31993L0001

KOMISIJAS DIREKTĪVA 93/1/EEK

(1993. gada 21. janvāris),

ar ko groza Direktīvu 77/535/EEK par to dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu, kuri attiecas uz mēslošanas līdzekļu paraugu ņemšanu un analīzi

(mikroelementu analīzes metodes)

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

ņemot vērā Eiropas Ekonomikas kopienas dibināšanas līgumu,

ņemot vērā Padomes 1975. gada 18. decembra Direktīvu 76/116/EEK par to dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu, kas attiecas uz mēslošanas līdzekļiem [1], kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Direktīvu 89/530/EEK [2], un jo īpaši tās 9. panta 2. punktu,

tā kā ar Līguma 8.a pantu izveido telpu bez iekšējām robežām, kurā nodrošina preču, pakalpojumu un kapitāla brīvu apriti, kā arī personu brīvu pārvietošanos;

tā kā ar Direktīvu 89/530/EEK papildina un groza Direktīvu 76/116/EEK attiecībā uz mikroelementiem: boru, kobaltu, varu, dzelzi, mangānu, molibdēnu un cinku, kas ir mēslošanas līdzekļos;

tā kā ar Komisijas Direktīvu 77/535/EEK [3], kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Direktīvu 89/519/EEK [4], paredz Kopienas mēslošanas līdzekļu oficiālu kontroli, lai pārbaudītu atbilstību to Kopienas noteikumu prasībām, kas attiecas uz mēslošanas līdzekļu sastāvu un kvalitāti; tā kā Direktīva 77/535/EEK jāpapildina, lai varētu pārbaudīt arī tos mēslošanas līdzekļus, uz kuriem attiecas Direktīva 89/530/EEK;

tā kā, ņemot vērā ierosinātās rīcības jomu un ietekmi, šajā direktīvā paredzētie Kopienas pasākumi ir ne tikai nepieciešami, bet arī obligāti noteikto mērķu sasniegšanai, tā kā šos mērķus dalībvalstis nevar sasniegt, rīkojoties atsevišķi, un tā kā to sasniegšana Kopienas līmenī jau ir paredzēta Direktīvā 76/116/EEK;

tā kā šajā direktīvā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar atzinumu, ko sniegusi Mēslošanas līdzekļu tirdzniecības tehnisko šķēršļu novēršanas un tehniskās modernizēšanas direktīvu komiteja,

IR PIEŅĒMUSI ŠO DIREKTĪVU.

1. pants

Šīs direktīvas pielikuma tekstu pievieno Direktīvas 77/535/EEK II pielikumam.

Šīs metodes izmanto, lai Kopienas mēslošanas līdzekļos kvantitatīvi noteiktu visus mikroelementus, kuru deklarētais saturs ir 10 % vai mazāks.

2. pants

1. Dalībvalstīs stājas spēkā noteikumi, kas vajadzīgi, lai līdz 1993. gada 31. decembrim izpildītu šīs direktīvas prasības. Dalībvalstis par to tūlīt informē Komisiju.

Kad dalībvalstis pieņem minētos noteikumus, tajos ietver atsauci uz šo direktīvu vai šādu atsauci pievieno to oficiālai publikācijai. Dalībvalstis nosaka procedūru, kas jāievēro, izdarot šādas atsauces.

[1] OV L 24, 30.1.1976., 21. lpp.
[2] OV L 281, 30.9.1989., 116. lpp.
[3] OV L 213, 22.8.1977., 1. lpp.
[4] OV L 265, 12.9.1989., 30. lpp.

2. Dalībvalstis dara zināmus Komisijai savu tiesību aktu noteikumus, ko tās pieņem jomā, uz kuru attiecas šī direktīva.

3. pants

Šī direktīva ir adresēta dalībvalstīm.

Briselē, 1993. gada 21. janvārī

Komisijas vārdā —

Komisijas loceklis

Martin BANGEMANN

PIELIKUMS

"9. metodes

MIKROELEMENTI

9.1. metode

KOPĒJO MIKROELEMENTU EKSTRAKCIJA

1. JOMA

Ar šo metodi nosaka procedūru šādu mikroelementu – kopējā bora, kopējā kobalta, kopējā vara, kopējās dzelzs, kopējā mangāna, kopējā molibdēna un kopējā cinka – ekstrakcijai. Tās mērķis ir izdarīt pēc iespējas mazāk ekstrakciju un izmantot to pašu ekstraktu, lai noteiktu katra minētā mikroelementa kopējo saturu.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Šī procedūra attiecas uz EEK mēslošanas līdzekļiem, uz kuriem attiecas Padomes Direktīva 89/530/EEK ([1]) un kuri satur vienu vai vairākus no šiem mikroelementiem: boru, kobaltu, varu, dzelzi, mangānu, molibdēnu un cinku. Tā attiecas uz visiem mikroelementiem, kuru deklarētais saturs ir 10 % vai mazāks.

3. PRINCIPS

Šķīdināšana verdošā atšķaidītā sālsskābē.

Piezīme: Ekstrakcija ir empīriska un atkarībā no produkta vai mēslošanas līdzekļa pārējām sastāvdaļām var nebūt kvantitatīva. Īpaši tad, ja ekstrahē dažus mangāna oksīdus, ekstrahētais daudzums var būt ievērojami mazāks par kopējo mangāna daudzumu produktā. Mēslošanas līdzekļa izgatavotāji atbild par to, lai deklarētais saturs atbilst tam daudzumam, kas ekstrahēts saskaņā ar nosacījumiem, kuri attiecas uz šo metodi.

4. REAĢENTI

4.1 Aptuveni 6 M atšķaidīta sālsskābes (HCl) šķīduma:

sajauc 1 tilpuma vienību sālsskābes (ρ = 1,18 g/ml) ar 1 tilpuma vienību ūdens.

4.2 Koncentrēts amonjaka šķīdums (NH_4OH, ρ = 0,9 g/ml).

5. IEKĀRTA

Elektriskā plītiņa ar maināmu temperatūru.

Piezīme: Ja jānosaka bora saturs ekstraktā, tad nelietot borsilikātstikla traukus. Tā kā metode ietver vārīšanu, ieteicami teflona vai kvarca stikla trauki. Stikla traukus labi izskalo, ja tie ir mazgāti ar tādiem mazgāšanas līdzekļiem, kas satur borātus.

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skatīt 1. metodi (Direktīvā 77/535/EEK (OV L 213, 22.8.1977., 1. lpp.)).

7. PROCEDŪRA

7.1 Analizējamais paraugs.

Atkarībā no deklarētā elementa satura produktā ņem tādu daudzumu mēslošanas līdzekļa, kura masa ir no 2 līdz 10 g. Saskaņā ar šo tabulu iegūst galīgo šķīdumu, kas pēc attiecīgas atšķaidīšanas atbilst katras metodes mērīšanas diapazonam. Paraugi jānosver ar precizitāti līdz 1 mg.

Deklarētais mikroelementa saturs mēslošanas līdzeklī (%)	< 0,01	0,01 - < 5	≥ 5 - 10
Analizējamā parauga masa (g)	10	5	2
Elementa masa paraugā (mg)	1	0,5-250	100-200
Ekstrakta tilpums V (ml)	250	500	500
Analizējamā parauga masa (g)Elementa koncentrācija ekstraktā (mg/1)	4	1-500	200-400

Paraugu ieliek 250 ml vārglāzē.

([1]) OV L 281, 30.9.1989., 116. lpp.

7.2 Šķīduma sagatavošana.

Pēc vajadzības paraugu samitrina ar nelielu daudzumu ūdens, uzmanīgi, mazos daudzumos pievieno 10 ml atšķaidītas sālsskābes (4.1.) uz vienu gramu mēslošanas līdzekļa un pievieno aptuveni 50 ml ūdens. Pārsedz vārglāzi ar pulksteņstiklu un sajauc. Uz plītiņas uzkarsē līdz viršanai un vāra 30 minūtes. Palaikam apmaisot, ļauj atdzist. Kvantitatīvi pārnes uz 250 vai 500 ml mērkolbu (skatīt tabulu). Uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei un labi sajauc. Caur sausu filtru izfiltrē sausā traukā. Pirmo porciju izlej. Ekstraktam jābūt pilnīgi dzidram.

Kvantitatīvo noteikšanu, izmantojot dzidrā filtrāta alikvotās daļas, ieteicams izdarīt nekavējoties; pretējā gadījumā trauki jāaiztaisa.

Piezīme: Ja jānosaka bora saturs ekstraktā, tad pH jānoregulē robežās no 4 līdz 6, izmantojot koncentrētu amonjaku (4.2.).

8. KVANTITATĪVĀ NOTEIKŠANA

Visi mikroelementi kvantitatīvi jānosaka, izmantojot tādas alikvotās daļas, kādas katram mikroelementam norādītas metodē.

Pēc vajadzības, izmantojot 9.3. metodi, no ekstrakta alikvotās daļas atdala organiskās vielas, kas veido helātus vai kompleksus. Ja kvantitatīvo noteikšanu veic ar atomu absorbcijas spektrometriju, tad tāda atdalīšana var nebūt vajadzīga.

9.2. metode

ŪDENĪ ŠĶĪSTOŠO MIKROELEMENTU EKSTRAKCIJA

1. JOMA

Ar šo metodi nosaka procedūru šādu ūdenī šķīstošo mikroelementu veidu – bora, kobalta, vara, dzelzs, mangāna, molibdēna un cinka – ekstrakcijai. Tās mērķis ir izdarīt pēc iespējas mazāk ekstrakciju un izmantot to pašu ekstraktu, lai noteiktu katra minētā mikroelementa saturu.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Šī procedūra attiecas uz EEK mēslošanas līdzekļiem, uz kuriem attiecas Direktīva 89/530/EEK un kuri satur vienu vai vairākus no šiem mikroelementiem: boru, kobaltu, varu, dzelzi, mangānu, molibdēnu un cinku. Tā attiecas uz visiem mikroelementiem, kuru deklarētais saturs ir 10 % vai mazāks.

3. PRINCIPS

Mikroelementus ekstrahē, sakratot mēslošanas līdzekli ūdenī 20 °C ± 2 °C.

Piezīme: Ekstrakcija ir empīriska un var būt vai nebūt kvantitatīva.

4. REAĢENTI

4.1 Aptuveni 6 M atšķaidīta sālsskābes (HCl) šķīduma:

sajauc 1 tilpuma vienību sālsskābes (ρ = 1,18 g/ml) ar 1 tilpuma vienību ūdens.

5. IEKĀRTA

5.1 Rotācijas kratītājs, kas iestatīts aptuveni uz 35-40 apgriezieniem minūtē.

5.2 pH metrs.

Piezīme: Ja jānosaka bora saturs ekstraktā, tad nelietot borsilikātstikla traukus. Šādai ekstrakcijai ieteicami teflona vai kvarca stikla trauki. Stikla traukus labi izskalo, ja tie ir mazgāti ar tādiem mazgāšanas līdzekļiem, kas satur borātus.

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skatīt 1. metodi (Direktīvā 77/535/EEK (OV L 213, 22.8.1977., 1. lpp.)).

7. PROCEDŪRA

7.1 Analizējamais paraugs.

Atkarībā no deklarētā elementa satura produktā ņem tādu daudzumu mēslošanas līdzekļa, kura masa ir no 2 līdz 10 g. Saskaņā ar šo tabulu iegūst galīgo šķīdumu, kas pēc attiecīgas atšķaidīšanas atbilst katras metodes mērīšanas diapazonam. Paraugi jānosver ar precizitāti līdz 1 mg.

Deklarētais mikroelementa saturs mēslošanas līdzeklī (%)	< 0,01	0,01 - < 5	≥ 5 - 10
Analizējamā parauga masa (g)	10	5	2
Elementa masa paraugā (mg)	1	0,5-250	100-200
Ekstrakta tilpums V (ml)	250	500	500
Elementa koncentrācija ekstraktā (mg/1)	4	1-500	200-400

Paraugu ieliek 250 vai 500 ml kolbā (saskaņā ar tabulu).

7.2 Šķīduma sagatavošana.

Pievieno 200 ml ūdens 250 ml kolbā vai 400 ml ūdens 500 ml kolbā.

Kolbu kārtīgi aiztaisa. Ar rokām spēcīgi sakrata, lai paraugs izšķīst, tad liek kolbu kratītājā un krata 30 minūtes.

Uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei un labi sajauc.

7.3 Analizējamā šķīduma sagatavošana.

Tūlīt izfiltrē tīrā, sausā kolbā. Kolbu aiztaisa. Kvantitatīvo noteikšanu izdara tūlīt pēc filtrēšanas.

NB: Ja filtrāts pamazām duļķojas, tad, ievērojot 7.1. un 7.2. punktu, kolbā, kuras tilpums ir V_e, sagatavo citu ekstraktu. Izfiltrē W tilpuma mērkolbā, kura ir iepriekš izžāvēta un kurā ir 5,00 ml atšķaidītas sālsskābes (4.1.). Filtrēšanu pārtrauc tieši tajā brīdī, kad sasniedz atzīmi. Labi sajauc.

Šajos nosacījumos V vērtība rezultātu izteiksmē ir:

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

Atšķaidījumi rezultātu izteiksmē ir atkarīgi no šīs V vērtības.

8. KVANTITATĪVA NOTEIKŠANA

Visus mikroelementus kvantitatīvi nosaka, izmantojot tādas alikvotās daļas, kādas katram mikroelementam norādītas metodē.

Pēc vajadzības, izmantojot 9.3. metodi, no alikvotās daļas atdala organiskās vielas, kas veido helātus vai kompleksus. Ja kvantitatīvo noteikšanu veic ar atomu absorbcijas spektrometriju, tad tāda atdalīšana var nebūt vajadzīga.

9.3. metode

ORGANISKO SAVIENOJUMU ATDALĪŠANA NO MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTIEM

1. JOMA

Ar šo metodi nosaka procedūru organisko savienojumu atdalīšanai no mēslošanas līdzekļu ekstraktiem.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Šo procedūru piemēro to mēslošanas līdzekļu paraugu analīzei, kurus ekstrahē ar 9.1. un 9.2. metodi un uz kuriem attiecas Direktīvas 89/530/EEK prasība par kopējā un/vai ūdenī šķīstošā elementa deklarēšanu.

Piezīme: Nelielu daudzumu organisko vielu klātbūtne parasti neietekmē kvantitatīvo noteikšanu ar atomu absorbcijas spektrometriju.

3. PRINCIPS

Organiskos savienojumus ekstrakta alikvotā daļā oksidē ar ūdeņraža peroksīdu.

4. REAĢENTI

4.1 Aptuveni 0,5 M atšķaidīta sālsskābes (HCl) šķīduma:

sajauc 1 tilpuma vienību sālsskābes (ρ = 1,18 g/ml) ar 20 tilpuma vienībām ūdens.

4.2 Ūdeņraža peroksīda šķīdums (30 % H_2O_2, ρ = 1,11 g/ml) bez mikroelementiem.

5. IEKĀRTA

Elektriskā plītiņa ar maināmu temperatūru.

6. PROCEDŪRA

Ņem 25 ml ekstrakta šķīduma, ko iegūst ar 9.1. metodi vai 9.2. metodi, un ielej 100 ml vārglāzē. Izmantojot 9.2. metodi, pievieno 5 ml atšķaidītās sālsskābes šķīduma (4.1.). Pēc tam pievieno 5 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma (4.2.). Pārsedz ar pulksteņstiklu. Aptuveni vienu stundu ļauj oksidēties istabas temperatūrā, pēc tam pamazām uzkarsē līdz viršanai un vāra pusstundu. Kad šķīdums atdzisis, tam pēc vajadzības pievieno vēl 5 ml ūdeņraža peroksīda. Pēc tam vāra, lai atdalītu ūdeņraža peroksīda pārākumu. Ļauj atdzist un kvantitatīvi pārnes uz 50 ml mērkolbu, un uzpilda līdz atzīmei. Pēc vajadzības izfiltrē.

Šis atšķaidījums jāņem vērā, ņemot alikvotās daļas un aprēķinot mikroelementa procentuālo saturu produktā.

9.4. metode

MIKROELEMENTU KVANTITATĪVĀ NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR ATOMU ABSORBCIJAS SPEKTROMETRIJU

(VISPĀRĪGĀ PROCEDŪRA)

1. JOMA

Ar šo dokumentu nosaka vispārīgu procedūru dažu mikroelementu kvantitatīvajai noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Šo procedūru piemēro to mēslošanas līdzekļu paraugu analīzei, kurus ekstrahē ar 9.1. un 9.2. metodi un uz kuriem attiecas Direktīvas 89/530/EEK prasība par kopējā un/vai ūdenī šķīstošā elementa deklarēšanu.

Šīs procedūras pielāgojumi, kas atbilst dažādajiem mikroelementiem, ir sīki izstrādāti metodēs, kuras noteiktas īpaši katram elementam.

Piezīme: Daudzos gadījumos nelielu daudzumu organisko vielu klātbūtne neietekmē kvantitatīvo noteikšanu ar atomu absorbcijas spektrometriju.

3. PRINCIPS

Kad ekstrakts ir apstrādāts, lai samazinātu vai novērstu traucējošo vielu ietekmi, ekstraktu atšķaida tā, lai tā koncentrācija ir spektrometra optimālajā diapazonā tādā viļņu garumā, kas ir piemērots attiecīgā mikroelementa kvantitatīvajai noteikšanai.

4. REAĢENTI

4.1 Aptuveni 6 M atšķaidīta sālsskābes (HCl) šķīduma:

sajauc vienu tilpuma vienību sālsskābes (ρ = 1,18 g/ml) ar 1 tilpuma vienību ūdens.

4.2 Aptuveni 0,5 M atšķaidīta sālsskābes (HCl) šķīduma:

sajauc vienu tilpuma vienību sālsskābes (ρ = 1,18 g/ml) ar 20 tilpuma vienībām ūdens.

4.3 Lantāna sāls šķīdumi (10 g La uz litru).

Šo reaģentu lieto kobalta, dzelzs, mangāna un cinka kvantitatīvajai noteikšanai. To var sagatavot:

a) ar lantāna oksīdu, ko izšķīdina sālsskābē (4.1.). Ieliek 11,73 g lantāna oksīda (La_2O_{03}) 150 mililitros ūdens 1 litra mērkolbā un pievieno 120 ml 6 M sālsskābes (4.1.). Ļauj izšķīst un pēc tam uzpilda līdz 1 litram ar ūdeni, un labi sajauc. Šis šķīdums ir aptuveni 0,5 M sālsskābē; vai

b) ar lantāna hlorīda, sulfāta vai nitrāta šķīdumu. Izšķīdina 26,7 g lantāna hlorīda heptahidrāta ($LaCl_3$ $7H_2O$) vai 31,2 g lantāna nitrāta heksahidrāta [$La(NO_3)_3$ $6H_2O$], vai 26,2 g lantāna sulfāta nonahidrāta [$La_2(SO_4)_3$ $9H_2O$] 150 mililitros ūdens, pēc tam pievieno 85 ml 6 M sālsskābes (4.1.). Ļauj izšķīst un pēc tam uzpilda līdz 1 litram ar ūdeni. Labi sajauc. Šis šķīdums ir aptuveni 0,5 M sālsskābē.

4.4 Kalibrēšanas šķīdumi.

Šo šķīdumu sagatavošanai skatīt katra mikroelementa kvantitatīvās noteikšanas metodi.

5. IEKĀRTA

Atomu absorbcijas spektrometrs, kas aprīkots ar starojuma avotiem atbilstīgi katram elementam, kurš jānosaka.

Analītiķim jāievēro izgatavotāja norādījumi un jāprot rīkoties ar iekārtu. Iekārtai jābūt tādai, kas ļauj izdarīt fona korekciju, lai to var izmantot pēc vajadzības (Co un Zn). Par gāzēm jālieto gaiss un acetilēns.

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1 Mikroelementu ekstrakta šķīdumu sagatavošana kvantitatīvajai noteikšanai.

Skatīt 9.1. un/vai 9.2. metodi, un pēc vajadzības 9.3. metodi.

6.2 Analizējamā šķīduma apstrāde.

Ar 9.1., 9.2. vai 9.3. metodi iegūtā ekstrakta alikvoto daļu atšķaida ar ūdeni un/vai sālsskābi (4.1.) vai (4.2.), lai mērīšanai iegūtu galīgo šķīdumu ar tādu kvantitatīvi nosakāmā elementa koncentrāciju, kas atbilst izmantojamam kalibrēšanas diapazonam (7.2.), un sālsskābes koncentrāciju, kura nav mazāka par 0,5 M un nepārsniedz 2,5 M. Šim procesam var būt vajadzīga vienreizēja vai vairākkārtēja atšķaidīšana.

No galīgā šķīduma, ko iegūst, atšķaidot ekstraktu, ņem alikvoto daļu, kuras tilpums mililitros ir a, un ielej 100 ml mērkolbā. Lai kvantitatīvi noteiktu kobalta, dzelzs, mangāna vai cinka saturu, pievieno 10 ml lantāna sāls šķīduma (4.3.). Uzpilda līdz atzīmei ar 0,5 M sālsskābes šķīduma (4.2.) un labi sajauc. Šis ir galīgais šķīdums mērījumam. D ir atšķaidījuma pakāpe.

7. PROCEDŪRA

7.1 Tukšā šķīduma sagatavošana.

Tukšo šķīdumu sagatavo, atkārtojot visu procedūru, sākot no ekstrakcijas stadijas, izlaižot tikai mēslošanas līdzekļa analizējamo paraugu.

7.2 Kalibrēšanas šķīdumu sagatavošana.

No kalibrēšanas darba šķīduma, ko sagatavo ar metodi, kura paredzēta atsevišķi katram mikroelementam, 100 ml mērkolbās sagatavo vismaz piecus kalibrēšanas šķīdumus ar pieaugošu koncentrāciju, kas iekļaujas optimālajā spektrometra mērījumu diapazonā. Pēc vajadzības noregulē sālsskābes koncentrāciju, lai tā, cik iespējams, atbilst atšķaidītā analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācijai. Lai kvantitatīvi noteiktu kobalta, dzelzs, mangāna vai cinka saturu, pievieno 10 ml tā paša lantāna sāls šķīduma (4.3.), ko lieto 6.2. punktā. Uzpilda līdz atzīmei ar 0,5 M sālsskābes šķīduma (4.2.) un labi sajauc.

7.3 Kvantitatīvā noteikšana.

Spektrometru (5.) sagatavo kvantitatīvajai noteikšanai un noregulē atbilstīgi viļņu garumam, kas noteikts metodē, kura atsevišķi paredzēta attiecīgajam mikroelementam.

Trīs reizes pēc kārtas iesmidzina kalibrēšanas šķīdumus (7.2.), analizējamo šķīdumu (6.2.) un tukšo šķīdumu (7.1.), atzīmē visus rezultātus un pēc katras iesmidzināšanas izskalo ierīci ar destilētu ūdeni.

Atzīmējot spektrometra vidējo nolasījumu katram kalibrēšanas šķīdumam (7.2.) pret ordinātu asi un atbilstīgo elementa koncentrāciju, kura izteikta mg/ml, pret abscisu asi, izveido kalibrēšanas līkni.

Pēc šīs līknes nosaka attiecīgā mikroelementa koncentrāciju analizējamā šķīdumā x_s (6.2.) un tukšajā šķīdumā x_b (7.1.), koncentrāciju izsakot μg/ml.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Mikroelementa E procentuālais saturs mēslošanas līdzeklī ir:

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

Izmantojot 9.3. metodi:

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

kur

E ir kvantitatīvi noteiktā mikroelementa daudzums, kas izteikts procentos no mēslošanas līdzekļa,

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija μg/ml,

x_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija μg/ml,

V ir tā ekstrakta tilpums ml, ko iegūst ar 9.1. vai 9.2. metodi,

D ir 6.2. punktā iegūtā atšķaidījuma pakāpe,

M ir analizējamā parauga masa gramos saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi.

Atšķaidījuma pakāpes D aprēķins:

ja (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) un (100) ir tilpumi ml, kas atbilst to attiecīgajiem atšķaidījumiem, tad atšķaidījuma pakāpe D ir:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a).$$

9.5. metode

BORA KVANTITATĪVĀ NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS SPEKTROFOTOMETRIJĀ AR AZOMETĪNU-H

1. JOMA

Šajā metodē ir aprakstīta procedūra bora kvantitatīvajai noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Šī procedūra ir piemērojama to mēslošanas līdzekļu paraugu analīzei, kurus ekstrahē ar 9.1. un 9.2. metodi un uz kuriem attiecas Direktīvas 89/530/EEK prasība par kopējā un/vai ūdenī šķīstošā bora deklarēšanu.

3. PRINCIPS

Azometīna-H šķīdumā borātu joni veido dzeltenu kompleksu, kura koncentrāciju noteic ar molekulārās absorbcijas spektrometriju atbilstīgi 410 nm. Traucējošos jonus neitralizē ar EDTA.

4. REAĢENTI

4.1 EDTA buferšķīdums.

Mērkolbā, kuras tilpums ir 500 ml un kurā ir 300 ml ūdens, ievieto:

— 75 g amonija acetāta (NH_4OOCCH_3),

— 10 g etilēndiamīntetraetiķskābes dinātrija sāls (Na_2EDTA),

— 40 ml etiķskābes (CH_3COOH, ρ = 1,05 g/ml).

Uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei un labi sajauc. Šķīduma pH, ko pārbauda ar stikla elektrodu, jābūt 4,8 ± 0,1.

4.2 Azometīna-H šķīdums.

Mērkolbā, kuras tilpums ir 200 ml, ievieto:

— 10 ml buferšķīduma (4.1.),

— 400 mg azometīna-H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$),

— 2 g askorbīnskābes ($C_6H_8O_6$).

Uzpilda līdz atzīmei un labi sajauc. Negatavot šo šķīdumu lielos daudzumos, jo tas glabājas tikai dažas dienas.

4.3 Bora kalibrēšanas šķīdumi.

4.3.1 Bora standartšķīdums (100 µg/ml).

Izšķīdina 0,5719 g borskābes (H_3B0_3) ūdenī 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda līdz atzīmei ar ūdeni un labi sajauc. Pārnes uz plastmasas pudeli glabāšanai ledusskapī.

4.3.2 Bora darba šķīdums (10 µg/ml).

Mērkolbā, kuras tilpums ir 500 ml, ielej 50 ml standartšķīduma (4.3.1.). Uzpilda līdz atzīmei ar ūdeni un labi sajauc.

5. IEKĀRTA

Spektrometrs, kas molekulu absorbcijai aprīkots ar kivetēm, kuru optiskais ceļš ir 10 mm, un kas iestatīts atbilstīgi 410 nm viļņu garumam.

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1 Bora šķīduma sagatavošana.

Skatīt 9.1. un/vai 9.2., un pēc vajadzības 9.3. metodi.

6.2 Analizējamā šķīduma sagatavošana.

Atšķaida ekstrakta alikvoto daļu (6.1.), lai iegūtu 7.2. punktā norādīto bora koncentrāciju. Var būt vajadzīgas divas atšķaidīšanas reizes. Atšķaidījuma pakāpe ir D.

6.3 Korekcijas šķīduma sagatavošana.

Ja analizējamais šķīdums (6.2.) ir krāsains, tad sagatavo atbilstīgu korekcijas šķīdumu, ielejot plastmasas kolbā 5 ml analizējamā šķīduma (6.2.), 5 ml EDTA buferšķīduma (4.1.) un 5 ml ūdens, labi sajaucot.

7. PROCEDŪRA

7.1 Tukšā šķīduma sagatavošana.

Tukšo šķīdumu sagatavo, atkārtojot visu procedūru, sākot no ekstrakcijas stadijas, izlaižot tikai mēslošanas līdzekļa analizējamo paraugu.

7.2 Kalibrēšanas šķīdumu sagatavošana.

Pārnes 0, 5, 10, 15, 20 un 25 ml kalibrēšanas darba šķīduma (4.3.2.) uz 100 ml mērkolbām. Uzpilda līdz 100 ml ar ūdeni un labi sajauc. Šo šķīdumu bora saturs ir no 0 līdz 2,5 mg/ml.

7.3 Krāsu attīstīšana.

Pārnes 5 ml kalibrēšanas šķīduma (7.2.), analizējamo šķīdumu (6.2.) un tukšā šķīduma (7.1.) uz plastmasas kolbām. Pievieno 5 ml EDTA buferšķīduma (4.1.). Pievieno 5 ml azometīna-H šķīduma (4.2.).

Labi sajauc un ļauj krāsai 2 ½ līdz 3 stundas attīstīties tumsā.

7.4 Kvantitatīvā noteikšana.

Izmēra 7.3. punktā iegūto šķīdumu absorbciju un pēc vajadzības korekcijas šķīduma (6.3.) absorbciju pret ūdeni atbilstīgi 410 nm viļņu garumam. Pirms katra nākamā nolasījuma kivetes izskalo ar ūdeni.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA.

Atzīmējot kalibrēšanas šķīdumu koncentrāciju (7.2.) pret abscisu asi un spektrofotometra nolasīto absorbciju (7.4.) pret ordinātu asi, izveido kalibrēšanas līkni.

Pēc kalibrēšanas līknes nolasa bora koncentrāciju tukšajā šķīdumā (7.1.), bora koncentrāciju analizējamā šķīdumā (6.2.) un, ja analizējamais šķīdums ir krāsains, tad analizējamā šķīduma koriģēto koncentrāciju. Lai aprēķinātu pēdējo, korekcijas šķīduma absorbciju (6.3.) atņem no analizējamā šķīduma absorbcijas (6.2.) un nosaka analizējamā šķīduma koriģēto koncentrāciju. Reģistrē analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrāciju ar korekciju vai bez tās $X(x_s)$ un tukšā šķīduma koncentrāciju (x_b).

Bora procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka ar:

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

Ja izmanto 9.3. metodi:

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

kur

B ir bora daudzums, kas izteikts mēslošanas līdzekļa procentos,

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija (µg/ml) ar korekciju vai bez tās,

x_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija (µg/ml),

V ir tā ekstrakta tilpums ml, ko iegūst saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi,

D ir 6.2. punktā iegūtā atšķaidījuma pakāpe,

M ir analizējamā parauga masa gramos saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi.

Atšķaidījuma pakāpes D aprēķins: ja (a1) un (a2) ir secīgas alikvotās daļas un (v1) un (v2) ir tilpumi, kas atbilst to attiecīgajiem atšķaidījumiem, tad atšķaidījuma pakāpi D izsaka ar:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2).$$

9.6. metode

KOBALTA KVANTITATĪVĀ NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR ATOMU ABSORBCIJAS SPEKTROMETRIJU

1. JOMA

Šajā metodē ir aprakstīta procedūra kobalta kvantitatīvajai noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Šī procedūra ir piemērojama to mēslošanas līdzekļu paraugu analīzei, kurus ekstrahē ar 9.1. un 9.2. metodi un uz kuriem attiecas Direktīvas 89/530/EEK prasība par kopējā un/vai ūdenī šķīstošā kobalta deklarēšanu.

3. PRINCIPS

Pēc attiecīgas ekstraktu apstrādes un atšķaidīšanas kobalta saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometriju.

4. REAĢENTI

4.1 Aptuveni 6 M sālsskābes šķīduma.

Skatīt 9.4. metodes 4.1. punktu.

4.2 Aptuveni 0,5 M sālsskābes šķīduma.

Skatīt 9.4. metodes 4.2. punktu.

4.3 Lantāna sāls šķīdumi (10 g La uz litru).

Skatīt 9.4. metodes 4.3. punktu.

4.4 Kobalta kalibrēšanas šķīdumi.

4.4.1 Kobalta standartšķīdums (1 000 µg/ml).

Vārglāzē, kuras tilpums ir 250 ml, līdz tuvākajam 0,1 mg iesver 1 g kobalta, pievieno 25 ml 6 M sālsskābes (4.1.) un karsē uz plītiņas, līdz kobalts pilnīgi izšķīst. Kad šķīdums ir atdzisis, to kvantitatīvi pārnes uz 1 000 ml mērkolbu. Uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei un labi sajauc.

4.4.2 Kobalta darba šķīdums (100 µg/ml).

Mērkolbā, kuras tilpums ir 100 ml, ielej 10 ml standartšķīduma (4.4.1.). Uzpilda līdz atzīmei ar 0,5 M sālsskābes šķīduma (4.2.) un labi sajauc.

5. IEKĀRTA

Atomu absorbcijas spektrometrs: skatīt 9.4. metodes 5. punktu. Ierīce jāaprīko ar kobaltam atbilstīgu staru avotu (240,7 nm). Spektrometram jābūt tādam, kas dod iespēju izdarīt fona korekciju.

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1 Kobalta ekstrakta šķīdums.

Skatīt 9.1. un/vai 9.2., un pēc vajadzības 9.3. metodi.

6.2 Analizējamā šķīduma sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 6.2. punktu. Analizējamā šķīdumā lantāna sāls šķīduma (4.3.) saturam jābūt 10 % (v/v).

7. PROCEDŪRA

7.1 Tukšā šķīduma sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 7.1. punktu. Tukšajā šķīdumā 6.2. lietojamā lantāna sāls šķīduma saturam jābūt 10 % (v/v).

7.2 Kalibrēšanas šķīdumu sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 7.2. punktu.

Atbilstīgi optimālam kvantitatīvās noteikšanas diapazonam no 0 līdz 5 µg/ml kobalta 100 ml mērkolbās ielej attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 ml darba šķīduma (4.4.2.). Pēc vajadzības noregulē sālsskābes koncentrāciju, lai tā, cik iespējams, atbilst analizējamā šķīduma koncentrācijai. Katrā kolbā pievieno 10 ml 6.2. punktā lietotā lantāna sāls šķīduma. Uzpilda līdz 100 ml ar 0,5 M sālsskābes šķīduma (4.2.) un labi sajauc. Šajos šķīdumos kobalta saturs ir attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 µg/ml.

7.3 Kvantitatīvā noteikšana.

Skatīt 9.4. metodes 7.3. punktu. Sagatavo spektrometru (5.) mērīšanai atbilstīgi 240,7 nm viļņu garumam.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Skatīt 9.4. metodes 8. punktu.

Kobalta procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka ar:

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

Ja izmanto 9.3. metodi:

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

kur

Co ir kobalta daudzums, kas izteikts mēslošanas līdzekļa procentos,

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija µg/ml,

x_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija µg/ml,

V ir tā ekstrakta tilpums ml, ko iegūst saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi,

D ir 6.2. punktā iegūtā atšķaidījuma pakāpe,

M ir analizējamā parauga masa gramos saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi.

Atšķaidījuma pakāpes D aprēķins: ja (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) un (100) ir tilpumi ml, kas atbilst to attiecīgajiem atšķaidījumiem, tad atšķaidījuma pakāpe D ir:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times.\times.\times.\times. \times (vi/ai) \times (100/a).$$

9.7. metode

VARA KVANTITATĪVĀ NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR ATOMU ABSORBCIJAS SPEKTROMETRIJU

1. JOMA

Šajā metodē ir aprakstīta procedūra vara kvantitatīvajai noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Šī procedūra ir piemērojama to mēslošanas līdzekļu paraugu analīzei, kurus ekstrahē ar 9.1. un 9.2. metodi un uz kuriem attiecas Direktīvas 89/530/EEK prasība par kopējā un/vai ūdenī šķīstošā vara deklarēšanu.

3. PRINCIPS.

Pēc attiecīgas ekstraktu apstrādes un atšķaidīšanas vara saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometriju.

4. REAĢENTI

4.1 Aptuveni 6 M sālsskābes šķīduma.

Skatīt 9.4. metodes 4.1. punktu.

4.2 Aptuveni 0,5 M sālsskābes šķīduma.

Skatīt 9.4. metodes 4.2. punktu.

4.3 Ūdeņraža peroksīda šķīdums (30 % H_2O_2, ρ = 1,11 g/ml) bez mikroelementiem.

4.4 Vara kalibrēšanas šķīdumi.

4.4.1 Vara standartšķīdums (1 000 µg/ml).

Vārglāzē, kuras tilpums ir 250 ml, līdz tuvākajam 0,1 mg iesver 1 g vara, pievieno 25 ml 6 M sālsskābes (4.1.), pievieno 5 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma (4.3.) un karsē uz plītiņas, līdz varš pilnīgi izšķīst. Kvantitatīvi pārnes uz 1 000 ml mērkolbu. Uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei un labi sajauc.

4.4.2 Vara darba šķīdums (100 µg/ml).

Mērkolbā, kuras tilpums ir 200 ml, ielej 20 ml standartšķīduma (4.4.1.). Uzpilda līdz atzīmei ar 0,5 M sālsskābes šķīduma (4.2.) un labi sajauc.

5. IEKĀRTA

Spektrometrs, kas aprīkots atomu absorbcijai: skatīt 9.4. metodes 5. punktu. Ierīce jāaprīko ar varam atbilstīgu staru avotu (324,8 nm).

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1 Vara ekstrakta šķīdums.

Skatīt 9.1. un/vai 9.2., un pēc vajadzības 9.3. metodi.

6.2 Analizējamā šķīduma sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 6.2. punktu.

7. PROCEDŪRA

7.1 Tukšā šķīduma sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 7.1. punktu.

7.2 Kalibrēšanas šķīdumu sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 7.2. punktu.

Atbilstīgi optimālam kvantitatīvās noteikšanas diapazonam no 0 līdz 5 µg/ml vara 100 ml mērkolbās ielej attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 ml darba šķīduma (4.4.2.). Pēc vajadzības noregulē sālsskābes koncentrāciju, lai tā, cik iespējams, atbilst analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācijai. Uzpilda līdz 100 ml ar 0,5 M sālsskābes šķīduma (4.2.) un labi sajauc. Šajos šķīdumos vara saturs ir attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 µg/ml.

7.3 Kvantitatīvā noteikšana.

Skatīt 9.4. metodes 7.3. punktu. Sagatavo spektrometru (5.) mērīšanai atbilstīgi 324,8 nm viļņu garumam.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Skatīt 9.4. metodes 8. punktu.

Vara procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka ar:

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

Ja izmanto 9.3. metodi:

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

kur

Cu ir vara daudzums, kas izteikts mēslošanas līdzekļa procentos,

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija µg/ml,

x_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija µg/ml,

V ir tā ekstrakta tilpums ml, ko iegūst saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi,

D ir 6.2. punktā iegūtā atšķaidījuma pakāpe,

M ir analizējamā parauga masa gramos saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi.

Atšķaidījuma pakāpes D aprēķins: ja (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) un (100) ir tilpumi ml, kas atbilst to attiecīgajiem atšķaidījumiem, tad atšķaidījuma pakāpe D ir:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a).$$

9.8. metode

DZELZS KVANTITATĪVĀ NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR ATOMU ABSORBCIJAS SPEKTROMETRIJU

1. JOMA

Šajā metodē ir aprakstīta procedūra dzelzs kvantitatīvajai noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Šī procedūra ir piemērojama to mēslošanas līdzekļu paraugu analīzei, kurus ekstrahē ar 9.1. un 9.2. metodi un uz kuriem attiecas Direktīvas 89/530/EEK prasība par kopējās un/vai ūdenī šķīstošās dzelzs deklarēšanu.

3. PRINCIPS

Pēc attiecīgas ekstrakta apstrādes un atšķaidīšanas dzelzs saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometriju.

4. REAĢENTI

4.1 Aptuveni 6 M sālsskābes šķīduma.

Skatīt 9.4. metodes 4.1. punktu.

4.2 Aptuveni 0,5 M sālsskābes šķīduma.

Skatīt 9.4. metodes 4.2. punktu.

4.3 Ūdeņraža peroksīda šķīdums (30 % H_2O_2, ρ = 1,11 g/ml) bez mikroelementiem.

4.4 Lantāna sāls šķīdumi (10 g La uz litru).

Skatīt 9.4. metodes 4.3. punktu.

4.5 Dzelzs kalibrēšanas šķīdumi.

4.5.1 Dzelzs standartšķīdums (1 000 µg/ml).

Vārglāzē, kuras tilpums ir 500 ml, līdz tuvākajam 0,1 mg iesver 1 g ķīmiski tīras dzelzs stieples, pievieno 200 ml 6 M sālsskābes (4.1.) un 15 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma (4.3.). Karsē uz plītiņas, līdz dzelzs pilnīgi izšķīst. Kad šķīdums ir atdzisis, to kvantitatīvi pārnes uz 1 000 ml mērkolbu. Uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei un labi sajauc.

4.5.2 Dzelzs darba šķīdums (100 µg/ml).

Mērkolbā, kuras tilpums ir 200 ml, ielej 20 ml standartšķīduma (4.5.1.). Uzpilda līdz atzīmei ar 0,5 M sālsskābes šķīduma (4.2.) un labi sajauc.

5. IEKĀRTA

Atomu absorbcijas spektrometrs: skatīt 9.4. metodes 5. punktu. Ierīce jāaprīko ar dzelzij atbilstīgu staru avotu (248,3 nm).

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1 Dzelzs ekstrakta šķīdums.

Skatīt 9.1. un/vai 9.2., un pēc vajadzības 9.3. metodi.

6.2 Analizējamā šķīduma sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 6.2. punktu. Analizējamā šķīdumā lantāna sāls šķīduma saturam jābūt 10 % (v/v).

7. PROCEDŪRA

7.1 Tukšā šķīduma sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 7.1. punktu. Tukšajā šķīdumā 6.2. lietojamā lantāna sāls šķīduma saturam jābūt 10 % (v/v).

7.2 Kalibrēšanas šķīdumu sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 7.2. punktu.

Atbilstīgi optimālam kvantitatīvās noteikšanas diapazonam no 0 līdz 10 µg/ml dzelzs 100 ml mērkolbās ielej attiecīgi 0, 2, 4, 6, 8, un 10 ml darba šķīduma (4.5.2.). Pēc vajadzības noregulē sālsskābes koncentrāciju, lai tā, cik iespējams, atbilst analizējamā šķīduma koncentrācijai. Pievieno 10 ml 6.2. punktā lietotā lantāna sāls šķīduma. Uzpilda līdz atzīmei ar 0,5 M sālsskābes šķīduma (4.2.) un labi sajauc. Šajos šķīdumos dzelzs saturs ir attiecīgi 0, 2, 4, 6, 8 un 10 µg/ml.

7.3 Kvantitatīvā noteikšana.

Skatīt 9.4. metodes 7.3. punktu. Sagatavo spektrometru (5.) mērīšanai atbilstīgi 248,3 nm viļņu garumam.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Skatīt 9.4. metodes 8. punktu.

Dzelzs procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka ar:

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

Ja izmanto 9.3. metodi:

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

kur

F_e ir dzelzs daudzums, kas izteikts mēslošanas līdzekļa procentos,

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija µg/ml,

x_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija µg/ml,

V ir tā ekstrakta tilpums ml, ko iegūst saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi,

D ir 6.2. punktā iegūtā atšķaidījuma pakāpe,

M ir analizējamā parauga masa gramos saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi.

Atšķaidījuma pakāpes D aprēķins: ja (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) un (100) ir tilpumi ml, kas atbilst to attiecīgajiem atšķaidījumiem, tad atšķaidījuma pakāpe D ir:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a).$$

9.9. metode

MANGĀNA KVANTITATĪVĀ NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR ATOMU ABSORBCIJAS SPEKTROMETRIJU

1. JOMA

Šajā metodē ir aprakstīta procedūra mangāna kvantitatīvajai noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Šī procedūra ir piemērojama to mēslošanas līdzekļu paraugu analīzei, kurus ekstrahē ar 9.1. un 9.2. metodi un uz kuriem attiecas Direktīvas 89/530/EEK prasība par kopējā un/vai ūdenī šķīstošā mangāna deklarēšanu.

3. PRINCIPS

Pēc attiecīgas ekstraktu apstrādes un atšķaidīšanas mangāna saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometriju.

4. REAĢENTI

4.1 Aptuveni 6 M sālsskābes šķīduma.

Skatīt 9.4. metodes 4.1. punktu.

4.2 Aptuveni 0,5 M sālsskābes šķīduma.

Skatīt 9.4. metodes 4.2. punktu.

4.3 Lantāna sāls šķīdumi (10 g La uz litru).

Skatīt 9.4. metodes 4.3. punktu.

4.4 Mangāna kalibrēšanas šķīdumi.

4.4.1 Mangāna standartšķīdums (1 000 µg/ml).

Vārglāzē, kuras tilpums ir 250 ml, līdz tuvākajam 0,1 mg iesver 1 g mangāna, pievieno 25 ml 6 M sālsskābes šķīduma (4.1.). Karsē uz plītiņas, līdz mangāns pilnīgi izšķīst. Kad šķīdums ir atdzisis, to kvantitatīvi pārnes uz 1 000 ml mērkolbu. Uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei un labi sajauc.

4.4.2 Mangāna darba šķīdums (100 µg/ml).

Mērkolbā, kuras tilpums ir 200 ml, atšķaida 20 ml standartšķīduma (4.4.1.) ar 0,5 M sālsskābes šķīduma (4.2.). Uzpilda līdz atzīmei ar 0,5 M sālsskābes šķīduma (4.2.) un labi sajauc.

5. IEKĀRTA

Atomu absorbcijas spektrometrs: skatīt 9.4. metodes 5. punktu. Iekārta jāaprīko ar mangānam raksturīgu staru avotu (279,6 nm).

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1 Mangāna ekstrakta šķīdums.

Skatīt 9.1. un/vai 9.2., un pēc vajadzības 9.3. metodi.

6.2 Analizējamā šķīduma sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 6.2. punktu. Analizējamā šķīdumā lantāna sāls šķīduma (4.3.) saturam jābūt 10 tilpuma %.

7. PROCEDŪRA

7.1 Tukšā šķīduma sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 7.1. punktu. Tukšajā šķīdumā 6.2. lietojamā lantāna sāls šķīduma saturam jābūt 10 tilpuma %.

7.2 Kalibrēšanas šķīdumu sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 7.2. punktu.

Atbilstīgi optimālam kvantitatīvās noteikšanas diapazonam no 0 līdz 5 µg/ml mangāna 100 ml mērkolbās ielej attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 ml darba šķīduma (4.4.2.). Pēc vajadzības noregulē sālsskābes koncentrāciju, lai tā, cik iespējams, atbilst analizējamā šķīduma koncentrācijai. Katrā kolbā pievieno 10 ml 6.2. punktā lietotā lantāna sāls šķīduma. Uzpilda līdz 100 ml ar 0,5 M sālsskābes šķīduma (4.2.) un labi sajauc. Šajos šķīdumos mangāna saturs ir attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 µg/ml.

7.3 Kvantitatīvā noteikšana.

Skatīt 9.4. metodes 7.3. punktu. Sagatavo spektrometru (5.) mērīšanai atbilstīgi 279,6 nm viļņu garumam.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Skatīt 9.4. metodes 8. punktu.

Mangāna procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka ar:

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

Ja izmanto 9.3. metodi:

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

kur

Mn ir mangāna daudzums, kas izteikts mēslošanas līdzekļa procentos,

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija µg/ml,

x_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija µg/ml,

V ir tā ekstrakta tilpums ml, ko iegūst ar 9.1. vai 9.2. metodi,

D ir 6.2. punktā iegūtā atšķaidījuma pakāpe,

M ir analizējamā parauga masa gramos saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi.

Atšķaidījuma pakāpes D aprēķins: ja (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) un (a) ir alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) un (100) ir tilpumi ml, kas atbilst to attiecīgajiem atšķaidījumiem, tad atšķaidījuma pakāpe D ir:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a).$$

9.10. metode

MOLIBDĒNA KVANTITATĪVĀ NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR AMONIJA TIOCIANĀTU SATUROŠU KOMPLEKSU SPEKTROFOTOMETRIJU

1. JOMA

Šajā metodē ir aprakstīta procedūra molibdēna kvantitatīvajai noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Šī procedūra ir piemērojama to mēslošanas līdzekļu paraugu analīzei, kurus ekstrahē ar 9.1. un 9.2. metodi un uz kuriem attiecas Direktīvas 89/530/EEK prasība par kopējā un/vai ūdenī šķīstošā molibdēna deklarēšanu.

3. PRINCIPS

Molibdēns (V) veido $[MoO(SCN)_5]$ kompleksu skābā vidē ar SCN joniem.

Kompleksu ekstrahē ar *n*-butilacetātu. Ūdens fāzē paliek traucējošie joni, piemēram, dzelzs. Dzelteni oranžo krāsu nosaka ar molekulu absorbcijas spektrometriju pie 470 nm.

4. REAĢENTI

4.1 Aptuveni 6 M atšķaidītas sālsskābes (HCl) šķīduma.

Skatīt 9.4. metodes 4.1. punktu.

4.2 Vara šķīdums (70 mg/l) 1,5 M sālsskābes.

Mērkolbā, kuras tilpums ir 1 000 ml, izšķīdina 275 mg vara sulfāta ($CuSO_4$ $5H_2O$), kas nosvērts ar precizitāti līdz 0,1 mg, 250 ml 6 M sālsskābes šķīduma (4.1.). Uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei un labi sajauc.

4.3 Askorbīnskābes šķīdums (50 g/l).

Izšķīdina 50 g askorbīnskābes ($C_6H_8O_6$) ūdenī 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei, labi sajauc un glabā ledusskapī.

4.4 *n*-butilacetāts.

4.5 Amonija tiocianāta šķīdums, 0,2 M.

Izšķīdina 15,224 g NH_4SCN ūdenī 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei, labi sajauc un glabā tumša stikla pudelē.

4.6 Divvērtīgās alvas hlorīda šķīdums (50 g/l) 2 M sālsskābes.

Šim šķīdumam jābūt pilnīgi dzidram, un tas jāgatavo tieši pirms lietošanas. Jālieto ļoti tīrs divvērtīgās alvas hlorīds, citādi šķīdums nav dzidrs.

Lai sagatavotu 100 ml šķīduma, izšķīdina 5 g ($SnCl_2$ 2H2O) 35 mililitros 6 M HCl šķīduma (4.1.). Pievieno 10 ml vara šķīduma (4.2.). Uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei un labi sajauc.

4.7 Molibdēna kalibrēšanas šķīdumi.

4.7.1 Molibdēna standartšķīdums (500 µg/ml).

Mērkolbā, kuras tilpums ir 1 000 ml, izšķīdina 0,920 g amonija molibdāta [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}$ $4H_2O$], kas nosvērts ar precizitāti līdz 0,1 mg, 6 M sālsskābes (4.1.). Uzpilda ar šo šķīdumu līdz atzīmei un labi sajauc.

4.7.2 Molibdēna standartšķīdums (25 mg/ml).

Mērkolbā, kuras tilpums ir 500 ml, ielej 25 ml standartšķīduma (4.7.1.). Uzpilda līdz atzīmei ar 6 M sālsskābes (4.1.) un labi sajauc.

4.7.3 Molibdēna darba šķīdums (2,5 mg/ml).

Mērkolbā, kuras tilpums ir 100 ml, ielej 10 ml standartšķīduma (4.7.2.). Uzpilda līdz atzīmei ar 6 M sālsskābes (4.1.) un labi sajauc.

5. IEKĀRTA

5.1 Spektrometrs, kas molekulu absorbcijai aprīkots ar kivetēm, kuru optiskais ceļš ir 20 mm, un kas iestatīts atbilstīgi 470 nm viļņu garumam.

5.2 Atdalāmās piltuves, 200 vai 250 ml.

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1 Molibdēna ekstrakta šķīdums.

Skatīt 9.1. un/vai 9.2., un pēc vajadzības 9.3. metodi.

6.2 Analizējamā šķīduma sagatavošana.

Atšķaida ekstrakta alikvoto daļu (6.1.) ar 6 M sālsskābes šķīduma (4.1.), lai iegūtu attiecīgu molibdēna koncentrāciju. Atšķaidījuma pakāpe ir D.

Ņem alikvoto daļu (a) ekstrakta šķīduma, kas satur no 1 līdz 12 mg molibdēna, un ielej atdalāmajā piltuvē (5.2.). Uzpilda līdz 50 ml ar 6 M sālsskābes šķīduma (4.1.).

7. PROCEDŪRA

7.1 Tukšā šķīduma sagatavošana.

Tukšo šķīdumu sagatavo, atkārtojot visu procedūru, sākot no ekstrakcijas stadijas, izlaižot tikai mēslošanas līdzekļa analizējamo paraugu.

7.2 Kalibrēšanas šķīdumu sagatavošana.

Sagatavo vismaz sešus kalibrēšanas šķīdumus ar pieaugošu koncentrāciju, kas atbilst spektrometra mērījumu optimālajam diapazonam.

Diapazonam no 0 līdz 12,5 µg molibdēna atdalāmajās piltuvēs (5.2.) ielej attiecīgi 0, 1, 2, 3, 4 un 5 ml darba šķīduma (4.7.3.). Uzpilda līdz 50 ml ar 6 M sālsskābes (4.1.). Piltuvēs ir attiecīgi 0, 2,5, 5, 7,5, 10 un 12,5 µg molibdēna.

7.3 Kompleksa attīstīšana un atdalīšana.

Katrā atdalāmajā piltuvē (6.2., 7.1. un 7.2.) šādā kārtībā pievieno:

— 10 ml vara šķīduma (4.2.),

— 20 ml askorbīnskābes šķīduma (4.3.),

labi sajauc un pagaida divas vai trīs minūtes. Pēc tam pievieno:

— 10 ml *n*-butilacetāta (4.4.), lietojot precīzijas pipeti,

— 20 ml tiocianāta šķīduma (4.5.).

Krata vienu minūti, lai ekstrahētu kompleksu organiskajā fāzē; ļauj nogulsnēties; pēc abu fāzu atdalīšanas notecina un izlej visu ūdens fāzi; pēc tam organisko fāzi skalo ar:

— 10 ml divvērtīgās alvas hlorīda šķīdumu (4.6.).

Krata vienu minūti. Ļauj nogulsnēties un notecina visu ūdens fāzi. Organisko fāzi savāc mēģenē; tā var savākt ūdens pilienus suspensijā.

7.4 Kvantitatīvā noteikšana.

Par standartu izmantojot kalibrēšanas šķīdumu ar 0 µg/ml molibdēna (7.2.), izmēra saskaņā ar 7.3. punktā iegūto šķīdumu absorbciju, ja viļņu garums ir 470 nm.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Atzīmējot atbilstīgo molibdēna masu kalibrēšanas šķīdumos (7.2.), kas izteikta µg, pret abscisu asi un atbilstīgās absorbcijas (7.4.) vērtības, ko nolasa spektrometrs, pret ordinātu asi, izveido kalibrēšanas līkni.

Pēc šīs līknes nosaka molibdēna masu analizējamā šķīdumā (6.2.) un tukšajā šķīdumā (7.1.).. Šīs masas vērtības attiecīgi apzīmē ar (x_s) un (x_b).

Molibdēna procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka ar:

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

Ja izmanto 9.3. metodi:

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

kur

Mo ir molibdēna daudzums, kas izteikts mēslošanas līdzekļa procentos,

a ir tās alikvotās daļas tilpums ml, ko ņem no pēdējā atšķaidītā šķīduma (6.2.),

x_s ir Mo masa µg analizējamā šķīdumā (6.2.),

x_b ir Mo masa µg tukšajā šķīdumā (7.1.), kura tilpums atbilst analizējamā šķīduma (6.2.) alikvotās daļas tilpumam a,

V ir tā ekstrakta šķīduma tilpums ml, ko iegūst saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi,

D ir 6.2. punktā iegūtā atšķaidījuma pakāpe,

M ir analizējamā parauga masa gramos saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi.

Atšķaidījuma pakāpes D aprēķins: ja (a1) un (a2) ir secīgas alikvotās daļas un (v1) un (v2) ir tilpumi, kas atbilst to attiecīgajiem atšķaidījumiem, tad atšķaidījuma pakāpi D izsaka ar:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2).$$

9.11. metode

CINKA KVANTITATĪVĀ NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR ATOMU ABSORBCIJAS SPEKTROMETRIJU

1. JOMA

Šajā metodē ir aprakstīta procedūra cinka kvantitatīvajai noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Šī procedūra ir piemērojama to mēslošanas līdzekļu paraugu analīzei, kurus ekstrahē ar 9.1. un 9.2. metodi un uz kuriem attiecas Direktīvas 89/530/EEK prasība par kopējā un/vai ūdenī šķīstošā cinka deklarēšanu.

3. PRINCIPS

Pēc attiecīgas ekstraktu apstrādes un atšķaidīšanas cinka saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometriju.

4. REAĢENTI

4.1 Aptuveni 6 M sālsskābes šķīduma.

Skatīt 9.4. metodes 4.1. punktu.

4.2 Aptuveni 0,5 M sālsskābes šķīduma.

Skatīt 9.4. metodes 4.2. punktu.

4.3 Lantāna sāls šķīdumi (10 g La uz litru).

Skatīt 9.4. metodes 4.3. punktu.

4.4 Cinka kalibrēšanas šķīdumi.

4.4.1 Cinka standartšķīdums (1 000 µg/ml).

Mērkolbā, kuras tilpums ir 1 000 ml, 1 g cinka pulvera vai pārslu, kas nosvērtas ar precizitāti līdz 0,1 mg, izšķīdina 6 M sālsskābes (4.1.). Pēc pilnīgas izšķīšanas uzpilda ar ūdeni līdz atzīmei un labi sajauc.

4.4.2 Cinka darba šķīdums (100 µg/ml).

Mērkolbā, kuras tilpums ir 200 ml, atšķaida 20 ml standartšķīduma (4.4.1.) ar 0,5 M sālsskābes šķīduma (4.2.). Uzpilda līdz atzīmei ar 0,5 M sālsskābes šķīduma un labi sajauc.

5. IEKĀRTA

Atomu absorbcijas spektrometrs: skatīt 9.4. metodes 5. punktu. Iekārta jāaprīko ar cinkam raksturīgu staru avotu (213,8 nm). Spektrometram jābūt tādam, kas dod iespēju izdarīt fona korekciju.

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1 Cinka ekstrakta šķīdums.

Skatīt 9.1. un/vai 9.2., un pēc vajadzības 9.3. metodi.

6.2 Analizējamā šķīduma sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 6.2. punktu. Analizējamā šķīdumā lantāna sāls šķīduma saturam jābūt 10 tilpuma %.

7. PROCEDŪRA

7.1 Tukšā šķīduma sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 7.1. punktu. Tukšajā šķīdumā 6.2. punktā lietotā lantāna sāls šķīduma saturam jābūt 10 tilpuma %.

7.2 Kalibrēšanas šķīdumu sagatavošana.

Skatīt 9.4. metodes 7.2. punktu.

Atbilstīgi optimālam kvantitatīvās noteikšanas diapazonam no 0 līdz 5 µg/ml cinka 100 ml mērkolbās ielej attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 ml darba šķīduma (4.4.2.). Pēc vajadzības noregulē sālsskābes koncentrāciju, lai tā, cik iespējams, atbilst analizējamā šķīduma koncentrācijai. Katrā mērkolbā pievieno 10 ml 6.2. lietojamā lantāna sāls šķīduma. Uzpilda līdz 100 ml ar 0,5 M sālsskābes šķīduma (4.2.) un labi sajauc. Šajos šķīdumos cinka saturs ir attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 µg/ml.

7.3 Kvantitatīvā noteikšana.

Skatīt 9.4. metodes 7.3. punktu. Sagatavo spektrometru (5.) mērīšanai atbilstīgi 213,8 nm viļņu garumam.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA.

Skatīt 9.4. metodes 8. punktu.

Cinka procentuālo saturu mēslošanas līdzeklī izsaka ar:

$$Zn\,\% = [(xs - xb) \times V \times D]/(M \times 104).$$

Ja izmanto 9.3. metodi:

$$Zn\,\% = [(xs - xb) \times V \times 2D]/(M \times 104),$$

kur

Z_n ir cinka daudzums, kas izteikts mēslošanas līdzekļa procentos,

x_s ir analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija µg/ml,

x_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija µg/ml,

V ir tā ekstrakta šķīduma tilpums ml, ko iegūst saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi,

D ir 6.2. punktā iegūtā atšķaidījuma pakāpe,

M ir analizējamā parauga masa gramos saskaņā ar 9.1. vai 9.2. metodi.

Atšķaidījuma pakāpes D aprēķins: ja (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) un (a) ir secīgas alikvotās daļas un (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) un (100) ir tilpumi, kas atbilst to attiecīgajiem atšķaidījumiem, tad atšķaidījuma pakāpe D ir:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a).$$"