II

(Actos cuya publicación no es una condición para su aplicabilidad)

COMISIÓN

DIRECTIVA 93/1/CEE DE LA COMISIÓN

de 21 de enero de 1993

por la que se modifica la Directiva 77/535/CEE relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre los métodos de toma de muestras y de análisis de los abonos

(Métodos de análisis de los oligoelementos)

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Vista la Directiva 76/116/CEE del Consejo, de 18 de diciembre de 1975, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre los abonos [1], cuya última modificación la constituye la Directiva 89/530/CEE [2], y, en particular, el apartado 2 del artículo 9,

Considerando que el artículo 8 A del Tratado CEE establece un espacio sin fronteras interiores en el que la libre circulación de mercancías, personas, servicios y capitales está garantizada;

Considerando que la Directiva 89/530/CEE completa y modifica la Directiva 76/116/CEE en lo que respecta a los oligoelementos boro, cobalto, cobre, hierro, manganeso, molibdeno y zinc en los abonos;

Considerando que la Directiva 77/535/CEE de la Comisión [3], cuya última modificación la constituye la Directiva 89/519/CEE [4], establece controles oficiales de los abonos de la Comunidad para comprobar que se cumplen las condiciones que establecen las disposiciones comunitarias sobre la calidad y composición de los abonos; que es conveniente completar dicha Directiva para que los abonos CEE contemplados en la Directiva 89/530/CEE puedan someterse también a dichos controles;

Considerando que, teniendo en cuenta el alcance y los efectos de la acción prevista, las medidas comunitarias previstas por la presente Directiva no son solamente necesarias, sino indispensables para la consecución de los objetivos establecidos, y que dichos objetivos no pueden ser alcanzados por los Estados miembros por separado; que además la Directiva 76/116/CEE ha previsto ya su realización a nivel comunitario;

Considerando que las medidas previstas en la presente Directiva se ajustan al dictamen del Comité para la adaptación al progreso técnico de las directivas destinadas a eliminar los obstáculos técnicos a los intercambios en el sector de los abonos,

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

Artículo 1

El texto que figura en el Anexo de la presente Directiva se añadirá al Anexo II de la Directiva 77/535/CEE.

Los métodos contemplados en dicho Anexo II, modificado por la presente Directiva, se aplicarán a los abonos CEE para la determinación de cada uno de los oligoelementos cuyo contenido declarado sea igual o inferior al 10 %.

Artículo 2

1. Los Estados miembros adoptarán las medidas necesarias para cumplir la presente Directiva, a más tardar, el 31 de diciembre de 1993. Informarán inmediatamente de ello a la Comisión.

Cuando los Estados miembros adopten dichas disposiciones, éstas harán referencia a la presente Directiva o irán acompañadas de dicha referencia en su publicación oficial. Los Estados miembros establecerán las modalidades de la mencionada referencia.

[1] DO nº L 24 de 30. 1. 1976, p. 21.
[2] DO nº L 281 de 30. 9. 1989, p. 116.
[3] DO nº L 213 de 22. 8. 1977, p. 1.
[4] DO nº L 265 de 12. 9. 1989, p. 30.

2. Los Estados miembros comunicarán a la Comisión el texto de las disposiciones de Derecho interno que adopten en el ámbito regulado por la presente Directiva.

Artículo 3

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

Hecho en Bruselas, el 21 de enero de 1993.

Por la Comisión
Martin BANGEMANN
Miembro de la Comisión

ANEXO

« Método 9

OLIGOELEMENTOS

Método 9.1

EXTRACCIÓN DE LOS OLIGOELEMENTOS TOTALES

1. OBJETO

En el presente documento se establece el método de extracción de los siguientes oligoelementos : boro total, cobalto total, cobre total, hierro total, manganeso total, molibdeno total y zinc total. El objetivo consiste en efectuar un mínimo de extracciones de forma que pueda utilizarse, siempre que ello sea posible, el mismo extracto para determinar el contenido total de cada uno de los oligoelementos citados.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método concierne a los abonos CEE contemplados en la Directiva 89/530/CEE del Consejo (1), en los que hay que declarar uno o varios de los siguientes oligoelementos : boro, cobalto, cobre, hierro, manganeso, molibdeno y zinc. Se aplica a la determinación de cada uno de los oligoelementos cuyos contenidos declarados sean iguales o inferiores al 10 %.

3. PRINCIPIO

Disolución en ácido clorhídrico diluido y en ebullición.

Nota : La extracción es empírica y puede ser más o menos completa según el producto o los demás componentes del abono. En particular, para determinados dióxidos de manganeso, las cantidades extraídas pueden ser muy inferiores a la totalidad del manganeso contenido en el producto. Es responsabilidad de los fabricantes de abonos garantizar que el contenido declarado corresponde efectivamente a la cantidad solubilizada en las condiciones del método.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico diluido, aproximadamente 6 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ClH, d : 1,18) con 1 volumen de agua.

4.2. Amoníaco concentrado (NH_4OH, d : 0,9)

5. APARATOS

Placa calefactora eléctrica de temperatura regulable.

Nota : Si se prevé la determinación del boro, debe descartarse el empleo de vidrio de borosilicato. Será más conveniente el uso de teflón o sílice en la extracción por ebullición. Si se utilizan detergentes que contengan boratos para lavar los utensilios de vidrio, éstos deben aclararse cuidadosamente.

6. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Véase el método nº 1 [Directiva 77/535/CEE de la Comisión (DO nº L 213 de 22. 8. 1977, p. 1)].

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Toma de muestra

Pesar una cantidad de abono comprendida entre 2 y 10 g, dependiendo del contenido declarado de elemento en el producto. Debe utilizarse el cuadro siguiente para obtener una solución final que, una vez diluida convenientemente, se sitúe en el intervalo de medida de cada método. Las muestras se pesarán con una precisión de 1 mg.

Contenido declarado de oligoelemento en el abono (%)	< 0,01	0,01 a < 5	5 a 10
Masa de la toma de muestra (g)	10	5	2
Masa del elemento en la toma de muestra (mg)	1	0,5 a 250	100 a 200
Volumen del extracto V (ml)	250	500	500
Concentración del elemento en el extracto (mg/l)	4	1 a 500	200 a 400

Introducir las tomas de muestra en vasos de precipitados de 250 ml.

(1) DO nº L 281 de 30. 9. 1989, p. 116.

7.2. Disolución

Si fuera necesario, humectar la toma de muestra con un poco de agua, añadir primeramente 1 volumen de ácido clorhídrico diluido (4.1) en pequeñas fracciones y con precaución, a razón de 10 ml por gramo de abono utilizado, luego añadir aproximadamente 50 ml de agua. Tapar el vaso de precipitados con un vidrio de reloj y mezclar. Hervir durante 30 minutos sobre la placa calefactora. Dejar enfriar, agitando de vez en cuando. Trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 250 o 500 ml (véase el cuadro). Enrasar con agua. Homogeneizar. Pasar a través de un filtro seco a un recipiente seco. Desechar las primeras porciones del filtrado. El extracto ha de estar perfectamente límpido.

Proceder lo más rápidamente posible a la determinación sobre partes alícuotas del filtrado claro. Si no es así, tapar el recipiente.

Observación: extractos en los que se debe determinar el contenido de boro: deben ser llevados a un pH comprendido entre 4 y 6 con amoníaco concentrado (4.2).

8. DETERMINACIÓN

La determinación de cada elemento se efectuará sobre partes alícuotas adaptadas a los métodos específicos de cada uno de los elementos.

Sobre una parte alícuota eliminar, si procede, los agentes quelantes o complejantes orgánicos según el método 9.3. Se recuerda que esta eliminación no suele ser necesaria en la determinación por espectrometría de absorción atómica.

Método 9.2

EXTRACCIÓN DE LOS OLIGOELEMENTOS SOLUBLES EN AGUA

1. OBJETO

En el presente documento se establece el método de extracción de las formas solubles en agua de los siguientes oligoelementos: boro, cobalto, cobre, hierro, manganeso, molibdeno y zinc. El objetivo consiste en efectuar un mínimo de extracciones de forma que pueda utilizarse, siempre que sea posible, el mismo extracto para determinar el contenido de cada uno de estos oligoelementos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los abonos CEE contemplados en la Directiva 89/530/CEE, en los que hay que declarar uno o varios de los oligoelementos siguientes: boro, cobalto, cobre, hierro, manganeso, molibdeno y zinc. Se aplica a la determinación de cada uno de los oligoelementos cuyos contenidos declarados sean iguales o inferiores al 10 %.

3. PRINCIPIO

La extracción de los elementos se efectúa agitando el abono en agua a una temperatura de 20 ± 2 °C.

Nota: La extracción es empírica y puede ser más o menos completa.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico diluído, aproximadamente 6 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ClH, d: 1,18) con 1 volumen de agua.

5. APARATOS

5.1. Agitador rotatorio ajustado a 35 a 40 revoluciones por minuto, aproximadamente.

5.2. pH metro

Nota: Si se prevé la determinación cuantitativa del boro presente en el extracto, debe descartarse el uso de vidrio borosilicatado. Para esta extracción puede ser conveniente el teflón o la sílice. Si se utilizan detergentes que contengan boratos para lavar los utensilios de vidrio, éstos deben aclararse a fondo.

6. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Véase el método nº 1 [Directiva 77/535/CEE de la Comisión (DO nº L 213 de 22. 8. 1977, p. 1)].

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Toma de muestra

Tomar una cantidad de abono comprendida entre 2 y 10 g dependiendo del contenido en elemento que se espere encontrar en el producto. Debe utilizarse el cuadro siguiente para obtener una solución final que, una vez diluida convenientemente, se sitúe en el intervalo de medida de cada método. Las tomas de muestra se pesarán con una precisión de 1 mg.

Contenido declarado de oligoelemento en el abono (%)	< 0,01	0,01 a < 5	5 a 10
Masa de la toma de muestra (g)	10	5	2
Masa del elemento en la toma de muestra (mg)	1	0,5 a 250	100 a 200
Volumen del extracto V (ml)	250	500	500
Concentración del elemento en el extracto (mg/l)	4	1 a 500	200 a 400

Colocar la toma de muestra en un matraz de 250 ml o de 500 ml (según el cuadro).

7.2. Disolución

Añadir aproximadamente 200 ml de agua, si el matraz es de 250 ml, y 400 ml de agua si es de 500 ml.

Tapar el frasco con cuidado. Agitar enérgicamente a mano para obtener una buena dispersión del producto. Colocar el matraz en el agitador (5.1). Tener el aparato en funcionamiento por espacio de 30 minutos. Enrasar con agua. Homogeneizar.

7.3. Preparación de la solución para la determinación

Filtrar inmediatamente en un frasco limpio y seco. Tapar el frasco. Proceder a la determinación inmediatamente después de la filtración.

Nota: Si se produjese un enturbiamiento progresivo del extracto, efectuar una nueva extracción según 7.1 y 7.2 en un matraz de volumen V_e. Filtrar sobre un matraz aforado de volumen (W), previamente seco en el que se habrán vertido 5 ml exactamente medido de una solución de ácido clorhídrico (4). Interrumpir la filtración en el momento preciso en el que se alcanza la linea de enrase. Homogeneizar.

En estas condiciones el valor de V que figura en la expresión de resultados es:

$$V = Ve \times W / (W - 5).$$

Las diluciones que figuran en la expresión de resultados se basan en este valor de V.

8. DETERMINACIÓN

La determinación de cada elemento se efectuará en partes alícuotas adaptadas a los métodos específicos de cada uno de los elementos.

En una parte alícuota, eliminar, si procede, los agentes quelantes o complejantes orgánicos según el método 9.3. Se recuerda que esta eliminación no suele ser necesaria en la determinación por espectrometría de absorción atómica.

Método 9.3

ELIMINACIÓN DE LOS COMPUESTOS ORGÁNICOS EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS

1. OBJETO

En el presente documento se describe un método de eliminación de los compuestos orgánicos en los extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total y/o del elemento soluble en agua.

Nota: La presencia de materia orgánica en pequeñas cantidades casi nunca influye en las determinaciones por espectrometría de absorción atómica.

3. PRINCIPIO

Los compuestos orgánicos contenidos en una alícuota del extracto se oxidan con peróxido de hidrógeno.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico diluido, aproximadamente 0,5 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ClH, d : 1,18) con 20 volúmenes de agua.

4.2. Solución de peróxido de hidrógeno (H_2O_2, d : 1,11). 30 % exenta de oligoelementos.

5. APARATOS

Placa calefactora eléctrica de temperatura regulable.

6. PROCEDIMIENTO

Tomar 25 ml de la solución de extracción siguiendo el método 9.1 o el método 9.2 e introducirlos en un vaso de precipitados de 100 ml. Si se trata de la extracción 9.2, añadir 5 ml de la solución de ácido clorhídrico diluido (4.1). Añadir a continuación 5 ml de la solución de peróxido de hidrógeno (4.2). Cubrir con un vidrio de reloj. Dejar oxidar en frío durante aproximadamente 1 hora y, a continuación, hervir progresivamente y mantener en ebullición durante media hora. Si es necesario, añadir otros 5 ml de peróxido de hidrógeno a la solución templada y proseguir la destrucción de los compuestos orgánicos ; después, eliminar el exceso de peróxido de hidrógeno mediante ebullición. Dejar enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 50 ml. Ajustar al volumen con agua. Homogeneizar. Filtrar si es necesario.

Se contará con esta dilución al 50 % a la hora de tomar las alícuotas y al calcular el porcentaje de oligoelemento del producto.

Método 9.4

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE OLIGOELEMENTOS EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

(PROCEDIMIENTO GENERAL)

1. OBJETO

En el presente documento se establece un método general para la determinación cuantitativa por medio de la espectrometría de absorción atómica de determinados oligoelementos contenidos en extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE del Consejo una determinación cuantitativa de elemento total y/o elemento soluble en agua.

Las adaptaciones particulares de este procedimiento a cada oligoelemento se especifican en los métodos relativos al elemento en cuestión.

Nota : La presencia de materia orgánica en pequeñas cantidades casi nunca influye en las determinaciones por espectrometría de absorción atómica.

3. PRINCIPIO

Tras un posible tratamiento del extracto para reducir o eliminar las sustancias químicas que interfieren, se diluye el extracto de manera tal que su concentración se sitúe en la zona de respuesta óptima del espectrómetro para una longitud de onda adaptada al elemento en cuestión.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico diluido, aproximadamente 6 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ClH, d : 1,18) con 1 volumen de agua.

4.2. Solución de ácido clorhídrico diluído, aproximadamente 0,5 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ClH, d : 1,18) con 20 volúmenes de agua.

4.3. Solución de sal de lantano, de 10 g de La por litro

Este reactivo se emplea para la determinación cuantitativa del cobalto, hierro, manganeso y zinc. Puede prepararse a partir de :

a) En un matraz aforado de 1 litro, verter 11,73 g de óxido de lantano (La_2O_3) en 150 ml de agua y añadir a continuación 120 ml de ácido clorhídrico 6 M. Dejar que se disuelva y enrasar con agua. Homogeneizar. La concentración de esta solución en ácido clorhídrico libre es 0,5 M, aproximadamente.

b) En un matraz aforado de 1 litro, disolver 26,7 g de cloruro de lantano heptahidratado ($LaCl_3$ $7H_2O$) o 31,2 g de nitrato de lantano hexahidratado [$La(NO_3)_3$ $6H_2O$] o 26,2 g de sulfato de lantano nonahidratado [$La_2(SO_4)_3$ $9H_2O$] en 150 ml de agua ; añadir 85 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1) y enrasar con agua. Homogeneizar. La concentración de esta solución en ácido clorhídrico libre es 0,5 M, aproximadamente.

4.4. Soluciones patrón

Para su preparación, véanse los métodos de determinación cuantitativa propios de cada oligoelemento.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica capaz de recibir las fuentes que emitan las líneas características de los elementos estudiados.

Para su utilización, el químico se ajustará a las instrucciones del fabricante del aparato y deberá estar familiarizado con su manipulación. El aparato debe permitir corregir el fondo de llama, por si fuera necesario (Co y Zn). Salvo que se indique lo contrario en el método relativo a un elemento, los gases empleados serán el aire y el acetileno.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución de los elementos que deben determinarse

Véanse los métodos 9,1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Diluir una alícuota del extracto obtenido siguiendo los métodos 9.1, 9.2 o 9.3 con agua o ácido clorhídrico (4.1) o (4.2) de manera que se obtenga, en la solución final para la medida, una concentración del elemento en cuestión adecuada a la gama patrón empleada (7.2) y una concentración de ácido clorhídrico al menos 0,5 M aproximadamente, pero no más de 2,5 M aproximadamente. Esta operación puede requerir una o varias diluciones sucesivas.

Tomar una alícuota de la última solución de dilución del extracto, siendo (a) el volumen en ml, y verterla en un matraz aforado de 100 ml. Para la determinación del cobalto, hierro, manganeso y zinc, añadir 10 ml de la solución de sal de lantano elegida (4.3). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2) y homogeneizar. Esta será la solución final para la medida, siendo D el factor de dilución.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Preparar una solución en blanco siguiendo todo el proceso desde la extracción y omitiendo únicamente la toma de muestra de abono.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

A partir de la solución patrón de trabajo preparada según el método descrito para cada oligoelemento, preparar, en matraces aforados de 100 ml, una serie de, como mínimo, 5 soluciones patrón de concentración creciente que correspondan al rango óptimo de medida del apparato. Si es preciso, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución diluida para el ensayo (6.2). Para la determinación del cobalto, del hierro, del manganeso y del zinc, añadir 10 ml de la misma solución de sal de lantano (4.3) que se haya empleado en (6.2). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2) y homogeneizar.

7.3. Mediciones

Preparar el espectrómetro (5) para las mediciones y regular la longitud de onda al valor que se precise en el método propio del elemento que vaya a determinarse.

Pulverizar tres veces sucesivas las soluciones patrón (7.2), la solución problema (6.2) y la solución en blanco (7.1), anotando cada resultado ; lavar a fondo el instrumento con agua destilada entre cada pulverización.

Representar la curva patrón poniendo en ordenadas el valor medio de los resultados de cada una de las soluciones patrón (7.2) leídos en el espectrómetro y, en abscisas, las concentraciones correspondientes del elemento que se determine, expresadas en µg por ml.

Partiendo de esta curva, determinar las concentraciones de dicho elemento en la solución de ensayo X_s (6.2) y en la solución en blanco X_b (7.1). Dichas concentraciones se expresarán en µg por ml.

8. CÁLCULOS

El porcentaje de elemento (E) en el abono es igual a :

$$E\ \%\ \text{del abono} = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Si se ha seguido el método 9.3 :

$$E\ \%\ \text{del abono} = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

siendo :

E la cantidad de elemento que se determine, expresada en porcentaje del abono

X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2), en µg/ml

X_b la concentración de la solución de ensayo en blanco (7.1), en µg/ml

V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en 6.2

M la masa de la toma de muestra realizada según el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D : si (a_1), (a_2), (a_3), ... (a_i) y (a) son las alícuotas y (v_1), (v_2), (v_3), ... (v_i) y (100) los volúmenes en ml correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a :

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times . \times . \times . \times (v_i/a_i) \times (100/a).$$

Método 9.5

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL BORO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROMETRÍA DE LA AZOMETINA-H

1. OBJETO

En el presente documento se describe un método para determinar el boro presente en los extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (boro) y/o del elemento soluble en agua (boro).

3. PRINCIPIO

El ión borato forma, en contacto con una solución de azometina-H, un complejo amarillo cuya concentración se determina por espectrometría de absorción molecular a 410 nm. Los iones que puedan interferir se enmascaran con EDTA

4. REACTIVOS

4.1. Solución tampón de EDTA.

Introducir en un matraz aforado de 500 ml que contenga 300 ml de agua :

— 75 g de acetato de amonio (NH_4OOCCH_3),

— 10 g de sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético (Na_2EDTA)

— 40 ml de ácido acético (CH_3COOH, d : 1,05).

Enrasar a 500 ml con agua. Homogeneizar cuidadosamente El pH de la solución, comprobado con electrodo de vidrio, ha de ser 4,8 ± 0,1.

4.2. Solución de azometina-H

En un matraz aforado de 200 ml, introducir 10 ml de la solución tampón (4.1), 400 mg de azometina-H ($C_{17}H_{12}NNa0_8S_2$) y 2 g de ácido ascórbico ($C_6H_8O_6$). Enrasar y homogeneizar. No han de prepararse grandes cantidades de este reactivo por ser estable sólo durante algunos días.

4.3. Soluciones patrón de boro

4.3.1. Solución madre de boro (B) de 100 µg/ml

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver en agua 0,5719 g de ácido bórico (H_3BO_3), pesado con una precisión de 0,1 mg. Enrasar con agua a 1 000 ml, homogeneizar. Trasvasar a un frasco de plástico para guardarlo en el frigorífico.

4.3.2. Solución patrón de trabajo de 10 µg del boro (B) por ml

Introducir 50 ml de la solución madre (4.3.1) en un matraz aforado de 500 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción molecular, provisto de cubetas de recorrido óptico de 10 mm y regulado para trabajar a una longitud de onda de 410 nm.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución de boro

Véanse los métodos 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Diluir en agua una alícuota del extracto (6.1), de manera que se obtenga una concentración de boro apropiada para la determinación, según 7.2. Puede ser necesario hacer dos diluciones sucesivas. Se llamará D al factor de dilución.

6.3. Preparación de la solución correctora

Si la solución de ensayo (6.2) tiene color, preparar una solución correctora correspondiente, vertiendo en un matraz de plástico 5 ml de la solución de ensayo (6.2), 5 ml de la solución tampón de EDTA (4.1) y 5 ml de agua. Homogeneizar.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Preparar una solución en blanco siguiendo todo el proceso desde la extracción y omitiendo únicamente la toma de muestra de abono.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

Introducir en una serie de matraces aforados de 100 ml, 0, 5, 10, 15, 20 y 25 ml de la solución patrón de trabajo (4.3.2). Enrasar con agua a 100 ml y homogeneizar. Estas soluciones contienen entre 0 y 2,5 µg/ml de boro (B).

7.3. Desarrollo del color

Introducir en una serie de matraces de plástico 5 ml de las soluciones patrón (7.2), de la solución de ensayo (6.2) y del ensayo en blanco (7.1).

Añadir 5 ml de la solución tampón de EDTA (4.1). Añadir 5 ml de la solución de azometina-H (4.2).

Homogeneizar y desarrollar el color entre 2 horas y media y 3 horas en la oscuridad.

7.4. Mediciones

Medir la absorbancia de las soluciones obtenidas según lo dispuesto en (7.3) y, si procede, de la solución correctora (6.3), a la longitud de onda de 410 nm utilizando el agua como referencia. Enjuagar las cubetas antes de medir la solución siguiente.

8. CÁLCULOS

Representar la curva patrón poniendo en abscisas las concentraciones de las soluciones patrón (7.2) y en ordenadas los valores correspondientes de las absorbancias (7.4), proporcionados por el espectrofotómetro.

Partiendo de esta curva, determinar la concentración de boro (B) de la solución en blanco (7.1), la concentración de boro (B) de la solución de ensayo (6.2) y, si es necesario, cuando la solución de ensayo tenga color, la concentración corregida de ésta. Para calcular dicha concentración, sustraer el valor de la absorbancia de la solución correctora (6.3) del valor de la absorbancia de la solución de ensayo (6.2) y determinar la concentración corregida de la solución de ensayo. La concentración de la solución de ensayo (6.2), o la misma corregida, se llamará (X_s), y la concentración del ensayo en blanco (x_b).

El porcentaje de boro (B) del abono es:

$$B\ \% = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Si se ha seguido el método 9.3:

$$B\ \% = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

siendo:

B el porcentaje de boro (B) en el abono

X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2) o la concentración corregida de la misma, en µg/ml

X_b la concentración del ensayo en blanco (7.1), en µg/ml

V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en (6.2)

M la masa de la toma de muestra realizada con el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D: si (a_1) y (a_2) son las alícuotas sucesivas y (v_1) y (v_2) los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2).$$

Método 9.6

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL COBALTO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

1. OBJETO

En el presente documento se describe un método para la determinación del cobalto en los extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa de elemento total (cobalto) y/o del elemento soluble en agua (cobalto).

3. PRINCIPIO

Una vez tratados y diluidos los extractos de forma adecuada, se determina cuantitativamente el cobalto por espectrometría de absorción atómica.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M

Véase el punto 4.1 del método 9.4.

4.2. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 M

Véase el punto 4.2 del método 9.4.

4.3. Soluciones de sal de lantano, de 10 g de (La) por litro

Véase el punto 4.3 del método 9.4.

4.4. Soluciones patrón de cobalto

4.4.1. Solución madre de cobalto de 1 000 µg/ml

En un vaso de precipitados de 250 ml, disolver 1 g de cobalto metálico, pesado con una precisión de 0,1 mg, en 25 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1). Calentar en placa calefactora hasta su completa disolución. Dejar enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar.

4.4.2. Solución de trabajo de cobalto de 100 µg/ml

Introducir 10 ml de la solución madre (4.4.1) en un matraz aforado de 100 ml. Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica : véase el punto 5 del método 9.4. El aparato deberá estar provisto de una fuente de líneas características del cobalto (240,7 nm) y de un corrector de fondo de llama.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del cobalto

Véase el método 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Véase el punto 6.2 del método 9.4. La solución de ensayo debe contener un 10 % (v/v) de una solución de sal de lantano. (4.3)

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Véase el punto 7.1 del método 9.4. Esta solución debe contener un 10 % (v/v) de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

Véase el punto 7.2 del método 9.4.

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 a 5 µg/ml de cobalto (Co), introducir respectivamente en una serie de matraces aforados de 100 ml : 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo (4.4.2). Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de solución de ensayo. Añadir en cada matraz 10 ml de la solución de sal de lantano utilizada en (6.2). Enrasar a 100 ml con la solución de ácido clorhídrico 0, 5 M (4.2). Homogeneizar. Estas soluciones contienen respectivamente 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 µg/ml de cobalto (Co).

7.3. Mediciones

Véase el punto 7.3 del método 9.4. Preparar el espectrómetro (5) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 240,7 nm.

8. CÁLCULOS

Véase el punto 8 del método 9.4.

El porcentaje de cobalto (Co) en el abono es igual a :

$$Co\ \% = [(X_s - X_b) \times V \times D] / M \times 10^4)$$

Si se ha seguido el método 9.3 :

$$Co\ \% = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

siendo :

Co la cantidad de cobalto (Co), en porcentaje del abono

X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2) en µg/ml

X_b la concentración de la solución de ensayo en blanco (7.1) en µg/ml

V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en (6.2)

M la masa de la toma de muestra obtenida con el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D : si (a_1), (a_2), (a_3) ... (a_i) y (a) son las alícuotas y (v_1), (v_2), (v_3), ..., (v_i) y (100) los volúmenes en ml correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a :

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times . \times . \times . \times (v_i/a_i) \times (100/a).$$

Método 9.7

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL COBRE EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

1. OBJETO

En el presente documento se describe un método para la determinación del cobre en los extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (cobre) y/o del elemento soluble en agua (cobre).

3. PRINCIPIO

Una vez tratados y diluidos los extractos de forma adecuada, se determina el cobre por espectrometría de absorción atómica.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M

Véase el punto 4.1 del método 9.4.

4.2. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 M

Véase el punto 4.2. del método 9.4.

4.3. Solución de peróxido de hidrógeno (H_2O_2, d : 1,11), 30 %, exenta de oligoelementos.

4.4. Soluciones patrón de cobre

4.4.1. Soluciones madre de cobre de 1 000 µg/ml

En un matraz aforado de 250 ml, disolver 1 g de cobre en polvo, pesado con una precisión de 0,1 mg, en 25 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1). Añadiendo 5 ml de solución de peróxido de hidrógeno (4.3). Calentar en placa calefactora hasta disolución completa. Dejar enfriar y transvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar.

4.4.2. Solución de trabajo de cobre de 100 µg/ml

Introducir, en un matraz aforado de 200 ml, 20 ml de la solución madre (4.4.1). Enrasar a 200 ml con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica : véase el punto 5 del método (9.4). El aparato debe estar provisto de una fuente de líneas características del cobre (324,8 nm).

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del cobre

Véase el método 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Véase el punto 6.2 del método 9.4.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Véase el punto 7.1 del método 9.4.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

Véase el punto 7.2 del método 9.4.

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 y 5 µg/ml de cobre (Cu), introducir respectivamente, en una serie de matraces aforados de 100 ml : 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo (4.4.2). Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución de ensayo (6.2). Enrasar a 100 ml con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar. Estas soluciones contienen 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 µg/ml de cobre (Cu).

7.3. Mediciones

Véase el punto 7.3 del método 9.4. Preparar el espectrómetro (5) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 324,8 nm.

8. CÁLCULOS

Véase el punto 8 del método 9.4.

El porcentaje de cobre (Cu) en el abono será igual a :

$$Cu\ \% = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Si se ha seguido el método 9.3 :

$$Cu\ \% = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

siendo :

Cu la cantidad de cobre (Cu), expresada en porcentaje del abono

X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2), en µg/ml

X_b la concentración de la solución de ensayo en blanco (7.1), en µg/ml

V el volumen del extracto con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en (6.2)

M la masa de la toma de muestra obtenida con el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D : si (a_1), (a_2), (a_3) ... (a_i) y (a) son las alícuotas y (v_1), (v_2), (v_3), ... (v_i) y (100) los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a :

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times . \times . \times . \times (v_i/a_i) \times (100/a).$$

Método 9.8

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL HIERRO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

1. OBJETO

En el presente documento se describe un método para la determinación del hierro en los extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (hierro) y/o del elemento soluble en agua (hierro).

3. PRINCIPIO

Una vez tratados y diluidos los extractos de forma adecuada, se determina el hierro por espectrometría de absorción atómica.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M

Véase el punto 4.1 del método 9.4.

4.2. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 M

Véase el punto 4.2 del método 9.4.

4.3. Solución de peróxido de hidrógeno (H_2O_2, d : 1,11), 30 %, exenta de oligoelementos.

4.4. Soluciones de sal de lantano con 10 g de (La) por litro

Véase el punto 4.3 del método 9.4.

4.5. Soluciones patrón de hierro

4.5.1. Solución madre de hierro de 1 000 µg/ml

En un matraz aforado de 500 ml, disolver 1 g de alambre de hierro puro, pesado con una precisión de 0,1 mg, en 200 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1), añadiendo 15 ml de disolución de peróxido de hidrogeno (4.3). Calentar en placa calefactora hasta disolución completa, dejar enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar.

4.5.2. Solución de trabajo de hierro de 100 µg/ml

Introducir en un matraz aforado de 200 ml, 20 ml de la solución madre (4.5.1). Completar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica : véase el punto 5 del método 9.4. El aparato debe estar provisto de una fuente de líneas características del hierro (248,3 nm).

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del hierro

Véase el método 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Véase el punto 6.2 del método 9.4. La solución de ensayo debe contener un 10% (v/v) de una solución de sal de lantano.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Véase el punto 7.1 del método 9.4. La solución de ensayo en blanco debe contener un 10 % (v/v) de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

Véase el punto 7.2 del método 9.4.

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 y 10 µg/ml de hierro (Fe), introducir respectivamente, en matraces aforados de 100 ml : 0, 2, 4, 6, 8 y 10 ml de la solución de trabajo (4.5.2). Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución de ensayo. Añadir 10 ml de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2. Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar. Estas soluciones contienen, respectivamente, 0, 2, 4, 6, 8 y 10 µg/ml de hierro (Fe).

7.3. Mediciones

Véase el punto 7.3 del método 9.4. Preparar el espectrómetro (5) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 248,3 nm.

8. CÁLCULOS

Véase el punto 8 del método 9.4.

El porcentaje de hierro (Fe) en el abono es igual a :

$$Fe\ \% = [(X_s - Xb) \times V \times D)] / (M \times 10^4)$$

Si se ha seguido el método 9.3 :

$$Fe\ \% = [(X_s - Xb) \times V \times 2D)] / (M \times 10^4)$$

siendo

F_c la cantidad de hierro (Fe), expresada en porcentaje del abono
X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2), en µg/ml
X_b la concentración de la solución de ensayo en blanco (7.1), en µg/ml
V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml
D el factor correspondiente a la dilución efectuada en (6.2)
M la masa de la toma de muestra obtenida con el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D : si (a_1), (a_2), (a_3), ... (a_i) y (a) son las alícuotas y (v_1), (v_2), (v_3) . . . (vi) y (100) los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a :

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times . \times . \times . \times (v_i/a_i) \times (100/a).$$

Método 9.9

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL MANGANESO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

1. OBJETO

En el presente documento se describe un método para determinar el manganeso presente en los extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (manganeso) y/o del elemento soluble en agua (manganeso).

3. PRINCIPIO

Una vez tratado y diluido el extracto de forma adecuada, se determina el manganeso por espectrometría de absorción atómica.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M

Véase el punto 4.1 del método 9.4.

4.2. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 M

Véase el punto 4.2 del método 9.4.

4.3. Soluciones de sal de lantano de 10 g de (la) por litro

Véase el apartado 4.3 del método 9.4.

4.4. Soluciones patrón de manganeso

4.4.1. Solución madre de manganeso de 1 000 µg/ml

En un matraz aforado de 250 ml, disolver 1 g de manganeso en polvo, pesado con una precisión de 0,1 mg, en 25 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1). Calentar en una placa calefactora hasta disolución completa. Dejar enfriar, transvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml. Enfrasar con agua. Homogeneizar.

4.4.2. Solución de trabajo de manganeso de 100 µg/ml

En un matraz aforado de 200 ml, diluir 20 ml de la solución madre (4.4.1) con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica: véase el apartado 5 del método 9.4. El aparato debe estar provisto de una fuente de líneas características del manganeso (2789,6 nm).

6.1. Disolución del manganeso

Véase el método 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Véase el apartado 6.2 del método 9.4. La solución de ensayo debe contener un 10 % (v/v) de una solución de sal de lantano (4.3).

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Véase el punto 7.1 del método 9.4. La solución de ensayo en blanco debe contener un 10 % (v/v) de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

Véase el punto 7.2 del método 9.4.

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 y 5 µ/ml de manganeso (Mn), introducir, respectivamente, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo (4.4.2) en matraces aforados de 100 ml. Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución de ensayo. Añadir a cada matraz 10 ml de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2. Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar. Estas soluciones contienen, respectivamente, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 µg/ml de manganeso (Mn).

7.3. Mediciones

Véase el punto 7.3 del método 9.4. Preparar el espectrómetro (5) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 279,6 nm.

8. CÁLCULOS

Véase el punto 8 del método 9.4.

El porcentaje de manganeso (Mn) en el abono es igual a :

$$Mn\ \% = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Si se ha seguido el método 9.3 :

$$Mn\ \% = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

siendo :

Mn la cantidad de manganeso (Mn), expresada en porcentaje del abono

X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2), en µg/ml

X_b la concentración de la solución de ensayo en blanco (7.1), en µg/ml

V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en (6.2)

M la masa de la toma de muestra obtenida con el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D : si (a_1), (a_2), (a_3) . . . (a_i) y (a) son las alícuotas y (v_1), (v_2), (v_3) . . . (v_i) y (100) los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a :

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times . \times . \times . \times (v_i/a_i) \times (100/a).$$

Método 9.10

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL MOLIBDENO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE UN COMPLEJO CON TIOCIANATO AMÓNICO

1. OBJETO

En el presente documento se describe un método para la determinación del molibdeno en los extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (molibdeno) y/o del elemento soluble en agua (molibdeno).

3. PRINCIPIO

En medio ácido, el molibdeno (Mo) forma, con los iones SCN, un complejo $[MoO(SCN)_5]^{-2}$. El complejo molíbdico se extrae por medio del acetato de n-butilo. Los iones que interfieren, como el hierro, se eliminan en fase acuosa. La coloración amarillo-anaranjada se determina mediante espectrometría de absorción molecular a 470 nm.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M

Véase punto 4.1 del método 9.4.

4.2. Solución de 70 mg/l de cobre en medio clorhídrico 1,5 M

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver 275 mg de sulfato de cobre ($CuSO_4\ 5H_2O$), pesado con una precisión de 0,1 mg, con 250 ml de la solución de ácido clorhídrico 6 M (4.1). Enrasar con agua y homogeneizar.

4.3. Solución de ácido ascórbico de 50 g/l :

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver en agua 50 g de ácido ascórbico ($C_6H_8O_6$). Enrasar con agua, homogeneizar y conservar en el frigorífico.

4.4. Acetato de n-butilo

4.5. Solución de tiocianato de amonio 0,2 M

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver en agua 15,224 g de NH_4SCN. Enrasar con agua, homogeneizar y conservar en un matraz topacio.

4.6. Solución de cloruro estannoso de 50 g/l en medio clorhídrico 2 M :

Debe prepararse en el acto y estar perfectamente clara. Utilizar cloruro estannoso muy puro, de lo contrario la solución no estará límpida.

Para la preparación de 100 ml de solución, disolver 5 g de cloruro estannoso ($SnCl_2 2H_2O$) en 35 ml de la solución de ácido clorhídrico 6 M (4.1). Añadir 10 ml de la solución de cobre (4.2). Completar hasta 100 ml con agua y homogeneizar.

4.7. Soluciones patrón de molibdeno (Mo)

4.7.1. Solución madre de molibdeno (Mo) de 500 µg/ml

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver 0,920 g de molibdato amónico [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}$ $4H_2O$] pesado con una precisión de 0,1 mg, con el ácido clorhídrico 6 M (4.1). Enrasar con esta misma solución y homogeneizar.

4.7.2. Solución intermedia de molibdeno (Mo) de 25 µg/ml

En un matraz de 500 ml, introducir 25 ml de la solución madre (4.7.1). Enrasar con ácido clorhídrico 6 M (4.1) y homogeneizar.

4.7.3. Solución de trabajo de molibdeno (Mo) de 2,5 µg/ml

Introducir 10 ml de solución patrón intermedia (4.7.2) en un matraz aforado de 100 ml. Enrasar con ácido clorhídrico 6 M (4.1) y homogeneizar.

5. APARATOS

5.1. Espectrómetro de absorción molecular, regulado a 470 nm y provisto de cubetas de recorrido óptico de 20 mm.

5.2. Embudo de decantación de 200 o 250 ml.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del molibdeno

Véase el método 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Diluir una alícuota del extracto (6.1) con la solución de ácido clorhídrico 6 M (4.1) para obtener una concentración adecuada de molibdeno (Mo). Se llamará D al factor de dilución.

Tomar una alícuota (a) de la última solución de dilución, que contenga entre 1 y 12 µg de molibdeno (Mo) e introducirla en el embudo de decantación (5.2). Completar hasta 50 ml con la solución de ácido clorhídrico 6 M (4.1).

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Preparar una solución en blanco siguiendo todo el proceso desde la extracción y omitiendo únicamente la toma de muestra de abono.

7.2. Preparación de las soluciones de la serie patrón

Preparar, como mínimo, una serie de 6 soluciones de contenido creciente que correspondan a la zona óptima de respuesta del aparato.

En el intervalo comprendido entre 0 y 12,5 µg de molibdeno (Mo), introducir, respectivamente, 0, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo (4.7.3) en los embudos de decantación (5.2). Completar hasta 50 ml con el ácido clorhídrico 6 M (4.1). Los embudos contienen, respectivamente, 0, 2,5, 5,0, 7,5, 10 y 12,5 µg de molibdeno (Mo).

7.3. Desarrollo y separación del complejo

En cada embudo (6.2) (7.1) y (7.2) añadir en orden sucesivo:

— 10 ml de la solución de cobre (4.2),

— 20 ml de la solución de ácido ascórbico (4.3).

Homogeneizar y esperar 2 o 3 minutos. Añadir:

— 10 ml de acetato de n-butilo (4.4), con la pipeta de precisión,

— 20 ml de la solución de tiocianato (4.5).

Agitar durante 1 minuto para extraer el complejo en la fase orgánica; dejar decantar; tras la separación de las dos fases, trasvasar totalmente la fase acuosa y desecharla. Lavar a continuación la fase orgánica con:

— 10 ml de la solución de cloruro estannoso (4.6).

Agitar durante 1 minuto. Dejar decantar y eliminar por completo la fase acuosa. Recoger la fase orgánica en un tubo de ensayo, lo que permite reunir las gotas de agua en suspensión.

7.4. Mediciones

Regular la longitud de onda a 470 nm y utilizar la solución de la gama patrón de 0 µg/ml de molibdeno (Mo) como referencia. Medir y anotar la absorbancia de las soluciones patrón (7.2), de ensayo en blanco (7.1) y de ensayo (6.2).

8. CÁLCULOS

Representar la curva patrón poniendo en abscisas las masas correspondientes de molibdeno (Mo) de las soluciones patrón (7.2), expresadas en µg, y en ordenadas los valores correspondientes de las absorbancias (7.4), dados por el espectrofotométro.

Partiendo de esta curva patrón, determinar la masa de molibdeno (Mo) en la solución de ensayo (6.2) y en la de ensayo en blanco (7.1). Dichas masas se llamarán, respectivamente, (X_s) y (X_b)

El porcentaje de molibdeno (Mo) en el abono es igual a:

$$Mo\ \% = [(X_s - X_b) \times V/a \times D] / (M \times 10^4)$$

Si se ha seguido el método 9.3:

$$Mo\ \% = [(X_s - X_b) \times V/a \times 2D] / (M \times 10^4)$$

siendo:

Mo la cantidad de molibdeno (Mo) expresada en porcentaje del abono

a el volumen de alícuota tomada de la última solución de dilución (6.2), en ml

X_s la masa de molibdeno (Mo) en la solución de ensayo (6.2), en µg

X_b la masa de molibdeno (Mo) en el ensayo en blanco (7.1), correspondiente al mismo volumen (a) que la alícuota de ensayo (6.2), en µg

V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en (6.2)

M la masa de la toma de muestra obtenida con el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D: si (a_1) y (a_2) son las alícuotas sucesivas y (v_1) y (v_2) los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2).$$

Método 9.11

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL ZINC EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

1. OBJETO

En el presente documento se describe un método para la determinación del zinc en los extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (zinc) y/o del elemento soluble en agua (zinc).

3. PRINCIPIO

Una vez tratados y diluidos los extractos de forma adecuada, se determina el zinc por espectrometría de absorción atómica.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M

Véase el punto 4.1 del método 9.4.

4.2. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 M

Véase el punto 4.2 del método 9.4.

4.3. Soluciones de sal de lantano de 10 g de (La) por litro

Véase el punto 4.3 del método 9.4.

4.4. Soluciones patrón de zinc.

4.4.1. Solución madre de zinc de 1 000 µg/ml

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver 1 g de zinc en polvo o en placas, pesado con una precisión de 0,1 mg, en 25 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1) después de la disolución completa, enrasar a 1 000 ml con agua. Homogeneizar.

4.4.2. Solución de trabajo de zinc de 100 µg/ml

En un matraz aforado de 200 ml, diluir 20 ml de la solución (4.4.1) con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica : véase el punto 5 del método 9.4. El aparato debe estar provisto de una fuente de líneas características del zinc (213,8 nm). El apartado deberá estar provisto de un corrector de fondo de llama.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del zinc

Véase el método 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Véase el punto 6.2 del método 9.4. La solución de ensayo debe contener un 10 % (v/v) de una solución de sal de lantano.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Véase el punto 7.1. del método 9.4. La solución de ensayo en blanco debe contener un 10 % (v/v) de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

Véase el punto 7.2 del método 9.4.

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 y 5 µg/ml de zinc (Zn), introducir, respectivamente, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo (4.4.2) en matraces aforados de 100 ml. Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución de ensayo. Añadir en cada matraz 10 ml de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2. Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar.

Estas soluciones contienen, respectivamente, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 µg/ml de zinc (Zn).

7.3. Mediciones

Véase el punto 7.3 del método 9.4. Preparar el espectrómetro (5) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 213,8 nm.

8. CÁLCULOS

Véase el punto 8 del método 9.4.

El porcentaje de zinc (Zn) en el abono es igual a :

$$Zn\ \% = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Si se ha seguido el método 9.3 :

$$Zn\ \% = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

siendo

Z_n la cantidad de zinc (Zn), expresada en porcentaje del abono

X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2) en µg/ml

X_b la concentración de la solución de ensayo en blanco (7.1), en µg/ml

V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en 6.2

M la masa de la toma de muestra obtenida con el método 9.1 o 9.2, en gramos.

Cálculo del factor de dilución D : si (a_1), (a_2), (a_3) . . . (a_i) y (a) son las alícuotas y (v_1), (v_2), (v_3) . . . (v_i) y (100) los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a :

$$D = [(v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times . \times . \times . \times (v_i/a_i) \times (100/a)\ ».$$