31993L0001

DIREKTIVA KOMISIJE 93/1/EGS

z dne 21. januarja 1993

o spremembah Direktive 77/535/EGS o približevanju zakonodaje držav članic v zvezi z metodami vzorčenja in analize gnojil

(Analitske metode za elemente v sledovih)

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE,

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske gospodarske skupnosti,

ob upoštevanju Direktive Sveta 76/116/EGS z dne 18. decembra 1975 o približevanju zakonodaje držav članic v zvezi z gnojili [1], ki je bila nazadnje spremenjena z Direktivo 89/530/EGS [2], in zlasti člena 9(2) Direktive,

ker člen 8a Pogodbe ustanavlja območje brez notranjih meja, na katerem je zagotovljen prosti pretok blaga, oseb, storitev in kapitala;

ker Direktiva 89/530/EGS spreminja Direktivo 76/116/EGS v zvezi z elementi v sledovih, borom, kobaltom, bakrom, železom, manganom, molibdenom in cinkom, v gnojilih;

ker so v Direktivi Komisije 77/535/EGS [3], nazadnje spremenjeni z Direktivo 89/519/EGS [4], predvidene uradne kontrole gnojil Skupnosti zaradi preverjanja skladnosti z zahtevami, ki so bile določene na podlagi predpisov Skupnosti glede kakovosti in sestave gnojil; ker je treba Direktivo 77/535/EGS dopolniti tako, da se bodo lahko kontrolirala tudi gnojila, za katera velja Direktiva 89/530/EGS;

ker so glede na obseg in učinke predlaganega delovanja ukrepi Skupnosti, predvideni v tej direktivi, ne le potrebni, ampak tudi nepogrešljivi za uresničenje navedenih ciljev, ker teh ciljev države članice ne morejo doseči posamič in ker je njihovo uresničenje na ravni Skupnosti pravzaprav že predvideno z Direktivo 76/116/EGS;

ker so ukrepi, predvideni s to direktivo, v skladu z mnenjem Odbora za prilagajanje direktiv o odstranjevanju tehničnih ovir v trgovini z gnojili tehničnemu napredku,

SPREJELA NASLEDNJO DIREKTIVO:

Člen 1

Besedilo, navedeno v Prilogi k tej direktivi, se dodajo Prilogi II k Direktivi 77/535/EGS.

Metode se uporabljajo za gnojila Skupnosti za ugotavljanje vsakega elementa v sledovih, katerega navedena vsebnost je manjša od 10 % ali enaka.

Člen 2

1. Države članice sprejmejo predpise potrebne za uskladitev s to direktivo do 31. decembra 1993. O tem takoj obvestijo Komisijo.

Države članice se v sprejetih predpisih sklicujejo na to direktivo ali pa sklic nanjo navedejo ob njihovi uradni objavi. Postopek sklicevanja sprejmejo države članice.

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

2. Države članice obvestijo Komisijo o besedilih nacionalne zakonodaje, ki jo sprejmejo na področju, ki ga ureja ta direktiva.

Člen 3

Ta direktiva je naslovljena na države članice.

V Bruslju, 21. januarja 1993

Za Komisijo

Martin BANGEMANN

Član Komisije

PRILOGA

„Metode 9

ELEMENTI V SLEDOVIH

Metoda 9.1

EKSTRAKCIJA SKUPNIH ELEMENTOV V SLEDOVIH

1. NAMEN

V tej metodi je opredeljen postopek ekstrakcije naslednjih elementov v sledovih: skupni bor, skupni kobalt, skupni baker, skupno železo, skupni mangan, skupni molibden in skupni cink. Cilj je opraviti čim manj ekstrakcij, tako da se tam, kjer je mogoče, za določanje vsebnosti vsakega elementa v sledovih, ki je naveden zgoraj, uporabi isti izvleček.

2. PODROČJE UPORABE

Ta postopek se nanaša na gnojila EGS, ki jih ureja Direktiva Sveta 89/530/EGS ([1]) in vsebujejo enega ali več naslednjih elementov v sledovih: bor, kobalt, baker, železo, mangan, molibden in cink. Uporaben je za vsak element v sledovih, katerega navedena vsebnost je manjša od ali enaka 10 %.

3. PRINCIP

Raztapljanje v vreli razredčeni solni kislini.

Opomba: Ekstrakcija je empirična in ni nujno kvantitativna, odvisno od proizvoda ali drugih sestavin gnojila. Povedano natančneje, pri nekaterih manganovih oksidih je lahko izločena vsebnost znatno manjša od skupne vsebnosti mangana, ki ga vsebuje proizvod. Izdelovalci gnojil morajo zagotoviti, da navedena vsebnost res ustreza količini, izločeni po pogojih v metodi.

4. REAGENTA

4.1 Raztopina razredčene solne kisline (HCl), približno 6 M:

zmešajte 1 volumski del solne kisline (ρr = 1,18 g/ml) z 1 volumskim delom vode.

4.2 Koncentrirana raztopina amonijaka (NH_4OH, ρr = 0,9 g/ml)

5. APARATURA

Električni kuhalnik z nastavljivo temperaturo

Opomba: Kadar se določa vsebnost bora v izvlečku, ne uporabljajte borosilikatne steklovine. Ker metoda vključuje vrenje, je bolj priporočljiv teflon ali kvarčno steklo. Če ste steklovino oprali z detergenti, ki vsebujejo borate, jo dobro sperite.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1 (Direktiva 77/535/EGS, UL L 213, 22.8.1977, str. 1).

7. POSTOPEK

7.1 Preskusni vzorec

Vzemite od 2 do 10 g gnojila, odvisno od navedene vsebnosti elementa v izdelku. Naslednjo tabelo uporabite za pripravo končne raztopine, ki bo po ustreznem razredčevanju v merilnem območju vsake metode. Vzorce je treba stehtati na 1 mg natančno.

Navedena vsebnost elementa v sledovih v gnojilu (%)	< 0,01	0,01– < 5	≥ 5–10
Masa preskusnega vzorca (g)	10	5	2
Masa elementa v vzorcu (mg)	1	0,5–250	100–200
Prostornina izvlečka V (ml)	250	500	500
Koncentracija elementa v izvlečku (mg/l)	4	1–500	200–400

Vzorec vnesite v 250-mililitrsko čašo.

([1]) UL L 281, 30.9.1989, str. 116.

7.2 Priprava raztopine

Po potrebi vzorec navlažite z malo vode, na gram gnojila previdno dodajte 10 ml razredčene solne kisline (4.1), nato pa še 50 ml vode. Čašo prekrijte z urnim steklom in premešajte. Na kuhalniku segrejte do vrelišča in pustite vreti 30 minut. Pustite, da se ohladi, in občasno premešajte. Kvantitativno prenesite v 250- ali 500-mililitrsko merilno bučko (glej tabelo). Do končne prostornine dolijte vodo in dobro premešajte. Filtrirajte skozi suh filter v suho posodo. Prvi del zavrzite. Izvleček mora biti popolnoma bister.

Priporočljivo je, da se določanje količin opravi takoj na alikvotnih deležih čistega filtrata, sicer je treba posode zamašiti.

Pripomba: Izvlečki, v katerih se določa vsebnost bora: s koncentriranim amonijakom (4.2) uravnajte pH med 4 in 6.

8. DOLOČANJE VSEBNOSTI

Določanje vsebnosti vsakega elementa v sledovih je treba opraviti na alikvotnih deležih, navedenih v metodah za vsak posamezen element v sledovih.

Po potrebi iz alikvotnih deležev izvlečka odstranite organske kelatne ali kompleksne spojine po metodi 9.3. Pri določanju z atomsko absorpcijsko spektrometrijo tako odstranjevanje morda ne bo potrebno.

Metoda 9.2

EKSTRAKCIJA ELEMENTOV V SLEDOVIH, TOPNIH V VODI

1. NAMEN

V tej metodi je opredeljen postopek ekstrakcije oblik naslednjih elementov v sledovih, topnih v vodi: bora, kobalta, bakra, železa, mangana, molibdena in cinka. Cilj je opraviti čim manj ekstrakcij, tako da se za določanje vsebnosti vsakega od zgoraj naštetih elementov v sledovih uporabi isti izvleček.

2. PODROČJE UPORABE

Ta postopek se nanaša na gnojila EGS, ki jih ureja Direktiva 89/530/EGS in vsebujejo enega ali več naslednjih elementov v sledovih: bor, kobalt, baker, železo, mangan, molibden in cink. Uporaben je za vsak element v sledovih, katerega navedena vsebnost je manjša od ali enaka 10 %.

3. PRINCIP

Elementi v sledovih se ekstrahirajo s stresanjem gnojila v vodi pri 20 °C ± 2 °C.

Opomba: Ekstrakcija je empirična in je lahko kvantitativna ali pa ne.

4. REAGENTI

4.1 Razredčena raztopina solne kisline (HCl), približno 6 M:

zmešajte 1 volumski del solne kisline (ρr = 1,18 g/ml) z 1 volumskim delom vode.

5. APARATURI

5.1 Rotacijski stresalnik, nastavljen na približno od 35 do 40 obratov/min

5.2 pH-meter

Opomba: Kadar se določa vsebnost bora v izvlečku, ne uporabljajte borosilikatne steklovine. Za to ekstrakcijo je bolj priporočljiv teflon ali kvarčno steklo. Če ste steklovino oprali z detergenti, ki vsebujejo borate, jo dobro sperite.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1 (Direktiva 77/535/EGS (UL L 213, 22.8.1977, str. 1)).

7. POSTOPEK

7.1 Preskusni vzorec

Vzemite od 2 so 10 g gnojila, odvisno od navedene vsebnosti elementa v izdelku. Naslednjo tabelo uporabite za določanje končne raztopine, ki bo po ustreznem razredčevanju v merilnem območju vsake metode. Vzorci morajo biti stehtani na 1 mg natančno.

Navedena vsebnost elementa v sledovih v gnojilu (%)	< 0,01	0,01– < 5	≥ 5–10
Masa preskusnega vzorca (g)	10	5	2
Masa elementa v preskusnem vzorcu (mg)	1	0,5–250	100–200
Prostornina izvlečka V (ml)	250	500	500
Koncentracija elementa v izvlečku (mg/l)	4	1–500	200–400

Vzorec vnesite v 250- ali 500-mililitrsko bučko (v skladu s tabelo).

7.2 Priprava raztopine

V 250-mililitrsko bučko dodajte 200 ml vode ali v 500-mililitrsko bučko 400 ml vode.

Bučko dobro zamašite in ročno dobro pretresite, da bi suspendirali vzorec, nato pa jo postavite na stresalnik in stresajte še 30 minut.

Do končne prostornine dolijte vodo in dobro premešajte.

7.3 Priprava preskusne raztopine

Takoj filtrirajte v čisto, suho bučko. Bučko zamašite. Določanje vsebnosti opravite takoj po končanem filtriranju.

Opomba: Če postane filtrat postopoma moten, opravite še eno ekstrakcijo po 7.1 in 7.2 v bučki s prostornino V_e. Filtrirajte v merilno bučko s prostornino W, ki ste jo pred tem osušili in vanjo vnesli 5,00 ml razredčene solne kisline (4.1). Filtracijo ustavite v trenutku, ko filtrat doseže umeritveno oznako. Dobro premešajte.Po teh pogojih je vrednost V pri izražanju rezultata:

$$V = Ve \times W/(W — 5).$$

Razredčine pri izražanju rezultata so odvisne od te vrednosti V.

8. DOLOČANJE VSEBNOSTI

Določanje vsebnosti vsakega elementa v sledovih se opravi na alikvotnih deležih, navedenih v metodi za vsak posamezen element v sledovih.

Po potrebi z metodo 9.3 iz alikvotnega deleža odstranite organske kelatne ali kompleksne spojine. Pri določanju z atomsko absorpcijsko spektrometrijo tako odstranjevanje morda ne bo potrebno.

Metoda 9.3

ODSTRANJEVANJE ORGANSKIH SPOJIN IZ IZVLEČKOV GNOJIL

1. NAMEN

V tej metodi je opredeljen postopek odstranjevanja organskih spojin iz izvlečkov gnojil.

2. PODROČJE UPORABE

Ta postopek je uporaben za analizo vzorcev gnojil, ekstrahiranih po metodah 9.1 in 9.2 in za katere se po Direktivi 89/530/EGS zahteva navedba skupne vsebnosti elementa in/ali vsebnosti elementa, topnega v vodi.

Opomba: Majhne vsebnosti organske snovi navadno ne vplivajo na določanje vsebnosti z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

3. PRINCIP

Organske spojine v alikvotnem deležu izvlečka se oksidirajo z vodikovim peroksidom.

4. REAGENTA

4.1 Razredčena raztopina solne kisline (HCl), približno 0,5 M:

zmešajte 1 volumski del solne kisline (ρr = 1,18 g/ml) z 20 volumskimi deli vode.

4.2 Raztopina vodikovega peroksida (30 % H_2O_2, ρ = 1,11 g/ml), brez elementov v sledovih.

5. APARATURA

Električni kuhalnik z nastavljivo temperaturo

6. POSTOPEK

25 ml izvlečka, pridobljenega po metodi 9.1 ali 9.2, vnesite v 100-mililitrsko čašo. Pri metodi 9.2 dodajte 5 ml razredčene raztopine solne kisline (4.1). Nato dodajte 5 ml raztopine vodikovega peroksida (4.2). Pokrijte z urnim steklom. Oksidacija naj poteka eno uro pri sobni temperaturi, nato pa raztopino počasi segrevajte do vrelišča in jo pustite vreti pol ure. Ko se ohladi, ji po potrebi dodajte še 5 ml vodikovega peroksida. Nato jo znova segrejte do vrelišča, da bi odstranili odvečen vodikov peroksid. Pustite, da se ohladi, kvantitativno prenesite v 50-mililitrsko merilno bučko in dopolnite do končne prostornine. Po potrebi filtrirajte.

To razredčitev bi morali upoštevati, kadar odvzemate alikvotne deleže in računate odstotek elementa v sledovih v izdelku.

Metoda 9.4

DOLOČANJE VSEBNOSTI ELEMENTOV V SLEDOVIH V IZVLEČKIH GNOJIL Z ATOMSKO ABSORPCIJSKO SPEKTROMETRIJO

(SPLOŠEN POSTOPEK)

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen splošen postopek določanja vsebnosti nekaterih elementov v sledovih v izvlečkih gnojil z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

2. PODROČJE UPORABE

Ta postopek je uporaben za analiziranje vzorcev gnojil, ekstrahiranih po metodah 9.1 in 9.2 in za katere se po Direktivi 89/530/EGS zahteva navedba skupne vsebnosti elementa in/ali vsebnosti elementa, topnega v vodi.

Prilagoditve tega postopka za različne elemente v sledovih so podrobno obdelane v metodah, določenih za vsak element posebej.

Opomba: Večinoma majhne vsebnosti organske snovi ne bodo vplivale na določanje z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

3. PRINCIP

Po morebitni obdelavi izvlečka za zmanjšanje ali odstranitev motečih kemičnih snovi slednjega razredčite, tako da bo njegova koncentracija v optimalnem območju spektrometra pri valovni dolžini, ki ustreza elementu v sledovih, katerega količino določamo.

4. REAGENTI

4.1 Razredčena raztopina solne kisline (HCl), približno 6 M:

zmešajte en volumski del solne kisline (ρ = 1,18 g/ml) z 1 volumskim delom vode.

4.2 Razredčena raztopina solne kisline (HCl), približno 0,5 M:

zmešajte en volumski del solne kisline (ρ = 1,18 g/ml) z 20 volumskimi deli vode.

4.3 Raztopini lantanove soli (10 g La na liter)

Ta reagent se uporablja za določanje vsebnosti kobalta, železa, mangana in cinka. Pripravite ga lahko:

(a) z raztapljanjem lantanovega oksida v solni kislini (4.1). V 150 ml vode v litrski merilni bučki vnesite 11,73 g lantanovega oksida (La_2O_3)in dodajte 120 ml 6 M solne kisline (4.1). Pustite, da se raztopi, in nato do prostornine enega litra dolijte vodo ter dobro premešajte. Ta raztopina je v solni kislini približno 0,5 M; ali

(b) z raztopinami lantanovega klorida, sulfata ali nitrata. 26,7 g lantanovega klorida heptahidrata ($LaCl_3$ x $7H_2O$) ali 31,2 g lantanovega nitrata heksahidrata [[$La(NO_3)_3$ x $6H_2O$]] ali 26,2 g lantanovega sulfata nonahidrata ($La_2(SO_4)_3$ x $9H_2O$) raztopite v 150 ml vode in dodajte 85 ml 6 M solne kisline (4.1). Pustite, da se raztopi, in nato do prostornine 1 litra dolijte vodo. Dobro premešajte. Ta raztopina je v solni kislini približno 0,5 M.

4.4 Kalibracijske raztopine

Za njihovo pripravo glej posamične metode določanja vsebnosti vsakega elementa v sledovih.

5. APARATURA

Atomski absorpcijski spektrometer, opremljen z viri svetlobe valovne dolžine, značilne za element v sledovih, katerega količino določamo.

Analitik mora slediti navodilom izdelovalca in biti seznanjen s pripravo. Ta mora omogočati korekcijo ozadja tako, da se lahko uporabi, kadarkoli je treba (Co in Zn). Plina, ki se uporabljata, sta zrak in acetilen.

6. PRIPRAVA RAZTOPIN ZA ANALIZO

6.1 Priprava izvlečkov raztopin elementov v sledovih, katerih vsebnost se določa

Glej metode 9.1 in/ali 9.2, in če je primerno, 9.3.

6.2 Obdelava preskusne raztopine

Alikvotni delež izvlečka, dobljenega po metodi 9.1, 9.2 ali 9.3, razredčite z vodo in/ali solno kislino (4.1) ali (4.2) tako, da dobite v končni raztopini, namenjeni za merjenje, koncentracijo določanega elementa, ki ustreza uporabljenemu merilnemu območju (7.2), in koncentracijo solne kisline, ki znaša vsaj 0,5 M in ne več kot 2,5 M. Ta postopek lahko zahteva eno ali več zaporednih razredčevanj.

Vzemite alikvotni delež končne raztopine, dobljene z razredčevanjem izvlečka, naj bo (a) njena prostornina v ml, in jo vlijte v 100-mililitrsko merilno bučko. Ko določate vsebnost kobalta, železa, mangana ali cinka, dodajte 10 ml raztopine lantanove soli (4.3). Do končne prostornine dolijte 0,5 M raztopino solne kisline (4.2) in dobro premešajte. To je končna raztopina, namenjena za merjenje. Naj bo D faktor razredčitve.

7. POSTOPEK

7.1 Priprava slepe raztopine

Slepo raztopino pripravite tako, da ponovite celoten postopek od ekstrakcije, pri tem pa izpustite le preskusni vzorec gnojila.

7.2 Priprava kalibracijskih raztopin

Iz delovne kalibracijske raztopine, pripravljene po metodi, določeni za vsak posamezen element v sledovih, v 100-mililitrskih merilnih bučkah pripravite skupino vsaj petih kalibracijskih raztopin, katerih koncentracije znotraj optimalnega merilnega območja spektrometra postopoma naraščajo. Po potrebi koncentracijo solne kisline prilagodite tako, da bo čim bliže koncentraciji razredčene preskusne raztopine (6.2). Za določanje vsebnosti kobalta, železa, mangana ali cinka dodajte 10 ml iste raztopine lantanove soli (4.3), ki je bila uporabljena v 6.2. Do končne prostornine dolijte 0,5 M solno kislino (4.2) in dobro premešajte.

7.3 Merjenje

Spektrometer (5) pripravite za merjenje in nastavite valovno dolžino, določeno v metodi za posamezen element v sledovih.

Trikrat zapored razpršujte kalibracijske raztopine (7.2), preskusno raztopino (6.2) in slepo raztopino (7.1) ter zapišite vsak rezultat, instrument pa po vsakem razprševanju sperite z destilirano vodo.

Kalibracijsko krivuljo naredite tako, da povprečni odčitek spektrometra za vsako kalibracijsko raztopino (7.2) narišete na ordinatno os, ustrezno koncentracijo elementa, izraženo v µmg/ml, pa na abscisno os.

S te krivulje določite koncentracije ustreznih elementov v sledovih v preskusni raztopini x_s (6.2) in slepi raztopini x_b (7.1), te koncentracije pa izrazite v µmg na ml.

8. IZRAŽANJE REZULTATOV

Odstotek elementa v sledovih (E) v gnojilu je enak:

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

Če je bila uporabljena metoda (9.3):

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

Pri tem je:

E vsebnost določanega elementa v sledovih, izražena kot odstotek gnojila,

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2), v µmg/ml,

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1), v µmg/ml,

V prostornina izvlečka, dobljenega po metodi 9.1 ali 9.2, v ml,

Z faktor, ki ustreza opravljeni razredčitvi v (6.2),

M masa preskusnega vzorca, odvzetega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v gramih.

Izračun faktorja razredčitve D:

če so (a1), (a2), (a3) … (ai) in (a) alikvotni deleži, (v1), (v2), (v3) … (vi) in (100) pa prostornine v ml, ki ustrezajo omenjenim razredčitvam, je faktor razredčitve D enak:

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

Metoda 9.5

DOLOČANJE VSEBNOSTI BORA V IZVLEČKIH GNOJIL S SPEKTROFOTOMETRIJO Z AZOMETINOM-H

1. NAMEN

V tej metodi je opisan postopek določanja vsebnosti bora v izvlečkih gnojil.

2. PODROČJE UPORABE

Ta postopek je uporaben za analizo vzorcev gnojil, ekstrahiranih po metodah 9.1 in 9.2 in za katere se po Direktivi 89/530/EGS zahteva navedba vsebnosti skupnega bora in/ali bora, topnega v vodi.

3. PRINCIP

V raztopini azometina-H sestavljajo ioni bora rumen kompleks, katerega koncentracija se določi z molekulsko absorpcijsko spektrometrijo pri 410 nm. Moteči ioni se zakrijejo z EDTA.

4. REAGENTI

4.1 Pufrska raztopina EDTA

V 500-mililitrsko merilno bučko, ki vsebuje 300 ml vode, vnesite:

— 75 g amonijevega acetata (NH_4OOCCH_3),

— 10 g dinatrijeve soli etilendiamintetraocetne kisline (Na_2EDTA),

— 40 ml ocetne kisline (CH_3COOH, ρr = 1,05 g/ml).

Do končne prostornine dolijte vodo in dobro premešajte. pH raztopine, preverjen s stekleno elektrodo, mora biti 4,8 ± 0,1.

4.2 Raztopina azometina-H

V 200-mililitrsko merilno bučko vnesite:

— 10 ml pufrske raztopine (4.1),

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

— 2 g askorbinske kisline ($C_6H_8O_6$).

Do končne prostornine dolijte vodo in dobro premešajte. Ker je ta reagent stabilen le nekaj dni, ga ne pripravite v večjih količinah.

4.3 Kalibracijski raztopini bora

4.3.1 Prej pripravljena raztopina bora (100 μmg/ml)

V 1000-mililitrski merilni bučki v vodi raztopite 0,5719 g borove kisline (H_3BO_3). Do končne prostornine dolijte vodo in dobro premešajte. Raztopino prenesite v plastično steklenico za shranjevanje v hladilniku.

4.3.2 Delovna raztopina bora (10 μmg/ml)

50 ml prej pripravljene raztopine (4.3.1) vnesite v 500-mililitrsko merilno bučko. Do končne prostornine dolijte vodo in dobro premešajte.

5. APARATURA

Spektrometer, opremljen za molekularno absorpcijo (UV/VIS spektrometer) s kivetami, ki imajo 10-milimetrsko optično pot, nastavljen na valovno dolžino 410 nm.

6. PRIPRAVA RAZTOPIN ZA ANALIZO

6.1 Priprava raztopine bora

Glej metode 9.1 in/ali 9.2, in če je ustrezno, 9.3.

6.2 Priprava preskusne raztopine

Alikvotni delež izvlečka (6.1) raztopite tako, da dobite koncentracijo bora, ki je določena v 7.2. Včasih sta potrebni dve zaporedni razredčitvi. Naj bo D faktor razredčitve.

6.3 Priprava korekcijske raztopine

Če je preskusna raztopina (6.2) obarvana, pripravite ustrezno korekcijsko raztopino tako, da v plastično bučko vnesete 5 ml preskusne raztopine (6.2), 5 ml pufrske raztopine EDTA (4.1) in 5 ml vode ter dobro premešate.

7. POSTOPEK

7.1 Priprava slepe raztopine

Slepo raztopino pripravite tako, da ponovite celoten postopek od ekstrakcije, izpustite pa le preskusni vzorec gnojila.

7.2 Priprava kalibracijskih raztopin

0, 5, 10, 15, 20 in 25 ml delovne kalibracijske raztopine (4.3.2) prenesite v skupino 100-mililitrskih merilnih bučk. Do prostornine 100 ml dolijte vodo in dobro premešajte. Te raztopine vsebujejo med 0 in 2,5 μmg/ml bora.

7.3 Razvijanje barve

Po 5 ml kalibracijskih raztopin (7.2), preskusnih raztopin (6.2) in slepih raztopin (7.1) prenesite v skupino plastičnih buč. Dodajte 5 ml pufrske raztopine EDTA (4.1). Dodajte še 5 ml raztopine azometina-H (4.2).

Dobro premešajte in pustite, da se barva razvija v temi dve uri in pol do tri ure.

7.4 Določanje vsebnosti

Izmerite absorbance raztopin, dobljenih po 7.3, in če je ustrezno, tudi korekcijske raztopine (6.3) v primerjavi z vodo pri valovni dolžini 410 nm. Pred vsakim novim odčitavanjem celice sperite z vodo.

8. IZRAŽANJE REZULTATOV

Kalibracijsko krivuljo narišite tako, da koncentracije kalibracijskih raztopin (7.2) vnesete na abscisno os, absorbance, dobljene s spektrometrom (7.4), pa na ordinatno.

S kalibracijske krivulje odčitajte koncentracijo bora v slepi raztopini (7.1), koncentracijo bora v preskusni raztopini (6.2), in če je slednja obarvana, popravljeno koncentracijo preskusne raztopine. Da bi izračunali slednjo, odštejte absorbanco korekcijske raztopine (6.3) od absorbance preskusne raztopine (6.2) ter določite popravljeno koncentracijo preskusne raztopine. Zapišite koncentracije preskusne raztopine (6.2) s popravkom ali brez njega X (x_s) in slepe raztopine (x_b).

Odstotek bora v gnojilih je:

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

Če je bila uporabljena metoda 9.3:

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

Pri tem je:

B vsebnost bora, izražena kot odstotek gnojila,

x_s koncentracija (µmg/ml) v preskusni raztopini (6.2) s popravkom ali brez njega,

x_b koncentracija (µmg/ml) v slepi raztopini (7.1),

V prostornina izvlečka, dobljenega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v ml,

D faktor, ki ustreza razredčitvi, opravljeni po 6.2,

M masa preskusnega vzorca, odvzetega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v gramih.

Izračun faktorja razredčitve D: če sta (a1) in (a2) zaporedna alikvotna deleža, (v1) in (v2) pa prostornini, ki ustrezata tema zaporednima razredčitvama, je faktor razredčitve D:

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

Metoda 9.6

DOLOČANJE VSEBNOSTI KOBALTA V IZVLEČKIH GNOJIL Z ATOMSKO ABSORPCIJSKO SPEKTROMETRIJO

1. NAMEN

V tej metodi je opisan postopek določanja vsebnosti kobalta v izvlečkih gnojil.

2. PODROČJE UPORABE

Ta postopek je uporaben za analizo vzorcev gnojil, ekstrahiranih po metodah 9.1 in 9.2 in za katere se po Direktivi 89/530/EGS zahteva navedba skupne vsebnosti kobalta in/ali vsebnosti kobalta, topnega v vodi.

3. PRINCIP

Po ustrezni obdelavi in razredčitvi izvlečkov se vsebnost kobalta določi z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

4. REAGENTI

4.1 Raztopina solne kisline, približno 6 M

Glej metodo 9.4 (4.1).

4.2 Raztopina solne kisline, približno 0,5 M

Glej metodo 9.4 (4.2).

4.3 Raztopine lantanovih soli (10 g La na liter)

Glej metodo 9.4 (4.3).

4.4 Kalibracijski raztopini kobalta

4.4.1 Prej pripravljena raztopina kobalta (1 000 µmg/ml)

V 250-mililitrsko čašo odtehtajte 1 g kobalta na 0,1 mg natančno, dodajte 25 ml 6 M solne kisline (4.1) in segrevajte na električnem kuhalniku, dokler se kobalt popolnoma ne raztopi. Ko se raztopina ohladi, jo kvantitativno prenesite v 1 000-mililitrsko merilno bučko. Do končne prostornine dolijte vodo in dobro premešajte.

4.4.2 Delovna raztopina kobalta (100 µmg/ml)

10 ml prej pripravljene raztopine (4.4.1) vnesite v 100-mililitrsko merilno bučko. Do končne prostornine dolijte 0,5 M raztopino solne kisline (4.2) in dobro premešajte.

5. APARATURA

Atomski absorpcijski spektrometer: glej metodo 9.4(5). Instrument mora biti opremljen z virom žarkov, ki so značilni za kobalt (240,7 nm). Spektrometer mora omogočati tudi korekcijo ozadja.

6. PRIPRAVA RAZTOPINE ZA ANALIZO

6.1 Raztopina izvlečka kobalta

Glej metode 9.1 in/ali 9.2, in če je ustrezno, 9.3.

6.2 Priprava preskusne raztopine

Glej metodo 9.4 (6.2). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli (4.3).

7. POSTOPEK

7.1 Priprava slepe raztopine

Glej metodo 9.4 (7.1). Slepa raztopina mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2.

7.2 Priprava kalibracijskih raztopin

Glej metodo 9.4 (7.2).

Za optimalno območje določanja vsebnosti, od 0 do 5 µmg kobalta, vnesite v skupino merilnih bučk, katerih prostornina znaša 100 ml, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 in 5 ml delovne raztopine (4.4.2) v navedenem zaporedju. Po potrebi prilagodite koncentracijo solne kisline tako, da bo čim bliže koncentraciji preskusne raztopine. Vsaki bučki dodajte 10 ml raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2. Do prostornine 100 ml dolijte 0,5 M raztopino solne kisline (4.2) in dobro premešajte. Te raztopine vsebujejo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 in 5 µmg/ml kobalta v navedenem zaporedju.

7.3 Merjenje

Glej metodo 9.4 (7.3). Spektrometer (5) pripravite za merjenje pri valovni dolžini 240,7 nm.

8. IZRAŽANJE REZULTATOV

Glej metodo 9.4 (8).

Odstotek kobalta v gnojilu je:

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

Če je bila uporabljena metoda 9.3:

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

Pri tem je:

Co vsebnost kobalta, izražena kot odstotek gnojila,

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2) v µmg/ml,

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1) v µmg/ml,

V prostornina izvlečka, dobljenega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v ml,

D faktor, ki ustreza razredčitvi, opravljeni po 6.2,

M masa preskusnega vzorca, odvzetega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v gramih.

Izračun faktorja razredčitve D: če so (a1), (a2), (a3) … (ai) in (a) alikvotni deleži, (v1), (v2), (v3) … (vi) in (100) pa prostornine teh razredčitev v ml v istem zaporedju, je faktor razredčitve D:

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

Metoda 9.7

DOLOČANJE VSEBNOSTI BAKRA V IZVLEČKIH GNOJIL Z ATOMSKO ABSORPCIJSKO SPEKTROMETRIJO

1. NAMEN

V tej metodi je opisan postopek določanja bakra v izvlečkih gnojil.

2. PODROČJE UPORABE

Ta postopek je uporaben za analizo vzorcev gnojil, ekstrahiranih po metodah 9.1 in 9.2 in za katere se po Direktivi 89/530/EGS zahteva navedba vsebnosti skupnega bakra in/ali vsebnosti bakra, topnega v vodi.

3. PRINCIP

Po ustrezni obdelavi in razredčenju izvlečkov se vsebnost bakra določi z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

4. REAGENTI

4.1 Raztopina solne kisline, približno 6 M

Glej metodo 9.4 (4.1).

4.2 Raztopina solne kisline, približno 0,5 M

Glej metodo 9.4 (4.2).

4.3 Raztopina vodikovega peroksida (30 % H_2O_2, ρr = 1,11 g/ml), brez elementov v sledovih

4.4 Kalibracijski raztopini bakra

4.4.1 Prej pripravljena raztopina bakra (1 000 µmg/ml)

V 250-mililitrsko čašo odtehtajte 1 g bakra na 0,1 mg natančno, dodajte 25 ml 6 M solne kisline (4.1), 5 ml raztopine vodikovega peroksida (4.3) in segrevajte na električnem kuhalniku, dokler se baker popolnoma ne raztopi. Kvantitativno prenesite v 1 000-mililitrsko merilno bučko. Do končne prostornine dolijte vodo in dobro premešajte.

4.4.2 Delovna raztopina bakra (100 µmg/ml)

V 200-mililitrsko merilno bučko vnesite 20 ml prej pripravljene raztopine (4.4.1). Do končne prostornine dolijte 0,5 M raztopino solne kisline (4.2) in dobro premešajte.

5. APARATURA

Spektrometer, opremljen za atomsko absorpcijo: glej metodo 9.4 (5). Instrument mora biti opremljen z virom žarkov, ki so značilni za baker (324,8 nm).

6. PRIPRAVA RAZTOPIN ZA ANALIZO

6.1 Raztopina izvlečka bakra

Glej metode 9.1 in/ali 9.2, in če je ustrezno, 9.3.

6.2 Priprava preskusne raztopine

Glej metodo 9.4 (6.2).

7. POSTOPEK

7.1 Priprava slepe raztopine

Glej metodo 9.4 (7.1).

7.2 Priprava kalibracijskih raztopin

Glej metodo 9.4 (7.2).

Za optimalno območje določanja od 0 do 5 µmg/ml bakra vnesite v skupino 100-mililitrskih merilnih bučk 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 in 5 ml delovne raztopine (4.4.2) v navedenem zaporedju. Po potrebi koncentracijo solne kisline prilagodite tako, da bo čim bliže koncentraciji preskusne raztopine (6.2). Do prostornine 100 ml dolijte 0,5 M raztopino solne kisline (4.2) in dobro premešajte. Te raztopine vsebujejo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 in 5 µmg/ml bakra v navedenem zaporedju.

7.3 Merjenje

Glej metodo 9.4 (7.3). Spektrometer (5) pripravite za merjenje pri valovni dolžini 324,8 nm.

8. IZRAŽANJE REZULTATOV

Glej metodo 9.4 (8).

Odstotek bakra v gnojilu je:

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

Če je uporabljena metoda 9.3:

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

Pri tem je:

Cu vsebnost bakra, izražena kot odstotek gnojila,

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2) v µmg/ml,

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1) v µmg/ml,

V prostornina izvlečka, dobljenega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v ml,

D faktor razredčitve, opravljene po 6.2,

M masa preskusnega vzorca, odvzetega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v gramih.

Izračun faktorja razredčitve D: če so (a1), (a2), (a3) … (ai) in (a) alikvotni deleži, (v1), (v2), (v3) … (vi) in (100) pa prostornine teh razredčitev v ml v istem zaporedju, je faktor razredčitve D:

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

Metoda 9.8

DOLOČANJE ŽELEZA V IZVLEČKIH GNOJIL Z ATOMSKO ABSORPCIJSKO SPEKTROMETRIJO

1. NAMEN

V tej metodi je opisan postopek določanja vsebnosti železa v izvlečkih gnojil.

2. PODROČJE UPORABE

Ta postopek je uporaben za analizo vzorcev gnojil, ekstrahiranih po metodah 9.1 in 9.2 in za katere se po Direktivi 89/530/EGS zahteva navedba vsebnosti skupnega železa in/ali vsebnosti železa, topnega v vodi.

3. PRINCIP

Po ustrezni obdelavi in razredčenju izvlečka se vsebnost železa določi z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

4. REAGENTI

4.1 Raztopina solne kisline, približno 6 M

Glej metodo 9.4 (4.1).

4.2 Raztopina solne kisline, približno 0,5 M

Glej metodo 9.4 (4.2).

4.3 Raztopina vodikovega peroksida (30 % H_2O_2, ρr = 1,11 g/ml), brez elementov v sledovih

4.4 Raztopine lantanovih soli (10 g La na liter)

Glej metodo 9.4 (4.3).

4.5 Kalibracijski raztopini železa

4.5.1 Prej pripravljena raztopina železa (1 000 μmg/ml)

V 500-mililitrsko čašo na 0,1 mg natančno odtehtajte 1 g čiste železne žice, dodajte 200 ml 6 M solne kisline (4.1) in 15 ml raztopine vodikovega peroksida (4.3). Segrevajte na električnem kuhalniku, dokler se železo popolnoma ne raztopi. Ko se raztopina ohladi, jo kvantitativno prenesite v 1 000-mililitrsko merilno bučko. Do končne prostornine dolijte vodo in dobro premešajte.

4.5.2 Delovna raztopina železa (100 μmg/ml)

V 200-mililitrsko merilno bučko vnesite 20 ml prej pripravljene raztopine (4.5.1). Do končne prostornine dolijte 0,5 M raztopino solne kisline (4.2) in dobro premešajte.

5. APARATURA

Atomski absorpcijski spektrometer: glej metodo 9.4 (5). Instrument mora biti opremljen z virom žarkov, ki so značilni za železo (248,3 nm).

6. PRIPRAVA RAZTOPINE ZA ANALIZO

6.1 Raztopina izvlečka železa

Glej metode 9.1 in/ali 9.2, in če je ustrezno, 9.3.

6.2 Priprava preskusne raztopine

Glej metodo 9.4 (6.2). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli.

7. POSTOPEK

7.1 Priprava slepe raztopine

Glej metodo 9.4 (7.1). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2.

7.2 Priprava kalibracijskih raztopin

Glej metodo 9.4 (7.2).

Za optimalno območje določanja od 0 do 10 μmg/ml železa vnesite v skupino 100-mililitrskih merilnih bučk 0, 2, 4, 6, 8 in 10 ml delovne raztopine (4.5.2) v navedenem zaporedju. Po potrebi koncentracijo solne kisline prilagodite tako, da bo čim bliže koncentraciji preskusne raztopine. Dodajte 10 ml raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2. Do končne prostornine dolijte 0,5 M raztopino solne kisline (4.2) in dobro premešajte. Te raztopine vsebujejo 0, 2, 4, 6, 8 in 10 μmg/ml železa v navedenem zaporedju.

7.3 Merjenje

Glej metodo 9.4 (7.3). Spektrometer (5) pripravite za merjenje pri valovni dolžini 248,3 nm.

8. IZRAŽANJE REZULTATOV

Glej metodo 9.4 (8).

Odstotek železa v gnojilu je:

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

Če je uporabljena metoda 9.3:

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

Pri tem je:

F_e vsebnost železa, izražena kot odstotek gnojila,

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2) v μmg/ml,

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1) v μmg/ml,

V prostornina izvlečka, dobljenega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v ml,

D faktor razredčitve, opravljene po 6.2,

M masa preskusnega vzorca, odvzetega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v gramih.

Izračun faktorja razredčitve D: če so (a1), (a2), (a3) … (ai) in (a) alikvotni deleži, (v1), (v2), (v3) … (vi) in (100) pa prostornine teh razredčitev v ml v istem zaporedju, je faktor razredčitve D:

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

Metoda 9.9

DOLOČANJE MANGANA V IZVLEČKIH GNOJIL Z ATOMSKO ABSORPCIJSKO SPEKTROMETRIJO

1. NAMEN

V tej metodi je opisan postopek določanja vsebnosti mangana v izvlečkih gnojil.

2. PODROČJE UPORABE

Ta postopek je uporaben za analizo vzorcev gnojil, ekstrahiranih po metodah 9.1 in 9.2 in za katere se po Direktivi 89/530/EGS zahteva navedba vsebnosti skupnega mangana in/ali vsebnosti mangana, topnega v vodi.

3. PRINCIP

Po ustrezni obdelavi in razredčenju izvlečka se vsebnost mangana določi z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

4. REAGENTI

4.1 Raztopina solne kisline, približno 6 M

Glej metodo 9.4 (4.1).

4.2 Raztopina solne kisline, približno 0,5 M

Glej metodo 9.4 (4.2).

4.3 Raztopine lantanovih soli (10 g La na liter)

Glej metodo 9.4 (4.3).

4.4 Kalibracijski raztopini mangana

4.4.1 Prej pripravljena raztopina mangana (1 000 µmg/ml)

V 250-mililitrsko čašo odtehtajte 1 g mangana na 0,1 mg natančno, dodajte 25 ml 6 M solne kisline (4.1). Segrevajte na električnem kuhalniku, dokler se mangan popolnoma ne raztopi. Ko se raztopina ohladi, jo kvantitativno prenesite v 1 000-mililitrsko merilno bučko. Do končne prostornine dolijte vodo in dobro premešajte.

4.4.2 Delovna raztopina mangana (100 µmg/ml)

V 200-mililitrski merilni bučki razredčite 20 ml prej pripravljene raztopine (4.4.1) v 0,5 M raztopini solne kisline (4.2). Do končne prostornine dolijte 0,5 M raztopino solne kisline (4.2) in dobro premešajte.

5. APARATURA

Atomski absorpcijski spektrometer: glej metodo 9.4 (5). Instrument mora biti opremljen z virom žarkov, ki so značilni za mangan (279,6 nm).

6. PRIPRAVA RAZTOPINE ZA ANALIZO

6.1 Raztopina izvlečka mangana

Glej metode 9.1 in/ali 9.2, in če je ustrezno, 9.3.

6.2 Priprava preskusne raztopine

Glej metodo 9.4 (6.2). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli (4.3).

7. POSTOPEK

7.1 Priprava slepe raztopine

Glej metodo 9.4 (7.1). Slepa raztopina mora vsebovati 10 % (v/v) raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2.

7.2 Priprava kalibracijskih raztopin

Glej metodo 9.4 (7.2).

Za optimalno območje določanja od 0 do 5 µmg/ml mangana vnesite v skupino 100-mililitrskih merilnih bučk 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 in 5 ml delovne raztopine (4.4.2) v navedenem zaporedju. Po potrebi koncentracijo solne kisline prilagodite tako, da bo čim bliže koncentraciji preskusne raztopine. Vsaki bučki dodajte 10 ml raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2. Do prostornine 100 ml dolijte 0,5 M raztopino solne kisline (4.2) in dobro premešajte. Te raztopine vsebujejo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 in 5 µmg/ml mangana v navedenem zaporedju.

7.3 Merjenje

Glej metodo 9.4 (7.3). Spektrometer (5) pripravite za merjenje pri valovni dolžini 279,6 nm.

8. IZRAŽANJE REZULTATOV

Glej metodo 9.4 (8).

Odstotek mangana v gnojilu je naslednji:

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

Če je bila uporabljena metoda 9.3:

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

Pri tem je:

Mn vsebnost mangana, izražena kot odstotek gnojila,

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2) v µmg/ml,

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1) v µmg/ml,

V prostornina izvlečka, dobljenega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v ml,

D faktor, ki ustreza razredčitvi, opravljeni po 6.2,

M masa preskusnega vzorca, odvzetega ob uporabi metode 9.1 ali 9.2, v gramih.

Izračun faktorja razredčitve D: če so (a1), (a2), (a3) … (ai) in (a) alikvotni deleži, (v1), (v2), (v3) … (vi) in (100) pa prostornine teh razredčitev v ml v istem zaporedju, je faktor razredčitve D enak:

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

Metoda 9.10

DOLOČANJE MOLIBDENA V IZVLEČKIH GNOJIL S SPEKTROMETRIJO KOMPLEKSA Z AMONIJEVIM TIOCIANATOM

1. NAMEN

V tej metodi je opisan postopek določanja vsebnosti molibdena v izvlečkih gnojil.

2. PODROČJE UPORABE

Ta postopek je uporaben za analizo vzorcev gnojil, ekstrahiranih po metodah 9.1 in 9.2 in za katere se po Direktivi 89/530/EGS zahteva navedba vsebnosti skupnega molibdena in/ali vsebnosti molibdena, topnega v vodi.

3. PRINCIP

Molibden (V) v kislem mediju z ioni SCN tvori kompleks [[$MoO(SCN)_5$]].

Kompleks se izloči z n-butilacetatom. Moteči ioni, kakršni so na primer ioni železa, ostanejo v vodni fazi. Rumenooranžna barva se določi z molekularno absorpcijsko spektrometrijo pri 470 nm.

4. REAGENTI

4.1 Raztopina razredčene solne kisline (HCl), približno 6 M

Glej metodo 9.4 (4.1).

4.2 Raztopina bakra (70 mg/l) v 1,5 M solni kislini

275 mg bakrovega sulfata ($CuSO_4\ 5H_2O$), stehtanega na 0,1 g natančno, raztopite v 250 ml 6 M raztopine solne kisline (4.1) v 1 000-mililitrski merilni bučki. Do končne prostornine dolijte vodo in dobro premešajte.

4.3 Raztopina askorbinske kisline (50 g/l)

50 g askorbinske kisline ($C_6H_8O_6$) raztopite v vodi v 1 000-mililitrski merilni bučki. Do končne prostornine dolijte vodo, dobro premešajte in shranite v hladilniku.

4.4 N-butil acetat

4.5 Raztopina amonijevega tiocianata, 0,2 M.

15,224 g NH_4SCN raztopite v vodi v 1 000-mililitrski merilni bučki. Do končne prostornine dolijte vodo; dobro premešajte in shranite v temno obarvani bučki.

4.6 Raztopina kositrovega klorida (50 g/l) v 2 M solni kislini

Ta raztopina mora biti popolnoma bistra in pripravljena tik pred uporabo. Uporabiti je treba zelo čist kositrov klorid, sicer raztopina ne bo bistra.

Da bi pripravili 100 ml raztopine, raztopite 5 g ($SnCl_2$ x 2H2O) v 35 ml 6 M raztopine HCl (4.1). Dodajte 10 ml raztopine bakra (4.2). Do končne prostornine dolijte vodo in dobro premešajte.

4.7 Kalibracijske raztopine molibdena

4.7.1 Prej pripravljena raztopina molibdena (500 µmg/ml)

0,920 g amonijevega molibdata [[$(NH_4)_6Mo_7O_{24}$ $4H_2O$]], stehtanega na 0,1 g natančno, raztopite v 6 M solni kislini (4.1) v 1 000-mililitrski merilni bučki. Do končne prostornine dolijte to raztopino in dobro premešajte.

4.7.2 Vmesna raztopina molibdena (25 µmg/ml)

25 ml prej pripravljene raztopine (4.7.1) vnesite v 500-mililitrsko merilno bučko. Do končne prostornine dolijte 6 M solno kislino (4.1) in dobro premešajte.

4.7.3 Delovna raztopina molibdena (2,5 µmg/ml)

10 ml vmesne raztopine (4.7.2) vnesite v 100-mililitrsko merilno bučko. Do končne prostornine dolijte 6 M solno kislino (4.1) in dobro premešajte.

5. APARATURE

5.1 Spektrometer, opremljen za molekularno absorpcijo s kivetami, ki imajo 20 mm dolgo optično pot, in nastavljen na valovno dolžino 470 nm.

5.2 200- ali 250-mililitrski liji ločniki

6. PRIPRAVA RAZTOPINE ZA ANALIZO

6.1 Raztopina izvlečka molibdena

Glej metode 9.1 in/ali 9.2, in če je ustrezno, 9.3.

6.2 Priprava preskusne raztopine

Alikvotni delež izvlečka (6.1) razredčite s 6 M raztopino solne kisline (4.1) tako, da dobite ustrezno koncentracijo molibdena. Naj bo D faktor razredčitve.

Iz raztopine izvlečka odvzemite alikvotni delež (a), ki vsebuje od 1 do 12 µmg molibdena, in ga vnesite v lij ločnik (5.2). Do prostornine 50 ml dolijte 6 M raztopino solne kisline (4.1).

7. POSTOPEK

7.1 Priprava slepe raztopine

Slepo raztopino pripravite s ponavljanjem celotnega postopka od stopnje ekstrakcije, pri tem pa izpustite preskusni vzorec gnojila.

7.2 Priprava skupine kalibracijskih raztopin

Pripravite skupino vsaj šestih kalibracijskih raztopin z naraščajočimi koncentracijami, ki ustrezajo optimalnemu območju delovanja spektrometra.

Za razpon od 0 do 12,5 µmg molibdena vnesite v lije ločnike (5.2) 0, 1, 2, 3, 4, in 5 ml delovne raztopine (4.7.3) v navedenem zaporedju. Do prostornine 50 ml dolijte 6 M solno kislino (4.1). Te raztopine vsebujejo 0, 2,5, 5, 7,5, 10 in 12,5 µmg molibdena v navedenem zaporedju.

7.3 Razvijanje in ločevanje kompleksa

V vsak lij ločnik (6.2, 7.1 in 7.2) v naslednjem vrstnem redu dodajte:

— 10 ml raztopine bakra (4.2),

— 20 ml raztopine askorbinske kisline (4.3),

dobro premešajte in počakajte dve ali tri minute. Nato dodajte:

— s precizno pipeto 10 ml n-butil acetata (4.4),

— 20 ml raztopine tiocianata (4.5).

Stresajte eno minuto, da bi se izločil kompleks v organski fazi; pustite, da se obori; po ločitvi dveh faz odlijte vso vodno fazo in jo zavrzite; nato organsko fazo sperite z:

— 10 ml raztopine kositrovega klorida (4.6).

Stresajte eno minuto. Pustite, da se obori, in odlijte vso vodno fazo. Zberite organsko fazo v epruveto; to bo omogočilo zbiranje kapljic vode v suspenziji.

7.4 Merjenje

Izmerite absorbance raztopin, dobljenih po 7.3 pri valovni dolžini 470 nm, z uporabo 0 µmg/ml kalibracijske raztopine molibdena (7.2) kot reference.

8. IZRAŽANJE REZULTATOV

Kalibracijsko krivuljo izdelajte tako, da ustrezne mase molibdena v kalibracijskih raztopinah (7.2), izražene v µmg, vnesete na abscisno os, ustrezne vrednosti absorbance (7.4), ki jih dobite s spektrometrom, pa na ordinatno.

S te krivulje določite maso molibdena v preskusni raztopini (6.2) in slepi raztopini (7.1). Ti masi sta označeni z (x_s) in (x_b).

Odstotek molibdena v gnojilu je:

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

Če je bila uporabljena metoda 9.3:

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

Pri tem je:

Mo vsebnost molibdena, izražena kot odstotek gnojila,

a prostornina alikvota, odvzetega iz zadnje razredčene raztopine (6.2), v ml,

x_s masa Mo v preskusni raztopini (6.2) v µmg/ml,

x_b masa Mo v slepi raztopini (7.1), katere prostornina ustreza prostornini (a) alikvota preskusne raztopine (6.2), v µmg/ml,

V prostornina izvlečka, dobljenega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v ml,

D faktor, ki ustreza razredčitvi, opravljeni po 6.2,

M masa preskusnega vzorca, odvzetega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v g.

Izračun faktorja razredčitve D: kadar sta (a1) in (a2) zaporedna alikvotna deleža, (v1) in (v2) pa prostornini teh razredčitev v istem zaporedju, je faktor razredčitve D:

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

Metoda 9.11

DOLOČANJE VSEBNOSTI CINKA V IZVLEČKIH GNOJIL Z ATOMSKO ABSORPCIJSKO SPEKTROMETRIJO

1. NAMEN

V tej metodi je opisan postopek določanja vsebnosti cinka v izvlečkih gnojil.

2. PODROČJE UPORABE

Ta postopek je uporaben za analizo vzorcev gnojil, ekstrahiranih po metodah 9.1 in 9.2 in za katere se po Direktivi 89/530/EGS zahteva navedba vsebnosti skupnega cinka in/ali vsebnosti cinka, topnega v vodi.

3. PRINCIP

Po ustrezni obdelavi in razredčenju izvlečkov se vsebnost cinka določi z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

4. REAGENTI

4.1 Raztopina solne kisline, približno 6 M

Glej metodo 9.4 (4.1).

4.2 Raztopina solne kisline, približno 0,5 M

Glej metodo 9.4 (4.2).

4.3 Raztopine lantanove soli (10 g La na liter)

Glej metodo 9.4 (4.3).

4.4 Kalibracijski raztopini cinka

4.4.1 Prej pripravljena raztopina cinka (1 000 µmg/ml)

V 1 000-mililitrski merilni bučki raztopite 1 g cinka v prahu ali kosmičih, odtehtanega na 0,1 mg natančno, v 25 ml 6 M solne kisline (4.1). Ko se popolnoma raztopi, dopolnite do končne prostornine z vodo in dobro premešajte.

4.4.2 Delovna raztopina cinka (100 µmg/ml)

V 200-mililitrski merilni bučki raztopite 20 ml prej pripravljene raztopine (4.4.1) v 0,5 M raztopini solne kisline (4.2). Do končne prostornine dopolnite z 0,5 M raztopino solne kisline in dobro premešajte.

5. PRIPRAVA

Atomski absorpcijski spektrometer: glej metodo 9.4(5.). Priprava mora biti opremljena z virom žarkov, ki so značilni za cink (213,8 nm). Spektrometer mora omogočati korekcijo ozadja.

6. PRIPRAVA RAZTOPINE ZA ANALIZO

6.1 Raztopine izvlečka cinka

Glej metode 9.1 in/ali 9.2, in če je ustrezno, 9.3.

6.2 Priprava preskusne raztopine

Glej metodo 9.4 (6.2). Preskusna raztopina mora vsebovati 10 prostorninskih odstotkov raztopine lantanove soli.

7. POSTOPEK

7.1 Priprava slepe raztopine

Glej metodo 9.4 (7.1). Slepa raztopina mora vsebovati 10 prostorninskih odstotkov raztopine lantanove soli, uporabljene v 6.2.

7.2 Priprava kalibracijskih raztopin

Glej metodo 9.4 (7.2).

Za doseganje optimalnega območja od 0 do 5 µmg/ml cinka vnesite v skupino 100-mililitrskih merilnih buč 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 in 5 ml delovne raztopine (4.4.2) v navedenem zaporedju. Po potrebi koncentracijo solne kisline prilagodite tako, da bo čim bliže koncentraciji preskusne raztopine. Vsaki merilni bučki dodajte 10 ml raztopine lantanove soli, uporabljene v (6.2). Do prostornine 100 ml dolijte 0,5 M raztopino solne kisline (4.2) in dobro premešajte. Te raztopine vsebujejo 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 in 5 µmg/ml cinka v navedenem zaporedju.

7.3 Merjenje

Glej metodo 9.4 (7.3). Spektrometer (5) pripravite za merjenje pri valovni dolžini 213,8 nm.

8. IZRAŽANJE REZULTATOV

Glej metodo 9.4 (8).

Odstotek cinka v gnojilu je enak:

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

Če je bila uporabljena metoda 9.3:

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

Pri tem je:

Z_n vsebnost cinka, izražena kot odstotek gnojila,

x_s koncentracija preskusne raztopine (6.2), v µmg/ml,

x_b koncentracija slepe raztopine (7.1), v µmg/ml,

V prostornina izvlečka raztopine, dobljenega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v ml,

D faktor, ki ustreza razredčitvi, opravljeni po (6.2),

M masa preskusnega vzorca, odvzetega v skladu z metodo 9.1 ali 9.2, v g.

Izračun faktorja razredčitve D: kadar so (a1), (a2), (a3) … (ai) in (a) zaporedni alikvotni deleži, (v1), (v2), (v3) … (vi) in (100) pa prostornine teh razredčitev v istem zaporedju, je faktor razredčitve D:

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