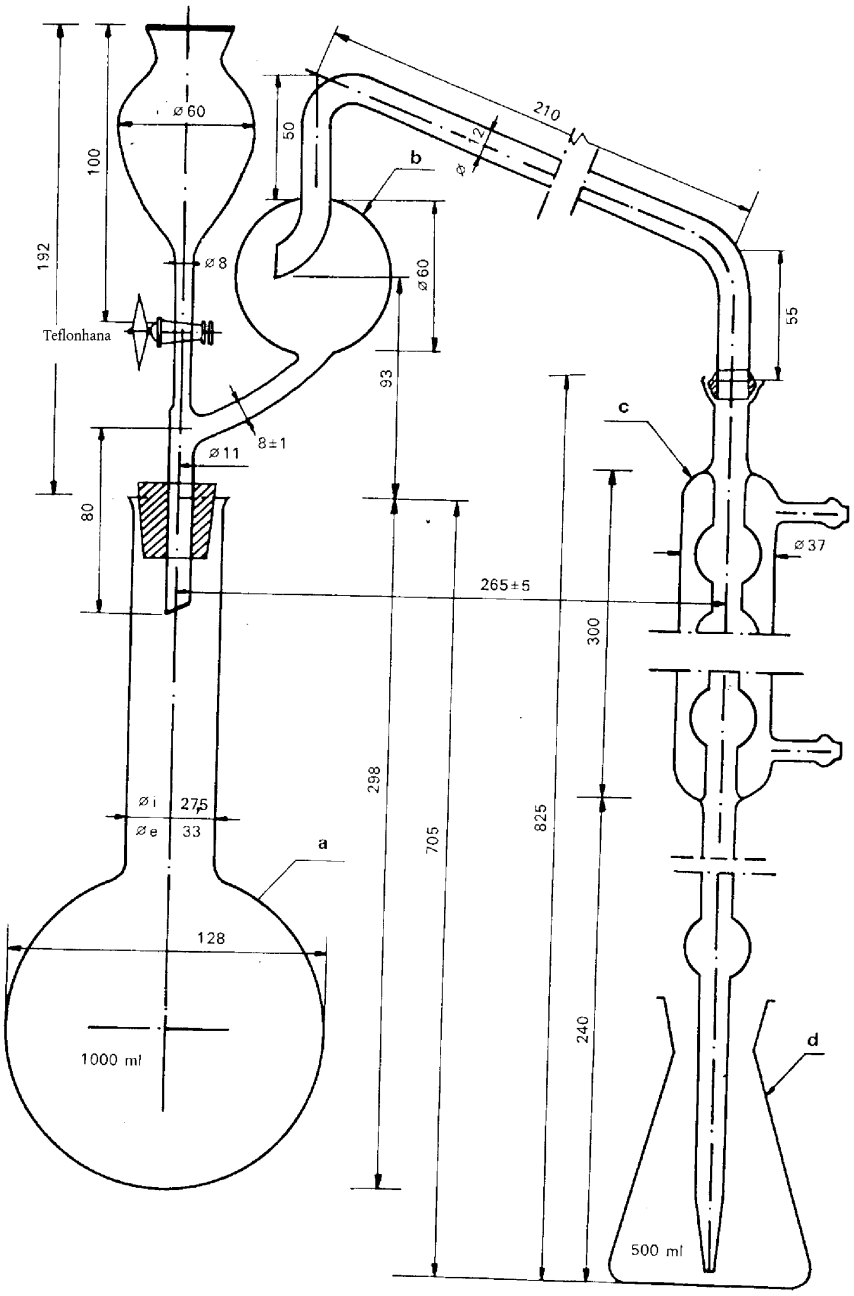
Kuvio 2

▼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

Kuvio 3

▼B


ø 60
100
192
50
210
12
b
ø 8
ø 60
55
Teflonhana
93
c
8±1
ø 11
80
ø 37
265±5
300
298
705
825
ø i
27,5
ø e
33
a
128
1000 ml
240
d
500 ml

Kuvio 4

▼B

Kuvioiden 1, 2, 3 ja 4 selitykset

Kuvio 1

a) 1 000 ml:n vetoinen pitkäkaulainen pyörökolvi.

b) Tislausputki, jossa on roiskeenestokupu ja joka on liitetty jäähdyttimeen pallohioksella (No 18) (jäähdyttimen liitoksena käytettävä pallohios voidaan korvata tarkoitukseen sopivalla kumiliitoksella).

c) Suppilo, jossa on teflonhana natriumhydroksidin lisäämistä varten (myös korkki voidaan korvata kumiletkulla, jossa on sulkija).

d) Kuusipalloinen jäähdytin, jonka sisäänvirtauskohdassa on pallohios (No 18) ja joka on liitetty ulosvirtauskohdassa lasiseen jatkoputkeen pienellä kumiliitoksella (mikäli jäähdytin on liitetty tislausputkeen kumiletkulla, pallohios voidaan korvata tarkoitukseen sopivalla kumitulpalla).

e) 500 ml:n pullo, johon tisle kerääntyy.

Laitteisto on valmistettu borosilikaattilasista.

Kuvio 2

a) 1 000 ml:n vetoinen lyhytkaulainen pyörökolvi, jossa on pallohios (No 35).

b) Tislausputki, jossa on pisarankokooja ja jonka sisäänvirtauskohdassa on pallohios (No 35) sekä jonka ulosvirtauskohdassa on pallohios (No 18); tislausputki on liitetty sivusta suppiloon, jossa on teflonhana natriumhydroksidin lisäämistä varten.

c) Kuusipalloinen jäähdytin, jonka sisäänvirtauskohdassa on pallohios (No 18) ja joka on liitetty ulosvirtauskohdassa lasiseen jatkoputkeen pienellä kumiliitoksella.

d) 500 ml:n pullo, johon tisle kerääntyy.

Laitteisto on valmistettu borosilikaattilasista.

Kuvio 3

a) 750 tai 1 000 ml:n vetoinen pitkäkaulainen ja leveneväsuinen pyörökolvi.

b) Tislausputki, jossa on pisarankokooja ja pallohios (No 18) ulosvirtauskohdassa.

c) Kulmaputki, jonka sisäänvirtauskohdassa on pallohios (No 18) ja jossa on pisarankokooja (liitokseksi tislausputkeen voidaan pallohioksen sijasta laittaa kumiletku).

d) Kuusipalloinen jäähdytin, joka on liitetty ulosvirtauskohdassa lasiseen jatkoputkeen pienellä kumiliitoksella.

e) 500 ml:n pullo, johon tisle kerääntyy.

Laitteisto on valmistettu borosilikaattilasista.

Kuvio 4

a) 1 000 ml:n vetoinen pitkäkaulainen leveneväsuinen pyörökolvi.

b) Tislausputki, jonka ulosvirtauskohdassa on pisarankokooja ja pallohios (No 18) ja joka on sivusta liitetty suppiloon, jossa on teflonhana natriumhydroksidin lisäämistä varten (pallohioksen sijasta voidaan käyttää tarkoitukseen sopivaa kumitulppaa; hana voidaan korvata kumiletkulla, jossa on asianmukainen sulkija).

c) Kuusipalloinen jäähdytin, jonka sisäänvirtauskohdassa on pallohios (No 18) ja joka on liitetty ulosvirtauskohdassa kumiliitoksella lasiseen jatkoputkeen (mikäli jäähdytin on liitetty tislausputkeen kumiletkulla, pallohios voidaan korvata tarkoituksenmukaisella kumitulpalla).

d) 500 ml:n pullo tisleen keräämistä varten.

Laitteisto on valmistettu borosilikaattilasista.

▼B

Menetelmät 2.2

Nitraatti- ja ammoniumtypen määritys

Menetelmä 2.2.1

Nitraatti- ja ammoniumtypen määritys Ulschin menetelmällä

1. **Tarkoitus**

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

2. **Soveltamisala**

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

3. **Periaate**

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

4. **Reagenssit**

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

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

▼M4

4.2 Rikkihappo: 0,05 mol/l

▼B

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

4.4 Rikkihappoliuos, noin 30-prosenttia H_2SO_4:a (paino/tilavuus), ammoniakkivapaa

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

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

4.7 *Indikaattoriliuokset*

4.7.1 Seosindikaattori

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

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

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

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

4.7.2 Metyylipunaindikaattoriliuos

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

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

4.8 Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

4.9 Natriumnitraatti, analyysia varten

▼B

5. **Välineistö**

Ks. menetelmä 2.1 ”Ammoniumtypen määritys”.

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1 ”Näytteen esikäsittely”.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Liuoksen valmistaminen*

Ks. menetelmä 2.1 ”Ammoniumtypen määritys”.

7.2 *Menettely*

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

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

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

7.3 *Nollakoe*

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

7.4 *Tarkistusmittaus*

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

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Analyysissä tuloksena saatu lannoitteen sisältämä nitraattitypen tai yhdistetyn ammonium- ja nitraattitypen määrä ilmoitetaan prosentteina.

Menetelmä 2.2.2

Nitraatti- ja ammoniumtypen määritys Arndin menetelmällä

1. **Tarkoitus**

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

2. **Soveltamisala**

Ks. menetelmä 2.2.1.

3. **Periaate**

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

Ammoniakin tislaaminen, ammoniakin määrän määrittäminen tietyssä määrässä standardirikkihappoa. Ylimäärähapon titraaminen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksella.

▼B

4. **Reagenssit**

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

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

▼M4

4.2	Rikkihappo: 0,05 mol/l	muunnokseen a
4.3	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,1 mol/l	
4.4	Rikkihappo: 0,1 mol/l	muunnokseen b (ks. menetelmän 2.1 huomautus 2)
4.5	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,2 mol/l	
4.6	Rikkihappo: 0,25 mol/l	muunnokseen c (ks. menetelmän 2.1 huomautus 2)
4.7	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,5 mol/l	

▼B

4.8 Natriumhydroksidiliuos: noin 2 mol/l

4.9 Arndin metalliseos, analyysia varten jauheena, jonka hiukkaskoko on alle 1 mm

4.10 *20-prosenttinen magnesiumkloridiliuos*

Liuotetaan litran keittopullossa 200 g magnesiumkloridia ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) noin 600-700 ml:aan vettä. Lisätään 15 g magnesiumsulfaattia ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) vaahtoamisen estämiseksi.

Liukenemisen jälkeen lisätään 2 g magnesiumoksidia ja joitakin kiehumakiviä kuohumisen estämiseksi ja konsentroidaan suspensio 200 ml:ksi keittämällä ja poistaen samalla kaikki ammoniakki reagenssista. Jäähdytetään, laimennetaan vedellä litraksi ja suodatetaan.

4.11 *Indikaattoriliuokset*

4.11.1 Seosindikaattori

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

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

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

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

4.11.2 Metyylipunaindikaattoriliuos

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

4.11.3 Kongonpunaindikaattoriliuos

Liuotetaan 3 g kongonpunaa 1 litraan lämmintä vettä ja suodatetaan liuoksen jäähdyttyä mikäli tarpeellista. Tätä indikaattoria voidaan käyttää kahdessa edellisessä kohdassa mainittujen indikaattorien sijasta happamien liuosten neutralisoimiseksi ennen tislaamista. Indikaattoria käytetään 0,5 ml neutralisoitavan liuoksen 100 ml:aa kohti.

4.12 Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

4.13 Natriumnitraatti, analyysia varten

▼B

5. **Välineistö**

Ks. menetelmä 2.1 ”Ammoniumtypen määritys”.

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Liuoksen valmistaminen analyysia varten*

Ks. menetelmä 2.1 ”Ammoniumtypen määritys”.

7.2 *Liuoksen analysoiminen*

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

Pipetoidaan taulukon 1 mukainen määrä kirkasta näyteliuosta tislauspulloon.

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

Huomautus 1:

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

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

7.3 *Nollakoe*

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

▼M4

7.4 *Tarkistusmittaus*

Ennen analysointia tarkistetaan, että laitteisto toimii kunnolla ja että menetelmää sovelletaan oikein, analysoimalla vasta valmistetusta natriumnitraattiliuoksesta (4.13) osa, joka sisältää valitun muunnoksen mukaisesti 0,050–0,150 g nitraattityppeä.

▼B

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Ks. menetelmä 2.2.1.

Menetelmä 2.2.3

Nitraatti- ja ammoniumtypen määritys Devardan menetelmällä

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä nitraatti- ja ammoniumtypen määrittämiseksi Devardan menetelmillä (muutettuna muunnoksin a, b ja c).

2. **Soveltamisala**

Ks. menetelmä 2.2.1

▼B

3. **Periaate**

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

4. **Reagenssit**

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

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

▼M4

4.2	Rikkihappo: 0,05 mol/l	muunnokseen a
4.3	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,1 mol/l	
4.4	Rikkihappo: 0,1 mol/l	muunnokseen b (ks. menetelmän 2.1 huomautus 2)
4.5	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,2 mol/l	
4.6	Rikkihappo: 0,25 mol/l	muunnokseen c (ks. menetelmän 2.1 huomautus 2)
4.7	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,5 mol/l	

▼B

4.8 *Devardan metalliseos, analyysia varten*

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

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

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

4.10 *Indikaattoriliuokset*

4.10.1 Seosindikaattori

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

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

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

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

4.10.2 Metyylipunaindikaattori

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

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

4.11 Etanoli, 95-96-prosenttinen

4.12 Natriumnitraatti analyysia varten

▼B

5. **Välineistö**

Ks. menetelmä 2.1.

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

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

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

5.3 500 ml:n mittapullo

5.4 Pyörivä ravistin (35-40 kierrosta minuutissa)

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Liuoksen valmistaminen analyysia varten*

Ks. menetelmä 2.1 ”Ammoniumtypen määritys”.

7.2 *Liuoksen analysoiminen*

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

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

Pipetoidaan menetelmän 2.1 taulukon 1 mukainen määrä liuosta tislauspulloon.

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

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

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

Kun tislaus on suoritettu, keruupullo irrotetaan tislauslaitteistosta, jatkoputki ja kuplaloukku pestään huolellisesti ja huuhteluvesi kerätään titrauspulloon. Ylimääräinen happo titrataan menetelmän 2.1 mukaisesti.

Huomautus 2:

Mikäli liuoksessa on kalsiumsuoloja kuten kalsiumnitraattia ja kalsiumammoniumnitraattia, on ennen tislausta lisättävä 0,700 g natriumfosfaattia ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$) jokaista analysoitavaa näytegrammaa kohti, jotta $Ca(OH)_2$:n muodostuminen estettäisiin.

7.3 *Nollakoe*

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

7.4 *Tarkistusmittaus*

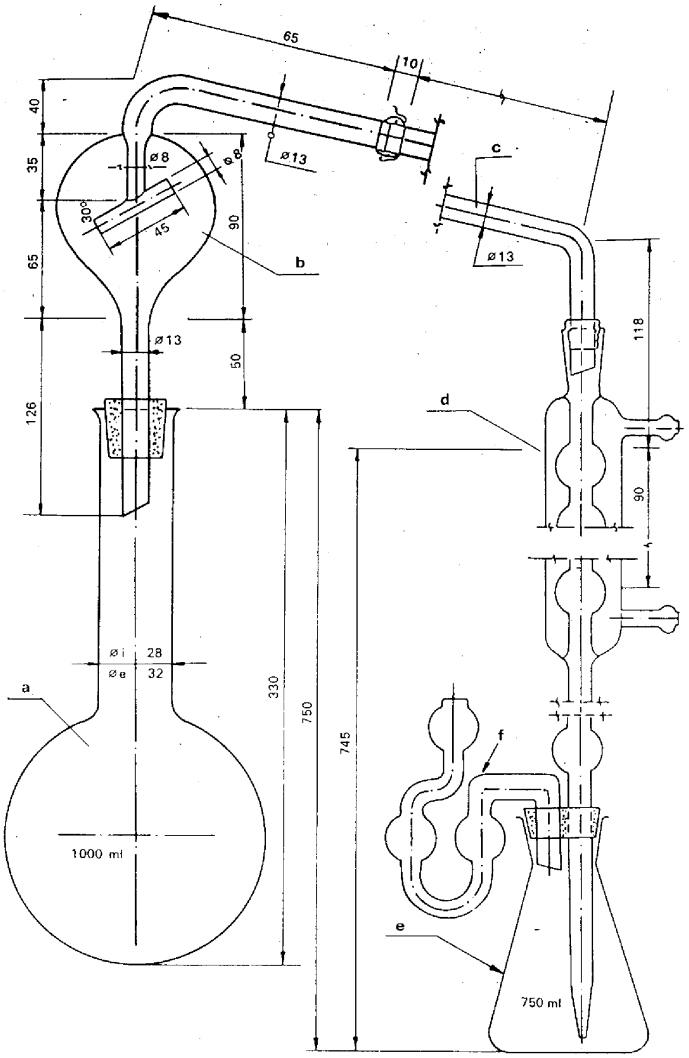
Ennen analyysin suorittamista tarkistetaan, että laitteisto toimii kunnolla ja että menetelmää sovelletaan oikein, analysoimalla sellainen

▼B

määrä vasta valmistettua natriumnitraattiliuosta (4.12), joka sisältää valitun muunnoksen mukaan 0,050-0,150 g nitraattityppeä.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Ks. menetelmä 2.2.1.



Kuvio 5

Kuvion 5 selitys

a) 750 ml:n (1 000 ml) vetoinen pitkäkaulainen ja leveneväsuinen pyörökolvi.

b) Tislausputki, jossa on pisarankokooja ja pallohios No 18 ulosvirtauskohdassa.

c) Kulmaputki, jonka sisäänvirtauskohdassa on pallohios No 18 sekä ulosvirtauskohdassa pisarankokooja (pallohioksen sijasta voidaan käyttää tarkoituksenmukaista kumiliitosta).

d) Kuusipalloinen jäähdytin, jonka jatkoputki on kiinnitetty kuplaloukkua pitävään kumitulppaan.

e) 750 ml:n keruupullo.

f) Kuplaloukku ammoniakkihukan välttämiseksi.

Laitteisto on valmistettu borosilikaattilasista.

▼B

Menetelmät 2.3

Kokonaistyppipitoisuuden määritys

Menetelmä 2.3.1

Nitraatittoman kalsiumsyanamidin typpipitoisuuden määritys

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä nitraatittoman kalsiumsyanamidin typpipitoisuuden määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Ainoastaan kalsiumsyanamidi (nitraatiton).

3. **Periaate**

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

4. **Reagenssit**

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

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

4.2 Kaliumsulfaatti, analyysia varten

4.3 Kuparioksidi (CuO): 0,3-0,4 g jokaista määritystä varten, tai vastaava määrä kuparisulfaattipentahydraattia ($CuSO_4 \cdot 5\ H_2O$), noin 0,95-1,25 g jokaista määritystä varten

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

▼M4

4.5	Rikkihappo: 0,05 mol/l	muunnokseen a (ks. menetelmä 2.1)
4.6	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,1 mol/l	
4.7	Rikkihappo: 0,1 mol/l	muunnokseen b (ks. menetelmän 2.1 huomautus 2
4.8	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,2 mol/l	
4.9	Rikkihappo: 0,25 mol/l	muunnokseen c (ks. menetelmän 2.1 huomautus 2)
4.10	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,5 mol/l	

▼B

4.11 *Indikaattoriliuokset*

4.11.1 Seosindikaattori

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

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

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

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

▼B

4.11.2 Metyylipunaindikaattori

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

4.12 Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

4.13 Kaliumtiosyanaatti, analyysia varten

5. **Välineistö**

5.1 Tislauslaitteisto, ks. menetelmä 2.1 ”Ammoniumtypen määritys”.

5.2 Pitkäkaulainen sopivan suuruinen kjeldahlkolvi

5.3 50, 100 ja 200 ml:n pipetit

5.4 250 ml:n mittalasi

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Liuoksen valmistaminen analyysia varten*

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

7.2 *Liuoksen analysoiminen*

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

7.3 *Nollakoe*

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

7.4 *Tarkistusmittaus*

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

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

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

Muunnos a: % N = (50 - A) × 0,7

Muunnos b: % N = (50 - A) × 0,7

Muunnos c: % N = (35 - A) × 0,875

Menetelmä 2.3.2

Kokonaistyppipitoisuuden määritys nitraatteja sisältävässä kalsiumsyanamidissa

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä typen kokonaismäärän analysoimiseksi kalsiumsyanamidissa.

▼B

2. **Soveltamisala**

Menetelmää voidaan soveltaa nitraatteja sisältäviin kalsiumsyanamideihin.

3. **Periaate**

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

4. **Reagenssit**

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

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

4.2 Vedyssä pelkistetty rautajauhe

4.3 Hienoksi jauhettu kaliumsulfaatti, analyysia varten

▼M4

4.4	Rikkihappo: 0,05 mol/l	muunnokseen a (ks. menetelmä 2.1)
4.5	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,1 mol/l	
4.6	Rikkihappo: 0,1 mol/l	muunnokseen b (ks. menetelmän 2.1 huomautus 2)
4.7	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,2 mol/l	
4.8	Rikkihappo: 0,25 mol/l	muunnokseen c (ks. menetelmän 2.1 huomautus 2)
4.9	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,5 mol/l	

▼B

4.10 *Indikaattoriliuokset*

4.10.1 Seosindikaattori

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

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

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

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

4.10.2 Metyylipunaindikaattori

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

4.11 *Tinakloridiliuos*

Liuotetaan 120 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$:a 400 ml:aan väkevää suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja lisätään vettä, kunnes liuosta on litra. Liuoksen on oltava täysin kirkasta ja se on valmistettava välittömästi ennen käyttöä. Tinakloridin pelkistyskyvyn tarkistaminen on tärkeää.

Huomautus:

Liuotetaan 0,5 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$:a 2 ml:aan väkevää suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 50 ml. Sitten lisätään 5 g Rochellen suolaa (kaliumnatriumtartraattia) ja niin

▼B

paljon natriumbikarbonaattia, että lakmuspaperikokeessa havaitaan liuoksessa emäksinen reaktio.

Titrataan 0,1-molaarisella jodiliuoksella tärkkelysliuoksen toimiessa indikaattorina.

1 ml 0,1-molaarista jodiliuosta vastaa 0,01128 g:aa $SnCl_2 \cdot 2H_2O$:a.

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

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

4.13 *Nitraattiammoniakkistandardiliuos*

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

4.14 Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

5. **Välineistö**

Ks. menetelmä 2.3.1.

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Liuoksen valmistaminen*

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

7.2 *Liuoksen analysoiminen*

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

7.3 *Nollakoe*

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

7.4 *Tarkistusmittaus*

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

Tätä varten pipetoidaan 20 ml standardiliuosta (4.13) kjeldahlkolviin.

Analyysi tehdään kohdissa 7.1 ja 7.2 esitetyn menetelmän mukaisesti.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

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

Muunnos a: % N = (50 - A) × 0,7

Muunnos b: % N = (50 - A) × 0,7

▼B

Muunnos c: % N = (35 - A) × 0,875

Menetelmä 2.3.3

Urean sisältämän typen kokonaismäärän määrittäminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä urean sisältämän typen kokonaismäärän analysoimiseksi.

2. **Soveltamisala**

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

3. **Periaate**

Urea muutetaan kvantitatiivisesti ammoniakiksi keittämällä sitä rikkihapossa. Näin saatu ammoniakki tislataan emäksisestä liuoksesta ja tisle kerätään ylimäärään standardirikkihappoa. Happo titrataan emäksisen standardiliuoksen avulla.

4. **Reagenssit**

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

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

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

▼M4

4.3	Rikkihappo: 0,05 mol/l	muunnokseen a (ks. menetelmä 2.1)
4.4	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,1 mol/l	
4.5	Rikkihappo: 0,1 mol/l	muunnokseen b (ks. menetelmän 2.1 huomautus 2)
4.6	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,2 mol/l	
4.7	Rikkihappo: 0,25 mol/l	muunnokseen c (ks. menetelmän 2.1 huomautus 2)
4.8	Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos, karbonaatiton: 0,5 mol/l	

▼B

4.9 *Indikaattoriliuokset*

4.9.1 Seosindikaattori

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

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

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

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

4.9.2 Metyylipunaindikaattoriliuos

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

4.10 Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

▼B

4.11 Urea, analyysia varten

5. **Välineistö**

5.1 Tislauslaitteisto, ks. menetelmä 2.1 ”Ammoniumtypen määritys”

5.2 500 ml:n mittapullo

5.3 25, 50 ja 100 ml:n pipetit

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Liuoksen valmistaminen*

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

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

7.2 *Liuoksen analysoiminen*

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

7.3 *Nollakoe*

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

7.4 *Tarkistusmittaus*

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

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Analyysin tulos ilmaistaan typen (N) kokonaisprosenttiosuutena analysoitavassa lannoitteessa.

Muunnos a: % N = (50 - A) × 1,12

Muunnos b: % N = (50 - A) × 1,12

Muunnos c: % N = (35 - A) × 1,40

Menetelmä 2.4

Syanamiditypen määrittäminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä syanamiditypen määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Kalsiumsyanamidi ja kalsiumsyanamidin ja nitraatin seokset.

3. **Periaate**

Syanamidityppi saostetaan hopeayhdisteenä ja arvioidaan sakkana Kjeldahlin menetelmällä.

▼B

4. **Reagenssit**

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

4.1 Jääetikka

4.2 Ammoniakkiliuos, joka sisältää 10 massaprosenttia ammoniakkikaasua (tiheys 20 °C:ssa = 0,96 g/ml)

4.3 *Ammoniakkihopealiuos, Tollensin menetelmällä*

Sekoitetaan 500 ml 10-prosenttista hopeanitraatin vesiliuosta ($AgNO_3$) 500 ml:aan 10-prosenttista ammoniakkia (4.2).

Ei saa tarpeettomasti altistaa valolle, lämmölle tai ilmalle. Tavallisesti liuos säilyy vuosia. Reagenssi on hyvälaatuista niin kauan, kuin liuos pysyy kirkkaana.

4.4 Väkevä rikkihappo (tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml)

4.5 Kaliumsulfaatti, analyysia varten

4.6 Kuparioksidi (CuO), 0,3-0,4 g jokaiseen analyysiin tai vastaava määrä kuparisulfaattipentahydraattia, 0,95-1,25 g jokaiseen analyysiin

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

▼M4

4.8 Rikkihappo: 0,05 mol/l

▼B

4.9 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos: 0,1 mol/l

4.10 *Indikaattoriliuokset*

4.10.1 Seosindikaattori

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

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

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

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

4.10.2 Metyylipunaindikaattoriliuos

Liuotetaan 0,1 g metyylipunaa 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 100 ml. Suodatetaan tarvittaessa. Tätä indikaattoria voidaan käyttää (4-5 tippaa) edellisessä kohdassa mainitun indikaattorin sijasta.4.11

Kuohumisen estämiseksi kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

4.12 Kaliumtiosyanaatti, analyysia varten

5. **Välineistö**

5.1 Tislauslaitteisto, ks. menetelmä 2.1 ”Ammoniumtypen määritys”

5.2 500 ml:n mittapullo (esim. Stohmann)

5.3 Sopivan kokoinen (300-500 ml), pitkäkaulainen kjeldahlkolvi

5.4 50 ml:n pipetti

5.5 Pyörivä ravistin (35-40 kierrosta minuutissa)

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

▼B

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Turvallisuustoimenpide*

Käsiteltäessä ammoniakkihopealiuosta on käytettävä suojalaseja. Kun nesteen pinnalle muodostuu ohut kalvo, voi pienikin täräys aiheuttaa räjähdyksen, joten on noudatettava suurta varovaisuutta.

7.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

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

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

Analyysi on tehtävä mahdollisimman nopeasti.

7.3 *Liuoksen analysoiminen*

50 ml suodoksesta siirretään 250 ml:n dekantterilasiin.

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

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

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

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

Keittämistä jatketaan tunnin ajan, jonka jälkeen seoksen annetaan jäähtyä.

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

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

7.4 *Nollakoe*

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

7.5 *Tarkistusmittaus*

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

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Analyysin tulos ilmaistaan syanamiditypen kokonaisprosenttiosuutena analysoitavassa lannoitteessa.

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

▼B

Menetelmä 2.5

Urean biureetin spektrometrinen määritys

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä urean sisältämän biureetin määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan vain ureaan.

3. **Periaate**

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

4. **Reagenssit**

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

4.1 Metanoli

▼M4

4.2 Rikkihappoliuos, noin 0,05 mol/l

▼B

4.3 Natriumhydroksidiliuos, noin 0,1 mol/l

4.4 *Kaliumnatriumtartraatin emäksinen liuos*

Litran mittapullossa liuotetaan 40 g natriumhydroksidia 500 ml:aan vettä, jonka jälkeen liuoksen annetaan jäähtyä. Lisätään 50 g kaliumnatriumtartraattia ($NaKC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$). Täytetään merkkiin asti. Annetaan seistä 24 tuntia ennen käyttöä.

4.5 *Kuparisulfaattiliuos*

Liuotetaan litran mittapullossa 15 g kuparisulfaattia ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) 500 ml:aan vettä. Täytetään merkkiin asti.

4.6 *Vasta valmistettu biureetin standardiliuos*

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

4.7 *Indikaattoriliuos*

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

5. **Välineistö**

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

5.2 100, 250 ja 1 000 ml:n mittapullot

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

5.4 250 ml:n dekantterilasi

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Kalibrointikäyrän piirtäminen*

Siirretään 0, 2, 5, 10, 20, 25 ja 50 ml biureetin standardiliuosta (4.6) seitsemään 100 ml:n mittapulloon. ►M4 Täytetään vedellä, kunnes

([1]) Biureetti voidaan puhdistaa etukäteen pesemällä se ammoniakkiliuoksessa (10 %), sitten asetonissa ja kuivattamalla tyhjiössä.

([2]) Katso kohta 9 ”Liite”.

▼B

liuosta on noin 50 ml, lisätään yksi tippa indikaattoria (4.7) ja neutraloidaan tarvittaessa 0,05-molaarisella rikkihapolla (4.2). ◄ Joukkoon sekoitetaan 20 ml emäksistä tartraattiliuosta (4.4) ja sitten 20 ml kuparisulfaattiliuosta (4.5).

Huomautus:

Nämä liuokset on mitattava kahdella tarkkuusbyretillä tai mieluummin pipeteillä.

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

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

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

7.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

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

Huomautus 1:

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

Huomautus 2:

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

7.3 *Määritys*

▼M4

Oletetun biureettipitoisuuden mukaan siirretään 25 tai 50 ml kohdassa 7.2 mainittua liuosta pipetillä 100 ml:n mittapulloon ja neutraloidaan tarvittaessa 0,05-molaarisella tai 0,1-molaarisella reagenssilla (joko 4.2 tai 4.3) käyttäen metyylipunaa ja lisätään kalibrointikäyrää laadittaessa käytetyllä tarkkuudella 20 ml emäksistä kaliumnatriumtartraattiliuosta (4.4) ja 20 ml kupariliuosta (4.5). Täytetään, sekoitetaan kunnolla ja annetaan seistä 15 minuuttia 30 (± 2) °C:ssa.

▼B

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

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

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

jossa

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

”V” on pipetoidun näyteliuoksen tilavuus.

▼B

9. **Liite**

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

— läpäisykerroin:$T = \frac{J}{J_o}$

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

— absorbanssi:$E = \log O$

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

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

jossa

s= kerroksen paksuus senttimetreissä

c= konsentraatio milligrammoina litrassa

k= aineen spesifinen kerroin Lambert-Beerin laissa.

Menetelmät 2.6

Eri typpimuotojen määritys samasta näytteestä

Menetelmä 2.6.1

Eri typpimuotojen sisältämän typen määritys samasta lannoitenäytteestä, joka sisältää typpeä nitraatti-, ammonium-, urea- ja syanamidityppenä

1. **Tarkoitus**

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

2. **Soveltamisala**

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

3. **Periaate**

3.1 *Liukoisen ja liukenemattoman typen kokonaismäärä*

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

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

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

Molemmissa tapauksissa ammoniakki määritetään menetelmän 2.1 mukaisesti.

Huomautus:

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

3.2 *Liukoisen typen yhdisteet*

Samasta näyteliuoksesta määritetään:

3.2.1 Liukoisen typen kokonaismäärä:

3.2.1.1 jos näytteessä ei ole nitraatteja, suoralla kjeldahlpoltolla,

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

▼B

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

3.2.3 Nitraattityppi erotusmenetelmällä:

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

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

3.2.4 Ammoniumtyppi:

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

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

3.2.5 Ureatyppi:

3.2.5.1 muuttamalla ureaasia käyttäen ammoniakiksi, joka titrataan suolahapon standardiliuoksella,

tai

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

tai

3.2.5.3 vähennyslaskulla seuraavan taulukon mukaisesti:

Tapaus	Nitraatti-typpi	Ammo-nium-typpi	Syanami-dityppi	Urea-N
1	Ei	On	On	(3.2.1.1) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
2	On	On	On	(3.2.2) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
3	Ei	On	Ei	(3.2.1.1) – (3.2.4.2)
4	On	On	Ei	(3.2.2) – (3.2.4.2)

3.2.6 Syanamidityppi saostamalla hopeayhdisteenä; typpi arvioidaan sakasta Kjeldahlin menetelmällä.

4. **Reagenssit**

Tislattu tai demineralisoitu vesi

4.1 Kaliumsulfaatti, analyysia varten

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

4.3 Kaliumtiosyanaatti, analyysia varten

4.4 Kaliumnitraatti, analyysia varten

4.5 Ammoniumsulfaatti, analyysia varten

4.6 Urea, analyysia varten

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

▼M4

4.8 Rikkihapon standardiliuos: 0,1 mol/l

▼B

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

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

4.11 *Tinakloridiliuos*

Liuotetaan 120 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$:a 400 ml:aan väkevää suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja lisätään vettä, kunnes liuosta on litra. Liuoksen on oltava täysin kirkasta ja se on valmistettava välittömästi ennen käyttöä.

Huomautus:

Tinakloridin pelkistyskyvyn tarkistaminen on tärkeää: Liuotetaan 0,5 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$:a 2 ml:aan väkevää suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja lisätään vettä, kunnes liuosta on 50 ml. Sen jälkeen lisätään 5 g Rochellen suolaa (kaliumnatriumtartraattia) ja niin paljon natriumbikarbonaattia, että liuoksessa havaitaan emäksinen reaktio lakmuspaperikokeessa.

Titrataan 0,1-molaarisella jodiliuoksella tärkkelyksen toimiessa indikaattorina.

1 ml 0,1-molaarista jodiliuosta vastaa 0,01128 g:aa $SnCl_2 \cdot 2H_2O$:a.

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

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

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

4.14 Etikkahappo: 96-100-prosenttinen

4.15 Rikkihappoliuos, joka sisältää noin 30 % H_2SO_4:a (paino/tilavuus)

4.16 Ferrosulfaatti: kiteinen $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

▼M4

4.17 Rikkihapon standardiliuos: 0,05 mol/l

▼B

4.18 Oktyylialkoholi

4.19 Kyllästetty kaliumkarbonaattiliuos

4.20 Natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuos: 0,1 mol/l (karbonaatiton)

4.21 Kyllästetty bariumhydroksidiliuos

4.22 Natriumkarbonaattiliuos: 10-prosenttinen (paino/tilavuus)

4.23 Suolahappo: 2 mol/l

4.24 Suolahapon standardiliuos: 0,1 mol/l

4.25 *Ureaasiliuos*

Suspendoidaan 0,5 g aktiivista ureaasia 100 ml:aan tislattua vettä. Säädetään pH-arvo 5,4:ään pH-mittarilla mitattuna käyttämällä 0,1-molaarista suolahappoa (4.24).

4.26 *Ksanthydroli*

5-prosenttinen liuos, liuotettu etanoliin tai metanoliin (4.31) (ei käytetä aineita, joista jää paljon liukenematonta ainesta). Liuosta voidaan säilyttää kolme kuukautta pullossa, jossa on tiivis tulppa ja joka on suojattu valolta.

4.27 Kuparioksidi (CuO): 0,3-0,4 g määritystä kohti tai vastaava määrä kuparisulfaattipentahydraattia 0,95-1,25 g määritystä kohti

4.28 Kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

▼B

4.29 *Indikaattoriliuokset*

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

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

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

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

4.29.2 Metyylipunaindikaattoriliuos

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

4.30 *Indikaattoripapereita*

Lakmuspaperi, bromotymolisininen (tai muut paperit, jotka ovat herkkiä pH-arvoilla 6-8)

4.31 Etanoli tai metanoli: 95-prosenttinen liuos

5. **Välineistö**

5.1 *Tislauslaitteisto*

Ks. menetelmä 2.1.

5.2 *Laitteisto, jolla määritetään ammoniumtyppi analyysitekniikan 7.2.5.3 mukaan (katso kuvio 6)*

Laitteisto muodostuu tietyn muotoisesta astiasta, jossa on hiottu lasikaula, sivussa kaula, liitosputki, jossa on roiskesuoja, sekä pystysuora putki, josta ilma virtaa laitteistoon. Putket voidaan liittää astiaan yksinkertaisten rei'itettyjen kumitulppien avulla. On tärkeää, että ilmaputkien päät ovat sopivan muotoiset, sillä kaasukuplien on levittävä tasaisesti astiassa ja absorptioastiassa oleviin liuoksiin. Paras järjestely on sellainen, että putkissa on pienet sienen muotoiset osat, joiden ulkohalkaisija on 20 mm ja joiden reunassa on kuusi 1 mm:n aukkoa.

5.3 *Laitteisto, jolla määritetään ureatyppi ureaasitekniikan mukaisesti (7.2.6.1)*

Laitteistoon kuuluu 300 ml:n erlenmeyerpullo, jossa on erotussuppilo ja pieni absorptioastia (katso kuvio 7).

5.4 Pyörivä ravistin (35-40 kierrosta minuutissa)

5.5 pH-mittari

5.6 Säädettävä uuni

5.7 *Lasivälineet:*

2, 5, 10, 20, 25, 50 ja 100 ml:n pipetit,

300 ja 500 ml:n pitkäkaulaiset kjeldahlkolvit,

100, 250, 500 ja 1 000 ml:n mittapullot,

sintratut lasiupokkaat, huokoisuustiheys 5-15 μm,

huhmareet.

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Liukoisen ja liukenemattoman typen kokonaismäärä*

7.1.1 Näytteet, joissa ei ole nitraatteja

7.1.1.1 Happohajotus

Näytettä punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella määrä, joka sisältää korkeintaan 100 mg typpeä. Se pannaan tislauslaitteiston (5.1) pulloon. Lisä-

▼B

tään 10-15 g kaliumsulfaattia (4.1), katalysaattori (4.27) ja muutamia kiehumakiviä (4.28). Sitten lisätään 50 ml laimennettua rikkihappoa (4.7) ja sekoitetaan kunnolla. Lämmitetään ensin varovasti ja sekoitetaan aina välillä, kunnes ei enää muodostu vaahtoa. Lämmitetään nestettä niin, että se kiehuu tasaisesti; liuoksen kirkastuttua sitä keitetään vielä tunti ja estetään orgaanisen aineksen tarttuminen pullon laitoihin. Annetaan jäähtyä. Lisätään varovasti sekoittaen noin 350 ml vettä. Varmistetaan sekoittamalla, että liukeneminen on mahdollisimman täydellistä. Annetaan jäähtyä ja liitetään pullo tislauslaitteistoon (5.1).

7.1.1.2 Ammoniakin tislaus

►M4 Laitteiston keräysastiaan pipetoidaan 50 ml 0,1-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.8). ◄ Lisätään indikaattori (4.29.1 tai 4.29.2). Varmistutaan siitä, että jäähdyttimen kärki on ainakin 1 cm liuoksen pinnan alapuolella.

Huolehtien varotoimista, joiden tarkoituksena on estää ammoniakin häviäminen, lisätään tislauspulloon varovasti niin paljon väkevää natriumhydroksidiliuosta (4.9), että nesteestä tulee vahvasti emäksistä (tavallisesti riittää 120 ml; tarkistetaan lisäämällä muutama tippa fenolftaleiiniä. Tislauksen päätyttyä pullossa olevan liuoksen on yhä oltava selvästi emäksistä.). Pulloa lämmitetään niin, että puolessa tunnissa tislautuu 150 ml. Tarkistetaan indikaattoripaperilla (4.30), että tislaus on suoritettu loppuun. Mikäli näin ei ole, tislataan vielä 50 ml ja koe toistetaan, kunnes lisätislaustuote reagoi neutraalisti indikaattoripaperiin (4.30). Keräysastia lasketaan alemmas, tislataan vielä muutama millimetri ja huuhdellaan jäähdyttimen kärki. Loput haposta titrataan 0,2-molaarisella kalium- tai natriumhydroksidin standardiliuoksella (4.10), kunnes indikaattori muuttaa väriä.

7.1.1.3 Nollakoe

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

7.1.1.4 Tuloksen ilmoittaminen

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

jossa

▼M4

a= nollakokeessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, kun laitteiston keräysastiaan (5.1) pipetoitiin 50 ml 0,1-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.8)

▼B

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

M= näytteen massa grammoina.

7.1.2 Näytteet, joissa on nitraatteja

7.1.2.1 Analyysinäyte

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

7.1.2.2 Nitraatin pelkistäminen

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

7.1.2.3 Kjeldahlpoltto

Lisätään 30 ml rikkihappoa (4.12), 5 g kaliumsulfaattia (4.1), edellä esitetty määrä katalysaattoria (4.27) ja kiehumakiviä (4.28). Lämmitetään varovasti hieman kallellaan olevassa kolvissa. Lämpöä lisätään hitaasti ja liuosta ravistellaan usein, jotta seos pysyy suspendoituneena: neste tummuu ja sitten kirkastuu, kun muodostuu kellanvihreää vedetöntä ferrosulfaattisuspensiota. Lämmittämistä jatketaan kiehumispis-

▼B

teessä tunnin ajan, jonka jälkeen liuos on kirkas. Annetaan jäähtyä. Kolvin sisältö siirretään varovasti pieneen vesimäärään ja lisätään vähitellen 100 ml vettä. Sekoitetaan ja siirretään kolvin sisältö 500 ml:n mittapulloon. Täytetään vedellä. Sekoitetaan. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan.

7.1.2.4 Liuoksen analysoiminen

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

7.1.2.5 Nollakoe

Ks. 7.1.1.3.

7.1.2.6 Tuloksen ilmoittaminen

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

jossa

▼M4

a= nollakokeessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, kun laitteiston keräysastiaan (5.1) pipetoitiin 50 ml 0,1-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.8),

▼B

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

M= kohdassa 7.1.2.4 pipetoidun näytteen massa grammoina

7.2 *Liukoisen typen muodot*

7.2.1 Analyysiliuoksen valmistaminen

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

7.2.1.1 Lannoitteet, jotka eivät sisällä syanamidityppeä

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

7.2.1.2 Lannoitteet, jotka sisältävät syanamidityppeä

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

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

7.2.2 Liukoisen typen kokonaismäärä:

7.2.2.1 Näytteet, joissa ei ole nitraatteja

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

▼B

tislauslaitteistoon (5.1) ja määrittämistä jatketaan kohdassa 7.1.1.2 kuvatulla tavalla.

7.2.2.2 Näytteet, joissa on nitraatteja

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

7.2.2.3 Nollakoe

Ks. 7.1.1.3.

7.2.2.4 Tuloksen ilmoittaminen

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

jossa

▼M4

a= nollakokeessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, kun laitteiston keräysastiaan (5.1) pipetoitiin 50 ml 0,1-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.8),

▼B

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

M= kohdassa 7.2.2.1 tai 7.2.2.2 pipetoidun näytteen massa grammoina.

7.2.3 Liukoisen typen kokonaismäärä lukuun ottamatta nitraattityppeä

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

7.2.3.1 Nollakoe

Ks. 7.1.1.3.

7.2.3.2 Tuloksen ilmoittaminen

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

jossa

▼M4

a= nollakokeessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, kun laitteiston keräysastiaan (5.1) pipetoitiin 50 ml 0,1-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.8),

▼B

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

M= määritystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

7.2.4 Nitraattityppi

7.2.4.1 Näytteet, joissa ei ole kalsiumsyanamidia

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

7.2.4.2 Näytteet, joissa on kalsiumsyanamidia

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

7.2.5 Ammoniumtyppi

7.2.5.1 Vain näytteet, joissa on ammoniumtyppeä sekä ammonium- ja nitraattityppeä

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

7.2.5.2 Tuloksen ilmoittaminen

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

jossa

▼M4

a= nollakokeessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, kun laitteiston keräysastiaan (5.1) pipetoitiin 50 ml 0,1-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.8),

▼B

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

M= määritystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

7.2.5.3 Näytteet, joissa on ureaa ja/tai syanamidityppeä

►M4 Laitteiston (5.2) kuivaan pulloon siirretään täyspipetillä näyte suodoksesta (7.2.1.1 tai 7.2.1.2), joka sisältää enintään 20 mg ammoniumtyppeä. Tämän jälkeen kootaan laitteisto. Pipetoidaan 300 ml:n erlenmeyerpulloon 50 ml 0,05-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.17) ja niin paljon tislattua vettä, että nesteen pinta on noin 5 cm syöttöputken suun yläpuolella. ◄ Reaktiopullon sivukaulan kautta kaadetaan tislattua vettä niin, että tilavuudeksi tulee noin 50 ml. Sekoitetaan. Ilmastamisen aikana esiintyvän vaahtoamisen välttämiseksi lisätään muutama tippa oktyylialkoholia (4.18). Liuoksesta tehdään tämän jälkeen emäksistä 50 ml:lla kyllästettyä kaliumkarbonaattiliuosta (4.19) ja kylmästä suspensiosta näin vapautuvan ammoniakin erottaminen aloitetaan välittömästi. Tähän tarkoitukseen tarvittava voimakas ilmavirta (virtaus noin kolme litraa minuutissa) puhdistetaan etukäteen ohjaamalla se laimennettua rikkihappoa ja laimennettua natriumhydroksidia sisältävien pesupullojen kautta. Paineilman käyttämisen sijasta voidaan myös työskennellä tyhjiössä (vesipumppu), mikäli sisäänvirtausputki on liitetty riittävän ilmatiiviisti ammoniakin keräysastiaan. Ammoniakki on yleensä poistunut kokonaan kolmen tunnin kuluttua. Kannattaa kuitenkin varmistaa asia vaihtamalla keräyspullo. Kun toi-

▼B

menpide on valmis, pullo irrotetaan laitteistosta, putken kärki ja pullon seinämät huuhdellaan vähäisellä määrällä tislattua vettä. Happoylimäärä titrataan 0,1-molaarisella natriumhydroksidin standardiliuoksella (4.20), kunnes indikaattori muuttuu harmaaksi (4.29.1).

7.2.5.4 Nollakoe

Ks. 7.1.1.3.

7.2.5.5 Tuloksen ilmoittaminen

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

jossa

▼M4

a= nollakokeessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,1-molaarisen natrium- tai kaliumhydroksidin standardiliuoksen määrä, kun laitteiston (5.2) 300 ml:n erlenmeyerpulloon pipetoitiin 50 ml 0,05-molaarista rikkihapon standardiliuosta (4.17),

▼B

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

M= määritystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

7.2.6 Ureatyppi

7.2.6.1 Ureaasimenetelmä

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

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

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

7.2.6.2 Nollakoe

Ks. 7.1.1.3.

7.2.6.3 Tuloksen ilmoittaminen

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

jossa

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

▼B

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

M= määritystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

Huomautus:

1) Bariumhydroksidi- ja natriumkarbonaattiliuoksilla saostamisen jälkeen täytetään merkkiin saakka, suodatetaan ja neutraloidaan mahdollisimman nopeasti.

2) Titrauskoe voidaan suorittaa myös indikaattorin (4.29.2) kanssa, mutta päätepistettä on silloin vaikeampi havaita.

7.2.6.4 Gravimetrinen menetelmä ksanthydrolilla

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

7.2.6.5 Tuloksen ilmoittaminen

$$\%\ \text{urea N} + \text{biureetti} = \frac{6.67 \times m_1}{M_2}$$

jossa

m_1= saadun sakan massa grammoina,

M_2= määritystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

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

7.2.6.6 Erotusmenetelmä

Urean typpi voidaan laskea myös seuraavan taulukon mukaan:

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

7.2.7 Syanamidityppi

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

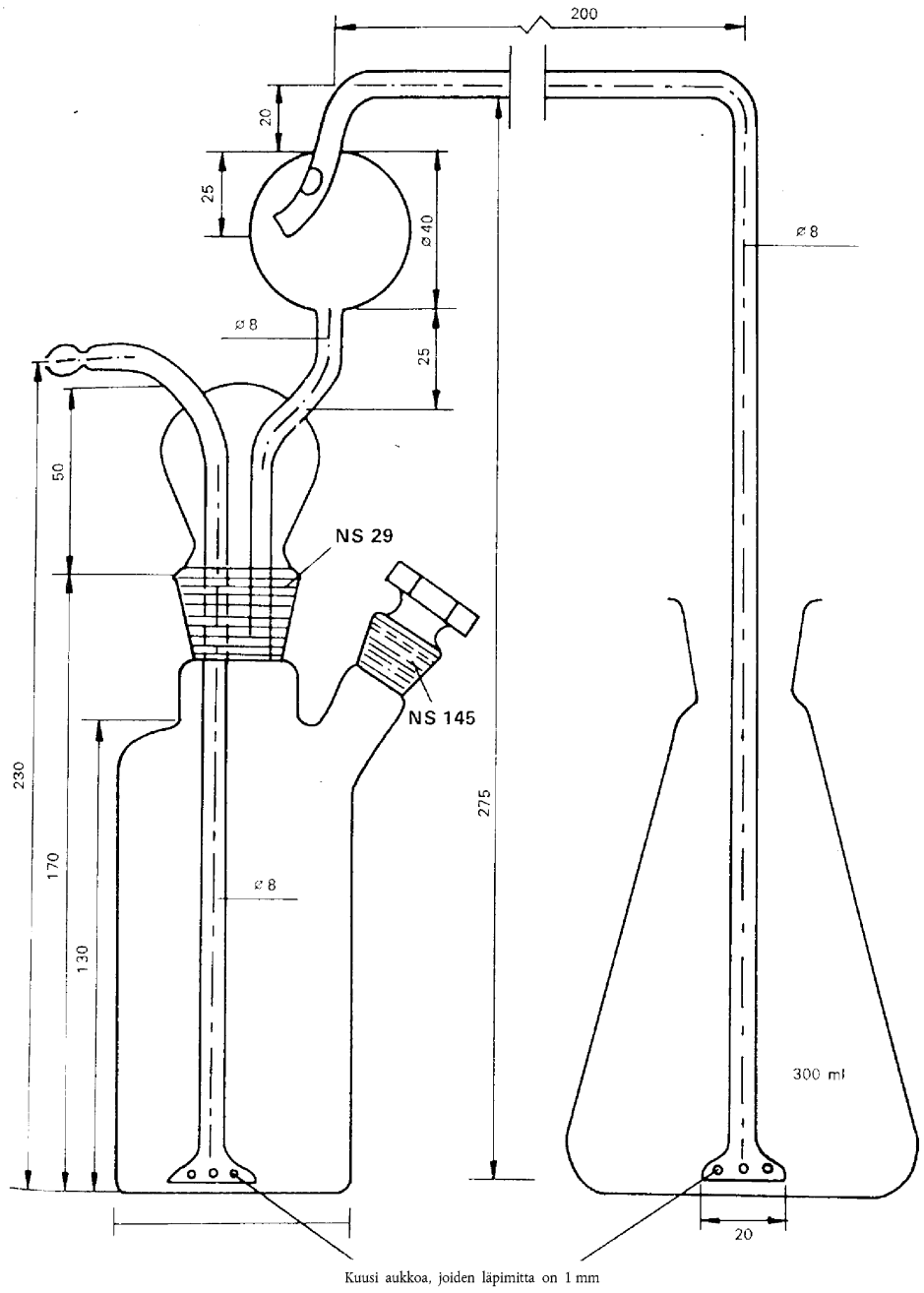
8. **Tulosten varmistaminen**

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

▼B

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

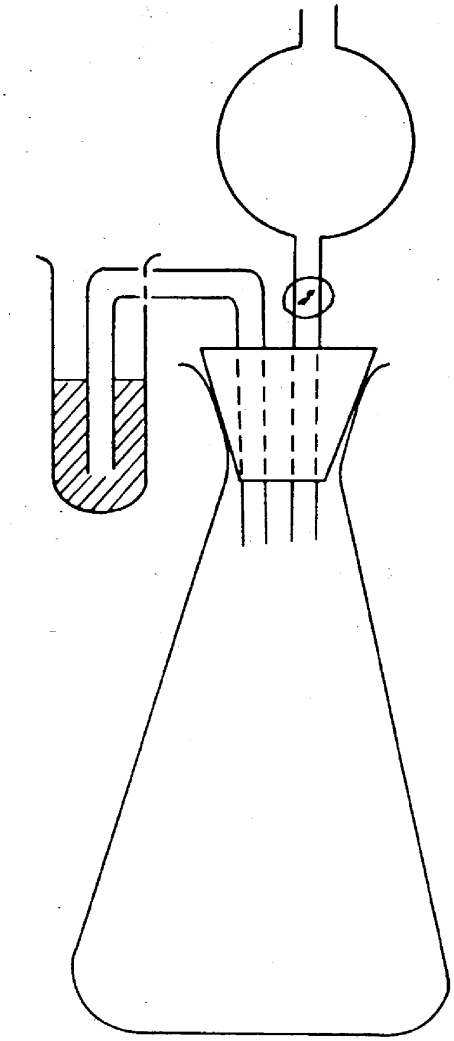
▼B



Kuvio 6

Laite ammoniumtypen määritystä varten (7.2.5.3)

▼B



Kuvio 7

Laite ureatypen määritystä varten (7.2.6.1)

▼B

Menetelmä 2.6.2

Eri typpimuotojen määrittäminen lannoitteista, jotka sisältävät typpeä ainoastaan nitraatti-, ammonium- ja ureatypen muodossa

1. **Tarkoitus**

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

2. **Soveltamisala**

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

3. **Periaate**

Yhdestä näyteliuoksesta otetuille osanäytteille tehdään seuraavat määritykset:

3.1 *Liukoisen typen kokonaismäärä*:

3.1.1 jos näytteessä ei ole nitraatteja, suoralla kjeldahlpoltolla

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

3.2 Liukoinen kokonaistyppi nitraattityppeä lukuun ottamatta kjeldahlpoltolla, kun nitraattityppi on poistettu ferrosulfaatilla. Ammoniakki määritetään menetelmän 2.1 mukaisesti

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

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

3.5 *Ureatyppi joko*:

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

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

3.5.3 erotuksena seuraavan taulukon mukaisesti:

Tapaus	Nitraatti-typpi	Ammonium-typpi	Urea-N
1	Ei	On	(3.1.1) – (3.4)
2	On	On	(3.2) – (3.4)

4. **Reagenssit**

Tislattu tai demineralisoitu vesi

4.1 Kaliumsulfaatti, analyysia varten

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

4.3 Kaliumnitraatti, analyysia varten

4.4 Ammoniumsulfaatti, analyysia varten

4.5 Urea, analyysia varten

▼M4

4.6 Rikkihappoliuos: 0,1 mol/l

▼B

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

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

4.9 Rikkihappotiheys (tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml)

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

4.11 Etikkahappo: 96-100-prosenttinen

4.12 Rikkihappoliuos, noin 30-prosenttinen H_2SO_4 (paino/tilavuus), ammoniakkivapaa

4.13 Ferrosulfaatti: kiteinen $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

▼M4

4.14 Titrattu rikkihappoliuos: 0,05 mol/l

▼B

4.15 Oktyylialkoholi

4.16 Kyllästetty kaliumkarbonaattiliuos

4.17 Natrium- tai kaliumhydroksidiliuos: 0,1 mol/l

4.18 Kyllästetty bariumhydroksidiliuos

4.19 Natriumkarbonaattiliuos: 10-prosenttinen (paino/tilavuus)

4.20 Suolahappo: 2 mol/l

4.21 Suolahappoliuos: 0,1 mol/l

4.22 *Ureaasiliuos*

Tehdään suspensio, jossa on 0,5 g aktiivista ureaasia 100 ml:ssa tislattua vettä, käyttämällä 0,1-molaarista suolahappoa (4.21) ja säädetään pH-mittarilla mitaten pH-arvoksi 5,4

4.23 *Ksanthydroli*

5-prosenttinen liuos etanolissa tai metanolissa (4.28). Ei saa käyttää valmisteita, joista syntyy runsaasti liukenematonta ainesta. Huolellisesti suljetussa pullossa liuosta voidaan säilyttää kolme kuukautta pimeässä.

4.24 *Katalysaattori*

Kuparioksidi (CuO): 0,3-0,4 g määritystä kohti tai vastaava määrä kuparisulfaattia $5H_2O$ 0,95-1,25 g määritystä kohti.

4.25 Kiehumakiviä, jotka on pesty suolahapossa ja kalsinoitu

4.26 *Indikaattoriliuokset*

4.26.1 Seosindikaattori

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

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

Sekoitetaan yksi tilavuusosa liuosta A kahteen tilavuusosaan liuosta B.

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

4.26.2 Metyylipunaindikaattoriliuos

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

4.27 *Indikaattoripapereita*

Lakmus, bromotymolisininen (tai muut paperit, jotka ovat herkkiä pH-arvoilla 6-8)

4.28 Etanoli tai metanoli: 95-prosenttinen (paino/tilavuus)

▼B

5. **Välineistö**

5.1 *Tislauslaitteisto*

Ks. menetelmä 2.1.

5.2 *Ammoniumtypen (7.5.1) määrittämislaite*

Ks. menetelmä 2.6.1 ja kuvio 6.

5.3 *Laite ureatypen määrittämiseksi ureaasimenetelmällä (7.6.1)*

Ks. menetelmä 2.6.1 ja kuvio 7.

5.4 Pyörivä ravistin (35-40 kierrosta minuutissa)

5.5 pH-mittari

5.6 *Lasivälineet:*

— 2, 5, 10, 20, 25, 50 ja 100 ml:n täyspipetit,

— 300 ja 500 ml:n pitkäkaulaiset kjeldahlkolvit,

— 100, 250, 500 ja 1 000 ml:n mittalasit,

— sintratut lasiupokkaat, huokoisuustiheys 5-15 μm,

— huhmare.

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Punnitaan 1 mg:n tarkkuudella 10 g näytettä ja siirretään se 500 ml:n mittapulloon. Lisätään 50 ml vettä ja sitten 20 ml laimennettua suolahappoa (4.10). Ravistetaan. Annetaan seistä, kunnes CO_2:ta ei enää muodostu. Lisätään 400 ml vettä, sekoitetaan puoli tuntia, täytetään pullo vedellä, homogenisoidaan ja suodatetaan kuivalla suodattimella kuivaan astiaan.

7.2 *Kokonaistyppi*

7.2.1 Jos näytteessä ei ole nitraatteja

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

7.2.2 Jos näytteessä on nitraatteja

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

▼B

tään tislauslaitteistoon (5.1) ja määrittäminen suoritetaan 7.1.1.2 kohdan, menetelmän 2.6.1 mukaisesti.

7.2.3 Nollakoe

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

7.2.4 Tuloksen ilmoittaminen

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

jossa

▼M4

a= nollakokeen titrauksessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2 molaarinen natrium- tai kaliumhydroksidiliuos (4.8), kun laitteiston keräysastiaan pipetoitiin 50 ml titrattua 0,1 molaarista rikkihappoliuosta (4.6),

▼B

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

M= näytteen massa grammoina (7.2.1 tai 7.2.2).

7.3 *Kokonaistyppi lukuun ottamatta nitraattityppeä*

7.3.1 Analyysi

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

7.3.2 Nollakoe

Ks. 7.2.3.

7.3.3 Tuloksen ilmoittaminen

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

jossa

▼M4

a= nollakokeen titrauksessa kulunut millilitroina ilmoitettu 0,2 molaarinen natrium- tai kaliumhydroksidiliuos (4.8), kun laitteiston keräysastiaan pipetoitiin 50 ml titrattua 0,1 molaarista rikkihappoliuosta (4.6)

▼B

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

M= määrityksessä käytetyn näytteen massa grammoina.

7.4 *Nitraattityppi*

Saadaan laskemalla seuraavien kohtien tulosten erotus:

7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.3)

tai

7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.5)

▼B

tai

7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.6)

7.5 *Ammoniumtyppi*

7.5.1 Analyysi

Pipetoidaan kuivaan lasiin (5.2) suodosta (7.1), joka sisältää enintään 20 mg ammoniumtyppeä. Kootaan laitteisto. ►M4 Siirretään pipetillä 300 ml:n erlenmeyerpulloon 50 ml titrattua 0,05 molaarista rikkihappoliuosta (4.14) sekä niin paljon tislattua vettä, että nesteen pinta ulottuu noin 5 cm sisäänpanoputken aukon yläpuolelle. ◄ Reaktiopullon sivulla olevasta kaulasta lisätään tislattua vettä niin että liuoksen kokonaismäärä on noin 50 ml. Ravistetaan. Kaasuvirran lisäämisen yhteydessä lisätään useita tippoja oktyylialkoholia (4.15), jotta vaahtoa ei muodostuisi. Lisätään 50 ml kyllästettyä kaliumkarbonaattiliuosta (4.16) ja aloitetaan kylmästä suspensiosta vapautuneen ammoniakin poistaminen välittömästi. Tähän tarkoitukseen tarvittava voimakas ilmavirta (virtaus noin kolme litraa minuutissa) puhdistetaan etukäteen ohjaamalla se laimennettua rikkihappoa ja laimennettua natriumhydroksidia sisältävien pesupullojen kautta. Paineilman sijasta voidaan käyttää tyhjiötä (vesi-imupumppu), mikäli laitteen liitokset ovat ilmatiiviit.

Ammoniakki on tavallisesti poistunut kolmen tunnin kuluessa.

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

7.5.2 Nollakoe

Ks. 7.2.3.

7.5.3 Tuloksen ilmoittaminen

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

jossa

▼M4

a= nollakokeen titrauksessa kulunut 0,1-molaarinen millilitroina ilmoitettu natrium- tai kaliumhydroksidiliuos (4.17), kun laitteiston (5.2) 300 ml:n erlenmeyerpulloon pipetoitiin 50 ml titrattua 0,05-molaarista rikkihappoliuosta (4.14),

▼B

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

M= määritystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

7.6 *Ureatyppi*

7.6.1 Ureaasimenetelmä

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

▼B

huuhdotaan sitten pienellä vesimäärällä. Suojasäiliön sisältö siirretään erlenmeyeriin. Happoylimäärä titrataan 0,1-molaarisella natriumhydroksidin standardiliuoksella (4.17), kunnes saavutetaan pH, joka pH-mittarilla mitattuna on 5,4.

Huomautus

1. Bariumhydroksidi- ja natriumkarbonaattiliuoksella saostamisen jälkeen täytetään merkkiin, suodatetaan ja neutraloidaan mahdollisimman nopeasti.

2. Titraus voidaan suorittaa myös käyttämällä indikaattoria (4.26), vaikkakin värin muutos on vaikeampi havaita.

7.6.2 Nollakoe

Ks. 7.2.3.

7.6.3 Tuloksen ilmoittaminen

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

jossa

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

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

M= määritystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

7.6.4 Gravimetrinen menetelmä ksanthydrolilla

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

7.6.5 Tuloksen ilmoittaminen

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

jossa

m= saadun sakan massa grammoina,

M= määritystä varten pipetoidun näytteen massa grammoina.

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

7.6.6 Erotusmenetelmä

Urea-N voidaan laskea myös seuraavan taulukon mukaisesti:

▼B

Tapaus	Nitraatti-typpi	Ammonium-typpi	Urea-N
1	Ei	On	(7.2.4) – (7.5.3)
2	On	On	(7.3.3) – (7.5.3)

8. **Tuloksen varmistaminen**

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

Menetelmät 3

Fosfori

Menetelmät 3.1

Uuttaminen

Menetelmä 3.1.1

Mineraalihappoihin liukenevan fosforin uuttaminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä mineraalihappoihin liukenevan fosforin määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan ainoastaan liitteessä I lueteltuihin fosfaattilannoitteisiin.

3. **Periaate**

Fosforin uuttaminen lannoitteesta typpihapon ja rikkihapon seoksella.

4. **Reagenssit**

Tislattu tai demineralisoitu vesi

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

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

5. **Välineistö**

Peruslaboratoriolaitteisto

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

5.2 500 ml:n mittapullo

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Näyte*

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

7.2 *Uuttaminen*

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

▼B

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

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

7.3 *Määritys*

Fosforin määrittäminen suoritetaan menetelmällä 3.2 osasta näin saatua liuosta.

Menetelmä 3.1.2

2-prosenttiseen muurahaishappoon (20 g/l) liukenevan fosforin uuttaminen

1. **Tarkoitus**

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

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan ainoastaan pehmeisiin luonnonfosfaatteihin.

3. **Periaate**

Muurahaishappoon liukeneva fosfori uutetaan erityisolosuhteissa kovien ja pehmeiden luonnonfosfaattien erottamiseksi.

4. **Reagenssit**

4.1 Muurahaishappo, 2-prosenttinen (20 g/l)

Huomautus:

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

5. **Välineistö**

Peruslaboratoriolaitteisto

5.1 500 ml:n mittapullo (esim. Stohmann)

5.2 Pyörivä ravistin (35-40 kierrosta minuutissa)

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Näyte*

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

7.2 *Uuttaminen*

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

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

7.3 *Määritys*

Fosfori määritetään menetelmän 3.2 mukaisesti osasta täysin kirkasta suodosta.

▼B

Menetelmä 3.1.3

2-Prosenttiseen sitruunahappoon (20 g/l) liukenevan fosforin uuttaminen

1. **Tarkoitus**

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

2. **Soveltamisala**

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

3. **Periaate**

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

4. **Reagenssit**

Tislattu tai demineralisoitu vesi

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

Huomautus:

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

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

5. **Välineistö**

5.1 Pyörivä ravistin (35-40 kierrosta minuutissa)

6. **Näytteen esikäsittely**

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

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Näyte*

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

7.2 *Uuttaminen*

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

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

7.3 *Määritys*

Fosforiuutteen määrittäminen tehdään osasta menetelmän 3.2 mukaisesti saatua liuosta.

Menetelmä 3.1.4

Neutraaliin ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin uuttaminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä neutraaliin ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin määrittämiseksi.

▼B

2. **Soveltamisala**

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

3. **Periaate**

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

4. **Reagenssit**

Tislattu tai demineralisoitu vesi

4.1 *Neutraali ammoniumsitraattiliuos (pH = 7,0)*

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

Reagenssi valmistetaan seuraavasti:

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

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

5. **Välineistö**

5.1 2 l:n dekantterilasi

5.2 pH-mittari

5.3 200 tai 250 ml:n erlenmeyerpullo

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

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

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Näyte*

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

7.2 *Liuoksen analysoiminen*

Erlenmeyerpullo suljetaan tulpalla ja sitä ravistetaan, jotta lannoite suspendoituisi paakkuuntumatta. Tulppa poistetaan hetkeksi paineen tasaamiseksi, minkä jälkeen erlenmeyerpullo suljetaan uudelleen. Pullo asetetaan vesihauteeseen, joka on säädetty pitämään lasin sisältö täsmälleen 65 °C:ssa, ja se yhdistetään sekoittimeen (ks. kuva 8). Pullossa olevan suspension pinnan tulee sekoittamisen aikana pysyä jat-

▼B

kuvasti
vesihauteen vedenpinnan alapuolella ([1]). Mekaanista sekoittamista säädellään niin että täydellinen suspensio varmistuu.

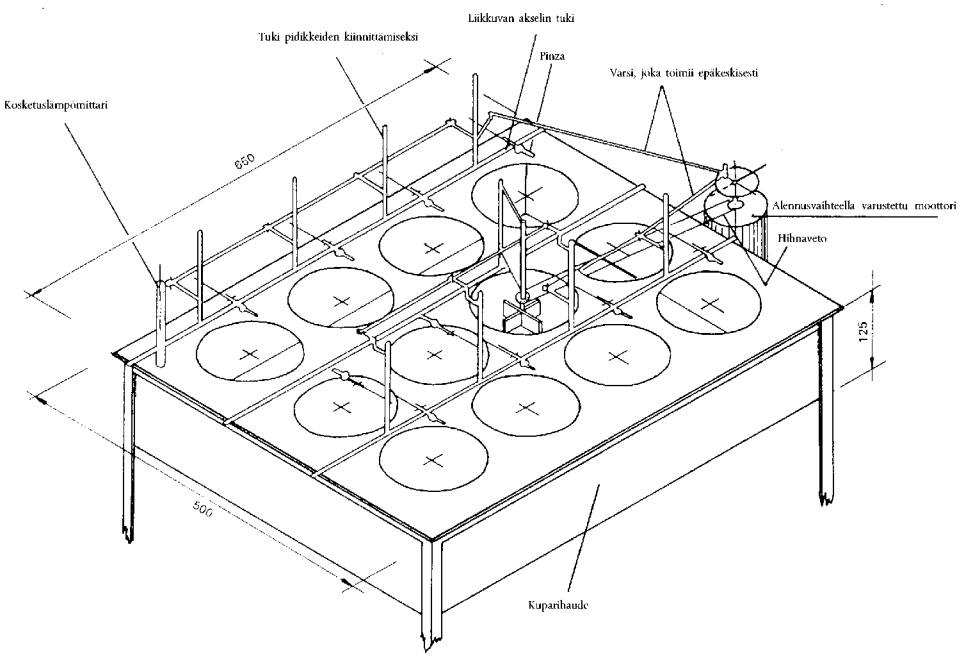
Kun sekoittamista on jatkettu yhden tunnin ajan, erlenmeyerpullo poistetaan vesihauteesta.

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

Tämän jälkeen kootaan noin 100 ml kirkasta suodosta.

7.3 *Määritys*

Määritetään näin saadun uutteen fosfori menetelmän 3.2 mukaisesti.



Kuvio 8

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

▼B

Menetelmät 3.1.5

Emäksisellä ammoniumsitraatilla uuttaminen

Menetelmä 3.1.5.1

Liukoisen fosforin uuttaminen petermannin mukaisesti 65 °C:ssa

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä liukenevan fosforin määrittämiseksi emäksisessä ammoniumsitraatissa.

2. **Soveltamisala**

Tämä menetelmä soveltuu ainoastaan saostetulle dikalsiumfosfaattihydraatille ($CaHPO_4 \cdot 2H_2O$).

3. **Periaate**

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

4. **Reagenssit**

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

4.1 Petermannin liuos

4.2 *Ominaisuudet*

▼M4

Sitruunahappo ($C_6H_8O_7.H_2O$): 173 g/l

Ammoniakki: 42 g/l ammoniumtyppeä

Rikkihappo: 0,25 mol/l,

pH 9,4–9,7

▼B

Diammoniumsitraatista valmistaminen

Liuotetaan 931 g diammoniumsitraattia (molekyylimassa 226,19) n. 3 500 ml:aan vettä 5 litran mittapullossa. Seisotetaan juoksevassa vesihauteessa, sekoitetaan ja jäähdytetään ja lisätään pieni määrä ammoniakkia. Esimerkiksi tiheyttä (20 °C:ssa) 906 g/ml varten, mikä vastaa 20,81 massaprosenttia ammoniumtyppeä, on tarpeen käyttää 502 ml ammoniakkiliuosta. Lämpötila säädetään 20 °C:seen, täytetään tislatulla vedellä merkkiin ja sekoitetaan.

Sitruunahaposta ja ammoniakista valmistaminen

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

Ammoniumtyppipitoisuus tarkistetaan seuraavasti

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

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

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

▼B

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

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

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

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

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

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

5. **Välineistö**

5.1 Vesihaude, jonka lämpötila voidaan pitää 65 (± 1) °C:ssa

5.2 500 ml:n mittapullo (esim. Stohmann)

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Näyte*

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 1 g esikäsiteltyä näytettä ja siirretään se 500 ml:n mittapulloon (5.2).

7.2 *Uuttaminen*

Lisätään 200 ml emäksistä ammoniumsitraattiliuosta (4.1). Pullo suljetaan ja sitä ravistellaan voimakkaasti käsin, ettei kokkareita muodostuisi eikä ainetta tarttuisi reunoihin.

Pullo asetetaan vesihauteeseen, joka on säädetty 65 °C:seen, ja lasia ravistetaan joka viides minuutti seuraavan puolen tunnin ajan. Aina ravistamisen jälkeen tulppa poistetaan paineen vapauttamiseksi. Vesihauteen vedenpinnan tulee olla pullossa olevan liuoksen pinnan yläpuolella. Pullo jätetään vesihauteeseen vielä 1 tunniksi 65 °C:n lämpötilaan ja sitä ravistetaan joka 10. minuutti. Pullo poistetaan vesihauteesta ja jäähdytetään n. 20 °C:seen sekä täytetään 500 ml:aan vedellä. Sekoitetaan ja suodatetaan kuivan, fosfaatittoman laskostetun suodatinpaperin läpi ja hylätään suodoksen ensimmäinen erä.

7.3 *Määritys*

Uutettu fosfaatti määritetään menetelmällä 3.2 osasta näin saatua liuosta.

Menetelmä 3.1.5.2

Liukoisen fosforin uuttaminen Petermannin menetelmällä huoneenlämpötilassa

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä kylmään, emäksiseen ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Menetelmää sovelletaan ainoastaan hienofosfaatteihin.

3. **Periaate**

Fosforin uuttaminen erityisolosuhteissa 20 °C:n lämpötilassa emäksisellä ammoniumsitraattiliuoksella (Petermannin liuos).

▼B

4. **Reagenssi**

Ks. menetelmä 3.1.5.1.

5. **Välineistö**

5.1 Peruslaboratoriolaitteisto ja 250 ml:n mittapullo (esim. Stohmann)

5.2 Pyörivä ravistin (35-40 kierrosta minuutissa)

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Näyte*

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 2,5 g esikäsiteltyä näytettä ja pannaan se 250 ml:n mittapulloon (5.1).

7.2 *Uuttaminen*

Lisätään hiukan Petermannin liuosta 20 °C:n lämpötilassa, ravistetaan voimakkaasti kokkareiden muodostumisen ja aineen reunoihin tarttumisen estämiseksi. Lasi täytetään merkkiin asti Petermannin liuoksella ja suljetaan tulpalla.

Sekoitetaan pyörivällä ravistimella (5.2) kahden tunnin ajan. Suodatetaan välittömästi kuivan, fosfaatittoman, laskostetun suodatinpaperin läpi kuivaan säiliöön ja hylätään suodoksen ensimmäinen erä.

7.3 *Määritys*

Fosfori määritetään menetelmällä 3.2 osasta näin saatua liuosta.

Menetelmä 3.1.5.3

Joulien emäksiseen ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin uuttaminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä Joulien emäksiseen ammoniumsitraattiin liukenevan fosforin määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan kaikkiin yksi- ja moniravinteisiin fosfaattilannoitteisiin, joissa fosfaatti on alumiinia ja kalsiumia sisältävässä muodossa.

3. **Periaate**

Uuttaminen voimakkaasti ravistaen tarkasti spesifioidun emäksisen ammoniumsitraattiliuoksen (tarvittaessa oksiinin) kanssa n. 20 °C:n lämpötilassa.

4. **Reagenssit**

Tislattu tai demineralisoitu vesi

4.1 *Joulien emäksinen ammoniumsitraattiliuos*

Litra tätä liuosta sisältää 400 g sitruunahappoa ja 153 g NH_3:a. Sen vapaan ammoniakin pitoisuus on noin 55 g/l. Liuos voidaan valmistaa jollakin jäljempänä kuvatulla menetelmällä.

4.1.1 Liuotetaan 1 litran mittapullossa 400 g sitruunahappoa ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) noin 600 ml:aan ammoniakkia (tiheys 20 °C:ssa = 0,925 g/ml, ts. 200 g NH_3/l). Sitruunahappo lisätään 50-80 g:n annoksina pitäen lämpötila alle 50 °C:ssa. Täytetään 1 litraksi ammoniakilla.

4.1.2 Liuotetaan 1 litran mittapullossa 432 g kaksiemäksistä ammoniumsitraattia ($C_6H_{14}N_2O_7$) 300 ml:aan vettä. Lisätään 440 ml ammoniakkia (tiheys 20 °C:ssa = 0,925 g/ml). Täytetään 1 litraksi vedellä.

Huomautus:

Kokonaisammoniakkipitoisuuden varmistaminen

▼B

Otetaan 10 ml:n sitraattiliuosnäyte 250 ml:n pulloon. Täytetään tislatulla vedellä. Ammoniumtyppipitoisuus määritetään menetelmän 2.1 mukaisesti 25 ml:sta tätä liuosta.

▼M4

1 ml 0,25-molaarista H_2SO_4:a = 0,008516 g NH_3:a.

▼B

Näissä olosuhteissa reagenssia voidaan pitää ohjeiden mukaisena, kun titrauksessa kuluu 17,7-18 ml liuosta.

Jos näin ei ole, lisätään 4,25 ml ammoniakkia (tiheys 20 °C:ssa = 0,925 g/l)/0,1 ml alle edellä mainitun 18 ml:n.

4.2 Hienoksi jauhettu 8-hydroksikinoliini (oksiini)

5. **Välineistö**

5.1 Peruslaboratoriolaitteisto ja pieni lasi tai posliinihuhmare sekä survin

5.2 500 ml:n mittapullot

5.3 1 000 ml:n mittapullo

5.4 Pyörivä ravistin (35-40 kierrosta minuutissa)

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Menettely**

7.1 *Näyte*

Punnitaan 0,0005 g:n tarkkuudella 1 g esikäsiteltyä näytettä ja pannaan se pieneen huhmareen. Lisätään noin 10 tippaa sitraattia (4.1) näytteen kostuttamiseksi ja murskataan näyte huolellisesti survimella.

7.2 *Uuttaminen*

Lisätään 20 ml ammoniumsitraattia (4.1), sekoitetaan tahnaksi ja jätetään tasaantumaan noin minuutiksi.

Dekantoidaan liuos 500 ml:n mittapulloon suodattamalla pois hiukkaset, jotka eivät ole hajonneet edeltävän murskaamisen aikana. Lisätään 20 ml sitraattiliuosta (4.1) sakkaan, jauhetaan kuten edellä ja kaadetaan neste mittapulloon. Tämä toistetaan neljä kertaa, niin että viidennen kerran lopulla mittapulloon voidaan kaataa koko valmiste. Käytetyn sitraatin kokonaismäärän tulee olla noin 100 ml.

Survin ja huhmare huuhdotaan mittapullon yllä 40 ml:lla tislattua vettä.

Suljettua mittapulloa ravistetaan pyörivällä ravistimella (5.4) 3 tuntia.

Pullo jätetään seisomaan 15-16 tunniksi, ravistetaan uudelleen samoissa olosuhteissa kolmen tunnin ajan. Lämpötilan tulisi pysyä 20 (± 2) °C:ssa koko prosessin ajan.

Täytetään tislatulla vedellä merkkiin. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi ja hylätään suodoksen ensimmäinen erä. Kerätään kirkas suodos kuivaan pulloon.

7.3 *Määritys*

Uutettu fosfori määritetään menetelmän 3.2 mukaisesti osasta näin saatua liuosta.

8. **Liite**

Oksiinin käyttäminen mahdollistaa tämän menetelmän soveltamisen magnesiumia sisältäviin lannoitteisiin. Käyttöä suositellaan, kun magnesium- ja fosforianhydridipitoisuuden suhde on yli 0,03 ($Mg/P_2O_5 > 0,03$). Mikäli näin on, kostutettuun näytteeseen lisätään 3 g oksiinia analyysia varten. Oksiinin käyttäminen, silloin kun lannoite ei sisällä magnesiumia, ei todennäköisesti häiritse määrittämistä. Kun tiedetään, että lannoite ei sisällä magnesiumia, ei oksiinia tarvitse käyttää.

▼B

Menetelmä 3.1.6

Vesiliukoisen fosforin uuttaminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä vesiliukoisen fosforin määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan kaikkiin, myös moniravinteisiin, lannoitteisiin, joista on määritettävä vesiliukoinen fosfori.

3. **Periaate**

Uuttaminen vedellä erityisolosuhteissa

4. **Reagenssi**

Tislattu tai demineralisoitu vesi

5. **Välineistö**

5.1 500 ml:n mittapullo (esim. Stohmann)

5.2 Pyörivä ravistin (35-40 kierrosta minuutissa)

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Näyte*

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 5 g esikäsiteltyä näytettä ja pannaan se 500 ml:n mittapulloon (5.1).

7.2 *Uuttaminen*

Lisätään mittapulloon 450 ml 20-25 °C:ista vettä.

Ravistetaan pyörivässä ravistimessa (5.2) 30 minuuttia.

Täytetään merkkiin asti vedellä, sekoitetaan perusteellisesti ravistamalla ja suodatetaan kuivan, fosfaatittoman laskostetun suodatinpaperin läpi kuivaan pulloon.

7.3 *Määritys*

Fosfori määritetään menetelmän 3.2 mukaisesti osasta näin saatua liuosta.

Menetelmä 3.2

Uutetun fosforin määrittäminen

(Gravimetrinen menetelmä, jossa käytetään kinoliinifosfomolybdaattia)

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä lannoiteuutteissa olevan fosforin määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Menetelmä on sovellettavissa kaikkiin lannoiteuutteisiin ([1]) fosforin eri muotojen määrittämiseksi.

3. **Periaate**

Mahdollisen hydrolyysin jälkeen fosforin eri muodot, muut kuin orthofosfaatit, orthofosfaatti-ionit saostetaan happamasta liuoksesta kinoliinifosfomolybdaattina.

Suodattamisen ja pesemisen jälkeen sakka kuivatetaan 250 °C:ssa ja punnitaan.

([1]) Mineraalihappoihin liukeneva fosfori, vesiliukoinen fosfori, ammoniumsitraattiin liukeneva fosfori, 2-prosenttiseen sitruunahappoon liukeneva fosfori sekä 2-prosenttiseen muurahaishappoon liukeneva fosfori.

▼B

Edellä mainituissa olosuhteissa liuoksessa todennäköisesti esiintyvät yhdisteet, kuten mineraali- ja orgaaniset hapot, ammoniumionit, liukoiset silikaatit yms., eivät häiritse määritystä, jos saostamisessa käytetään natriummolybdaatti- tai ammoniummolybdaattipohjaista reagenssia.

4. **Reagenssit**

Tislattu tai demineralisoitu vesi

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

4.2 *Reagenssin valmistaminen*

4.2.1 Natriummolybdaattipohjaisen reagenssin valmistaminen

Liuos A: liuotetaan 70 g natriummolybdaattidihydraattia 100 ml:aan tislattua vettä.

Liuos B: liuotetaan 60 g sitruunahappomonohydraattia 100 ml:aan tislattua vettä ja lisätään 85 ml väkevää typpihappoa (4.1).

Liuos C: sekoitetaan liuos A liuokseen B liuoksen C muodostamiseksi.

Liuos D: Lisätään 35 ml väkevää typpihappoa (4.1) 50 ml:aan tislattua vettä ja tämän jälkeen lisätään 5 ml vastatislattua kinoliinia. Tämä liuos lisätään liuokseen C, sekoitetaan perusteellisesti ja jätetään seisomaan yön yli pimeään. Tämän jälkeen lasi täytetään tislatulla vedellä 500 ml:aan, sekoitetaan uudelleen ja suodatetaan lasisintterin (5.6) läpi.

4.2.2 Ammoniummolybdaattipohjaisen reagenssin valmistaminen.

Liuos A: liuotetaan 100 g ammoniummolybdaattia 300 ml:aan tislattua vettä hiljaa kuumentaen ja silloin tällöin sekoittaen.

Liuos B: liuotetaan 120 g sitruunahappomonohydraattia 200 ml:aan tislattua vettä ja lisätään 170 ml väkevää typpihappoa (4.1).

Liuos C: lisätään 10 ml vastatislattua kinoliinia 70 ml:aan väkevää typpihappoa (4.1).

Liuos D: Kaadetaan liuos A hitaasti liuokseen B sekoittaen samalla. Perusteellisen sekoittamisen jälkeen tähän seokseen lisätään liuos C ja lasi täytetään 1 litraan asti. Liuos jätetään seisomaan kahdeksi vuorokaudeksi pimeään ja suodatetaan lasisintterin (5.6) läpi.

Kohdan 4.2.1 ja 4.2.2 reagensseja voidaan käyttää samalla tavalla. Molempia on säilytettävä suljetuissa polyetyleenipulloissa pimeässä.

5. **Välineistö**

5.1 Peruslaboratoriolaitteisto sekä 500 ml:n leveäkaulainen erlenmeyerpullo

5.2 10, 25 ja 50 ml:n mittapipetit

5.3 Suodatinupokas, jonka huokoisuus on 5-20 μm

5.4 Buchner-kolvi

5.5 250 (± 10) °C:seen säädetty kuivausuuni

5.6 Lasisintteri, jonka huokoisuus on 5-20 μm

6. **Analyysimenetelmä**

6.1 *Liuoksen käsitteleminen*

Pipetoidaan lannoiteuutteesta osa (ks. taulukko 2), joka sisältää noin 0,01 g P_2O_5:a, ja pannaan se 500 ml:n erlenmeyerpulloon. Lisätään 15 ml väkevää typpihappoa ([1]) (4.1) ja laimennetaan vedellä noin 100 ml:ksi.

([1]) 21 ml, silloin kun saostettava liuos sisältää yli 15 ml sitraattiliuosta (neutraali sitraatti, Petermannin tai Joulien emäksinen sitraatti).

▼B

Taulukko 2

Fosfaattiliuoksesta pipetoitujen osien määrittäminen

Lannoitteen P_2O_5 %	Lannoitteen P %	Analyysinäyte (g)	Laimentaminen ml:ksi	Näyte (ml)	Laimentaminen ml:ksi	Saostettava näyte (ml)	Kinoliinifosfomolybdaatin muuntokerroin, P_2O_5 %:ssa	Kinoliinifosfomolybdaatin muuntokerroin, P %:ssa
5–10	2.2–4.4	1	500	—	—	50	32,074	13,984
		5	500	—	—	10	32,074	13,984
10–25	4.4–11.0	1	500	—	—	25	64,148	27,968
		5	500	50	500	50	64,148	27,968
+ 25	+ 11	1	500	—	—	10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

6.2 *Hydrolyysi*

Mikäli liuoksen epäillään sisältävän metafosfaatteja, pyrofosfaatteja tai polyfosfaatteja, hydrolyysi suoritetaan seuraavasti.

Kuumennetaan erlenmeyerpullon sisältö hitaasti kiehuvaksi ja pidetään pullo tässä lämpötilassa, kunnes hydrolyysi on suoritettu. Tähän kuluu tavallisesti noin tunti. Palautusjäähdyttimellä varmistetaan, ettei neste roisku tai haihdu liikaa niin paljon, että liuoksen alkuperäinen tilavuus pienentyy yli puolella. Hydrolyysin jälkeen astia täytetään tislatulla vedellä uudelleen alkuperäiseen määrään.

6.3 *Upokkaan punnitseminen*

Suodatinupokasta (5.3) kuivataan vähintään 15 minuuttia kuivausuunissa 250 (± 10) °C:ssa. Upokas punnitaan, kun se on jäähdytetty eksikkaattorissa.

6.4 *Saostaminen*

Erlenmeyerpullon sisältämää happoliuosta kuumennetaan, kunnes se alkaa kiehua, jolloin kinoliinifosfomolybdaatin saostaminen aloitetaan lisäämällä 40 ml reagenssia (reagenssi 4.2.1 tai 4.2.2) [1] tipoittain sekoittaen liuosta samalla jatkuvasti. Erlenmeyerpullo pannaan vesihauteeseen ja jätetään sinne 15 minuutiksi, jonka aikana pulloa ravistetaan ajoittain. Liuos voidaan suodattaa välittömästi tai sen jälkeen, kun se on jäähtynyt.

6.5 *Suodattaminen ja peseminen*

Liuos suodatetaan tyhjiössä dekantoimalla. Sakka pestään erlenmeyerpullossa 30 ml:lla vettä. Liuos dekantoidaan ja suodatetaan. Tämä toistetaan viisi kertaa. Jäljelle jäänyt sakka siirretään kvantitatiivisesti upokkaaseen vedellä pesten. Pestään neljä kertaa 20 ml:lla vettä siten, että aina ennen nesteen lisäämistä nesteen annetaan valua upokkaasta. Sakka kuivataan perusteellisesti.

6.6 *Kuivaaminen ja punnitseminen*

Upokkaan ulkoseinät pyyhitään suodatinpaperilla. Upokas pannaan kuivausuuniin 250 °C:n lämpötilaan (5.5), jossa se saa olla, kunnes sen massa pysyy vakiona. Tämä vie tavallisesti noin 15 minuuttia. Annetaan jäähtyä eksikkaattorissa huoneenlämpöiseksi ja punnitaan nopeasti.

6.7 *Nollakoe*

Kutakin määrityssarjaa varten tehdään nollakoe käyttämällä reagensseja ja liuottimia yhtä suurina annoksina kuin uuttamisessa (sitraattiliuos yms.) ja ne otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

[1] Sellaisten yli 15 ml sitraattiliuosta (neutraali, Petermann, Joulie) sisältävien fosfaattiliuosten saostamiseksi, jotka on tehty happamiksi 21 ml:lla väkevää typpihappoa (ks. 6.1 kohdan alaviite), käytetään 80 ml saostusreagenssia.

▼B

6.8 *Varmistaminen*

Määrittäminen tehdään käyttämällä kaliumdivetyfosfaattiliuoksesta osaa, joka sisältää 0,01 g P_2O_5:ta.

7. **Tuloksen ilmoittaminen**

Kun analyysissä käytetään taulukon 2 mukaisia näytemääriä ja laimennuksia, sovelletaan seuraavaa kaavaa:

$$\text{lannoitteen P \%} = (A - a) \times F'$$

tai

$$\text{lannoitteen } P_2O_5 \text{ \%} = (A - a) \times F$$

jossa

A= kinoliinifosfomolybdaatin massa grammoina,

a= nollakokeella saadun kinoliinifosfomolybdaatin massa grammoina,

F ja F′= taulukon 2 kahden viimeisen sarakkeen mukaiset kertoimet.

Käytettäessä taulukosta 2 poikkeavia näytemääriä ja laimennuksia sovelletaan seuraavaa kaavaa:

$$\text{lannoitteen P \%} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

tai

$$\text{lannoitteen } P_2O_5 = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

jossa

f ja f′= kinoliinifosfomolybdaatin muuntokerroin P_2O_5:ksi = 0,032074, (f) tai P:ksi = 0,013984 (f′),

D= laimennuskerroin,

M= analysoidun näytteen massa grammoina.

Menetelmä 4

Kalium

Menetelmä 4.1

Vesiliukoisen kaliumin pitoisuuden määrittäminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä vesiliukoisen kaliumin määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan kaikkiin liitteessä I lueteltuihin kaliumlannoitteisiin.

3. **Periaate**

Analysoitavan näytteen sisältämä kalium liuotetaan veteen. Kun aineet, jotka saattavat häiritä kvantitatiivista määrittämistä, on poistettu tai

▼B

sidottu, kalium saostetaan kaliumtetrafenyliboraattina heikosti emäksisessä liuoksessa.

4. **Reagenssit**

Tislattu tai demineralisoitu vesi

4.1 *Formaldehydi*

Kirkas 25-35-prosenttinen formaldehydiliuos

4.2 Kaliumkloridi, analyysia varten

4.3 *Natriumhydroksidiliuos: 10 mol/l*

On varmistettava, että natriumhydroksidi ei sisällä kaliumia.

4.4 *Indikaattoriliuos*

Liuotetaan 0,5 g fenolftaleiinia 90-prosenttiseen etanoliin ja täytetään astia 100 ml:aan.

4.5 *EDTA-liuos*

Liuotetaan 4 g etyleenidiamiinitetraetikkahapon dihydratoitua dinatriumsuolaa veteen 100 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin ja sekoitetaan.

Reagenssia säilytetään muoviastiassa.

4.6 *STPB-liuos*

Liuotetaan 32,5 g natriumtetrafenyyliboraattia 480 ml:aan vettä, lisätään 2 ml natriumhydroksidiliuosta (4.3) ja 20 ml magnesiumkloridiliuosta (100 g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$/l).

Hämmennetään 15 minuuttia ja suodatetaan hienon tuhkattoman suodattimen läpi.

Reagenssia säilytetään muoviastiassa.

4.7 *Pesuneste*

20 ml STPB-liuosta (4.6) laimennetaan 1 000 ml:ksi vedellä.

4.8 *Bromivesi*

Kyllästetty bromivesiliuos

5. **Välineistö**

5.1 1 000 ml:n mittapulloja

5.2 250 ml:n dekantterilasi

5.3 Suodatinupokkaat, joiden huokoisuus on 5-20 μm

5.4 120 (± 10) °C:seen säädetty uuni

5.5 Eksikkaattori

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

Kaliumsuolojen näytteet tulee jauhaa riittävän hienoksi, jotta analyysia varten saataisiin edustava näyte. Kyseisiä tuotteita varten on käytettävä menetelmän 1 kohdan 6 alakohdassa selostettua menettelyä.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Näyte*

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 10 g esikäsiteltyä näytettä (5 g kaliumsuoloja varten, jotka sisältävät yli 50 % kaliumoksidia). Tämä näyte ja noin 400 ml vettä pannaan 600 ml:n dekantterilasiin.

Laitetaan kiehumaan 30 minuutiksi. Jäähdytetään, siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon, täytetään merkkiin, sekoitetaan ja suodatetaan kuivaan keräysastiaan. Hylätään ensimmäiset 50 ml suodoksesta (katso kohta 7.6, menettelyä koskeva huomautus).

▼B

7.2 *Saostettavan liuoksen valmistaminen*

Pipetoidaan suodoksesta osa, joka sisältää 25-50 mg kaliumia (ks. taulukko 3), ja pannaan se 250 ml:n dekantterilasiin. Tarvittaessa lisätään vettä, että saadaan tilavuudeksi 50 ml.

Häiritsevien tekijöiden poistamiseksi lisätään 10 ml EDTA-liuosta (4.5) sekä useita tippoja fenolftaleiiniliuosta (4.4) ja hämmennetään sekaan tipoittain natriumhydroksidiliuosta (4.3), kunnes liuos muuttuu punaiseksi, ja lopuksi lisätään muutamia tippoja natriumhydroksidia ylimäärän varmistamiseksi. (Tavallisesti 1 ml natriumhydroksidia riittää neutraloimaan näytteen ylimäärän.)

Ammoniakin (ks. 7.6 kohdan alakohdassa b menettelyä koskeva huomautus) poistamiseksi suurimmalta osaltaan liuosta keitetään varovasti noin 15 minuuttia.

Tarvittaessa lisätään vettä, niin että tilavuudeksi saadaan 60 ml.

Liuos kiehautetaan, dekantterilasi poistetaan lämmöstä ja siihen lisätään 10 ml formaldehydia (4.1). Lisätään useita tippoja fenolftaleiinia ja tarvittaessa myös muutama tippa natriumhydroksidia, kunnes neste muuttuu havaittavasti punaiseksi. Dekantterilasi peitetään kellonlasilla ja asetetaan vesihauteeseen 15 minuutiksi.

7.3 *Upokkaan punnitseminen*

Suodatinupokasta (ks. 5 ”Välineistö”) kuivataan 120 °C:ssa uunissa (5.4), kunnes upokkaan massa on vakio (noin 15 minuuttia).

Upokkaan annetaan jäähtyä eksikkaattorissa ja se punnitaan.

7.4 *Saostaminen*

Dekantterilasi poistetaan vesihauteesta, ja sen sisältöön sekoitetaan tipoittain 10 ml STPB-liuosta (4.6). Lisääminen kestää noin kaksi minuuttia. Odotetaan vähintään 10 minuuttia ennen suodattamista.

7.5 *Suodattaminen ja peseminen*

Liuos suodatetaan tyhjiössä punnitun suodatinupokkaan läpi, dekantterilasi huuhdotaan pesunesteellä (4.7), sakka pestään kolme kertaa pesunesteellä (yhteensä 60 ml pesunestettä pesua varten) ja kaksi kertaa 5-10 ml:lla vettä.

Sakka kuivataan perusteellisesti.

7.6 *Kuivaaminen ja punnitseminen*

Upokkaan ulkoseinät pyyhitään suodatinpaperilla. Upokas sisältöineen pannaan uuniin puoleksitoista tunniksi 120 °C:seen. Upokkaan annetaan jäähtyä eksikkaattorissa huoneenlämpöiseksi ja se punnitaan nopeasti.

Menettelyä koskeva huomautus

a) Jos suodos on tummanväristä, pipetoidaan siitä osa, joka sisältää enintään 100 mg K_2O:a, ja pannaan se 100 ml:n mittapulloon, lisätään bromivettä ja kuumennetaan kiehuvaksi, jotta kaikki ylimääräinen bromi poistuu. Jäähdyttämisen jälkeen täytetään merkkiin, suodatetaan ja määritetään kvantitatiivisesti kalium osasta suodosta.

b) Kun mukana on vain vähän tai ei lainkaan ammoniumtyppeä, ei tarvitse keittää 15:tä minuuttia.

7.7 *Näytteiksi pipetoidut liuosmäärät ja muuntokertoimet*

▼B

Taulukko 3

Menetelmää 4 varten

lannoitteen K_2O %	lannoitteen K %	analyysinäyte (g)	näyte uutetusta liuoksesta laimentamista varten (ml)	laimentaminen ml:ksi	saostamista varten näytteeksi otettu osa (ml)	muuntokerroin (F) $\frac{\%K_2O}{gTPBK}$	muuntokerroin (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	joko —		10	131,400	109,060
			tai 50	250	50	131,400	109,060
yli 50	yli 41,5	5	joko —	—	10	262,800	218,120
			tai 50	250	50	262,800	218,120

7.8 *Nollakoe*

Kutakin määrityssarjaa varten tehdään nollakoe käyttäen reagensseja ja liuottimia yhtä suurina määrinä kuin analyysissä ja tulokset otetaan huomioon lopullista tulosta laskettaessa.

7.9 *Tarkistusmittaus*

Analyysimenetelmän tarkistamiseksi suoritetaan määritys enintään 40 mg K_2O:a sisältävästä kaliumkloridin vesiliuoksen osasta.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Käytettäessä taulukon 3 mukaisia näytemääriä ja laimennuksia sovelletaan seuraavaa kaavaa:

$$\text{lannoitteen } K_2O\ \% = (A - a) \times F$$

tai

$$\text{lannoitteen K \%} = (A - a) \times F'$$

jossa

A= näytteestä saadun sakan massa grammoina,

a= nollakokeesta saadun sakan massa grammoina,

F ja F′= kertoimet (ks. taulukko 3).

Käytettäessä taulukosta 3 poikkeavia näytemääriä ja laimennuksia sovelletaan seuraavaa kaavaa:

$$\text{lannoitteen K2O} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

tai

$$\text{lannoitteen K} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

jossa

▼B

f= muuntokerroin, KTPB K_2O:ksi = 0,1314,

f'= muuntokerroin, KTPB K:ksi = 0,109,

D= laimennuskerroin,

M= näytteen massa grammoina.

Menetelmä 5

Ei tietoja

Menetelmä 6

Kloori

Menetelmä 6.1

Kloridien määrittäminen orgaanisen aineksen puuttuessa

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä kloridin määrittämiseksi silloin, kun mukana ei ole orgaanista ainetta.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan kaikkiin lannoitteisiin, joissa ei ole orgaanista ainetta.

3. **Periaate**

Veteen liuotetut kloridit saostetaan happamassa liuoksessa hopeanitraatin standardiliuoksen ylimäärällä. Tämä ylimäärä titrataan ammoniumtiosyanaatilla rauta-ammoniumsulfaatin läsnäollessa (Vollhardin menetelmä).

4. **Reagenssit**

Tislattu tai demineralisoitu vesi, jossa ei ole klorideja

4.1 Nitrobentseeni tai dietyylieetteri

4.2 Typpihappo, 10 mol/l

4.3 *Indikaattoriliuos*

Liuotetaan 40 g rauta-ammoniumsulfaattia $Fe_2(SO_4)_3 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 24H_2O$ veteen, niin että liuosta muodostuu 1 litra

4.4 *Hopeanitraatin standardiliuos: 0,1 mol/l*

Valmistaminen

Koska kyseinen suola on hygroskooppista eikä sitä voida kuivata ilman hajaantumisen vaaraa, on suositeltavaa, että sitä punnitaan 9 g ja se liuotetaan veteen, niin että lopullinen tilavuus on 1 litra. Säädetään 0,1-molaariseen vahvuuteen titraamalla 0,1-molaarisella $AgNO_3$:lla.

5. **Välineistö**

5.1 Pyörivä ravistin (35-40 kierrosta minuutissa)

5.2 Byrettejä

5.3 500 ml:n mittapullo

5.4 250 ml:n erlenmeyerpullo

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Näyte ja liuoksen valmistaminen*

Pannaan 0,001 g:n tarkkuudella punnittu 5 g:n näyte 500 ml:n mittapulloon ja lisätään 450 ml vettä. Ravistetaan puoli tuntia ravistimessa

▼B

(5.1) ja lisätään tislattua vettä, kunnes liuosta on yhteensä 500 ml, sekoitetaan ja suodatetaan dekantteriin.

7.2 *Määritys*

Otetaan suodoksesta osa, joka sisältää enintään 0,150 g kloridia. Esim. 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) tai 100 ml (1 g). Jos näyte on alle 50 ml, on tarpeen lisätä tislattua vettä, niin että tilavuudeksi saadaan 50 ml.

Lisätään 5 ml 10-molaarista typpihappoa (4.2), 20 ml indikaattoriliuosta (4.3) ja kaksi tippaa ammoniumtiosyanaatin standardiliuosta. Näyte jälkimmäisestä reagenssista otetaan byretillä, joka on säädetty tätä varten nollaksi.

Lisätään byretillä hopeanitraatin standardiliuosta (4.4), kunnes syntyy 2-5 ml:n ylimäärä. Lisätään 5 ml nitrobentseeniä tai 5 ml dietyylieetteriä (4.1) ja ravistetaan hyvin sakan agglomeroimiseksi. Ylimääräinen hopeanitraatti titrataan 0,1-molaarisella ammoniumtiosyanaatilla (4.5), kunnes väri muuttuu punaruskeaksi, joka jää näkyviin, kun lasia on ravistettu.

Huomautus:

Dietyylieetteri ja erityisesti nitrobentseeni estävät hopeakloridia reagoimasta tiosynaatti-ioneiden kanssa. Näin saadaan selvä värin muutos.

7.3 *Nollakoe*

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

7.4 *Tarkistusmittaus*

Ennen määritysten tekemistä tarkistetaan menetelmän tarkkuus käyttämällä vastavalmistetun kaliumkloridiliuoksen sellaista osaa, joka sisältää tietyn, 100 mg:n suuruusluokkaa olevan määrän kloridia.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Analyysin tulos ilmoitetaan kloridin prosenttiosuutena näytteessä.

Kloridiprosentti (Cl) lasketaan seuraavalla kaavalla:

$$\text{kloridi} - \% = 0,003546 \times \frac{(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M}$$

jossa

V_z= 0,1-molaarinen hopeanitraatti ml:ina,

V_{cz}= nollakokeessa käytetty 0,1-molaarinen hopeanitraatti ml:ina,

V_a= 0,1-molaarinen ammoniumtiosyanaatti ml:ina,

V_{ca}= nollakokeessa käytetty 0,1-molaarinen ammoniumtiosyanaatti ml:ina,

M= otetun näytteen (7.2) massa grammoina.

Menetelmät 7

Jauhatuksen hienous

Menetelmä 7.1

Jauhatuksen hienouden määrittäminen (kuivamenetelmä)

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään kuivamenetelmä jauhatuksen hienouden määrittämiseksi.

▼B

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan kaikkiin EY-lannoitteisiin, joita koskevissa vaatimuksissa on määritetty jauhatuksen hienous käyttämällä 0,63 ja 0,160 mm:n seuloja.

3. **Periaate**

Seuloja mekaanisesti ravistamalla määritetään niiden valmisteiden määrät, joiden hiukkaskoko on suurempi kuin 0,630 mm tai 0,160-0,630 mm, sekä lasketaan jauhatushienouden prosentti.

4. **Välineistö**

4.1 Mekaaninen seulantäristin

4.2 Seuloja, joiden aukot ovat 0,160 ja 0,630 mm (halkaisija 20 cm ja korkeus 5 cm)

5. **Menettely**

Punnitaan 0,05 g:n tarkkuudella 50 g ainetta. Kootaan kaksi seulaa ja ravistimen (4.1) kokooma-astia siten, että seula, jossa on suuremmat aukot, asetetaan päällimmäiseksi. Analyysinäyte asetetaan yläseulaan. Seulotaan 10 minuuttia ja poistetaan pohjalle kertynyt osa. Laite käynnistetään uudelleen ja minuutin kuluttua tarkistetaan, että pohjalle tänä aikana kertynyt määrä on alle 250 mg. Prosessi toistetaan (aina minuutti kerrallaan), kunnes kertynyt määrä jää alle 250 mg:n. Kumpaankin seulaan jäänyt määrä punnitaan erikseen.

6. **Tuloksen ilmoittaminen**

$$0,630 \text{ mm aukkoisen seulan osoittama näytteen hienous} - \% = (50 - M_1) \times 2$$

$$0,160 \text{ mm aukkoisen seulan osoittama näytteen hienous} - \% = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

jossa

M_1= 0,630 mm:n aukkoiseen seulaan jääneen määrän massa grammoina,

M_2= 0,160 mm:n aukkoiseen seulaan jääneen määrän massa grammoina,

Seulan, jonka aukot ovat 0,630 mm:n suuruisia, läpäissyt materiaali on aikaisemmin poistettu.

Näiden laskutoimitusten tulokset pyöristetään lähimpään kokonaislukuun.

Menetelmä 7.2

Pehmeiden luonnonfosfaattien jauhatushienouden määrittäminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä pehmeiden luonnonfosfaattien jauhatushienouden määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan pehmeisiin luonnonfosfaatteihin.

3. **Periaate**

Näytteet, joiden hiukkaskoko on hyvin pieni, voivat agglomeroitua, jolloin kuivaseulonta vaikeutuu. Tämän vuoksi käytetään tavallisesti märkäseulontaa.

4. **Reagenssit**

Natriumheksametafosfaattiliuos: 1 %

5. **Välineistö**

5.1 Vakiokokoisia seuloja, joiden aukot ovat 0,063 ja 0,125 mm (halkaisija 20 cm ja korkeus 5 cm), kokooma-astioita

▼B

5.2 20 cm:n läpimittainen jalustalle kiinnitetty lasisuppilo

5.3 250 ml:n dekantterilaseja

5.4 Kuivausuuni

6. **Analyysimenetelmä**

6.1 *Näytteenotto*

Punnitaan 0,05 g:n tarkkuudella 50 g ainetta. Seulan molemmat puolet pestään vedellä ja seula, jonka aukot ovat 0,125 mm:n suuruisia, asetetaan 0,063 mm:n aukkoisen seulan yläpuolelle.

6.2 *Menettely*

Analyysinäyte asetetaan yläseulaan. Seulotaan vähäisellä kylmällä vesisuihkulla. Tähän tarkoitukseen voidaan käyttää myös vesijohtovettä. On huolehdittava siitä, että vesi virtaa niin, ettei alempi seula koskaan täyty vedellä.

Kun yläseulaan jäävä materiaali pysyy suunnilleen vakiona, seula poistetaan ja asetetaan sillä välin kokooma-astiaan.

Märkäseulontaa jatketaan alemman seulan läpi muutaman minuutin ajan, kunnes läpäisevä vesi on lähes kirkasta.

0,125 mm:n seula asetetaan 0,063 mm seulan yläpuolelle. Kaikki kokooma-astiaan kertynyt sakka siirretään ylempään seulaan ja seulonta pienen vesisuihkun alla aloitetaan uudelleen, kunnes tämä vesi muuttuu jälleen kerran lähes kirkkaaksi.

Siirretään kvantitatiivisesti suppilon avulla kukin jäämä eri dekantte-reihin. Eri jäämät suspensoidaan täyttämällä dekantterit vedellä. Jätetään seisomaan noin minuutiksi ja dekantoidaan mahdollisimman paljon vettä.

Asetetaan dekantterit kahdeksi tunniksi kuivausuuniin 150 °C:seen.

Annetaan kuivua, irrotetaan jäämät harjalla ja punnitaan ne.

7. **Tuloksen ilmoittaminen**

Laskelmien tulokset pyöristetään lähimpään kokonaislukuun.

$$0,125\ \text{mm : n seulaan jääneen jäämän hienous} - \% = (50 - M_1) \times 2$$

$$0,063\ \text{mm : n seulaan jääneen jäämän hienous} - \% = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

jossa

M_1= 0,125 mm:n seulaan jääneen jäämän massa grammoina,

M_2= 0,063 mm:n seulaan jääneen jäämän massa grammoina.

8. **Huomautuksia**

Mikäli seulonnan jälkeen havaitaan kokkareita, analyysi on suoritettava uudelleen seuraavasti:

Kaadetaan hitaasti jatkuvasti hämmentäen 50 g näytettä 1 litran pulloon, joka sisältää 500 ml natriumheksametafosfaattiliuosta. Pullo suljetaan tulpalla ja sitä ravistetaan voimakkaasti käsin kokkareiden hajoittamiseksi. Siirretään koko suspensio yläseulaan ja pestään pullo perusteellisesti. Jatketaan analyysia 6.2 kohdassa selostetulla tavalla.

▼B

Menetelmät 8

Sivuravinteet

Menetelmä 8.1

Kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja sulfaattimuodossa olevan rikin kokonaismäärän uuttaminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä kalsiumin, magnesiumin ja natriumin sekä sulfaattimuodossa olevan rikin kokonaismäärän uuttamiseksi siten, että samaa uutetta voidaan käyttää jokaisen vaaditun ravinteen määrittämiseen.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan EY-lannoitteisiin, joista tämän asetuksen mukaan on ilmoitettava kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja sulfaattimuotoisen rikin kokonaismäärät.

3. **Periaate**

Liuotus kiehuvaan, laimeaan suolahappoon.

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappo:*

Yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) sekä yksi tilavuusosa vettä.

5. **Välineistö**

Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Analyysinäyte*

Kalsium, magnesium, natrium ja sulfaattimuotoinen rikki uutetaan viiden gramman näytteestä, joka on punnittu yhden milligramman tarkkuudella.

Jos lannoite kuitenkin sisältää yli 15 % rikkiä (S) eli 37,5 % SO_3:a ja yli 18,8 % kalsiumia (Ca) eli 26,3 % CaO:a, kalsium ja rikki uutetaan gramman näytteestä, joka on punnittu yhden milligramman tarkkuudella. Näyte pannaan 600 ml:n dekantterilasiin.

7.2 *Liuoksen valmistaminen*

Lisätään noin 400 millilitraa vettä ja vähän kerrallaan 50 millilitraa laimennettua suolahappoa (4.1), mikä on tehtävä varovasti, jos liuos sisältää runsaasti karbonaatteja. Kuumennetaan kiehumispisteeseen ja pidetään siinä 30 minuuttia. Annetaan jäähtyä välillä sekoittaen. Dekantoidaan kvantitatiivisesti 500 ml:n mittapulloon. Täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan ja hylätään suodoksen ensimmäinen erä. Uutteen on oltava täysin kirkasta. Suljetaan tulpalla, jos suodosta ei käytetä välittömästi.

Menetelmä 8.2

Eri muodoissa olevan rikin kokonaismäärän uuttaminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä, jolla uutetaan lannoitteessa alkuainemuodossa tai muina kemiallisina yhdisteinä esiintyvän rikin kokonaismäärä.

▼B

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan EY-lannoitteisiin, joista tämän asetuksen mukaan on ilmoitettava rikin eri muotojen (alkuaine, tiosulfaatti, sulfiitti, sulfaatti) kokonaismäärä.

3. **Periaate**

Alkuainemuodossa oleva rikki muutetaan emäksisessä väliaineessa polysulfideiksi ja tiosulfaatiksi; nämä sekä mahdolliset sulfiitit hapetetaan vetyperoksidilla. Rikin eri muodot muutetaan näin sulfaatiksi, joka määritetään bariumsulfaattisaostuksella (menetelmä 8.9).

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappo:*

Yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys = 1,18) sekä yksi tilavuusosa vettä.

4.2 Natriumhydroksidiliuos, vähintään 30-prosenttinen NaOH (tiheys = 1,33)

4.3 Vetyperoksidiliuos, 30-prosenttinen, paino/paino

4.4 Bariumkloridin vesiliuos $BaCl_2$, $2H_2O$, 122 grammaa/litra

5. **Välineistö**

Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Menettely**

7.1 *Analyysinäyte*

Punnitaan yhden milligramman tarkkuudella lannoitetta määrä, joka sisältää 80-350 milligrammaa rikkiä (S) tai 200-875 milligrammaa SO_3:a.

Yleensä (kun S < 15 %), punnitaan 2,5 grammaa. Näyte pannaan 400 ml:n dekantterilasiin.

7.2 *Hapetus*

Lisätään 20 ml natriumhydroksidiliuosta (4.2) ja 20 millilitraa vettä. Peitetään kellolasilla. Keitetään viisi minuuttia sähkölevyllä (5.1). Otetaan pois sähkölevyltä. Dekantterilasin laitoihin tarttunut rikki huuhdotaan alas kuumalla vesisuihkulla ja liuosta keitetään vielä 20 minuuttia. Annetaan jäähtyä.

Lisätään 2 millilitran annoksina vetyperoksidia (4.3), kunnes reaktiota ei enää havaita. Tähän tarvitaan 6-8 vetyperoksidiannosta. Happettumisen annetaan jatkua tunnin ajan, jonka jälkeen liuosta keitetään puoli tuntia. Annetaan jäähtyä.

7.3 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Lisätään noin 50 millilitraa vettä ja 50 millilitraa suolahappoliuosta (4.1).

— Jos rikkiä (S) on alle 5 %:

suodatetaan 600 millilitran dekantterilasiin. Suodattimella oleva sakka pestään useita kertoja kylmällä vedellä. Pesemisen jälkeen tarkastetaan bariumkloridia (4.4) käyttäen, ettei suodoksen viimeisissä pisaroissa ole sulfaattia. Suodoksen on oltava täysin kirkasta. Sulfaatti määritetään koko suodoksesta menetelmän 8.9 mukaisesti.

— Jos rikkiä (S) on yli 5 %:

siirretään kvantitatiivisesti 250 ml:n mittapulloon, täytetään vedellä ja sekoitetaan. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan; suodoksen on oltava täysin kirkasta. Suljetaan tulpalla, jos liuosta ei käytetä välittömästi. Sulfaatit määritetään tämän liuoksen osasta saostamalla bariumsulfaattina (menetelmä 8.9).

▼B

Menetelmä 8.3

Vesiliukoisen kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja (sulfaattimuotoisen) rikin uuttaminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä vesiliukoisen kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja (sulfaattimuotoisen) rikin uuttamiseksi siten, että samaa uutetta voidaan käyttää kunkin vaaditun ravinteen määrittämiseen.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan ainoastaan lannoitteisiin, joista on liitteen I mukaan ilmoitettava vesiliukoisen kalsiumin, magnesiumin, natriumin ja (sulfaattimuotoisen) rikin määrät.

3. **Periaate**

Ravinteet liuotetaan kiehuvaan veteen.

4. **Reagenssit**

Tislattu tai demineralisoitu vesi.

5. **Välineistö**

Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Analyysinäyte*

a) Kun lannoitteet eivät sisällä rikkiä tai kun ne eivät samanaikaisesti sisällä yli 3 %:a rikkiä (S) eli 7,5 % SO_3:a eivätkä yli 4 %:a kalsiumia (Ca) eli 5,6 % CaO:a, punnitaan yhden milligramman tarkkuudella viisi grammaa lannoitetta.

b) Kun lannoitteet sisältävät yli 3 % rikkiä (S) sekä yli 4 % kalsiumia (Ca), punnitaan yhden milligramman tarkkuudella yksi gramma lannoitetta.

Näyte pannaan 600 ml:n dekantterilasiin.

7.2 *Liuoksen valmistaminen*

Lisätään noin 400 millilitraa vettä ja keitetään 30 minuuttia. Annetaan jäähtyä, sekoitetaan aina välillä ja dekantoidaan kvantitatiivisesti 500 millilitran mittapulloon. Täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan.

Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan. Hylätään suodoksen ensimmäiset erät. Suodoksen on oltava täysin kirkasta.

Suljetaan tulpalla, jos liuosta ei käytetä välittömästi.

Menetelmä 8.4

Eri muodoissa olevan vesiliukoisen rikin uuttaminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä lannoitteen sisältämän, eri muodoissa olevan vesiliukoisen rikin uuttamiseksi.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan lannoitteisiin, joista on liitteen I mukaan ilmoitettava vesiliukoisen rikkitrioksidin määrä.

3. **Periaate**

Rikki liuotetaan kylmään veteen ja muutetaan sulfaatiksi hapettamalla vetyperoksidilla emäksisessä liuoksessa.

▼B

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappo:*

Yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) sekä yksi tilavuusosa vettä.

4.2 Natriumhydroksidiliuos, joka sisältää vähintään 30 % NaOH:ta (tiheys 20 °C:ssa = 1,33 g/ml)

4.3 Vetyperoksidiliuos, 30-prosenttinen, paino/paino

5. **Välineistö**

5.1 500 ml:n Stohmann-mittapullo

5.2 Pyörivä sekoitin (30-40 kierrosta minuutissa)

5.3 Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Analyysinäyte*

a) Kun lannoitteet sisältävät enintään 3 % rikkiä (S) eli 7,5 % SO_3:a sekä enintään 4 % kalsiumia (Ca) eli 5,6 % CaO:a, punnitaan yhden milligramman tarkkuudella viisi grammaa lannoitetta.

b) Kun lannoitteet sisältävät yli 3 % rikkiä (S) sekä yli 4 % kalsiumia (Ca), punnitaan yhden milligramman tarkkuudella yksi gramma lannoitetta.

Näyte pannaan 500 millilitran mittapulloon (5.1).

7.2 *Liuoksen valmistaminen*

Lisätään n. 400 ml vettä. Suljetaan tulpalla. Sekoitetaan (5.2) 30 minuuttia. Täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan. Suljetaan tulpalla, jos liuosta ei käytetä välittömästi.

7.3 *Analyysiliuoksen hapettaminen*

Uuteliuosta pipetoidaan dekantterilasiin määrä, joka ei ylitä 50 millilitraa ja joka sisältää, mikäli mahdollista, 20-100 milligrammaa rikkiä (S).

Lisätään tarvittaessa vettä niin, että liuosta on 50 millilitraa. Lisätään kolme millilitraa natriumhydroksidiliuosta (4.2) ja kaksi millilitraa vetyperoksidiliuosta (4.3). Peitetään kellonlasilla ja keitetään varovasti tunnin ajan sähkölevyllä (5.3). Vetyperoksidiannoksia lisätään niin kauan kuin reaktio jatkuu (suurin määrä viisi millilitraa).

Annetaan jäähtyä. Poistetaan kellonlasi ja huuhdotaan sen alapuoli dekantterilasiin. Lisätään noin 20 ml laimennettua suolahappoa (4.1). Lisätään vettä, kunnes liuosta on noin 300 millilitraa.

Määritetään koko hapetetun liuoksen sulfaattipitoisuus menetelmän 8.9 mukaisesti.

Menetelmä 8.5

Alkuainerikin uuttaminen ja määritys

Varoitus

Tässä analyysimenetelmässä käytetään hiilidisulfidia (CS_2). Sen vuoksi on noudatettava erityisiä varotoimia, joiden kohteena on erityisesti

— CS_2:n varastointi

— henkilöstön suojaimet

— työturvallisuus

— tulipalon ja räjähdyksen estäminen

— reagenssin hävittäminen.

▼B

Tässä menetelmässä tarvitaan asiantuntevia työntekijöitä ja asianmukaisesti varustettu laboratorio.

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä lannoitteiden sisältämän alkuainerikin uuttamiseksi ja määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan niihin EY-lannoitteisiin, joista on liitteen I mukaan ilmoitettava alkuainemuodossa olevan rikin kokonaismäärä.

3. **Periaate**

Kun liukoiset yhdisteet on poistettu, alkuainerikki uutetaan erilleen hiilidisulfidia käyttäen, ja uutetun rikin määrä määritetään tämän jälkeen gravimetrisesti.

4. **Reagenssit**

Hiilidisulfidi

5. **Välineistö**

5.1 100 ml:n uuttokolvi, jossa on hiottu lasitulppa

5.2 Soxhlet-uuttolaite, jossa on asianmukaiset suodatinosat

5.3 Pyörivä tyhjiöhaihdutin

5.4 Sähköuuni, jossa on tuuletin, säädetty lämpötilaan 90 (± 2) °C

5.5 Posliinisia petrimaljoja, halkaisijaltaan 5-7 cm, korkeus enintään 5 cm

5.6 Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Analyysinäyte*

Punnitaan yhden milligramman tarkkuudella 5-10 g näytettä ja pannaan se Soxhlet-uuttolaitteen (5.2) putkitaskuun.

7.2 *Rikin uuttaminen*

Pestään sisältö huolellisesti kuumalla vedellä kaikkien liukoisten yhdisteiden poistamiseksi. Kuivataan uunissa 90 °C:n lämpötilassa (5.4) vähintään tunnin ajan. Suodatin asetetaan Soxhlet-uuttolaitteeseen (5.2).

Laitteen (5.1) kolviin pannaan muutama lasihelmi, punnitaan se (P_0) ja lisätään 50 ml hiilidisulfidia (4.1).

Laite kootaan ja alkuainerikin uuttamisen annetaan jatkua 6 tuntia. Lämpö kytketään pois, annetaan jäähtyä ja kolvi irrotetaan. Kolvi kytketään kiertohaihduttimeen (5.3) ja haihdutetaan, kunnes kolvin sisältö on kiinteytynyt huokoiseksi massaksi.

Kolvi kuivataan uunissa 90 °C:ssa (5.4) (yleensä riittää yhden tunnin kuivatus), kunnes on päästy vakiomassaan (P_1).

7.3 *Alkuainerikin puhtauden määritys*

Hiilidisulfidi on saattanut uuttaa joitakin muita aineita alkuainerikin kanssa. Alkuainerikin puhtaus määritetään seuraavasti:

Kolvin sisältö homogenisoidaan mahdollisimman hyvin ja siitä punnitaan 2-3 g yhden milligramman (n) tarkkuudella petrimaljaan (5.5). Punnitaan petrimalja sisältöineen (P_2). Asetetaan sähkölevylle (5.6), jonka lämpotila on säädetty enintään 220 °C:seen, ettei rikki pääse syttymään. Sublimoidaan 3-4 tuntia, kunnes on päästy vakiomassaan (P_3).

Huomautus:

Joidenkin lannoitteiden sisältämän rikin puhtautta ei tarvitse määrittää. Tällöin jätetään väliin vaihe 7.2.

▼B

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Alkuainerikin (S) prosentuaalinen pitoisuus lannoitteessa on seuraava:

$$\text{Epäpuhdas S (\%) lannoitteesta} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

▼M4

$$\text{Uutetun rikin puhtaus (\%)} = \frac{P_2 - P_3}{n} \times 100$$

▼B

$$\text{Puhdas S (\%) lannoitteesta} = \frac{(P_1 - P_0)(P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100$$

jossa

m= lannoitenäytteen massa grammoina,

P_0= Soxhlet-kolvin massa grammoina,

P_1= Soxhlet-kolvin ja epäpuhtaan rikin massa kuivatuksen jälkeen,

n= puhdistettavan epäpuhtaan rikin massa grammoina,

P_2= petrimaljan massa,

P_3= petrimaljan massa rikin sublimoinnin jälkeen.

Menetelmä 8.6

Uutetun kalsiumin manganometrinen määritys oksalaattina saostamisen jälkeen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä lannoiteuutteissa olevan kalsiumin määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan niihin EY-lannoitteisiin, joista on liitteen I mukaan ilmoitettava kokonais- ja/tai vesiliukoisen kalsiumin määrä.

▼M4

3. **Periaate**

Analyysiliuoksen sisältämän kalsiumin saostaminen oksalaattina sen erottamisen ja liuottamisen jälkeen oksaalihapon kaliumpermanganaattititrauksella.

▼B

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappo:*

Yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja yksi tilavuusosa vettä.

4.2 *1 : 10 laimennettu rikkihappo:*

Yksi tilavuusosa rikkihappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml) kymmeneen tilavuusosaan vettä.

4.3 *1 : 1 laimennettu ammoniakkiliuos:*

Yksi tilavuusosa ammoniakkia (tiheys 20 °C:ssa = 0,88 g/ml) ja yksi tilavuusosa vettä.

4.4 Kyllästetty ammoniakkioksalaattiliuos [$(NH_4)_2\ C_2O_4\ H_2O$] ympäristön lämpötilassa (n. 40 g/l)

4.5 Sitruunahappoliuos, 30-prosenttinen (massa/tilavuus)

▼B

4.6 Ammoniumkloridiliuos, 5-prosenttinen (massa/tilavuus)

4.7 Bromitymolisinistä 95-prosenttisessa etanolissa, 0,1 % (massa/tilavuus)

4.8 Bromikresolivihreää 95-prosenttisessa etanolissa, 0,04 % (massa/tilavuus)

4.9 Natriumpermanganaatti standardiliuoksena, 0,02 mol/l

5. **Välineistö**

5.1 Suodatinupokas, jossa lasisintteri, huokoisuudeltaan 5-20 μm

5.2 Kuumavesihaude

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

Pipetoidaan menetelmällä 8.1 tai 8.3 saatua uuteliuosta erä, joka sisältää 15-50 mg kalsiumia (= 21-70 mg CaO) 400 ml:n dekantterilasiin. Olkoon tämän erän tilavuus v_2. Kaadetaan 400 millilitran dekantterilasiin. Neutraloidaan tarvittaessa (indikaattori (4.7) muuttuu vihreästä siniseksi) muutamalla tipalla ammoniakkiliuosta (4.3).

Lisätään yksi millilitra sitruunahappoliuosta (4.5) ja viisi millilitraa ammoniumkloridiliuosta (4.6).

7. **Kalsiumoksalaatin saostaminen**

Lisätään n. 100 ml vettä. Kuumennetaan kiehuvaksi, lisätään 8-10 tippaa indikaattoriliuosta (4.8) ja, hitaasti, 50 ml ammoniumoksalaattiliuosta (4.4). Jos sakkaa muodostuu, se liuotetaan lisäämällä muutama tippa suolahappoa (4.1). Neutraloidaan erittäin hitaasti ammoniakkiliuoksella (4.3) koko ajan sekoittaen, kunnes pH on 4.4-4.6 (indikaattori (4.8) muuttuu vihreästä siniseksi). Dekantterilasi pannaan kiehuvaan vesihauteeseen (5.2) n. 30 minuutiksi.

Dekantteri nostetaan pois hauteesta, jätetään odottamaan tunniksi ja suodatetaan upokkaaseen (5.1).

8. **Oksalaattisakan titraus**

Dekantterilasia ja upokasta pestään kunnes ammoniumoksalaatin ylimäärä on täysin poistunut. (Tämä voidaan testata sillä, että pesuvedessä ei enää ole kloridia). Upokas pannaan 400 ml:n dekantterilasiin ja sakka liuotetaan 50 ml:aan kuumaa rikkihappoa (4.2). Dekantterilasiin lisätään vettä, niin että kokonaistilavuus on n. 100 ml. Lämmitetään 70-80 °C:seen ja titrataan tipoittain permanganaattiliuoksella (4.9), kunnes vaaleanpunainen väri pysyy minuutin ajan. Olkoon tämä tilavuus n.

9. **Tuloksen ilmoittaminen**

Lannoitteen kalsiumpitoisuus (Ca) on seuraava:

$$\text{Ca}\ (\%) = \text{n} \times 0,2004 \times \frac{\text{t}}{0,02} \times \frac{\text{v}_1}{\text{v}_2 \times \text{m}}$$

jossa

n= permanganaattimäärä millilitroina,

m= näytteen massa grammoina,

v_2= analysoidun näytemäärän tilavuus millilitroina,

v_1= uuteliuoksen tilavuus millilitroina,

t= permanganaattiliuoksen konsentraatio moolia/l.

CaO (%) = Ca (%) × 1,400

▼B

Menetelmä 8.7

Magnesiumin atomiabsorptiospektrometrinen määritys

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä magnesiumin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan menetelmillä 8.1 ja 8.3 saatuihin sellaisten EY-lannoitteiden uutteisiin, joista on ilmoitettava kokonais- ja/tai vesiliukoisen magnesiumin määrä, lukuun ottamatta seuraavia lannoitteita, jotka on lueteltu liitteessä I olevassa sivuravinteita koskevassa D jaksossa:

— Tyyppi 4 (kieseriitti),

— Tyyppi 5 (magnesiumsulfaatti) ja tyyppi 5.1 (magnesiumsulfaattiliuos),

— ja lukuun ottamatta seuraavaa lannoitetta, joka on lueteltu liitteessä I olevassa kaliumlannoitteita koskevassa A jakson 3 kohdassa:

— Tyyppi 7 (kieseriitti, jossa kaliumsulfaattia),

— joihin sovelletaan menetelmää 8.8.

Tätä menetelmää sovelletaan kaikkiin lannoiteuutteisiin, jotka sisältävät magnesiumkompleksometristä määritystä häiritseviä alkuaineita.

3. **Periaate**

Magnesiumin määrittäminen atomiabsorptiospektrometrisesti, kun uute on asianmukaisesti laimennettu.

4. **Reagenssit**

4.1 Suolahappoliuos, 1 mol/l

4.2 Suolahappoliuos, 0,5 mol/l

4.3 *Magnesiumin standardiliuos, 1,00 mg/ml*

4.3.1 Liuotetaan 1,013 g magnesiumsulfaattia ($MgSO_4$, $7H_2O$) 100 ml:aan 0,5-molaarista suolahappoliuosta (4.2).

4.3.2 Punnitaan 1,658 g magnesiumoksidia (MgO), joka on aiemmin kalsinoitu karbonaattien poistamiseksi, dekantterilasiin, johon kaadetaan myös 100 ml vettä ja 120 ml 1-molaarista suolahappoa (4.1). Kun aine on liuennut, dekantoidaan kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin ja sekoitetaan.

tai

4.3.3 Käytetään valmiina ostettavaa standardiliuosta.

Laboratorio vastaa näiden liuosten testaamisesta.

4.4 *Strontiumkloridiliuos*

Liuotetaan 75 g strontiumkloridia ($SrCl_2$ $6H_2O$) suolahappoliuokseen (4.2) ja lisätään samaa happoliuosta, kunnes kokonaistilavuus on 500 ml.

5. **Välineistö**

Atomiabsorbtiospektrometri, jossa magnesiumlamppu, säädetty arvoon 285,2 nm.

Ilma-asetyleeniliekki.

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmät 8.1 ja 8.3.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 Jos lannoitteen ilmoitettu magnesiumpitoisuus (Mg) on yli 6 % (ts. 10 % magnesiumoksidina), pipetoidaan 25 ml (V_1) uuteliuosta (6) 100 ml:n mittapulloon, joka täytetään vedellä merkkiin, ja sekoitetaan. Laimennuskerroin $D_1 = 100/V_1$.

▼B

7.2 Pipetoidaan 10 ml uuteliuosta (6) tai liuosta (7.19) 200 ml:n mittapulloon. Täytetään 0,5-molaarisella suolahapolla merkkiin (4.2) ja sekoitetaan. Laimennuskerroin on 200/10.

7.3 Laimennetaan tämä liuos (7.2) 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2), jotta saadaan spektrometrin (5.1) optimaaliselle määritysalueelle sopiva pitoisuus. V_2 on näytteen tilavuus 100 ml:ssa. Laimennuskerroin $D_2 = 100/V_2$.

Lopullisen laimennoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) strontiumkloridiliuosta (4.4).

7.4 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Valmistetaan nollaliuos toistamalla koko menettely uuttamisvaiheesta asti (menetelmä 8.1 tai 8.3) siten, että pois jätetään vain analysoitava lannoitenäyte.

7.5 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Laimentamalla standardiliuosta (4.3) 0,5-molaarisella suolahapolla valmistetaan vähintään viisi erilaista kalibrointiliuosta, joiden pitoisuus on laitteen (5.1) optimaalisella määritysalueella.

Näiden liuosten on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) strontiumkloridiliuosta (4.4).

7.6 *Määritys*

Spektrometri (5.1) säädetään aallonpituudelle 285,2 nm.

Annetaan laitteen imeä sumuttimeen peräkkäin kalibrointiliuoksia (7.5), analyysiliuosta (7.3) ja nollaliuosta (7.4). Instrumentti pestään huolellisesti seuraavaksi mitattavalla liuoksella. Tämä toimenpide toistetaan kolmesti kaikilla liuoksilla. Kalibrointikäyrä piirretään käyttäen kunkin kalibroinnin (7.5) ordinaattana absorbanssin keskiarvoa ja abskissana vastaavaa magnesiumin pitoisuutta ilmaistuna µg/ml. Määritetään magnesiumin pitoisuus näytteessä (7.3), X_s, ja nollaliuoksessa (7.4), X_b, vertaamalla kalibrointikäyrään.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Lasketaan magnesiumin (Mg) tai magnesiumoksidin (MgO) määrä näytteessä kalibrointiliuosten perusteella ja ottaen huomioon nollakokeen tulos.

Magnesiumin (Mg) pitoisuus prosentteina lannoitteesta on

$$\mathrm{Mg}\ (\%) = \frac{(X_s - X_b)D_1(200/10)D_2 500,100}{1000.1000M}$$

jossa

X_s= analyysiliuoksen konsentraatio kalibrointikäyrän mukaan, µg/ml,

X_b= nollaliuoksen konsentraatio kalibrointikäyrän mukaan, µg/ml,

D_1= laimennuskerroin liuosta laimennettaessa (7.1),

on 4, jos otetaan 25 ml,

on 1, kun liuosta ei ole laimennettu,

D_2= kohdan 7.3 laimennuskerroin,

M= näytteen massa uutettaessa.

MgO (%)= Mg (%)/0,6

▼B

Menetelmä 8.8

Magnesiumin kompleksometrinen titraus

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä magnesiumin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan seuraavassa lueteltujen EY-lannoitteiden uutteisiin, joista on säädetty tehtäväksi kokonais- ja/tai vesiliukoisen magnesiumin määritys:

— liitteessä 1 luetellut lannoitteet: yksiravinteiset typpilannoitteet, tyyppi 1 b ja tyyppi 1 c (kalsiummagnesiumnitraatti), tyyppi 7 (magnesiumsulfonitraatti), tyyppi 8 (magnesiumia sisältävät typpilannoitteet) ja yksiravinteiset kaliumlannoitteet, tyyppi 2 (rikastettu kainiitti), tyyppi 4, (magnesiumia sisältävä kaliumkloridi), tyyppi 6 (magnesiumsuolaa sisältävä kaliumsulfaatti),

— liitteessä I olevassa sivuravinteita koskevassa D jaksossa luetellut lannoitteet.

3. **Periaate**

Magnesium liuotetaan menetelmillä 8.1 ja/tai 8.3. Ensimmäinen titraus: ensin Ca:n ja Mg:n EDTA:lla, mukana Eriokromimusta T. Toinen titraus: Ca:n EDTA:lla, mukana kalseiini tai kalkoni-karbonihappo. Magnesium saadaan erotuksesta.

4. **Reagenssit**

4.1 *Magnesiumin standardiliuos, 0,05 mol/l:*

4.1.1 Liuotetaan 1,232 g magnesiumsulfaattia ($MgSO_4$ $7H_2O$) 0,5-molaariseen suolahappoliuokseen (4.11) ja lisätään samaa happoa, kunnes liuosta on 100 ml.

tai

4.1.2 Punnitaan 2,016 g magnesiumoksidia, joka on aiemmin kalsinoitu karbonaattien poistamiseksi, dekantterilasiin, johon kaadetaan 100 ml vettä.

Sekoitetaan joukkoon n. 120 ml n. 1-molaarista suolahappoa (4.12).

Liuotuksen jälkeen siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin ja sekoitetaan.

Yhden ml:n näitä liuoksia tulisi sisältää 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO)

Laboratorio vastaa tämän standardiliuoksen pitoisuuden testauksesta.

4.2 *0,05-molaarinen EDTA-liuos*

Punnitaan 18,61 g etyleenidiamiinitetraetikkahapon dinatriumsuolaa ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$,$2H_2O$) 1 000 ml:n dekantterilasiin ja liuotetaan 600-800 ml:aan vettä. Liuos siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin ja sekoitetaan. Tämä liuos tarkistetaan standardiliuokseen (4.1) nähden titraamalla jälkimmäisestä 20 ml:n näyte kohdassa 7.2 selostetun analyysimenetelmän mukaisesti.

Yhden millilitran EDTA-liuosta tulisi vastata 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO) ja 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) (Ks. huomautukset 10.1 ja 10.6).

4.3 *Kalsium, 0,05-molaarinen standardiliuos*

Punnitaan 5,004 g kuivaa kalsiumkarbonaattia dekantterilasiin ja kaadetaan päälle 100 ml vettä. Joukkoon kaadetaan vähitellen 120 ml n. 1-molaarista suolahappoa (4.12).

Kuumennetaan kiehuvaksi, jotta hiilidioksidi poistuu, jäähdytetään, siirretään kvantitatiivisesti yhden litran mittapulloon, täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan. Tämä liuos tarkistetaan EDTA-liuokseen (4.2) nähden analyysimenetelmän (7.3) mukaisesti. Yhden millilitran tätä liuosta tulisi sisältää 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) ja sen tulisi vastata 1 ml:aa 0,05-molaarista EDTA-liuosta (4.2).

▼B

4.4 *Kalseiini-indikaattori*

Huhmaressa sekoitetaan huolellisesti 1 g kalseiinia ja 100 g natriumkloridia. Tätä seosta käytetään 10 mg. Indikaattori muuttuu vihreästä oranssiksi. Titrausta jatketaan, kunnes vihreä sävy on täysin hävinnyt.

4.5 *Kalkoni-karbonihappoindikaattori*

Liuotetaan 400 mg kalkoni-karbonihappoa 100 ml:aan metanolia. Tämä liuos säilyy vain n. neljä viikkoa. Liuosta käytetään kolme tippaa. Indikaattori muuttuu punaisesta siniseksi. Titrausta jatketaan, kunnes sininen väri ei enää punerra.

4.6 *Eriokromimusta-T-indikaattori*

Liuotetaan 300 mg Eriokromimusta-T:tä seokseen, jossa on 25 ml propanoli-1:ä ja 15 ml trietanolamiinia. Liuos säilyy vain n. neljä viikkoa. Liuosta käytetään kolme tippaa. Indikaattori muuttuu punaisesta siniseksi, ja titrausta jatketaan, kunnes sininen väri ei enää punerra. Väri muuttuu vain silloin, kun mukana on magnesiumia. Tarvittaessa lisätään 1 ml standardiliuosta (4.1).

Kun mukana on sekä kalsiumia että magnesiumia, EDTA muodostaa yhdisteen ensin kalsiumin ja sen jälkeen magnesiumin kanssa. Tässä tapauksessa kaksi alkuainetta määritetään samanaikaisesti.

4.7 *Kaliumsyanidiliuos*

KCN:n vesiliuos, jonka pitoisuus on 2 %. (Ei saa pipetoida suulla, ks. myös kohta 10.7).

4.8 *Kaliumhydroksidi- ja kaliumsyanidiliuos*

Liuotetaan veteen 280 g KOH:a ja 66 g KCN:a ja lisätään vettä, kunnes tilavuus on 1 litra. Sekoitetaan.

4.9 *Puskuriliuos, jonka pH on 10,5*

Liuotetaan 500 ml:n mittapullossa 33 g ammoniumkloridia 200 ml:aan vettä ja lisätään 250 ml ammoniakkia (tiheys 20 °C:ssa = 0,91 g/ml). Täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan. Liuoksen pH tarkistetaan säännöllisin väliajoin.

4.10 Laimennettu suolahappo: yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja yksi tilavuusosa vettä

4.11 Suolahappoliuos: n. 0,5 mol/l

4.12 Suolahappoliuos: n. 1 mol/l

4.13 Natriumhydroksidiliuos: 5 mol/l

5. **Välineistö**

5.1 Magneettinen tai mekaaninen sekoitin

5.2 pH-mittari

6. **Vertailukoe**

Suoritetaan analyysi sellaisilla määrillä liuosta (4.1 ja 4.3), että Ca/mg-suhde on suunnilleen sama kuin analysoitavassa liuoksessa. Tätä varten otetaan a millilitraa magnesiumin standardiliuosta (4.3) ja b-a millilitraa standardiliuosta (4.1). Arvot a ja b ovat ne EDTA-liuoksen millilitramäärät, joita on käytetty analyysiliuoksen kahdessa titrauksessa. Menettelytapa on oikea vain, jos EDTA:n, kalsiumin ja magnesiumin liuokset ovat täysin vastaavat. Ellei näin ole, tarvitaan korjauksia.

7. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

Ks. menetelmät 8.1 ja 8.3.

8. **Määritys**

8.1 *Analyysiin pipetoitava liuos*

Analyysiin pipetoidun liuosmäärän tulee, mikäli mahdollista, sisältää 9-18 mg magnesiumia (= 15-30 mg MgO).

8.2 *Titraus, jossa mukana Eriokromimusta-T*

Pipetoidaan sopiva määrä (8.1) analysoitavaa liuosta 400 ml:n dekanterilasiin. Neutraloidaan liika happo 5-molaarisella natriumhydroksidi-

▼B

liuoksella (4.13) pH-mittaria käyttäen. Laimennetaan vedellä n. 100 ml:ksi. Lisätään 5 ml puskuriliuosta (4.9). Mittarilla mitatun pH:n tulee olla 10,5 ± 0,1. Lisätään 2 ml kaliumsyanidiliuosta (4.7) ja kolme tippaa Eriokromimusta-T-indikaattoria (4.6). Titrataan EDTA-liuoksella (4.2) sekoittaen kevyesti sekoittimella (5.1) (ks. 10.2, 10.3 ja 10.4). Olkoon ”b” 0,05-molaarisen EDTA-liuoksen määrä millilitroina.

8.3 *Titraus, jossa mukana kalseiini tai kalkoni-karbonihappo.*

Pipetoidaan sama määrä analyysiliuosta kuin edellä (8.2) 400 ml:n dekantterilasiin. Neutraloidaan liika happo 5-molaarisella natriumhydroksidiliuoksella (4.13) pH-mittaria käyttäen. Laimennetaan vedellä n. 100 ml:ksi. Lisätään 10 ml KOH/KCN-liuosta (4.8) sekä indikaattoria (4.4 tai 4.5). Sekoittaen kevyesti sekoittimella (5.1) titrataan EDTA-liuoksella (4.2) (ks. 10.2, 10.3 ja 10.4). Olkoon ”a” 0,05-molaarisen EDTA-liuoksen määrä millilitroina.

9. **Tuloksen ilmoittaminen**

EY-lannoitteissa, joihin menetelmää sovelletaan (5 g lannoitetta 500 ml:ssa uutetta), pitoisuus prosentteina on:

$$\text{MgO (\%) lannoitteessa} = \frac{(b - a) \times T}{M}$$

$$\text{Mg (\%) lannoitteessa} = \frac{(b - a) \times T'}{M}$$

jossa

a= sen 0,05-molaarisen EDTA-liuoksen määrä millilitroina, jota käytettiin titrauksessa kalseiinin tai kalkoni-karbonihapon kanssa,

b= sen 0,05-molaarisen EDTA-liuoksen määrä millilitroina, jota käytettiin titrauksessa Eriokromimusta-T:n kanssa,

M= analyysiin pipetoidussa liuosmäärässä olevan näytteen massa (grammoina),

T= 0,2016 × EDTA-liuos/0,05 mol/l (ks. 4.2),

T′= 0,1216 × EDTA-liuos/0,05 mol/l (ks. 4.2).

10 **Huomautuksia**

10.1 Stökiometrinen suhde EDTA:n ja metallin välillä on kompleksometrisissä analyyseissa aina 1 : 1 riippumatta metallien valenssista ja huolimatta siitä, että EDTA:n valenssi on 4. EDTA-titrausliuos ja standardiliuokset ovat siksi molaarisia eivätkä normaalisia.

10.2 Kompleksometriset indikaattorit ovat usein herkkiä ilman vaikutukselle. Liuoksen väri saattaa hävitä titrattaessa. Tällöin lisätään pari tippaa indikaattoria. Tämä koskee etenkin Eriokromimustaa ja kalkoni-karbonihappoa.

10.3 Metalli-indikaattorikompleksit ovat usein suhteellisen stabiileja, ja värin muutos saattaa kestää jonkin aikaa. Sen vuoksi viimeiset EDTA-tipat on lisättävä hitaasti ja lisäksi on lisättävä tippa 0,05-molaarista magnesium- (4.1) tai kalsiumliuosta (4.3), jolla varmistetaan, ettei väri ole jo muuttunut. Tämä koskee etenkin Eriokromi-magnesiumkompleksia.

10.4 Indikaattorin värin muutosta ei pidä tarkkailla pystysuunnassa vaan vaakatasossa poikki koko liuoksen, ja dekantteri tulee sijoittaa valkeaa taustaa vasten hyvin valaistuna. Indikaattorin muuttumista voidaan tarkkailla helposti myös, kun dekantterilasi on asetettu himmeälle lasilevylle, joka on valaistu alhaalta päin (25 W:n lampulla).

10.5 Tämä analyysi edellyttää jonkin verran kokemusta. Vaikeaa on mm. standardiliuosten 4.1 ja 4.3 värimuutosten huomaaminen. On suositeltavaa, että määritykset tekee aina sama laboratoriokemisti.

▼B

10.6 Jos käytetään valmista EDTA-liuosta, jonka pitoisuudesta on annettu takuu (esim. Titrisol, Normex), saattaa standardiliuosten 4.1, 4.2 ja 4.3 vastaavuuden tarkistus olla yksinkertaisempaa.

10.7 Kaliumsyanidia sisältäviä liuoksia ei saa kaataa viemäriin, ennen kuin syanidi on muutettu vaarattomaksi yhdisteeksi, esim. hapettamalla se natriumhypokloriitilla ja tekemällä se sen jälkeen emäksiseksi.

Menetelmä 8.9

Sulfaattien määrittäminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä lannoiteuutteissa sulfaatteina esiintyvän rikin määrittämiseksi.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan menetelmillä 8.1, 8.2, 8.3 ja 8.4 saaduissa uutteissa esiintyvään rikkiin.

3. **Periaate**

Gravimetrinen määritys bariumsulfaattina.

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappo:*

Yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja yksi tilavuusosa vettä.

4.2 Bariumkloridiliuos $BaCl_2 2H_2O$:122 g/l

4.3 Hopeanitraattiliuos: 5 g/l

5. **Välineistö**

5.1 Posliiniupokkaita

5.2 Kuumavesihaude

5.3 Kuivatusuuni, säädetty lämpöön 105 (± 1) °C

5.4 Sähköuuni, säädetty lämpöön 800 (± 50) °C

6. **Analyysimenetelmä**

6.1 *Näytteen valmistaminen liuoksesta*

Pipetoidaan kohdassa 2 mainitusta uuteliuoksesta määrä, joka sisältää 20-100 mg S:ä tai 50-250 mg SO_3:a.

Tämä liuos pannaan sopivan kokoiseen dekantterilasiin. Lisätään 20 ml laimennettua suolahappoa (4.1). Lisätään vettä, niin että liuosta saadaan n. 300 ml.

6.2 *Saostaminen*

Liuos kuumennetaan kiehuvaksi. Lisätään tipoittain n. 20 ml bariumkloridiliuosta (4.2) sekoittaen voimakkaasti. Keitetään muutaman minuutin ajan.

Kellonlasilla peitetty dekantterilasi pannaan kiehuvaan vesihauteeseen (5.2) tunniksi. Annetaan seistä kuumana (noin 60 °C), kunnes päällä oleva neste on kirkasta. Kirkas liuos dekantoidaan kvantitatiivisen, tuhkattoman suodatinpaperin läpi. Seos pestään useaan kertaan kuumalla vedellä. Sakkaa pestään suodattimessa, kunnes suodoksessa ei enää ole kloridia. Tämä voidaan tarkistaa hopeanitraattiliuoksella (4.3).

6.3 *Sakan hehkuttaminen ja punnitseminen*

Suodatinpaperi ja sakka pannaan posliiniupokkaaseen (5.1), joka on tätä ennen punnittu 0,1 mg:n tarkkuudella. Kuivataan uunissa (5.3) ja hehkutetaan n. puolen tunnin ajan 800 °C:ssa (5.4). Jäähdytetään eksikkaattorissa ja punnitaan 0,1 mg:n tarkkuudella.

▼B

7. **Tuloksen ilmoittaminen**

Yksi milligramma bariumsulfaattia vastaa 0,137 mg:aa S:ä tai 0,343 mg SO_3:a.

Lannoitteen rikkipitoisuus prosentteina on seuraava:

$$S\ (\%) = w \times 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3\ (\%) = S(\%) \times 2,5$$

jossa

w= bariumsulfaattisakan massa milligrammoina,

v_1= uuteliuoksen tilavuus millilitroina,

v_2= analyysiin pipetoidun osan tilavuus millilitroina,

m= näytteen massa grammoina.

Menetelmä 8.10

Uutetun natriumin määrittäminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä natriumin analysoimiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan EY-lannoitteisiin, joista on liitteen I mukaan ilmoitettava natriumin määrä.

3. **Periaate**

Kun menetelmillä 8.1 ja/tai 8.3 saatu uute on laimennettu sopivasti, liuoksen natriumpitoisuus määritetään liekkiemissiospektrometrialla.

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappo:*

Yksi tilavuusosa suolahappoa a.p. (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) ja yksi tilavuusosa vettä.

4.2 Alumiininitraatti $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$

4.3 Cesiumkloridi, CsCl

4.4 Vedetön natriumkloridi, NaCl

4.5 *Cesiumkloridin ja alumiininitraatin liuos*

Liuotetaan veteen 50 g cesiumkloridia (4.3) ja 250 g alumiininitraattia (4.2) 1 000 ml:n mittapullossa. Täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan.

4.6 *Natriumin standardiliuos, jossa on 1 mg Na/ml*

Liuotetaan veteen 2,542 g natriumkloridia (4.4) 1 000 ml:n mittapullossa. Lisätään 10 ml suolahappoa (4.1). Täytetään vedellä merkkiin ja sekoitetaan.

5. **Välineistö**

Spektrometri, jossa liekkiemissiolaite, säädetty aallonpituudelle 589,3 nm.

6. **Kalibrointiliuokset**

6.1 Pipetoidaan 10 ml standardiliuosta (4.6) 250 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin ja sekoitetaan. Liuoksen pitoisuus: 40 μg/ml Na.

▼B

6.2 Pipetoidaan 0, 5, 10, 15, 20 ja 25 ml väliliuosta (6.1) 100 ml:n mittapulloihin. Lisätään 10 ml liuosta (4.5). Täytetään merkkiin ja sekoitetaan. Liuosten pitoisuudet: 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 µg/ml Na.

7. **Mitattavien liuosten valmistaminen**

Menetelmän 8.1 tai 8.3 mukaisten uuteliuosten oletetun natriumpitoisuuden mukaan (5 g lannoitetta 500 ml:ssa) laimennetaan seuraavan taulukon mukaisesti:

Na_2O (%)	Na (%)	Välilaimennos		Lopullinen laimennos		Laimennusaste
		Näyte (ml) (v_2)	Laimennus ml:aan (v_3)	Näyte (ml) (v_4)	Laimennus ml:aan	
3–5	2,2–3,7	10	50	10	100	50
5–10	3,7–7,4	10	100	10	100	100
10–20	7,4–15	10	100	5	100	200
20–38	15–28	5	100	5	100	400

Laimennetaan vedellä välilaimennokseksi. Lopullista laimennusta varten lisätään 10 ml liuosta (4.5) 100 ml:n mittapullossa.

1 g:n punnituksessa kerrotaan lopullisen laimennoksen tilavuus (v_4) viidellä.

8. **Määritys**

Valmistellaan spektrometri (5.1) aallonpituudella 589,3 nm tapahtuvaa mittausta varten. Laite kalibroidaan mittaamalla kalibrointiliuosten (6.2) vaste. Laitteen herkkyys on säädettävä sellaiseksi, että väkevin standardi on lähellä asteikon ylärajaa. Mitataan analysoitavan näyteliuoksen (7) vaste. Kaikki mittaukset toistetaan kolme kertaa.

9. **Tuloksen ilmoittaminen**

Piirretään kalibrointikäyrä merkiten ordinaatalle kunkin kalibrointiliuoksen keskimääräinen vaste ja abskissalle vastaava pitoisuus (mikrogrammaa/ml). Lasketaan natriumin määrä standardiliuosten perusteella ottaen huomioon laimennusaste. Tulos ilmoitetaan prosentteina näytteestä.

Natriumin (Na) pitoisuus prosentteina lannoitteessa on seuraava:

$$\text{Na } \% = \text{x}.\frac{v_3}{v_4}\frac{v_1}{v_2}\frac{10^{-2}}{\text{m}}$$

$$Na_2O\ (\%) = \text{Na } (\%)\ \times\ 1,348$$

jossa

x= spektrometrissä mitatun liuoksen konsentraatio µg/ml,

v_1= uuteliuoksen tilavuus millilitroina,

v_2= pipetointimäärä välilaimennoksessa millilitroina,

v_3= välilaimennoksen tilavuus millilitroina,

v_4= lopullisen laimennuksen pipetointimäärä (100 ml:aan),

m= näytteen massa grammoina.

▼B

Menetelmät 9

Hivenravinteet, joiden pitoisuus on enintään 10 prosenttia

Menetelmä 9.1

Hivenravinteiden kokonaismäärän uuttaminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä seuraavien hivenravinteiden uuttamiseksi: kokonaisboori, kokonaiskoboltti, kokonaiskupari, kokonaisrauta, kokonaismangaani, kokonaismolybdeeni ja kokonaissinkki. Tavoitteena on suorittaa mahdollisimman vähäinen määrä uuttoja siten, että samaa uutetta voidaan käyttää jokaisen edellä mainitun hivenravinteen kokonaispitoisuuden määrittämiseen.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan liitteessä I olevassa E jaksossa tarkoitettuihin EY-lannoitteisiin, jotka sisältävät yhtä tai useampaa seuraavista hivenravinteista: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Sillä määritetään jokainen hivenravinne, jonka ilmoitettu pitoisuus on enintään 10 %.

3. **Periaate**

Liuotus kiehuvaan, laimennettuun suolahappoon.

Huomautus:

Uuttamismenetelmä on kokemusperäinen, ja sen kvantitatiivisuus riippuu tuotteesta tai lannoitteen muista aineksista. Erityisesti kun kyseessä ovat tietyt mangaanioksidit, uutetut määrät voivat olla merkittävästi pienempiä kuin mangaanin kokonaismäärä tuotteessa. Lannoitteiden valmistajien vastuulla on varmistaa, että ilmoitettu pitoisuus tosiasiallisesti vastaa menetelmän koeolosuhteissa uutettua määrää.

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l:*

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) yhteen tilavuusosaan vettä.

4.2 Väkevä ammoniakki (NH_4OH, tiheys 20 °C:ssa = 0,9 g/ml)

5. **Välineistö**

Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää.

Huomautus:

Jos uutteesta määritetään booripitoisuus, ei saa käyttää borosilikaattisia lasitavaroita. Koska uuttoon liittyy keittäminen, suositellaan käytettäväksi teflonia tai kvartsilasia. Lasitavarat on huuhdeltava huolellisesti, jos ne on pesty boraatteja sisältävällä pesuaineella

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Analyysinäyte*

Punnitaan välillä 2 ja 10 g oleva määrä lannoitetta tuotteen ilmoitetun hivenravinnepitoisuuden mukaan. Seuraavaa taulukkoa käytetään, jotta saataisiin lopullinen liuos, joka on soveltuvan laimennuksen jälkeen jokaisen menetelmän mittausalueella. Näytteet on punnittava 1 mg:n tarkkuudella.

▼B

Lannoitteen ilmoitettu hivenravinnepitoisuus (%)	< 0,01	0,01–< 5	≥ 5–10
Analyysinäytteen massa (g)	10	5	2
Näytteen sisältämän alkuaineen massa (mg)	1	0,5–250	100–200
Uutteen tilavuus V (ml)	250	500	500
Uutteen sisältämän alkuaineen konsentraatio (mg/l)	4	1–500	200–400

Näyte sijoitetaan 250 ml:n dekantterilasiin.

7.2 *Liuoksen valmistaminen*

Kostutetaan tarvittaessa näyte pienellä määrällä vettä ja lisätään, aluksi pieninä erinä ja varovasti, 10 ml laimennettua suolahappoa (4.1) lannoitegrammaa kohti, minkä jälkeen lisätään noin 50 ml vettä. Peitetään dekantterilasi kellolasilla ja sekoitetaan. Kuumennetaan kiehumispisteeseen sähkölevyllä ja keitetään 30 minuuttia. Annetaan jäähtyä välillä sekoittaen. Siirretään kvantitatiivisesti 250 tai 500 ml:n mittapulloon (katso taulukko). Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan. Hylätään suodoksen ensimmäinen erä. Uutteen on oltava täysin kirkasta

On suositeltavaa, että määritykset suoritetaan kirkkaan suodoksen määräosuuksista viipymättä. Jos suodosta ei käytetä heti, astia on suljettava.

Huomautus:

Uutteet, joiden booripitoisuus on määritettävä: uutteiden pH on säädettävä välille 4 ja 6 väkevällä ammoniakilla (4.2).

8. **Määritys**

Kukin hivenravinne määritetään sen erityismenetelmällä valmistetusta uutteesta.

Tarvittaessa uutteesta poistetaan orgaaniset kelatoivat tai kompleksoivat aineet menetelmällä 9.3. Poistaminen ei yleensä ole tarpeen, kun määritykset tehdään atomiabsorptiospektrometrillä.

Menetelmä 9.2

Vesiliukoisten hivenravinteiden uuttaminen

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä seuraavien vesiliukoisten hivenravinteiden uuttamiseksi: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Tavoitteena on suorittaa mahdollisimman vähäinen määrä uuttoja käyttämällä mahdollisuuksien mukaan samaa uutetta jokaisen hivenravinteen pitoisuuden määrittämiseen.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan liitteessä I tarkoitettuihin EY-lannoitteisiin, jotka sisältävät yhtä tai useampaa seuraavista hivenravinteista: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Sillä määritetään jokainen hivenravinne, jonka ilmoitettu pitoisuus on enintään 10 %.

3. **Periaate**

Hivenravinteet uutetaan ravistamalla lannoitetta vedessä, jonka lämpötila on 20 (± 2) °C.

▼B

Huomautus:

Uutto on kokemusperäinen, ja sitä voidaan tai ei voida pitää kvantitatiivisena.

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l:*

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) yhteen tilavuusosaan vettä.

5. **Välineistö**

5.1 Pyörivä ravistin, säädetty noin 35-40 kierrokseen minuutissa.

5.2 pH-mittari

Huomautus:

Jos uutteesta määritetään booripitoisuus, ei saa käyttää borosilikaattisia lasitavaroita. Tässä uutossa suositellaan käytettäväksi teflonia tai kvartsilasia. Lasitavarat on huuhdeltava huolellisesti, jos ne on pesty boraatteja sisältävällä pesuaineella

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Menettely**

7.1 *Analyysinäyte*

Punnitaan välillä 2 ja 10 g oleva määrä lannoitetta tuotteen oletetun hivenravinnepitoisuuden mukaan. Seuraavaa taulukkoa käytetään, jotta saataisiin lopullinen liuos, joka on soveltuvan laimennuksen jälkeen jokaisen menetelmän mittausalueella. Näytteet on punnittava 1 mg:n tarkkuudella.

Lannoitteen ilmoitettu hivenravinnepitoisuus (%)	< 0,01	0,01–< 5	≥ 5–10
Analyysinäytteen massa (g)	10	5	2
Näytteen sisältämän alkuaineen massa (mg)	1	0,5–250	100–200
Uutteen tilavuus V (ml)	250	500	500
Uutteen sisältämän alkuaineen konsentraatio (mg/l)	4	1–500	200–400

Sekoittamista varten näytteet pannaan 250 tai 500 ml:n mittapulloihin (taulukkoa noudattaen).

7.2 *Liuoksen valmistaminen*

Lisätään 250 ml:n pulloon noin 200 ml vettä ja 500 ml:n pulloon 400 ml vettä.

Suljetaan pullo huolellisesti. Ravistetaan voimakkaasti käsin, jotta näytteestä muodostuu dispersio. Asetetaan pullo ravistimeen (5.1) ja ravistetaan 30 minuuttia.

Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

7.3 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Suodatetaan välittömästi puhtaaseen ja kuivaan pulloon. Suljetaan pullo. Tehdään määritys välittömästi suodattamisen jälkeen.

Huomautus:

Jos uute samenee asteittain, uutetaan uudelleen 7.1 ja 7.2 kohdan mukaan tilavuudeltaan Ve olevaan mittapulloon. Suodatetaan tilavuu-

▼B

deltaan W olevaan kuivaan mittapulloon, johon on kaadettu tarkalleen 5 ml suolahappoliuosta (4.1). Lopetetaan suodatus tarkalleen mittapullon kalibroituun merkkiin. Sekoitetaan huolellisesti.

Näissä olosuhteissa tuloksia ilmoitettaessa käytetään V:n arvoa:

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Tuloksia ilmoitettaessa käytettävät laimennukset riippuvat tästä V:n arvosta.

8. **Määritys**

Kukin hivenravinne määritetään sen erityismenetelmällä valmistetun uutteen määräosuudesta.

Tarvittaessa uutteesta poistetaan orgaaniset kelatoivat tai kompleksoivat aineet menetelmällä 9.3. Poistaminen ei yleensä ole tarpeen, kun määritykset tehdään atomiabsorptiospektrometrillä.

Menetelmä 9.3

Orgaanisten aineiden poistaminen lannoiteuutteista

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä orgaanisen aineen poistamiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava hivenravinteiden kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisten hivenravinteiden pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

Huomautus:

Orgaanisen aineksen pienet määrät eivät useimmiten vaikuta atomiabsorptiospektrometrillä tehtäviin määrityksiin.

3. **Periaate**

Uutteen määräosuuksien sisältämät orgaaniset yhdisteet hapetetaan vetyperoksidilla.

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 0,5 mol/l:*

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) 20 tilavuusosaan vettä.

4.2 Vetyperoksidiliuos (30-prosenttinen H_2O_2, tiheys = 1,11 g/ml), hivenravinnevapaa

5. **Välineistö**

Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää.

6. **Analyysimenetelmä**

Otetaan 25 ml menetelmällä 9.1 tai menetelmällä 9.2 valmistettua uuttoliuosta 100 ml:n dekantterilasiin. Jos kyseessä on menetelmä 9.2, lisätään 5 ml laimennettua suolahappoliuosta (4.1). Tämän jälkeen lisätään 5 ml vetyperoksidiliuosta (4.2). Peitetään kellolasilla. Annetaan hapettua huoneenlämpötilassa noin yhden tunnin ajan, lämmitetään tämän jälkeen hitaasti kiehumispisteeseen ja keitetään puolen tunnin ajan. Jäähtyneeseen liuokseen lisätään tarvittaessa uudelleen 5 ml vetyperoksidia ja ylimääräinen vetyperoksidi poistetaan tämän jälkeen keittämällä. Annetaan jäähtyä ja siirretään kvantitatiivisesti 50 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin. Suodatetaan tarvittaessa.

Tämä laimennus on otettava huomioon otettaessa määräosuuksia ja laskettaessa tuotteen hivenravinteiden prosenttiosuutta.

▼B

Menetelmä 9.4

Lannoiteuutteiden hivenravinteiden määritys atomiabsorptiospektrometrisesti

(yleinen menettely)

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa kuvataan yleinen menettely lannoiteuutteiden sisältämien tiettyjen hivenravinteiden määrittämiseksi atomiabsorptiospektrometrisesti.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava hivenravinteiden kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisten hivenravinteiden pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

Tämän menettelyn muunnokset eri hivenravinteiden määrittämiseksi selostetaan yksityiskohtaisesti kunkin alkuaineen erityismenetelmän yhteydessä.

Huomautus:

Orgaanisen aineksen pienet määrät eivät useimmiten vaikuta atomiabsorptiospektrometrillä tehtäviin määrityksiin.

3. **Periaate**

Kun uute on tarvittaessa käsitelty häiritsevien kemiallisten aineiden vähentämiseksi tai poistamiseksi, uute laimennetaan siten, että sen konsentraatio on spektrometrin optimaalisella määritysalueella, määritettävälle hivenravinteelle soveltuvalla aallonpituudella.

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l*

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (HCl, tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) yhteen tilavuusosaan vettä.

4.2 *Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 0,5 mol/l:*

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) 20 tilavuusosaan vettä.

4.3 *Lantaanisuolaliuokset, 10 g La litrassa*

Tätä reagenssia käytetään koboltin, raudan, mangaanin ja sinkin määrityksissä. Se voidaan valmistaa joko:

a) suolahappoon (4.1) liuotetusta lantaanioksidista: liuotetaan 1 litran mittapullossa 11,73 g lantaanioksidia (La_2O_3) 150 ml:aan vettä ja tämän jälkeen lisätään 120 ml 6-molaarista suolahappoa (4.1). Annetaan liueta ja tämän jälkeen täytetään 1 litraksi vedellä. Sekoitetaan. Tämä liuos on noin 0,5-molaarinen lantaanisuolaliuos suolahapossa; tai

b) lantaanikloridista, lantaanisulfaatista tai lantaaninitraatista: liuotetaan 1 litran mittapullossa 26,7 g lantaanikloridiheptahydraattia ($LaCl_3$ $7H_2O$) tai 31,2 g lantaaninitraattiheksahydraattia [$La(NO_3)_3$ $6H_2O$] tai 26,2 g lantaanisulfaattinonahydraattia [$La_2(SO_4)_3$ $9H_2O$] 150 ml:aan vettä ja tämän jälkeen lisätään 85 ml 6-molaarista suolahappoa (4.1) Annetaan liueta ja täytetään 1 litraksi vedellä. Sekoitetaan. Tämä liuos on noin 0,5-molaarinen lantaanisuolaliuos suolahapossa.

4.4 *Kalibrointiliuokset*

Näiden valmistaminen selostetaan kunkin hivenravinteen oman määritysmenetelmän yhteydessä.

5. **Välineistö**

Atomiabsorptiospektrometri, joka on varustettu määritettäville hivenravinteille ominaisen säteilyn lähteellä.

▼B

Laitetta käytettäessä kemistin on noudatettava sen valmistajan antamia ohjeita ja tunnettava laitteen käsittely. Laitteen on pystyttävä suorittamaan taustakorjaus, jotta sitä voidaan käyttää tarvittaessa (Co ja Zn). Kaasuina käytetään ilmaa ja asetyleenia.

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Määritettävien hivenravinteiden liuottaminen*

Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Laimennetaan menetelmällä 9.1, 9.2 tai 9.3 valmistettu uute vedellä ja/tai suolahapolla (4.1) tai (4.2) siten, että lopulliseen mittausliuokseen saadaan käytettyyn kalibrointialueeseen (7.2) soveltuva määritettävän hivenravinteen konsentraatio ja vähintään noin 0,5 mol/l oleva suolahappokonsentraatio ylittämättä kuitenkaan noin 2,5 mol/l. Tämä voi vaatia yhden tai useamman peräkkäisen laimennuksen.

Otetaan uuttoliuoksesta tehdystä viimeisestä laimennoksesta osanäyte, jonka tilavuus on *a* ml, 100 ml:n mittapulloon. Kobolttia, rautaa, mangaania ja sinkkiä määritettäessä lisätään 10 ml lantaanisuolaliuosta (4.3). Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan. Mittaus tehdään tästä liuoksesta. Olkoon D laimennuskerroin.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Valmistetaan nollaliuos toistaen koko menettely uuttamisvaiheesta alkaen siten, että pois jätetään ainoastaan lannoitenäyte.

7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Valmistetaan kunkin hivenravinteen oman menetelmän mukaisesti valmistetusta työstandardiliuoksesta 100 ml:n mittapulloihin vähintään 5 kalibrointiliuoksen sarja, jossa konsentraatio kasvaa pysyen kuitenkin laitteen optimaalisella määritysalueella. Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle laimennettua analyysiliuosta (6.2). Kobolttia, rautaa, mangaania ja sinkkiä määritettäessä lisätään 10 ml kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta (4.3). Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan.

7.3 *Määritys*

Säädetään spektrometri (5) mittausta varten ja aallonpituus määritettävän hivenravinteen menetelmässä annettuun arvoon.

Annetaan laitteen imeä sumuttimeen kolme kertaa peräkkäin kalibrointiliuoksia (7.2), analyysiliuosta (6.2) ja nollaliuosta (7.1) ja merkitään jokainen tulos muistiin. Instrumentti huuhdellaan tislatulla vedellä huolellisesti jokaisen sumutuksen välillä.

Kalibrointikäyrä piirretään käyttäen ordinaattoina spektrometrin kullekin kalibrointiliuokselle (7.2) antamien tulosten keskiarvoa ja abskissoina vastaavia määritettävän hivenravinteen konsentraatioita ilmoitettuna µg/ml.

Määritetään tältä käyrältä hivenravinteen konsentraatio analyysiliuoksessa (6.2) ja nollaliuoksessa (7.1). Analyysiliuoksen konsentraatio merkitään x_s ja nollaliuoksen konsentraatio x_b ja molemmat ilmoitetaan µg/ml.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Hivenravinnepitoisuus (E) prosentteina lannoitteesta on:

$$E\ \%\ \text{lannoitteesta} = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jos käytetään menetelmää 9.3:

$$E\ \%\ \text{lannoitteesta} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

▼B

jossa

E on määritetyn hivenravinteen määrä ilmoitettuna prosentteina lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, µg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, µg/ml,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa tehtyä laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmien 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen:

Jos (a1), (a2), (a3), ., ., ., (ai) ja (a) ovat osanäytteet ja (v1), (v2), (v3), ., ., ., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 9.5

Boorin määritys lannoiteuutteista spektrometrinen menetelmä atsometiini-H:lla

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä boorin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava boorin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen boorin pitoisuus tämän asetuksen liitteen I mukaisesti.

3. **Periaate**

Atsometiini-H -liuoksessa boraatti-ioni muodostaa keltaisen kompleksin, jonka konsentraatio määritetään spektrometrillä 410 nm:ssä. Mahdollisesti häiritsevät ionit naamioidaan EDTA:lla.

4. **Reagenssit**

4.1 *EDTA-puskuriliuos*

Mitataan 300 ml vettä sisältävään 500 ml:n mittapulloon:

— 75 g ammoniumasetaattia (NH_4OOCCH_3),

— 10 g etyleenidiamiinitetraetikkahapon dinatriumsuolaa (Na_2EDTA),

— 40 ml etikkahappoa (CH_3COOH, tiheys 20 °C:ssa = 1,05 g/ml).

Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti. Lasielektrodilla tarkastetun liuoksen pH:n on oltava 4,8 ± 0,1.

4.2 *Atsometiini-H -liuos*

— Mitataan 200 ml:n mittapulloon:

— 10 ml puskuriliuosta (4.1),

— 400 mg atsometiini-H:ta ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$),

— 2 g askorbiinihappoa ($C_6H_8O_6$).

— Täytetään merkkiin ja sekoitetaan huolellisesti. Tätä reagenssia ei valmisteta suuria määriä, sillä se säilyy vain muutaman päivän ajan.

▼B

4.3 *Booristandardiliuos*

4.3.1 Boorin työstandardiliuos, 100 μg/ml

Liuotetaan veteen 1 000 ml:n mittapullossa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 0,5719 g boorihappoa (H_2BO_3). Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti. Siirretään muovipulloon ja varastoidaan jääkaappiin.

4.3.2 Boorityöliuos, 10 μg/ml

Mitataan 50 ml työstandardiliuosta (4.3.1) 500 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

5. **Välineistö**

Molekyyliabsorptioon soveltuva spektrometri, joka on varustettu optiselta pituudeltaan 10 mm olevilla kyveteillä ja säädetty 410 nm:n aallonpituudelle.

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Booriliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Liuotetaan uutteesta osanäyte (6.1) veteen siten, että saadaan 7.2 kohdan mukaiseen määritykseen soveltuva boorikonsentraatio. Voi olla tarpeen suorittaa kaksi peräkkäistä laimennusta. Olkoon D laimennuskerroin.

6.3 *Korjausliuoksen valmistaminen*

Jos analyysiliuos (6.2) värjäytyy, valmistetaan vastaava korjausliuos mittaamalla muovipulloon 5 ml analyysiliuosta (6.2), 5 ml EDTA-puskuriliuosta (4.1) ja 5 ml vettä. Sekoitetaan.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Valmistetaan nollaliuos toistaen koko menettely uuttamisvaiheesta alkaen siten, että pois jätetään ainoastaan lannoitenäyte.

7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Pipetoidaan 0, 5, 10, 15, 20 ja 25 ml työstandardiliuosta (4.3.3) 100 ml:n mittapulloihin. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät booria 0-2,5 μg/ml.

7.3 *Värinmuodostus*

Mitataan muovipullosarjaan 5 ml kalibrointiliuoksia (7.2), analyysiliuosta (6.2) ja nollaliuosta (7.1). Lisätään 5 ml EDTA-puskuriliuosta (4.1). Lisätään 5 ml atsometiini-H -liuosta (4.2).

Sekoitetaan ja annetaan värin muodostua pimeässä 2,5-3 tunnin ajan.

7.4 *Mittaukset*

Mitataan liuosten (7.3) ja mahdollisesti korjausliuoksen (6.3) absorbanssit 410 nm:n aallonpituudella vettä vastaan. Kyvetit on huuhdeltava vedellä ennen jokaista uutta mittausta.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Kalibrointikäyrä piirretään käyttäen abskissoina kalibrointiliuosten (7.2) konsentraatioita ja ordinaattoina spektrometrin antamia absorbanssien (7.4) vastaavia arvoja.

Määritetään kalibrointikäyrältä nollaliuoksen (7.1) boorikonsentraatio (B), analyysiliuoksen (6.2) boorikonsentraatio (B) ja tarvittaessa analyysiliuoksen värjäytyessä analyysiliuoksen korjattu konsentraatio. Viimeksi mainittua laskettaessa korjausliuoksen (6.3) absorbanssiarvo vähennetään analyysiliuoksen (6.2) absorbanssiarvosta ja määritetään analyysiliuoksen korjattu konsentraatio. Analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio tai analyysiliuoksen korjattu konsentraatio merkitään x_s. Nollaliuoksen konsentraatio merkitään x_b.

Booripitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

▼B

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jos käytetään menetelmää 9.3:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

jossa

B on booripitoisuus prosentteina lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio tai analyysiliuoksen korjattu konsentraatio, μg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, μg/ml,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmien 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2) ovat peräkkäiset osanäytteet ja (v1), (v2) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Menetelmä 9.6

Koboltin määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä koboltin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava koboltin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen koboltin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Uutteiden käsittelyn ja sopivan laimentamisen jälkeen koboltti määritetään atomiabsorptiospektrometrillä.

4. **Reagenssit**

4.1 *Suolahappoliuos, noin 6 mol/l*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.1.

4.2 *Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.2.

4.3 *Lantaanisuolaliuokset, (10 g La litrassa)*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.3.

4.4 *Kobolttistandardiliuokset*

4.4.1 Koboltin työstandardiliuos, 1 000 μg/ml

Liuotetaan 250 ml:n dekantterilasissa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 1 g kobolttia 25 ml:aan 6-molaarista suolahappoa (4.1). Kuumennetaan sähkölevyllä, kunnes koboltti on liuennut täysin. Annetaan jäähtyä ja siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

▼B

4.4.2 Kobolttityöliuos, 100 μg/ml

Pipetoidaan 10 ml työstandardiliuosta (4.4.1) 100 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

5. **Välineistö**

Atomiabsorptiospektrometri: katso menetelmä 9.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu koboltille ominaisen säteilyn lähteellä (240,7 nm). Laitteen on pystyttävä suorittamaan taustakorjaus.

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Koboltin uuteliuos*

Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 6.2. Analyysiliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) lantaanisuolaliuosta (4.3).

7. **Menettely**

7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.1. Nollaliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta.

7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.2.

Valmistetaan koboltin optimaaliselle 0-5 μg/ml määritysalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuossarja, joka sisältää 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml työliuosta (4.4.2). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle analyysiliuoksen konsentraatiota. Lisätään jokaiseen pulloon 10 ml kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät vastaavasti kobolttia 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 μg/ml.

7.3 *Määritys*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) aallonpituudella 240,7 nm tehtäviä mittauksia varten.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Katso menetelmä 9.4, kohta 8.

Kobolttipitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

$$\text{Co } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jos käytetään menetelmää 9.3:

$$\text{Co } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

jossa

Co on prosentteina ilmoitettu kobolttimäärä lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, μg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, μg/ml,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmien 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2), (a3), ., ., ., (ai) ja (a) ovat osanäytteet ja (v1), (v2), (v3), ., ., ., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

▼B

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 9.7

Kuparin määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä kuparin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava kuparin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen kuparin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Uutteiden käsittelyn ja sopivan laimentamisen jälkeen kupari määritetään atomiabsorptiospektrometrillä.

4. **Reagenssit**

4.1 *Suolahappoliuos, noin 6 mol/l*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.1.

4.2 *Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.2.

4.3 Vetyperoksidiliuos (H_2O_2, tiheys 20 °C:ssa = 1,11 g/ml), 30-prosenttinen, hivenravinnevapaa

4.4 *Kuparistandardiliuokset*

4.4.1 Kuparin työstandardiliuos, 1 000 µg/ml

Liuotetaan 250 ml:n dekantterilasissa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 1 g kuparia 25 ml:aan 6-molaarista suolahappoa (4.1) ja lisätään 5 ml vetyperoksidiliuosta (4.3). Kuumennetaan sähkölevyllä, kunnes kupari on liuennut täysin. Siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.4.2 Kuparityöliuos, 100 µg/ml

Pipetoidaan 20 ml työstandardiliuosta (4.4.1) 200 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

5. **Välineistö**

Atomiabsorptiospektrometri: katso menetelmä 9.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu kuparille ominaisen säteilyn lähteellä (324,8 nm).

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Kuparin uuteliuos*

Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 6.2.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.1.

7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.2.

Valmistetaan kuparin optimaaliselle 0-5 µg/ml määritysalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuossarja, joka sisältää 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml työliuosta (4.4.2). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio

▼B

mahdollisimman lähelle analyysiliuoksen (6.2) konsentraatiota. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät vastaavasti kuparia 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 μg/ml.

7.3 *Määritys*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) aallonpituudella 324,8 nm tehtäviä mittauksia varten.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Katso menetelmä 9.4, kohta 8.

Kuparipitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

$$Cu\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jos käytetään menetelmää 9.3:

$$Cu\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

jossa

Cu on prosentteina ilmoitettu kuparimäärä lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, μg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, μg/ml,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2), (a3), ., ., ., (ai) ja (a) ovat osanäytteet ja (v1), (v2), (v3), ., ., ., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 9.8

Raudan määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä raudan määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava raudan kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen raudan pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Uutteiden käsittelyn ja sopivan laimentamisen jälkeen rauta määritetään atomiabsorptiospektrometrillä.

4. **Reagenssit**

4.1 *Suolahappoliuos, noin 6 mol/l*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.1.

4.2 *Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.2.

▼B

4.3 Vetyperoksidiliuos (H_2O_2, tiheys 20 °C:ssa = 1,11 g/ml), 30-prosenttinen, hivenravinnevapaa

4.4 *Lantaanisuolaliuokset, (10 g La litrassa)*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.3.

4.5 *Rautastandardiliuos*

4.5.1 Raudan työstandardiliuos, (1 000 μg/ml)

Liuotetaan 500 ml:n dekantterilasissa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 1 g puhdasta rautalankaa 200 ml:aan 6-molaarista suolahappoa (4.1) ja lisätään 15 ml vetyperoksidiliuosta (4.3). Kuumennetaan sähkölevyllä, kunnes rauta on liuennut täysin. Annetaan jäähtyä ja siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.5.2 Rautatyöliuos (100 μg/ml)

Mitataan 20 ml työstandardiliuosta (4.5.1) 200 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

5. **Välineistö**

Atomiabsorptiospektrometri: katso menetelmä 9.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu raudalle ominaisen säteilyn lähteellä (248,3 nm).

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Raudan uuteliuos*

Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 6.2. Analyysiliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) lantaanisuolaliuosta.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.1. Nollaliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta.

7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.2.

Valmistetaan raudan optimaaliselle 0-10 μg/ml määritysalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuossarja, joka sisältää 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 ml työliuosta (4.5.2.). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle analyysiliuoksen konsentraatiota. Lisätään 10 ml kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät rautaa 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 μg/ml.

7.3 *Määritys*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) aallonpituudella 248,3 nm tehtäviä mittauksia varten.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Katso menetelmä 9.4, kohta 8.

Rautapitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jos käytetään menetelmää 9.3:

$$\text{Fe } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

jossa

Fe on prosentteina ilmoitettu rautamäärä lannoitteesta,

▼B

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, μg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, μg/ml,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2), (a3), ., ., ., (ai) ja (a) ovat osanäytteet ja (v1), (v2), (v3), ., ., ., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 9.9

Mangaanin määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä mangaanin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava mangaanin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen mangaanin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Uutteiden käsittelyn ja sopivan laimentamisen jälkeen mangaani määritetään atomiabsorptiospektrometrillä.

4. **Reagenssit**

4.1 *Suolahappoliuos, noin 6 mol/l*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.1.

4.2 *Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.2.

4.3 *Lantaanisuolaliuokset, 10 g La litrassa*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.3.

4.4 *Mangaanistandardiliuos*

4.4.1 Mangaanin työstandardiliuos, 1 000 μg/ml

Liuotetaan 250 ml:n dekantterilasissa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 1 g mangaania 25 ml:aan 6-molaarista suolahappoa (4.1). Kuumennetaan sähkölevyllä, kunnes mangaani on liuennut täysin. Annetaan jäähtyä ja siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.4.2 Mangaanityöliuos, 100 μg/ml

Laimennetaan 20 ml työstandardiliuosta (4.4.1) 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) 200 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

5. **Välineistö**

Atomiabsorptiospektrometri: katso menetelmä 9.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu mangaanille ominaisen säteilyn lähteellä (279,6 nm).

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Mangaanin uuteliuos*

Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.

▼B

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 6.2. Analyysiliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) lantaanisuolaliuosta (4.3).

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.1. Nollaliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta.

7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.2.

Valmistetaan mangaanin optimaaliselle 0-5 μg/ml määritysalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuossarja, joka sisältää 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml työliuosta (4.4.2). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle analyysiliuoksen konsentraatiota. Lisätään jokaiseen pulloon 10 ml kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät mangaania 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 μg/ml.

7.3 *Määritys*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) aallonpituudella 279,6 nm tehtäviä mittauksia varten.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Katso menetelmä 9.4, kohta 8.

Mangaanipitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jos käytetään menetelmää 9.3:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

jossa

Mn on prosentteina ilmoitettu mangaanimäärä lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, μg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, μg/ml,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2), (a3), ., ., ., (ai) ja (a) ovat osanäytteet ja (v1), (v2), (v3), ., ., ., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times .\times. \times .\times. \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 9.10

Molybdeenin määritys lannoiteuutteista ammoniumtiosyanaattikompleksin spektrometrinen määritys

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä molybdeenin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

▼B

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava molybdeenin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen molybdeenin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Happamassa liuoksessa molybdeeni (V) muodostaa SCN^--ionien kanssa $[MoO(SCN)_5]^{-2}$-kompleksin.

Molybdeenikompleksi uutetaan n-butyyliasetaatilla. Häiritsevät ionit, kuten rauta, pysyvät vesifaasissa. Määritetään kelta-oranssiväri spektrometrillä 470 nm:ssä.

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.1.

4.2 *Kupariliuos 1,5-molaarisessa suolahapossa, kuparia 70 mg/l*

Liuotetaan 1 000 ml:n mittapullossa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 275 mg kuparisulfaattia ($CuSO_4$ $5H_2O$) 250 ml:aan 6-molaarista suolahappoliuosta (4.1). Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.3 *Askorbiinihappoliuos, 50 g/l*

Liuotetaan 50 g askorbiinihappoa ($C_6H_8O_6$) veteen 1 000 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin vedellä, sekoitetaan huolellisesti ja säilytetään jääkaapissa.4.4
n-butyyliasetaatti

4.5 *Ammoniumtiosyanaattiliuos, 0,2 mol/l*

Liuotetaan 15,224 g NH_4SCN:aa veteen 1 000 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin vedellä, sekoitetaan huolellisesti ja säilytetään värillisessä pullossa.

4.6 *Tina(II)kloridiliuos 50 g/l 2-molaarisessa suolahapossa*

Liuoksen on oltava täysin kirkas ja se on valmistettava juuri ennen käyttöä. Käytetään hyvin puhdasta tina(II)kloridia, sillä muuten liuos ei ole kirkas.

Valmistettaessa 100 ml liuosta liuotetaan 5 g tina(II)kloridia ($SnCl_2 2H_2O$) 35 ml:aan 6-molaarista suolahappoliuosta (4.1). Lisätään 10 ml kupariliuosta (4.2). Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.7 *Molybdeenistandardiliuokset*

4.7.1 Molybdeenin työstandardiliuos, 500 µg/ml

Liuotetaan 1 000 ml:n mittapullossa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 0,920 g ammoniummolybdeeniä [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}$ $4H_2O$] 6-molaariseen suolahappoon (4.1). Täytetään merkkiin tällä samalla liuoksella ja sekoitetaan.

4.7.2 Molybdeenivälliliuos, 25 µg/ml

Mitataan 500 ml:n mittapulloon 25 ml työstandardiliuosta (4.7.1). Täytetään merkkiin 6-molaarisella suolahapolla (4.1) ja sekoitetaan huolellisesti.

4.7.3 Molybdeenityöliuos, 2,5 µg/ml

Mitataan 100 ml:n mittapulloon 10 ml väliliuosta (4.7.2). Täytetään merkkiin 6-molaarisella suolahapolla (4.1) ja sekoitetaan huolellisesti.

5. **Välineistö**

5.1 Spektrometri, joka on säädetty 470 nm:iin ja varustettu optiselta pituudeltaan 20 mm olevilla kyveteillä.

5.2 200 tai 250 ml:n erotussuppilo

▼B

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Molybdeenin uuteliuos*

Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Laimennetaan uutteesta osanäyte (6.1) 6-molaarisella suolahappoliuoksella (4.1) siten, että saadaan mittaukseen sopiva molybdeenikonsentraatio. Olkoon D laimennuskerroin.

Otetaan viimeisestä laimennusliuoksesta osanäyte *a*, joka sisältää 1-12 µg molybdeeniä, ja pannaan se erotussuppiloon (5.2). Täytetään 50 ml:ksi 6-molaarisella suolahappoliuoksella (4.1).

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Valmistetaan nollaliuos toistaen koko menettely uuttamisvaiheesta alkaen siten, että pois jätetään ainoastaan lannoitenäyte.

7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Valmistetaan vähintään kuuden pitoisuudeltaan kasvavan kalibrointiliuoksen sarja, joka pysyy laitteen optimaalisella määritysalueella.

Valmistetaan molybdeenin 0-12,5 µg/ml määritysvälille liuossarja pipetoimalla erotussuppiloihin (5.2) 0, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml työliuosta (4.7.3). Täytetään 50 ml:ksi 6-molaarisella suolahapolla (4.1). Suppilot sisältävät molybdeeniä vastaavasti 0, 2,5, 5, 7,5, 10 ja 12,5 µg/ml.

7.3 *Kompleksin muodostaminen ja erottaminen*

Lisätään kuhunkin suppiloon (6.2, 7.1 ja 7.2) seuraavassa järjestyksessä:

— 10 ml kupariliuosta (4.2),

— 20 ml askorbiinihappoliuosta (4.3).

Sekoitetaan ja odotetaan 2-3 minuuttia. Tämän jälkeen lisätään:

— tarkkuuspipetillä 10 ml n-butyyliasetaattia (4.4),

— 20 ml tiosyanaattiliuosta (4.5).

Ravistetaan 1 minuutin ajan kompleksin uuttamiseksi orgaaniseen faasiin, annetaan dekantoitua; kahden faasin erottumisen jälkeen erotetaan vesifaasi ja hylätään se. Tämän jälkeen pestään orgaaninen faasi

— 10 ml:lla tina(II)kloridiliuosta (4.6).

Ravistetaan 1 minuutin ajan. Annetaan dekantoitua ja erotetaan vesifaasi. Kerätään orgaaninen faasi koeputkeen. Tämä mahdollistaa vesitippojen keräämisen suspensiossa.

7.4 *Määritys*

Mitataan liuosten (7.3) absorbanssit 470 nm:n aallonpituudella käyttäen vertailuliuoksena 0 µg/ml sisältävää molybdeeniliuosta (7.2).

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Kalibrointikäyrä piirretään käyttämällä abskissana kalibrointiliuosten (7.2) molybdeenimassoja, µg, ja ordinaattana vastaavia spektrometrin antamia absorbanssien (7.4) arvoja.

Määritetään kalibrointikäyrältä analyysiliuoksen (6.2) ja nollaliuoksen (7.1) molybdeenimassat. Näitä massoja merkitään vastaavasti x_s ja x_b.

Molybdeenipitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times D]/(M \times 10^4)$$

Jos käytetään menetelmää 9.3:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D]/(M \times 10^4)$$

▼B

jossa

Mo on prosentteina ilmoitettu molybdeenimäärä lannoitteesta,

a on viimeisestä laimennusliuoksesta (6.2) otetun osanäytteen tilavuus, ml,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) molybdeenimassa, μg,

x_b on koe-erän (6.2) tilavuutta (a) vastaava nollaliuoksen (7.1) molybdeenimassa, μg,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2) ovat peräkkäiset osanäytteet ja (v1), (v2) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Menetelmä 9.11

Sinkin määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa kuvataan menetelmä sinkin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 9.1 ja 9.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava sinkin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen sinkin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Uutteiden käsittelyn ja sopivan laimentamisen jälkeen sinkkipitoisuus määritetään atomiabsorptiospektrometrisesti.

4. **Reagenssit**

4.1 *Suolahappoliuos, noin 6 mol/l*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.1.

4.2 *Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.2.

4.3 *Lantaanisuolaliuokset, 10 g La litrassa*

Katso menetelmä 9.4, kohta 4.3.

4.4 *Sinkin kalibrointiliuokset*

4.4.1 Sinkin työstandardiliuos (1 000 μg/ml)

Liuotetaan 1 000 ml:n mittapullossa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 1 g sinkkipölyä tai sinkkihiutaleita 25 ml:aan 6-molaarista suolahappoa (4.1). Täydellisen liukenemisen jälkeen täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.4.2 Sinkkityöliuos (100 μg/ml)

Laimennetaan 20 ml työstandardiliuosta (4.4.1) 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) 200 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

▼B

5. **Välineistö**

Atomiabsorptiospektrometri: katso menetelmä 9.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu sinkille ominaisen säteilyn lähteellä (213,8 nm). Laitteen on pystyttävä suorittamaan taustakorjaus.

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Sinkin uuteliuos*

Katso menetelmät 9.1 ja/tai 9.2 ja tarvittaessa 9.3.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 6.2. Analyysiliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) lantaanisuolaliuosta (4.3).

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.1. Nollaliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta.

7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.2.

Valmistetaan sinkin optimaaliselle 0-5 µg/ml määritysalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuossarja, joka sisältää 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml työliuosta (4.4.2). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle analyysiliuoksen konsentraatiota. Lisätään jokaiseen pulloon 10 ml kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät vastaavasti sinkkiä 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 µg/ml.

7.3 *Määritys*

Katso menetelmä 9.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) aallonpituudella 213,8 nm tehtäviä mittauksia varten.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Katso menetelmä 9.4, kohta 8.

Sinkkipitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

$$\text{Zn \%} = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jos käytetään menetelmää 9.3:

$$\text{Zn \%} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

jossa

Zn on prosentteina ilmoitettu sinkkimäärä lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, µg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, µg/ml,

V on menetelmällä 9.1 tai 9.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 9.1 tai 9.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2), (a3), ., ., ., (ai) ja (a) ovat osanäytteet ja (v1), (v2), (v3), ., ., ., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

Menetelmät 10

Hivenravinteet joiden pitoisuus on suurempi kuin 10 prosenttia

Menetelmä 10.1

Hivenravinteiden kokonaismäärän uuttaminen

1. **Tarkoitus**

Tällä menetelmällä määritellään menettely seuraavien hivenravinteiden kokonaismäärien uuttamiseksi: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Tavoitteena on suorittaa mahdollisimman vähäinen määrä uuttoja käyttämällä mahdollisuuksien mukaan samaa uutetta jokaisen edellä mainitun hivenravinteen kokonaispitoisuuden määrittämiseen.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan tämän asetuksen liitteessä I olevassa E jaksossa tarkoitettuihin EY-lannoitteisiin, jotka sisältävät yhtä tai useampaa seuraavista hivenravinteista: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Sitä sovelletaan jokaiseen hivenravinteeseen, jonka ilmoitettu pitoisuus on suurempi kuin 10 %.

3. **Periaate**

Liuotus kiehuvaan, laimennettuun suolahappoon.

Huomautus:

Uuttamismenetelmä on kokemusperäinen, ja sen kvantitatiivisuus riippuu tuotteesta tai lannoitteen muista aineksista. Erityisesti kun kyseessä ovat tietyt mangaanioksidit, uutetut määrät voivat olla merkittävästi pienempiä kuin mangaanin kokonaismäärä tuotteessa. Lannoitteiden valmistajien vastuulla on varmistaa, että ilmoitettu pitoisuus tosiasiallisesti vastaa menetelmän koeolosuhteissa uutettua määrää.

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l*

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) yhteen tilavuusosaan vettä.

4.2 Väkevä ammoniakkiliuos (NH_4OH, tiheys 20 °C:ssa = 0,9 g/ml)

5. **Välineistö**

5.1 Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää

5.2 *pH-mittari*

Huomautus:

Kun uutteesta määritetään booripitoisuus, ei saa käyttää borosilikaattisia lasitavaroita. Koska uuttoon liittyy keittäminen, suositellaan käytettäväksi teflonia tai kvartsilasia. Lasitavarat on huuhdeltava huolellisesti, jos ne on pesty boraatteja sisältävällä pesuaineella.

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Analyysinäyte*

Punnitaan 1 g:n tai 2 g:n määrä lannoitetta tuotteen ilmoitetun hivenravinnepitoisuuden mukaan. Seuraavaa taulukkoa käytetään, jotta saataisiin lopullinen liuos, joka on soveltuvan laimennuksen jälkeen jokaisen menetelmän mittausalueella. Näytteet on punnittava 1 mg:n tarkkuudella.

▼B

Lannoitteen ilmoitettu hivenravinnepitoisuus (%)	> 10 < 25	≥ 25
Analyysinäytteen massa (g)	2	1
Näytteen sisältämän alkuaineen massa (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Uutteen tilavuus V (ml)	500	500
Uutteen sisältämän alkuaineen konsentraatio (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Näyte sijoitetaan 250 ml:n dekantterilasiin.

7.2 *Liuoksen valmistaminen*

Kostutetaan tarvittaessa näyte pienellä määrällä vettä ja lisätään, aluksi pieninä erinä ja varovasti, 10 ml laimennettua suolahappoa (4.1) lannoitegrammaa kohti, minkä jälkeen lisätään noin 50 ml vettä. Peitetään dekantterilasi kellolasilla ja sekoitetaan. Kuumennetaan kiehumispisteeseen sähkölevyllä ja keitetään 30 minuuttia. Annetaan jäähtyä välillä sekoittaen. Siirretään kvantitatiivisesti 500 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti. Suodatetaan kuivan suodattimen läpi kuivaan astiaan. Hylätään suodoksen ensimmäinen erä. Uutteen on oltava täysin kirkasta.

On suositeltavaa, että määritykset suoritetaan kirkkaan suodoksen määräosuuksista viipymättä. Jos suodosta ei käytetä heti, astia on suljettava.

Huomautus:

Uutteet, joiden booripitoisuus on määritettävä: Uutteiden pH on säädettävä arvoon 4-6 väkevällä ammoniakkiliuoksella (4.2).

8. **Määritys**

Kukin hivenravinne määritetään sen erityismenetelmällä valmistetun uutteen määräosuudesta.

Menetelmiä 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 ja 10.10 ei voida käyttää kelaatti- tai kompleksimuodossa olevien alkuaineiden määrittämiseen. Näissä tapauksissa on käytettävä menetelmää 10.3 ennen määritystä.

Kyseinen käsittely ei välttämättä ole tarpeen, kun määritys suoritetaan atomiabsorptiospektrometrillä (menetelmät 10.8 ja 10.11).

Menetelmä 10.2

Vesiliukoisten hivenravinteiden uuttaminen

1. **Tarkoitus**

Tällä menetelmällä määritellään menettely seuraavien hivenravinteiden vesiliukoisten muotojen uuttamiseksi: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Tavoitteena on suorittaa mahdollisimman vähäinen määrä uuttoja käyttämällä mahdollisuuksien mukaan samaa uutetta jokaisen hivenravinteen pitoisuuden määrittämiseen.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan tämän asetuksen liitteessä I olevassa E jaksossa tarkoitettuihin EY-lannoitteisiin, jotka sisältävät yhtä tai useampaa seuraavista hivenravinteista: boori, koboltti, kupari, rauta, mangaani, molybdeeni ja sinkki. Sitä sovelletaan jokaiseen hivenravinteeseen, jonka ilmoitettu pitoisuus on suurempi kuin 10 %.

3. **Periaate**

Hivenravinteet uutetaan ravistamalla lannoitetta vedessä, jonka lämpötila on 20 (± 2) °C.

▼B

Huomautus:

Uutto on kokemusperäinen, ja sitä voidaan tai ei voida pitää kvantitatiivisena.

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l*

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) yhteen tilavuusosaan vettä.

5. **Välineistö**

5.1 *Pyörivä ravistin, säädetty noin 35-40 kierrokseen minuutissa*

Huomautus:

Kun uutteesta määritetään booripitoisuus, ei saa käyttää borosilikaattisia lasitavaroita. Tässä uutossa suositellaan käytettäväksi teflonia tai kvartsilasia. Lasitavarat on huuhdeltava huolellisesti, jos ne on pesty boraatteja sisältävällä pesuaineella

6. **Näytteen esikäsittely**

Ks. menetelmä 1.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Analyysinäyte*

Punnitaan 1 g:n tai 2 g:n määrä lannoitetta tuotteen ilmoitetun hivenravinnepitoisuuden mukaan. Seuraavaa taulukkoa käytetään, jotta saataisiin lopullinen liuos, joka on soveltuvan laimennuksen jälkeen jokaisen menetelmän mittausalueella. Näytteet on punnittava 1 mg:n tarkkuudella.

Lannoitteen ilmoitettu hivenravinnepitoisuus (%)	> 10 < 25	≥ 25
Analyysinäytteen massa (g)	2	1
Näytteen sisältämän alkuaineen massa (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Uutteen tilavuus V (ml)	500	500
Uutteen sisältämän alkuaineen konsentraatio (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Sijoitetaan näyte 500 ml:n mittapulloon.

7.2 *Liuoksen valmistaminen*

Lisätään noin 400 ml vettä.

Suljetaan pullo huolellisesti. Ravistetaan voimakkaasti käsin, jotta näytteestä muodostuu dispersio. Asetetaan pullo ravistimeen (5.1) ja ravistetaan 30 minuuttia.

Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

7.3 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Suodatetaan välittömästi puhtaaseen ja kuivaan pulloon. Suljetaan pullo. Tehdään määritys välittömästi suodattamisen jälkeen.

Huomautus:

Jos uute samenee asteittain, uutetaan uudelleen 7.1 ja 7.2 kohdan mukaan tilavuudeltaan Ve olevaan mittapulloon. Suodatetaan tilavuudeltaan W olevaan kalibroituun, kuivaan mittapulloon, johon on kaadettu 5 ml laimennettua suolahappoliuosta (4.1). Lopetetaan suodatus tarkalleen mittapullon kalibroituun merkkiin. Sekoitetaan huolellisesti.

▼B

Näissä olosuhteissa tuloksia ilmoitettaessa käytetään V:n arvoa:

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Tuloksia ilmoitettaessa käytettävät laimennukset riippuvat tästä V:n arvosta.

8. **Määritys**

Kukin hivenravinne määritetään sen erityismenetelmällä valmistetun uutteen määräosuudesta.

Menetelmiä 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 ja 10.10 ei voida käyttää kelaatti- tai kompleksimuodossa olevien alkuaineiden määrittämiseen. Näissä tapauksissa on käytettävä menetelmää 10.3 ennen määritystä.

Kyseinen käsittely ei välttämättä ole tarpeen, kun määritys suoritetaan atomiabsorptiospektrometrillä (menetelmät 10.8 ja 10.11).

Menetelmä 10.3

Orgaanisten yhdisteiden poistaminen lannoiteuutteista

1. **Tarkoitus**

Tällä menetelmällä määritellään menettely orgaanisten yhdisteiden poistamiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava hivenravinteiden kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisten hivenravinteiden pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

Huomautus:

Orgaanisen aineksen pienet määrät eivät useimmiten vaikuta atomiabsorptiospektrometrillä tehtäviin määrityksiin.

3. **Periaate**

Uutteen määräosuuksien sisältämät orgaaniset yhdisteet hapetetaan vetyperoksidilla.

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 0,5 mol/l*

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) 20 tilavuusosaan vettä.

4.2 Vetyperoksidiliuos (30-prosenttinen H_2O_2, tiheys 20 °C:ssa = 1,11 g/ml), hivenravinnevapaa

5. **Välineistö**

Sähkölevy, jonka lämpöä voidaan säätää.

6. **Analyysimenetelmä**

Otetaan 25 ml menetelmällä 10.1 tai menetelmällä 10.2 valmistettua uuttoliuosta 100 ml:n dekantterilasiin. Jos kyseessä on menetelmä 10.2, lisätään 5 ml laimennettua suolahappoliuosta (4.1). Tämän jälkeen lisätään 5 ml vetyperoksidiliuosta (4.2). Peitetään kellolasilla. Annetaan hapettua huoneenlämmössä noin yhden tunnin ajan ja tämän jälkeen lämmitetään hitaasti kiehumispisteeseen ja keitetään puolen tunnin ajan. Jäähtyneeseen liuokseen lisätään tarvittaessa uudelleen 5 ml vetyperoksidia ja tämän jälkeen keitetään ylimääräisen vetyperoksidin poistamiseksi. Annetaan jäähtyä ja siirretään kvantitatiivisesti 50 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin. Suodatetaan tarvittaessa.

Tämä laimennus on otettava huomioon otettaessa määräosuuksia ja laskettaessa tuotteen hivenravinteiden prosenttisosuutta.

▼B

Menetelmä 10.4

Lannoiteuutteiden hivenravinteiden määritys atomiabsorptiospektrometrisesti

(yleinen menettely)

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään yleinen menettely raudan ja sinkin määrittämiseen lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava raudan tai sinkin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen raudan tai sinkin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

Tämän menetelmän muunnokset eri hivenravinteiden määrittämiseksi selostetaan yksityiskohtaisesti kunkin alkuaineen erityismenetelmän yhteydessä.

Huomautus:

Orgaanisen aineksen pienet määrät eivät useimmiten vaikuta atomiabsorptiospektrometrillä tehtäviin määrityksiin.

3. **Periaate**

Kun uute on tarvittaessa käsitelty häiritsevien kemiallisten aineiden vähentämiseksi tai poistamiseksi, uute laimennetaan siten, että sen konsentraatio on spektrometrin optimaalisella määritysalueella, määritettävälle hivenravinteelle soveltuvalla aallonpituudella.

4. **Reagenssit**

4.1 *Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l*

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (HCl, tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) yhteen tilavuusosaan vettä.

4.2 *Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 0,5 mol/l*

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (HCl, tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) 20 tilavuusosaan vettä.

4.3 *Lantaanisuolaliuokset, 10 g La litrassa*

Tätä reagenssia käytetään raudan ja sinkin määrityksissä. Se voidaan valmistaa joko:

a) suolahappoon (4.1) liuotetusta lantaanioksidista: liuotetaan 1 litran mittapullossa 11,73 g lantaanioksidia (La_2O_3) 150 ml:aan vettä ja tämän jälkeen lisätään 120 ml 6-molaarista suolahappoa (4.1). Annetaan liueta ja täytetään tämän jälkeen 1 litran tilavuuteen vedellä. Sekoitetaan huolellisesti. Tämän liuoksen suolahappoväkevyys on noin 0,5 mol/l; tai

b) lantaanikloridista, lantaanisulfaatista tai lantaaninitraatista: liuotetaan 26,7 g lantaanikloridiheptahydraattia ($LaCl_3$ $7H_2O$) tai 31,2 g lantaaninitraattiheksahydraattia [$La(NO_3)_3$ $6H_2O$] tai 26,2 g lantaanisulfaattinonahydraattia [$La_2(SO_4)_3$ $9H_2O$] 150 ml:aan vettä ja lisätään tämän jälkeen 85 ml 6-molaarista suolahappoa (4.1). Annetaan liueta ja täytetään 1 litran tilavuuteen vedellä. Sekoitetaan huolellisesti. Tämän liuoksen suolahappoväkevyys on noin 0,5 mol/l.

4.4 *Kalibrointiliuokset*

Näiden valmistaminen selostetaan kunkin hivenravinteen oman määritysmenetelmän yhteydessä.

5. **Välineistö**

Atomiabsorptiospektrometri, joka on varustettu määritettäville hivenravinteille ominaisen säteilyn lähteellä.

▼B

Laitetta käytettäessä kemistin on noudatettava sen valmistajan ohjeita ja tunnettava laitteen käsittely. Laitteen on pystyttävä suorittamaan taustakorjaus, jotta sitä voidaan käyttää tarvittaessa (vrt. sinkki). Kaasuina käytetään ilmaa ja asetyleenia.

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Määritettävät alkuaineet sisältävien uuteliuosten valmistaminen*

Katso menetelmät 10.1 ja/tai 10.2 ja tarvittaessa 10.3.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Laimennetaan menetelmällä 10.1, 10.2 tai 10.3 valmistettu uutteen määräosuus vedellä ja/tai suolahapolla (4.1) tai (4.2) siten, että lopulliseen mittaliuokseen saadaan käytettyyn kalibrointialueeseen (7.2) soveltuva määritettävän alkuaineen konsentraatio ja suolahappokonsentraatio, joka on vähintään 0,5 mol/l ja enintään 2,5 mol/l. Tämä toimenpide voi vaatia yhden tai useamman peräkkäisen laimennuksen.

Lopullinen liuos on valmistettava panemalla laimennetun uutteen määräosuus 100 ml:n mittapulloon. Olkoon tämän määräosuuden tilavuus (a) ml. Lisätään 10 ml lantaanisuolaliuosta (4.3). Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Olkoon D laimennuskerroin.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Valmistetaan nollaliuos toistaen koko menettely uuttamisvaiheesta alkaen siten, että pois jätetään ainoastaan lannoitenäyte.

7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Valmistetaan kunkin hivenravinteen oman menetelmän mukaisesti valmistetusta työstandardiliuoksesta 100 ml:n mittapulloihin vähintään 5 kalibrointiliuoksen sarja, jossa konsentraatio kasvaa pysyen kuitenkin laitteen optimaalisella määritysalueella. Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle laimennettua analyysiliuosta (6.2). Rautaa ja sinkkiä määritettäessä lisätään 10 ml samaa lantaanisuolaliuosta (4.3) kuin menetelmässä (6.2). Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

7.3 *Määritys*

Valmistellaan spektrometri (5) määritystä varten ja aallonpituus määritettävän hivenravinteen menetelmässä annettuun arvoon.

Annetaan laitteen imeä sumuttimeen kolme kertaa peräkkäin kalibrointiliuoksia (7.2), analyysiliuosta (6.2) ja nollaliuosta (7.1) ja merkitään jokainen tulos muistiin. Huuhdellaan instrumentti tislatulla vedellä jokaisen sumutuksen välillä.

Kalibrointikäyrä piirretään käyttäen ordinaattoina spektrometrin kullekin kalibrointiliuokselle (7.2) antamien tulosten keskiarvoa ja abskissoina vastaavia määritettävän alkuaineen konsentraatioita ilmoitettuna μg/ml.

Määritetään tältä käyrältä kyseisen hivenravinteen pitoisuus analyysiliuoksessa (6.2) ja nollaliuoksessa (7.1). Analyysiliuoksen konsentraatio merkitään x_s ja nollaliuoksen konsentraatio x_b ja molemmat ilmoitetaan μg/ml.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Lannoitteen hivenravinnepitoisuus (E) prosentteina on:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jos käytetään menetelmää 10.3:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

jossa

▼B

E on määritetyn hivenravinteen määrä lannoitteessa prosentteina,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, μg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, μg/ml,

V on menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 10.1 tai 10.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen:

Jos (a1), (a2), (a3), ., ., ., (ai) ja (a) ovat määräosuuksia ja (v1), (v2), (v3), ., ., ., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 10.5

Boorin määritys lannoiteuutteesta asidometrisellä titrauksella

1. **Tarkoitus**

Tällä menetelmällä määritellään menettely booripitoisuuden määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava boorin kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen boorin pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Mannitoboorikompleksi muodostuu seuraavasti boraatti-ionin ja mannitolin reaktiossa:

$C_6H_8(OH)_6 + H_3BO_3 \; C_6H_{15}O_8B + H_2O$

Yhdiste titrataan natriumhydroksidiliuoksella pH-arvoon 6,3.

4. **Reagenssit**

4.1 *Metyylipunaindikaattoriliuos*

Liuotetaan 0,1 g metyylipunaa ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) 50 ml:aan 95-prosenttista etanolia 100 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.2 *Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 0,5 mol/l*

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (HCl, tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) 20 tilavuusosaan vettä.

4.3 *Natriumhydroksidiliuos, noin 0,5 mol/l*

Liuoksen on oltava hiilidioksidivapaa. Liuotetaan 20 g natriumhydroksidipellettejä (NaOH) 800 ml:aan kiehuvaa vettä litran mittapullossa. Liuoksen jäähdyttyä täytetään merkkiin keitetyllä vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.4 *Natriumhydroksidin standardiliuos, noin 0,025 mol/l*

Liuoksen on oltava hiilidioksidivapaa. Laimennetaan 0,5-molaarinen natriumhydroksidiliuos (4.3) keitetyllä vedellä 20-kertaisesti ja sekoitetaan huolellisesti. Määritetään liuoksen booripitoisuus (B) (katso kohta 9).

4.5 *Boorin kalibrointiliuos, (100 μg/ml B)*

Liuotetaan 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 0,5719 g boorihappoa (H_3BO_3) veteen 1 000 ml:n mittapullossa. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti. Siirretään muovipulloon ja varastoidaan jääkaappiin.

▼B

4.6 D-mannitolipulveri ($C_6H_{14}O_6$)

4.7 Natriumkloridi (NaCl)

5. **Välineistö**

5.1 pH-mittari, jossa lasielektrodi

5.2 Magneettisekoitin

5.3 400 ml:n dekantterilasi ja teflonsauva

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Booriliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmät 10.1, 10.2 ja tarvittaessa 10.3.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Koe*

Sijoitetaan 400 ml:n dekantterilasiin (5.3) suodoksesta (6.1) määräosuus *a*, joka sisältää 2-4 mg booria. Lisätään 150 ml vettä.

Lisätään useita tippoja metyylipunaindikaattoriliuosta (4.1).

Menetelmän 10.2 tapauksessa uute happamoidaan lisäämällä 0,5-molaarista suolahappoa (4.2) indikaattoriliuoksen muutospisteeseen asti ja tämän jälkeen lisätään vielä 0,5 ml 0,5-molaarista suolahappoa (4.2).

Lisätään 3 g natriumkloridia (4.7) ja kiehautetaan hiilidioksidin poistamiseksi. Annetaan jäähtyä. Asetetaan dekantterilasi magneettisekoittimelle (5.2) ja asetetaan siihen aikaisemmin kalibroidut pH-mittarin elektrodit (5.1).

Säädetään pH tasan 6,3:een, ensin 0,5-molaarisella natriumhydroksidiliuoksella (4.3) ja sitten 0,025-molaarisella liuoksella (4.4).

Lisätään 20 g D-mannitolia (4.6), liuotetaan täydellisesti ja sekoitetaan huolellisesti. Titrataan 0,025-molaarisella natriumhydroksidiliuoksella (4.4) pH 6,3:een (vähintään 1 minuutin stabiilisuus). Olkoon x_1 tarvittava tilavuus.

8. **Nollaliuos**

Valmistetaan nollaliuos toistamalla koko menettely liuosten valmistusvaiheesta alkaen siten, että pois jätetään ainoastaan lannoite. Olkoon x_0 tarvittava tilavuus.

9. **Boorin määrä natriumhydroksidiliuoksessa (4.4)**

Pipetoidaan 20 ml (2,0 mg B) kalibrointiliuosta (4.5) 400 ml:n dekantterilasiin ja lisätään useita tippoja metyylipunaindikaattoriliuosta (4.1). Lisätään 3 g natriumkloridia (4.7) ja suolahappoliuosta (4.2) indikaattoriliuoksen (4.1) muutospisteeseen.

Täytetään noin 150 ml:n tilavuuteen ja kuumennetaan vähitellen kiehuvaksi hiilidioksidin poistamiseksi. Annetaan jäähtyä. Asetetaan dekantterilasi magneettisekoittimelle (5.2) ja asetetaan siihen aikaisemmin kalibroidut pH-mittarin elektrodit (5.1). Säädetään pH tasan 6,3:een, ensin 0,5-molaarisella natriumhydroksidiliuoksella (4.3) ja sitten 0,025-molaarisella liuoksella (4.4).

Lisätään 20 g D-mannitolia (4.6), liuotetaan täydellisesti ja sekoitetaan huolellisesti. Titrataan 0,025-molaarisella natriumhydroksidiliuoksella (4.4) pH 6,3:een (vähintään 1 minuutin stabiilisuus). Olkoon V_1 tarvittu tilavuus.

Valmistetaan nollaliuos samalla tavalla, mutta korvataan kalibrointiliuos 20 ml:lla vettä. Olkoon V_0 vaadittava tilavuus.

Boorin määrä (F) mg/ml standardinatriumhydroksidiliuoksessa (4.4) on:

$$F\ (mg/ml) = 2/(V_1 - V_0)$$

1 ml tasan 0,025-molaarista natriumhydroksidiliuosta vastaa 0,27025 mg:aa booria (B).

▼B

10. **Tuloksen ilmoittaminen**

Booripitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

$$B\ (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

jossa

B (%) on lannoitteen booripitoisuus prosentteina,

x_1 on koeliuosta varten tarvittavan 0,025-molaarisen natriumhydroksidiliuoksen (4.4) tilavuus, ml,

x_0 on nollaliuosta varten tarvittavan 0,025-molaarisen natriumhydroksidiliuoksen (4.4) tilavuus, ml,

F on boorin (B) määrä 0,025-molaarisessa natriumhydroksidiliuoksessa, mg/ml (4.4),

V on menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uuteliuoksen tilavuus, ml,

a on uuteliuoksen (6.1) määräosuuden (7.1) tilavuus, ml,

M on menetelmän 10.1 tai 10.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Menetelmä 10.6

Koboltin määritys lannoiteuutteista gravimetrisellä menetelmällä 1-nitroso-2-naftolilla

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä koboltin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava kobolttipitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Koboltti III muodostaa 1-nitroso-2-naftolin kanssa punaisen sakan Co $(C_{10}H_6ONO)_3$, $2H_2O$. Sen jälkeen kun uutteessa oleva koboltti on saatettu koboltti III-muotoon, koboltti muodostaa sakan 1-nitroso-2-naftolin kanssa etikkahappoliuoksessa. Suodatuksen jälkeen sakka pestään, kuivataan vakiomassaan ja punnitaan Co $(C_{10}H_6ONO)_3$, $2H_2O$:na.

4. **Reagenssit**

4.1 Vetyperoksidiliuos (H_2O_2, tiheys 20 °C:ssa = 1,11 g/ml) 30 %

4.2 *Natriumhydroksidiliuos, noin 2 mol/l*

Liuotetaan 8 g natriumhydroksidipellettejä 100 ml:aan vettä.

4.3 *Laimennettu suolahappoliuos (HCl), noin 6 mol/l*

Sekoitetaan yksi tilavuusosa suolahappoa (tiheys 20 °C:ssa = 1,18 g/ml) 1 tilavuusosaan vettä.

4.4 Etikkahappo (99,7-prosenttinen CH_3CO_2H) (tiheys 20 °C:ssa = 1,05 g/ml)

4.5 *Etikkahappoliuos (1 : 2), noin 6 mol/l*

Sekoitetaan 1 tilavuusosa etikkahappoa (4.4) 2 tilavuusosaan vettä.

4.6 1-nitroso-2-naftolin etikkahappoliuos. Liuotetaan 4 g 1-nitroso-2-naftolia 100 ml:aan etikkahappoa (4.4). Lisätään 100 ml haaleaa vettä. Sekoitetaan huolellisesti. Suodatetaan välittömästi. Suodatettu liuos on käytettävä välittömästi.

▼B

5. **Välineistö**

5.1 Suodatinupokas P 16/ISO 4793, huokoisuus 4, tilavuus 30 tai 50 ml

5.2 Kuivausuuni 130 ± 2 °C

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Koboltin uuteliuos*

Katso menetelmä 10.1 tai 10.2.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Kaadetaan uutteen määräosuus, joka sisältää enintään 20 mg kobolttia, 400 ml:n dekantterilasiin.

Jos uute on valmistettu menetelmällä 10.2, happamoidaan 5 tipalla suolahappoliuosta (4.3). Lisätään noin 10 ml vetyperoksidiliuosta (4.1). Annetaan hapettimen vaikuttaa kylmässä 15 minuuttia, sen jälkeen täytetään noin 100 ml:n tilavuuteen vedellä. Peitetään dekantterilasi kellolasilla. Kuumennetaan liuos kiehumispisteeseen ja keitetään noin kymmenen minuutin ajan. Jäähdytetään. Tehdään alkaliseksi natriumhydroksidiliuoksella (4.2) tipoittain kunnes musta kobolttihydroksidi alkaa saostua.

7. **Analyysimenetelmä**

Lisätään 10 ml etikkahappoa (4.4) ja täytetään noin 200 ml:n tilavuuteen vedellä. Kuumennetaan kiehumispisteeseen. Byrettiä käyttäen lisätään 20 ml l-nitroso-2-naftoliliuosta (4.6) tipoittain sekoittaen jatkuvasti voimakkaasti sakan koaguloimiseksi.

Suodatetaan aiemmin punnitun suodatinupokkaan läpi (5.1) ja huolehditaan siitä, ettei upokas tukkeudu. Tämän vuoksi varmistetaan, että sakan päällä on nestettä suodatusprosessin ajan.

Pestään dekantterilasi laimealla etikkahapolla (4.5) kaiken sakan poistamiseksi ja pestään suodattimessa oleva sakka laimealla etikkahapolla (4.5) ja sen jälkeen kolme kertaa kuumalla vedellä.

Kuivataan kuivausuunissa (5.2) 130 ± 2 °C:ssa kunnes saavutetaan vakiomassa.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

1 mg Co $(C_{10}H_6ONO)_3$, $2H_2O$:n sakkaa vastaa 0,096381 mg:aa kobolttia (Co).

Koboltin prosenttiosuus lannoitteessa on:

$$\text{Co}\ (\%) = \text{X} \times 0,0096381 \times \frac{\text{V} \times \text{D}}{\text{a} \times \text{M}}$$

jossa

X on sakan massa milligrammoina,

V on menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uuteliuoksen tilavuus, ml,

a on viimeisestä laimennoksesta otetun määräosuuden tilavuus, ml,

D on tämän määräosuuden laimennuskerroin,

M on näytteen massa grammoina.

Menetelmä 10.7

Kuparin määritys lannoiteuutteesta titrimetrisellä menetelmällä

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä kuparin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava

▼B

kuparipitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Kupari-ionit pelkistetään happamissa olosuhteissa kaliumjodidilla:

$$2Cu^{++} + 4I^{-} \rightarrow 2CuI + I_2$$

Näin vapautunut jodi titrataan natriumtiosulfaatin standardiliuoksella tärkkelysindikaattorin läsnäollessa seuraavasti:

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

4. **Reagenssit**

4.1 Typpihappo (HNO_3, tiheys 20 °C:ssa = 1,40 g/ml)

4.2 Urea [$(NH_2)_2$ C = 0]

4.3 *Ammoniumbiofluoridiliuos (NH_4HF_2), 10 % (massa/tilavuus)*

Liuos säilytetään muoviastiassa.

4.4 *Ammoniumhydroksidiliuos (1 + 1)*

Sekoitetaan 1 tilavuusosa ammoniakkia (NH_4OH, tiheys 20 °C:ssa: 0,9 g/ml) 1 tilavuusosaan vettä.

4.5 *Natriumtiosulfaatin standardiliuos*

Liuotetaan 7,812 g natriumtiosulfaattipentahydraattia ($Na_2S_2O_35H_2O$) veteen 1 litran mittapullossa. Tämä liuos on valmistettava siten, että 1 ml liuosta = 2 mg kuparia (Cu). Stabiloimiseksi lisätään useita tippoja kloroformia. Liuos on säilytettävä lasisäiliössä ja suojattava suoralta auringonvalolta.

4.6 Kaliumjodidi (KI)

4.7 *Kaliumtiosyanaattiliuos [(KSCN), 25 % (massa/tilavuus)]*

Säilytetään liuos muovipullossa.

4.8 *Tärkkelysliuos (noin 0,5 %)*

Asetetaan 2,5 g tärkkelystä 600 ml:n dekantterilasiin. Lisätään noin 500 ml vettä. Keitetään samalla sekoittaen. Jäähdytetään huoneenlämpötilaan. Liuoksella on lyhyt säilymisaika. Sen säilyvyyttä voidaan parantaa lisäämällä noin 10 mg elohopeajodidia.

5. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

Kupariliuoksen valmistaminen.

Katso menetelmät 10.1 ja 10.2.

6. **Analyysimenetelmä**

6.1 *Titrattavan liuoksen valmistaminen*

Kaadetaan uutteen määräosuus, joka sisältää vähintään 20-40 mg:aa Cu 500 ml:n erlenmeyerpulloon.

Kaikki ylimääräinen mukana oleva happi poistetaan keittämällä lyhyesti. Täytetään noin 100 ml:n tilavuuteen vedellä. Lisätään 5 ml typpihappoa (4.1), kuumennetaan kiehumispisteeseen ja keitetään noin puolen minuutin ajan.

Poistetaan erlenmeyerpullo kuumentimelta, lisätään 3 g ureaa (4.2) ja keitetään uudelleen noin puolen minuutin ajan.

Poistetaan kuumentimelta ja lisätään 200 ml kylmää vettä. Tarvittaessa jäähdytetään erlenmeyerpullon sisältö huoneenlämpöön.

Lisätään vähitellen ammoniumhydroksidiliuosta (4.4), kunnes liuos muuttuu siniseksi. Sen jälkeen lisätään vielä ylimääräinen 1 ml.

Lisätään 50 ml ammoniumbifluoridiliuosta (4.3) ja sekoitetaan.

▼B

Lisätään 10 g kaliumjodidia (4.6) ja annetaan liueta.

6.2 *Liuoksen titraus*

Asetetaan erlenmeyerpullo magneettisekoittimelle. Asetetaan sauva erlenmeyerpulloon ja säädetään sekoitin haluttuun nopeuteen.

Byrettiä käyttäen lisätään standardinatriumtiosulfaattiliuosta (4.5), kunnes liuoksesta vapautuvan jodin ruskea väri vaalenee.

Lisätään 10 ml tärkkelysliuosta (4.8).

Jatketaan titrausta natriumtiosulfaattiliuoksella (4.5), kunnes purppuraväri on melkein hävinnyt.

Lisätään 20 ml kaliumtiosyanaattiliuosta (4.7) ja jatketaan titrausta, kunnes violetinsininen väri on täysin kadonnut.

Merkitään muistiin käytetyn tiosulfaattiliuoksen tilavuus.

7. **Tuloksen ilmoittaminen**

1 ml standardinatriumtiosulfaattiliuosta (7,812 mg) vastaa 2 mg:aa kuparia.

Kuparin (Cu) prosenttiosuus lannoitteessa on:

$$\text{Cu (\%)} = X\frac{V}{a \times M \times 5}$$

jossa

X on käytetyn natriumsulfaattiliuoksen tilavuus millilitroina,

V on menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistetun uuteliuoksen tilavuus, ml,

a on määräosuuden tilavuus, ml,

M on menetelmien 10.1 ja 10.2 mukaan käsitellyn näytteen massa grammoina.

Menetelmä 10.8

Raudan määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti

1. **Tarkoitus**

Tällä menetelmällä määritellään menettely raudan määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava raudan kokonaispitoisuus ja/tai vesiliukoisen raudan pitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Sopivan käsittelyn ja uutteen laimentamisen jälkeen rautapitoisuus määritetään atomiabsorptiospektrometrisesti.

4. **Reagenssit**

4.1 *Suolahappoliuos, noin 6 mol/l*

Katso menetelmä 10.4, kohta 4.1.

4.2 *Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l*

Katso menetelmä 10.4, kohta 4.2.

4.3 Vetyperoksidiliuos (30-prosenttinen H_2O_2, tiheys 20 °C:ssa = 1,11 g/ml), hivenravinnevapaa

4.4 *Lantaanisuolaliuokset, 10 g La litrassa*

Katso menetelmä 10.4, kohta 4.3.

▼B

4.5 *Raudan kalibrointiliuos*

4.5.1 Raudan työstandardiliuos, (1 000 μg/ml)

Punnitaan 0,1 mg:n tarkkuudella 1 g puhdasta rautalankaa 500 ml:n dekantterilasiin. Lisätään 200 ml 6-molaarista suolahappoa (4.1) ja 15 ml vetyperoksidiliuosta (4.3). Kuumennetaan sähkölevyllä, kunnes rauta on liuennut täysin. Jäähtyneenä siirretään kvantitatiivisesti 1 000 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.5.2 Rautatyöliuos (100 μg/ml)

Kaadetaan 20 ml työstandardiliuosta (4.5.1) 200 ml:n mittapulloon. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

5. **Välineistö**

Atomiabsorptiospektrometri: katso menetelmä 10.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu raudalle ominaisen säteilyn lähteellä (248,3 nm).

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Rautaliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmät 10.1 ja/tai 10.2 ja tarvittaessa 10.3.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 10.4, kohta 6.2. Analyysiliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) lantaanisuolaliuosta.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 10.4, kohta 7.1. Nollaliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta.

7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Katso menetelmä 10.4, kohta 7.2.

Valmistetaan raudan optimaaliselle 0-10 μg/ml määritysalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuossarja, joka sisältää 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 ml työliuosta (4.5.2.). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle analyysiliuoksen konsentraatiota. Lisätään 10 ml kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti. Nämä liuokset sisältävät rautaa 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 μg/ml.

7.3 *Määritys*

Katso menetelmä 10.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) 248,3 nm:n aallonpituudella tehtäviä mittauksia varten.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Katso menetelmä 10.4, kohta 8.

Rautapitoisuus prosentteina lannoitteesta on:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jos käytetään menetelmää 10.3:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

jossa

Fe on prosentteina ilmoitettu rautamäärä lannoitteesta,

x_s on analyysiliuoksen (6.2) konsentraatio, μg/ml,

x_b on nollaliuoksen (7.1) konsentraatio, μg/ml,

V on menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

▼B

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 10.1 tai 10.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen: Jos (a1), (a2), (a3), ., ., ., (ai) ja (a) ovat määräosuuksia ja (v1), (v2), (v3), ., ., ., (vi) ja (100) ovat niiden vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Menetelmä 10.9

Mangaanin määritys lannoiteuutteesta titraamalla

1. **Tarkoitus**

Tässä menetelmässä kuvataan menettely mangaanin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava mangaanipitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Jos uutteessa on kloridi-ioneja, ne poistetaan keittämällä uutetta rikkihapon kanssa. Mangaani hapetetaan natriumvismutaatilla typpihapossa. Muodostuva permanganaatti pelkistetään ylimääräisellä ferrosulfaatilla. Tämä ylimäärä titrataan kaliumpermanganaattiliuoksella.

4. **Reagenssit**

4.1 Väkevä rikkihappo (H_2SO_4, tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml)

4.2 *Rikkihappo, noin 9 mol/l*

Sekoitetaan varovasti 1 tilavuusosa väkevää rikkihappoa (4.1) 1 tilavuusosaan vettä.

4.3 *Typpihappo, 6 mol/l*

Sekoitetaan 3 tilavuusosaa typpihappoa (HNO_3, tiheys 20 °C:ssa = 1,40 g/ml) 4 tilavuusosaan vettä.

4.4 *Typpihappo, 0,3 mol/l*

Sekoitetaan 1 tilavuusosa 6 mol/l typpihappoa 19 tilavuusosaan vettä.

4.5 Natriumvismutaatti ($NaBiO_3$) (85 %)

4.6 Piimaa

4.7 Ortofosforihappo, 15 mol/l (H_3PO_4, tiheys 20 °C:ssa = 1,71 g/ml)

4.8 *Ferrosulfaattiliuos, 0,15 mol/l*

Liuotetaan 41,6 g ferrosulfaattiheptahydraattia ($FeSO_4 . 7H_2O$) 1 litran mittapullossa.

Lisätään 25 ml väkevää rikkihappoa (4.1) ja 25 ml fosforihappoa (4.7). Täytetään 1 000 ml:n tilavuuteen. Sekoitetaan.

4.9 *Kaliumpermanganaattiliuos, 0,020 mol/l*

Punnitaan 3,160 g kaliumpermanganaattia ($KMnO_4$) 0,1 mg:n tarkkuudella. Liuotetaan ja täytetään 1 000 ml:n tilavuuteen vedellä.

4.10 *Hopeanitraattiliuos 0,1 mol/l*

Liuotetaan 1,7 g hopeanitraattia ($AgNO_3$) veteen ja täytetään 100 ml:n tilavuuteen.

▼B

5. **Välineistö**

5.1 Suodatinupokas P 16/ISO 4793, huokoisuus 4, tilavuus 50 ml, asetettu 500 ml:n suodatuspullon päälle.

5.2 Magneettisekoitin

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Mangaanin uuteliuos*

Katso menetelmät 10.1 ja 10.2. Jos ei tiedetä, onko kloridi-ioneja läsnä, tehdään liuokselle koe pisaralla hopeanitraattiliuosta (4.10).

6.2 Kun kloridi-ioneja ei ole läsnä, uutteen määräosa, joka sisältää 10-20 mg mangaania, sijoitetaan korkeaan 400 ml:n dekantterilasiin. Saatetaan noin 25 ml:n tilavuuteen joko haihduttamalla tai lisäämällä vettä. Lisätään 2 ml väkevää rikkihappoa (4.1).

6.3 *Jos kloridi-ioneja on läsnä, ne on tarpeen poistaa seuraavalla tavalla*:

Uutteen määräosa, joka sisältää 10-20 mg mangaania, sijoitetaan korkeaan 400 ml:n dekantterilasiin. Lisätään 5 ml 9-molaarista rikkihappoa (4.2). Kuumennetaan kiehumispisteeseen sähkölevyllä vetokaapissa ja annetaan kiehua, kunnes valkoista höyryä vapautuu runsaasti. Jatketaan, kunnes tilavuus on pienentynyt noin 2 ml:aan (ohut kalvo siirappimaista nestettä dekantterilasin pohjalla). Annetaan jäähtyä huoneenlämpöön.

Lisätään varovasti 25 ml vettä ja kokeillaan uudelleen kloridi-ionien läsnäolo yhdellä pisaralla hopeanitraattiliuosta (4.10). Jos kloridia on vieläkin jäljellä, toistetaan toimenpide sen jälkeen, kun on lisätty 5 ml 9-molaarista rikkihappoa (4.2).

7. **Analyysimenetelmä**

Lisätään 25 ml 6-molaarista typpihappoa (4.3) ja 2,5 g natriumvismutaattia (4.5) 400 ml:n dekantterilasiin, jossa analyysiliuos on. Sekoitetaan voimakkaasti kolmen minuutin ajan magneettisekoittimella (5.2).

Lisätään 50 ml 0,3-molaarista typpihappoa (4.4) ja sekoitetaan uudelleen. Suodatetaan tyhjiössä läpi upokkaan (5.1), jonka pohja on peitetty piimaalla (4.6). Pestään upokas useita kertoja 0,3-molaarisella typpihapolla (4.4), kunnes saavutetaan väritön suodos.

Siirretään suodos ja pesuliuos 500 ml:n dekantterilasiin. Sekoitetaan ja lisätään 25 ml 0,15-molaarista ferrosulfaattiliuosta (4.8). Jos suodos muuttuu keltaiseksi ferrosulfaatin lisäyksen jälkeen, lisätään 3 ml 15-molaarista ortofosforihappoa (4.7).

Byrettiä käyttäen titrataan ylimääräinen ferrosulfaatti 0,02-molaarisella kaliumpermanganaattiliuoksella (4.9), kunnes seos muuttuu vaaleanpunaiseksi ja väri säilyy yhden minuutin ajan. Suoritetaan nollakoe samoissa olosuhteissa siten, että pois jätetään ainoastaan näyte.

Huomautus:

Hapetettu liuos ei saa joutua kosketuksiin kumin kanssa.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

1 ml 0,02-molaarista kaliumpermanganaattiliuosta vastaa 1,099 mg:aa mangaania (Mg).

Mangaanin prosenttiosuus lannoitteesta on:

$$\text{Mn (\%) where} = (x_b - x_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

jossa

x_b on nollakokeessa käytetyn permanganaatin tilavuus, ml,

x_s on näytteessä käytetyn permanganaatin tilavuus, ml,

V menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uuteliuoksen tilavuus, ml,

a on uutteesta otetun määräosuuden tilavuus, ml,

▼B

M on näytteen massa grammoina.

Menetelmä 10.10

Molybdeenin määritys lannoiteuutteista gravimetrisellä menetelmällä 8-hydroksikinoliinillä

1. **Tarkoitus**

Tässä asiakirjassa selostetaan menetelmä molybdeenin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava molybdeenipitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Molybdeeni määritetään saostamalla se molybdeenioksinaattina erityisolosuhteissa.

4. **Reagenssit**

4.1 *Rikkihappoliuos, noin 1 mol/l*

Kaadetaan varovasti 55 ml rikkihappoa (H_2SO_4, tiheys 20 °C:ssa = 1,84 g/ml) 1 litran mittapulloon, jossa on 800 ml vettä. Sekoitetaan. Kun liuos on jäähtynyt, täytetään 1 litran tilavuuteen ja sekoitetaan.

4.2 *Laimennettu ammoniakkiliuos (1 : 3)*

Sekoitetaan 1 tilavuusosa väkevää ammoniakkiliuosta (NH_4OH, tiheys 20 °C:ssa = 0,9 g/ml) 3 tilavuusosaan vettä.

4.3 *Laimennettu etikkahappoliuos (1 : 3)*

Sekoitetaan 1 tilavuusosa väkevää etikkahappoa (99,7-prosenttinen CH_3COOH, tiheys 20 °C:ssa = 1,049 g/ml) 3 tilavuusosaan vettä.

4.4 *Etyleenidiamiinitetraetikkahapon dinatriumsuolaliuos (EDTA)*

Liuotetaan 5 g Na_2EDTA:a veteen 100 ml:n mittapullossa. Täytetään kalibrointimerkkiin ja sekoitetaan.

4.5 *Puskuriliuos*

Liuotetaan 100 ml:n mittapullossa 30 g ammoniumasetaattia ja 15 ml väkevää etikkahappoa veteen. Täytetään 100 ml:n tilavuuteen.

4.6 *8-hydroksikinoliiniliuos (oksiiniliuos)*

Liuotetaan 100 ml:n mittapullossa 3 g 8-hydroksikinoliinia 5 ml:aan väkevää etikkahappoa. Lisätään 80 ml vettä. Lisätään ammoniakkiliuosta (4.2) pisaroittain, kunnes liuos samenee, minkä jälkeen lisätään etikkahappoa (4.3), kunnes liuos taas kirkastuu.

Täytetään 100 ml:n tilavuuteen vedellä.

5. **Välineistö**

5.1 Suodatinupokas P 16/ISO 4793, huokoisuus 4, tilavuus 30 ml

5.2 pH-mittari, jossa lasielektrodi

5.3 Kuivausuuni 130-135 °C

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 Molybdeeniliuoksen valmistaminen: katso menetelmät 10.1 ja 10.2.

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Otetaan uutteesta määräosuus, joka sisältää 25-100 mg molybdeeniä, 250 ml:n dekantterilasiin. Täytetään 50 ml:n tilavuuteen vedellä.

▼B

Säädetään liuoksen pH 5:een lisäämällä rikkihappoa (4.1) pisaroittain. Lisätään 15 ml EDTA-liuosta (4.4) ja sen jälkeen 5 ml puskuriliuosta (4.5). Täytetään 80 ml tilavuuteen vedellä.

7.2 *Saostaminen ja sakan peseminen*

Saostaminen

Lämmitetään liuosta. Lisätään 8-hydroksikinoliiniliuos (oksiiniliuos) (4.6) jatkuvasti sekoittaen. Jatketaan saostamista, kunnes saostuman muodostumista ei enää havaita. Lisätään reagenssia, kunnes pintaliuos muuttuu hieman keltaiseksi. 20 ml:n pitäisi yleensä riittää. Jatketaan sakan lämmittämistä kahdesta kolmeen minuuttia.

Suodatus ja peseminen

Suodatetaan suodatinupokkaan (5.1) läpi. Huuhdellaan useita kertoja 20 ml:lla kuumaa vettä. Huuhteluveden pitäisi tulla asteittain värittömäksi, mikä osoittaa, että oksiinia ei enää ole mukana.

7.3 *Sakan punnitseminen*

Kuivataan sakka 130-135 °C:ssa vakiomassaan (vähintään yhden tunnin ajan).

Annetaan jäähtyä eksikkaattorissa ja punnitaan.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

1 mg molybdeenioksinaattia $MoO_2(C_9H_6ON)_2$ vastaa 0,2305 mg:aa molybdeenia (Mo).

Molybdeenin prosenttiosuus lannoitteesta on:

$$\text{Mo}\ (\%) = \text{X} \times 0,02305 \times \frac{\text{V} \times \text{D}}{\text{a} \times \text{M}}$$

jossa

X on molybdeenioksinaattisakan massa milligrammoina,

V menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uuteliuoksen tilavuus, ml,

a on viimeisestä laimennoksesta otetun määräosuuden tilavuus, ml,

D on määräosuuden laimennuskerroin,

M on näytteen massa grammoina.

Menetelmä 10.11

Sinkin määritys lannoiteuutteista atomiabsorptiospektrometrisesti

1. **Tarkoitus**

Tällä menetelmällä määritetään menettely sinkin määrittämiseksi lannoiteuutteista.

2. **Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan sellaisten lannoitteiden näytteistä menetelmillä 10.1 ja 10.2 valmistettuihin uutteisiin, joista on ilmoitettava sinkkipitoisuus tämän asetuksen liitteessä I olevan E jakson mukaisesti.

3. **Periaate**

Uutteiden käsittelyn ja sopivan laimentamisen jälkeen sinkkipitoisuus määritetään atomiabsorptiospektrometrisesti.

4. **Reagenssit**

4.1 *Suolahappoliuos, noin 6 mol/l*

Katso menetelmä 10.4, kohta 4.1.

4.2 *Suolahappoliuos, noin 0,5 mol/l*

Katso menetelmä 10.4, kohta 4.2.

▼B

4.3 *Lantaanisuolaliuokset, 10 g La litrassa*

Katso menetelmä 10.4, kohta 4.3.

4.4 *Sinkin kalibrointiliuokset*

4.4.1 Sinkin työstandardiliuos (1 000 μg/ml)

Liuotetaan 1 000 ml:n mittapullossa 0,1 mg:n tarkkuudella punnittuna 1 g sinkkijauhetta tai sinkkihiutaleita 25 ml:aan 6-molaarista suolahappoa (4.1). Kun sinkki on liuennut täysin, täytetään merkkiin vedellä ja sekoitetaan huolellisesti.

4.4.2 Sinkkityöliuos (100 μg/ml)

Liuotetaan 200 ml:n mittapullossa 20 ml työstandardiliuosta (4.4.1) 0,5-molaariseen suolahappoliuokseen. Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella ja sekoitetaan huolellisesti.

5. **Välineistö**

Atomiabsorptiospektrometri:

Katso menetelmä 10.4, kohta 5. Laitteen on oltava varustettu sinkille ominaisen säteilyn lähteellä (213,8 nm). Laitteen on pystyttävä suorittamaan taustakorjaus.

6. **Analyysiliuoksen valmistaminen**

6.1 *Sinkin uuteliuos*

Katso menetelmät 10.1 ja/tai 10.2.

6.2 *Analyysiliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 10.4, kohta 6.2. Analyysiliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) lantaanisuolaliuosta (4.3).

7. **Analyysimenetelmä**

7.1 *Nollaliuoksen valmistaminen*

Katso menetelmä 10.4, kohta 7.1. Nollaliuoksen on sisällettävä 10 % (tilavuus/tilavuus) kohdassa 6.2 käytettyä lantaanisuolaliuosta.

7.2 *Kalibrointiliuosten valmistaminen*

Katso menetelmä 10.4, kohta 7.2. Valmistetaan sinkin optimaaliselle 0-5 μg/ml määritysalueelle 100 ml:n mittapulloihin liuossarja, joka sisältää 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml työliuosta (4.4.2). Tarvittaessa säädetään suolahappokonsentraatio mahdollisimman lähelle analyysiliuoksen konsentraatiota. Lisätään jokaiseen mittapulloon 10 ml lantaanisuolaliuosta (6.2). Täytetään merkkiin 0,5-molaarisella suolahappoliuoksella (4.2) ja sekoitetaan huolellisesti.

Nämä liuokset sisältävät sinkkiä 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 μg/ml.

7.3 *Määritys*

Katso menetelmä 10.4, kohta 7.3. Säädetään spektrometri (5) aallonpituudella 213,8 nm tehtäviä mittauksia varten.

8. **Tuloksen ilmoittaminen**

Katso menetelmä 10.4, kohta 8.

Sinkin prosenttiosuus lannoitteessa on:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Jos käytetään menetelmää 10.3:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

jossa

Zn on prosentteina ilmoitettu sinkkimäärä lannoitteessa,

x_s on analyysiliuoksen konsentraatio, μg/ml,

▼B

x_b on nollaliuoksen konsentraatio, µg/ml,

V on menetelmällä 10.1 tai 10.2 valmistetun uutteen tilavuus, ml,

D on 6.2 kohdassa suoritettua laimennusta vastaava kerroin,

M on menetelmän 10.1 tai 10.2 mukaisesti otetun näytteen massa grammoina.

Laimennuskertoimen D laskeminen:

Kun (a1), (a2), (a3), ., ., ., (ai) ja (a) ovat peräkkäisiä määräosuuksia ja (v1), (v2), (v3), ., ., ., (vi) ja (100) ovat niitä vastaavien laimennosten tilavuudet millilitroina, laimennuskerroin D saadaan yhtälöstä:

$$D = (v_{11}/a_{11}) \times (v_{22}/a_{22}) \times (v_{33}/a_{33}) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

LIITE V

A. **LUETTELO ASIAKIRJOISTA, JOIHIN VALMISTAJIEN TAI NIIDEN EDUSTAJIEN ON TUTUSTUTTAVA LAATIAKSEEN TEKNISET ASIAKIRJAT UUDEN LANNOITETYYPIN LISÄÄMISEKSI TÄMÄN ASETUKSEN LIITTEESEEN I**

1. Ohjeet sellaisiin hakemuksiin liitettävien teknisten asiakirjojen laadinnasta, jotka koskevat lannoitteiden varustamista merkinnällä ”EY-LANNOITE” (Guide to the compilation of a technical file on application to designate fertilizers ‘EC FERTILIZER’).

   Euroopan yhteisöjen virallinen lehti C 138, 20.5.1994, s. 4.

2. Komission direktiivi 91/155/ETY, annettu 5 päivänä maaliskuuta 1991, yksityiskohtaisten järjestelyjen määrittelemisestä ja vahvistamisesta vaarallisia valmisteita koskevaa erityistietojärjestelmää varten direktiivin 88/379/ETY 10 artiklan täytäntöönpanemiseksi.

   Euroopan yhteisöjen virallinen lehti L 76, 22.3.1991, s. 35.

3. Komission direktiivi 93/112/EY, annettu 10 päivänä joulukuuta 1993, yksityiskohtaisten järjestelyjen määrittelemisestä ja vahvistamisesta vaarallisia valmisteita koskevaa erityistietojärjestelmää varten direktiivin 88/379/ETY 10 artiklan täytäntöön panemiseksi annetun komission direktiivin 91/155/ETY muuttamisesta.

   Euroopan yhteisöjen virallinen lehti L 314, 16.12.1993, s. 38.

B. **AKKREDITOINTISTANDARDIT NIITÄ LABORATORIOITA VARTEN, JOILLA ON PÄTEVYYS TARJOTA PALVELUT SEN TARKASTAMISEKSI, ETTÄ EY-LANNOITTEET OVAT TÄMÄN ASETUKSEN JA SEN LIITTEIDEN VAATIMUSTEN MUKAISIA**

1. Laboratorioihin sovellettava standardi:

   EN ISO/IEC 17025,Testaus- ja kalibrointilaboratorioiden pätevyys. Yleiset vaatimukset (General requirements for the competence of testing and calibration laboratories).

2. Akkreditointielimiin sovellettava standardi:

   EN 45003,Kalibrointi- ja testauslaboratorioiden akkreditointijärjestelmä. Toimintaa ja tunnustamista koskevat yleiset vaatimukset (Calibration and testing laboratory accreditation system. General requirements for operation and recognition).