

95/80389

DIRECTIVA 95/8/CE DE LA COMISIÓN
de 10 de abril de 1995

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

(Métodos de análisis de los oligoelementos en contenidos superiores al 10 %)

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

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

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

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

Considerando que la Directiva 77/535/CEE de la Comisión⁽³⁾, cuya última modificación la constituye la Directiva 93/1/CEE⁽⁴⁾, establece controles oficiales de los abonos CEE para comprobar que se cumplen las condiciones que establecen las disposiciones comunitarias sobre la calidad y composición de los abonos; que es conveniente completar dicha Directiva para que los abonos contemplados en la Directiva 89/530/CEE puedan someterse también a dichos controles;

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

Considerando que las medidas previstas en la presente Directiva se ajustan al dictamen del Comité para la adaptación al progreso técnico de las Directivas destinadas a

eliminar los obstáculos técnicos a los intercambios en el sector de los abonos,

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

Artículo 1

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

Los métodos se aplicarán a los abonos CEE para la determinación de cada uno de los oligoelementos cuyo contenido declarado sea superior al 10 %.

Artículo 2

1. Los Estados miembros adoptarán las medidas necesarias para cumplir la presente Directiva, a más tardar, el 31 de diciembre de 1995. Informarán inmediatamente de ello a la Comisión.

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

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

Artículo 3

La presente Directiva entrará en vigor el tercer día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas*.

Hecho en Bruselas, el 10 de abril de 1995.

Por la Comisión

Martin BANGEMANN

Miembro de la Comisión

⁽¹⁾ DO nº L 24 de 30. 1. 1976, p. 21.

⁽²⁾ DO nº L 281 de 30. 9. 1989, p. 116.

⁽³⁾ DO nº L 213 de 22. 8. 1977, p. 1.

⁽⁴⁾ DO nº L 113 de 7. 5. 1993, p. 17.

ANEXO

« Métodos 10

OLIGOELEMENTOS EN CONTENIDOS SUPERIORES AL 10 %

Método 10.1

EXTRACCIÓN DE LOS OLIGOELEMENTOS TOTALES

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

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

3. PRINCIPIO

Disolución en ácido clorhídrico diluido y en ebullición.

Nota: La extracción es empírica y puede no ser cuantitativa, según el producto o los demás componentes del abono. En particular, en el caso de determinados óxidos de manganeso, las cantidades extraídas pueden ser muy inferiores a la totalidad del manganeso contenido en el producto. Es responsabilidad de los fabricantes de abonos garantizar que el contenido declarado corresponde efectivamente a la cantidad solubilizada en las condiciones del método.

4. REACTIVOS

4.1. Solución diluida de ácido clorhídrico (HCl), aproximadamente 6 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico ($\rho = 1,18$ g/ml) con 1 volumen de agua.

4.2. Solución de amoníaco concentrado (NH_4OH , $\rho = 0,9$ g/ml).

5. APARATOS

5.1. Placa calefactora eléctrica de temperatura regulable.

5.2. pHmetro

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

6. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Véase el método n° 1 (Directiva 77/535/CEE).

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Muestra

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

Contenido declarado del oligoelemento en el abono (%)	> 10 < 25	≥ 25
Masa de la muestra (g)	2	1
Masa del elemento en la muestra (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Volumen del extracto V (ml)	500	500
Concentración del elemento en el extracto (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Introducir la muestra en un vaso de precipitados de 250 ml.

7.2. Disolución

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

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

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

8. DETERMINACIÓN

La determinación de cada oligoelemento se efectuará en las partes alícuotas indicadas en los métodos específicos de cada uno de los oligoelementos.

Los métodos 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 y 10.10 no pueden utilizarse para determinar elementos presentes en forma quelatada o acomplejada. En tales casos, debe seguirse el método 10.3 antes de la determinación.

Este tratamiento puede no ser necesario en las determinaciones por espectrometría de absorción atómica (métodos 10.8 y 10.11).

Método 10.2

EXTRACCIÓN DE LOS OLIGOELEMENTOS SOLUBLES EN AGUA

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

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

3. PRINCIPIO

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

Nota: La extracción es empírica y puede no ser cuantitativa.

4. REACTIVOS

4.1. Solución diluida de ácido clorhídrico (HCl), aproximadamente 6 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico ($\rho = 1,18$ g/ml) con 1 volumen de agua.

5. APARATOS

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

Nota. Se se prevé la determinación cuantitativa del boro presente en el extrado, debe descartarse el uso de utensilios de vidrio borosilicatado. Para esta extracción es preferible el teflón o la sílice. Si se utilizan detergentes que contengan boratos para lavar los utensilios de vidrio, éstos deben aclararse cuidadosamente.

6. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Véase el método n° 1 (Directiva 77/535/CEE).

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Muestra

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

Contenido declarado del oligoelemento en el abono (%)	> 10 < 25	≥ 25
Masa de la muestra (g)	2	1
Masa del elemento en la muestra (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Volumen del extracto V (ml)	500	500
Concentración del elemento en el extracto (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Colocar la muestra en un matraz de 500 ml.

7.2. Disolución

Añadir aproximadamente 400 ml de agua.

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

7.3. Preparación de la solución para la determinación

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

Nota: Si se produjese un enturbamiento progresivo del extracto, efectuar una nueva extracción según 7.1 y 7.2 en un matraz de volumen V. Filtrar sobre un matraz aforado de volumen W, previamente seco, en el que se habrán vertido 5 ml de ácido clorhídrico diluido (4.1). Interrumpir la filtración en el momento en el que se alcance la línea de enrase. Homogeneizar.

En estas condiciones, el valor de V que figura en la sección de cálculos es:

$$V = V_c \times W / (W - 5)$$

Las diluciones que figuran en la sección de cálculos dependen de este valor de V.

8. DETERMINACIÓN

La determinación de cada oligoelemento se efectuará en las partes alícuotas indicadas en los métodos específicos de cada uno de los oligoelementos.

Los métodos 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 y 10.10 no pueden utilizarse para determinar elementos presentes en forma quelatada o acomplejada. En tales casos, debe seguirse el método 10.3 antes de la determinación.

Este tratamiento puede no ser necesario en las determinaciones por espectrometría de absorción atómica (métodos 10.8 y 10.11).

Método 10.3

ELIMINACIÓN DE LOS COMPUESTOS ORGÁNICOS EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 10.1 y 10.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una declaración del elemento total y/o del elemento soluble en agua.

Nota: La presencia de materia orgánica en pequeñas cantidades no suele influir en las determinaciones por espectrometría de absorción atómica.

3. PRINCIPIO

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

4. REACTIVOS

4.1. Solución diluida de ácido clorhídrico (HCl), aproximadamente 0,5 M.

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) con 20 volúmenes de agua.

4.2. Solución de peróxido de hidrógeno (H_2O_2 al 30 %, $\rho = 1,11 \text{ g/ml}$), exenta de oligoelementos.

5. APARATOS

Placa calefactora eléctrica de temperatura regulable.

6. PROCEDIMIENTO

Tomar 25 ml de la solución obtenida por extracción siguiendo el método 10.1 o el método 10.2 e introducirlos en un vaso de precipitados de 100 ml. Si se trata de la extracción 10.2, añadir 5 ml de la solución de ácido clorhídrico diluido (4.1). Añadir a continuación 5 ml de la solución de peróxido de hidrógeno (4.2). Cubrir con un vidrio de reloj. Dejar oxidar a temperatura ambiente durante aproximadamente 1 hora y, a continuación, calentar progresivamente y mantener en ebullición durante media hora. Si es necesario, añadir otros 5 ml de peróxido de hidrógeno a la solución enfriada. Después, eliminar el exceso de peróxido de hidrógeno mediante ebullición. Dejar enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 50 ml. Enrasar con agua. Filtrar si es necesario.

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

Método 10.4

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE OLIGOELEMENTOS EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS
POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA
(MÉTODO GENERAL)

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 10.1 y 10.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una declaración de hierro o zinc totales y/o solubles en agua.

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

Nota: La presencia de materia orgánica en pequeñas cantidades no suele influir en las determinaciones por espectrometría de absorción atómica.

3. PRINCIPIO

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

4. REACTIVOS

4.1. Solución diluida de ácido clorhídrico (HCl), aproximadamente 6 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) con 1 volumen de agua.

4.2. Solución diluida de ácido clorhídrico (HCl), aproximadamente 0,5 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) con 20 volúmenes de agua.

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

Este reactivo se emplea para la determinación cuantitativa del hierro y del zinc. Puede prepararse de dos maneras:

a) Con óxido de lantano disuelto en ácido clorhídrico (4.1). En un matraz aforado de 1 litro, poner 11,73 g de óxido de lantano (La_2O_3) en 150 ml de agua y añadir a continuación 120 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1). Dejar que se disuelva y enrasar con agua. Homogeneizar. La concentración de esta solución en ácido clorhídrico es 0,5 M, aproximadamente.

b) Con soluciones de cloruro, sulfato o nitrato de lantano. En un matraz aforado de 1 litro, disolver 26,7 g de cloruro de lantano heptahidrato ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) o 31,2 g de nitrato de lantano hexahidrato [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] o 26,2 g de sulfato de lantano nonahidrato [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] en 150 ml de agua; añadir 85 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1). Dejar que se disuelva y enrasar con agua. Homogeneizar. La concentración de esta solución en ácido clorhídrico es 0,5 M, aproximadamente.

4.4. Soluciones de calibración

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

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica equipado con fuentes que emitan las líneas características de radiación de los elementos estudiados.

El químico se ajustará a las instrucciones del fabricante del aparato y deberá estar familiarizado con su manipulación. El aparato debe permitir corregir el fondo de llama, por si fuera necesario (por ejemplo, Zn). Los gases empleados serán el aire y el acetileno.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución de los elementos que deben determinarse

Véanse los métodos 10.1 y/o 10.2 y, si procede, 10.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Diluir una alícuota del extracto obtenido siguiendo los métodos 10.1, 10.2 o 10.3 con agua o ácido clorhídrico (4.1) o (4.2) de manera que se obtenga, en la solución final para la medida, una concentración del elemento en cuestión adecuada a la gama empleada de soluciones de calibración (7.2) y una concentración de ácido clorhídrico no inferior a 0,5 M pero no superior a 2,5 M. Esta operación puede requerir una o varias diluciones sucesivas.

La solución final debe obtenerse poniendo una alícuota del extracto diluido en un matraz aforado de 100 ml, siendo (a) ml el volumen de esta alícuota. Añadir 10 ml de la solución de sal de lantano elegida (4.3). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2) y homogeneizar. Sea D el factor de dilución.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación de la solución en blanco.

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

7.2. Preparación de las soluciones de calibración

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

7.3. Mediciones

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

Medir tres veces sucesivamente las soluciones de calibración (7.2), la solución problema (6.2) y la solución en blanco (7), anotando cada resultado; lavar a fondo el instrumento con agua destilada entre cada medida.

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

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

8. CÁLCULOS

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

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

Si se ha seguido el método 10.3:

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

siendo:

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

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

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

V el volumen del extracto obtenido con el método 10.1 o 10.2, en ml

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

M la masa de la muestra tomada según el método 10.1 o 10.2, en gramos.

Cálculo del factor de dilución D:

Si $(a_1), (a_2), (a_3), \dots, (a_n)$ y (a) son las alícuotas y $(v_1), (v_2), (v_3), \dots, (v_n)$ y (100) los volúmenes en ml correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_n/a_n) \times (100/a)$$

Método 10.5

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL BORO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ACIDIMETRÍA

1. OBJETO

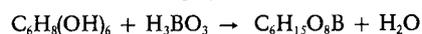
En el presente documento se describe un método para la determinación del boro en los extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 10.1 o 10.2, para los que la Directiva 89/530/CEE establece la declaración del contenido de boro total y/o del contenido de boro soluble en agua.

3. PRINCIPIO

El ión borato forma con el manitol un complejo manitobórico según la siguiente reacción :



El complejo se valora con una solución de hidróxido de sodio hasta un pH de 6,3.

4. REACTIVOS

4.1. Solución indicadora de rojo de metilo

En un matraz aforado de 100 ml, disolver 0,1 g de rojo de metilo (C₁₅H₁₅N₃O₂) en 50 ml de etanol al 95 %. Enrasar con agua. Homogeneizar.

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

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (HCl, ρ: 1,18 g/ml) y 20 volúmenes de agua.

4.3. Solución de hidróxido de sodio, aproximadamente 0,5 M

Debe estar exenta de dióxido de carbono. En un matraz aforado de 1 litro que contenga unos 800 ml de agua hervida, disolver 20 g de hidróxido de sodio (NaOH) en lentejas. Cuando la solución se haya enfriado, enrasar con agua hervida. Homogeneizar.

4.4. Solución patrón de hidróxido de sodio, aproximadamente 0,025 M

Debe estar exenta de dióxido de carbono. Diluir 20 veces la solución de hidróxido de sodio 0,5 M (4.3) con agua hervida y homogeneizar. Se determinará su valor expresado en boro (B) (véase el punto 9).

4.5. Solución de calibración de boro (100 µg/ml de B)

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver con agua 0,5719 g de ácido bórico (H₃BO₃), pesado con precisión de 0,1 mg. Enrasar con agua y homogeneizar. Pasar a un frasco de plástico para conservar en el frigorífico.

4.6. D-manitol (C₆H₁₄O₆) en polvo

4.7. Cloruro de sodio (NaCl).

5. APARATOS

5.1. pHmetro con electrodo de vidrio

5.2. Agitador magnético

5.3. Vaso de precipitados de 400 ml con barra de teflón.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del boro

Véanse los métodos 10.1, 10.2 y, en su caso, el 10.3.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Prueba

En el vaso de precipitados de 400 ml (5.3), introducir una alícuota (a) tomada del extracto (6.1) y que contenga entre 2 y 4 mg de boro (B). Añadir 150 ml de agua.

Añadir algunas gotas de la solución indicadora de rojo de metilo (4.1).

En caso de extracción por el método 10.2, acidificar añadiendo ácido clorhídrico 0,5 M (4.2) hasta que vire el indicador y añadir después un exceso de 0,5 ml de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2).

Añadir 3 g de cloruro de sodio (4.7) y llevar a ebullición para eliminar el dióxido de carbono. Dejar enfriar. Poner el vaso de precipitados en el agitador magnético (5.2) e introducir en él los electrodos del pHmetro (5.1), que habrá sido calibrado con anterioridad. Ajustar el pH a 6,3 exactamente, primero con la solución de hidróxido de sodio 0,5 M y después con la solución 0,025 M.

Añadir 20 g de D-manitol (4.6), disolver completamente y homogeneizar. Valorar con la solución de hidróxido de sodio 0,025 M (4.4) hasta alcanzar el pH de 6,3 (estabilidad de, al menos, 1 minuto). Llamaremos X_1 al volumen necesario.

8. ENSAYO EN BLANCO

Ejecutar un ensayo en blanco en las mismas condiciones desde la disolución y omitiendo únicamente el abono. Llamaremos X_0 al volumen necesario.

9. VALOR EN BORO (B) DE LA SOLUCIÓN DE HIDRÓXIDO DE SODIO (4.4)

Tomar con una pipeta 20 ml [equivalentes a 2,0 mg de boro (B)] de la solución de calibración (4.5) y pasarlos a un vaso de precipitados de 400 ml; añadir algunas gotas de solución indicadora de rojo de metilo (4.1). Añadir 3 g de cloruro de sodio (4.7) y solución de ácido clorhídrico (4.2) hasta que vire la solución indicadora (4.1).

Completar el volumen hasta, aproximadamente, 150 ml y llevar lentamente a ebullición para eliminar el dióxido de carbono. Dejar enfriar. Poner el vaso de precipitados en el agitador magnético (5.2) e introducir en él los electrodos del pHmetro (5.1), que habrá sido calibrado con anterioridad. Ajustar el pH a 6,3 exactamente, primero con la solución de hidróxido de sodio 0,5 M y después con la solución 0,025 M.

Añadir 20 g de D-manitol (4.6), disolver completamente y homogeneizar. Valorar con la solución de hidróxido de sodio 0,025 M (4.4) hasta alcanzar el pH de 6,3 (estabilidad de, al menos, 1 minuto). Llamaremos V_1 al volumen necesario.

Efectuar un ensayo en blanco del mismo modo, sustituyendo la solución de calibración por 20 ml de agua. Llamaremos V_0 al volumen necesario.

La equivalencia en boro (F) de la solución valorada de NaOH (4.4) es la siguiente:

$$F \text{ (en mg/ml)} = 2/(V_1 - V_0)$$

La correspondencia de 1 ml de solución de hidróxido de sodio exactamente 0,025 M es de 0,27025 mg de B.

10. CÁLCULOS

El porcentaje de boro (B) del abono es:

$$B (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

siendo:

B (%) el porcentaje en boro del abono

X_1 el volumen de la solución de hidróxido de sodio 0,025 M (4.4) necesario en la prueba (7.1), en ml

X_0 el volumen de la solución de hidróxido de sodio 0,025 M (4.4) necesario en el ensayo en blanco (8), en ml

F la equivalencia en boro (B) de la solución de hidróxido de sodio 0,025 M (4.4), en mg/ml

V el volumen del extracto obtenido según el método 10.1 o 10.2, en ml

a el volumen de la alícuota (7.1) tomada del extracto (6.1), en ml

M la masa de la muestra de abono tomada según el método 10.0 o 10.2, en gramos.

Método 10.6

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL COBALTO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR GRAVIMETRÍA CON 1-NITROSO-2-NAFTOL

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El procedimiento descrito se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 10.1 o 10.2, para los que la Directiva 89/530/CEE establece la declaración del contenido de cobalto.

3. PRINCIPIO

El cobalto III forma con el 1-nitroso-2-naftol un precipitado rojo de $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Tras llevar el cobalto presente en el extracto al estado de cobalto III, el cobalto se precipita en medio acético mediante una solución de 1-nitroso-2-naftol. Después de filtrar, el precipitado se lava y se seca hasta peso constante y posteriormente se pesa como $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de peróxido de hidrógeno al 30 % (H_2O_2 , ρ : 1,11 g/ml).

4.2. Solución de hidróxido de sodio, aproximadamente 2 M

Disolver 8 g de hidróxido de sodio en lentejas en 100 ml de agua.

4.3. Solución diluida de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ρ : 1,18 g/ml) y 1 volumen de agua.

4.4. Ácido acético (99,7 % de $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$, ρ : 1,05 g/ml).

4.5. Solución de ácido acético 1 : 2 (aproximadamente 6 M)

Mezclar 1 volumen de ácido acético (4.4) y 2 volúmenes de agua.

4.6. Solución de 1-nitroso-2-naftol en ácido acético

~~Disolver 4 g de 1-nitroso-2-naftol en 100 ml de ácido acético (4.4). Añadir 100 ml de agua tibia. Homogeneizar. Filtrar inmediatamente. La solución obtenida debe ser utilizada en el momento.~~

5. APARATOS

5.1. Crisol filtrante P16/ISO 4793, porosidad, 4, capacidad 30 o 50 ml.

5.2. Estufa de desecación regulada a $130 \pm 2^\circ\text{C}$.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del cobalto

Véanse los métodos 10.1 o 10.2.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Introducir una alícuota del extracto que no contenga más de 20 mg de Co en un vaso de precipitados de 400 ml. Si el extracto se ha obtenido siguiendo el método 10.2, acidificar con cinco gotas de ácido clorhídrico (4.3). Añadir unos 10 ml de la solución de peróxido de hidrógeno (4.1). Dejar que el oxidante actúe en frío durante 15 minutos y añadir después agua hasta unos 100 ml. Tapar el vaso de precipitados con un vidrio de reloj. Calentar y mantener en ebullición durante 10 minutos aproximadamente. Enfriar. Alcalinizar añadiendo gota a gota solución de hidróxido de sodio (4.2) hasta que el hidróxido de cobalto negro comience a precipitar.

7. PROCEDIMIENTO

Añadir 10 ml de ácido acético (4.4) y completar con agua hasta 200 ml, aproximadamente. Calentar hasta que comience a hervir. Añadir gota a gota con bureta 20 ml de la solución de 1-nitroso-2-naftol (4.6) agitando constantemente. Finalizar con una enérgica agitación a fin de que el precipitado se coagule.

Filtrar sobre un crisol filtrante (5.1) previamente tarado, evitando la colmatación del crisol. Para ello, comprobar que haya líquido por encima del precipitado a lo largo de toda la filtración.

Lavar el vaso de precipitados con ácido acético diluido (4.5) para arrastrar todo el precipitado, lavar el precipitado sobre el filtro con ácido acético diluido (4.5) y luego 3 veces con agua caliente.

Secar en una estufa (5.2) a $130^\circ \pm 2^\circ\text{C}$ hasta que alcance un peso constante.

8. CÁLCULOS

1 mg de precipitado de Co $(C_{10}H_6ONO)_3 \cdot 2H_2O$ corresponde a 0,096381 mg de Co.

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

$$\text{Co (\%)} = X \times 0,0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

siendo :

X la masa del precipitado, en mg

V el volumen de la solución del extracto, obtenido según el método 10.1 o 10.2, en ml

a el volumen de la alícuota tomada de la última dilución, en ml

D el factor de dilución de esta alícuota

M la masa de la muestra, en gramos.

Método 10.7

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL COBRE EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR VOLU-METRÍA

1. OBJETO

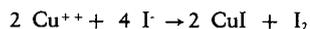
En el presente documento se describe un método para la determinación del cobre en los extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El procedimiento descrito se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 10.1 o 10.2, para los que la Directiva 89/530/CEE establece la declaración del contenido de cobre.

3. PRINCIPIO

Los iones cúpricos se reducen en medio ácido con yoduro de potasio :



El yodo así liberado se valora con una solución patrón de tiosulfato de sodio en presencia de almidón como indicador, según la siguiente reacción :



4. REACTIVOS

4.1. Ácido nítrico (HNO_3 , ρ : 1,40 g/ml)

4.2. Urea $[(\text{NH}_2)_2 \text{C}=\text{O}]$

4.3. Solución al 10 % (p/v) de bifluoruro de amonio (NH_4HF_2)

Guardar la solución en un recipiente de plástico.

4.4. Solución de hidróxido de amonio (1+1)

Mezclar un volumen de solución de hidróxido de amonio (NH_4OH , ρ : 0,9 g/ml) y un volumen de agua.

4.5. Solución patrón de tiosulfato de sodio

En un matraz aforado de 1 litro, disolver 7,812 g de tiosulfato de sodio pentahidrato ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) en agua. Esta solución ha de ser preparada de forma que 1 ml equivalga a 2 mg de Cu. Estabilizar la solución añadiendo unas gotas de cloroformo. La solución debe guardarse en un recipiente de vidrio y protegerse de la luz directa.

4.6. Yoduro de potasio (KI)

4.7. Solución de tiocianato de potasio (KSCN) al 25 % (p/v)

Conservar esta solución en un frasco de plástico.

4.8. Solución de almidón al 0,5 %, aproximadamente

Introducir en un vaso de precipitados de 600 ml 2,5 g de almidón $[(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n]$. Añadir 500 ml de agua aproximadamente. Llevar a ebullición agitando. Enfriar a temperatura ambiente. La solución no se conserva mucho tiempo.

5. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

5.1. Disolución del cobre

Véanse los métodos 10.1 y 10.2

6. PROCEDIMIENTO

6.1. Preparación de la solución de ensayo

Introducir una alícuota de la solución del extracto que no contenga menos de 20 o 40 mg de Cu en un Erlenmeyer de 500 ml. Eliminar el exceso de oxígeno eventualmente presente mediante una breve ebullición. Completar el volumen hasta 100 ml, aproximadamente, con agua. Añadir 5 ml de ácido nítrico (4.1) y hervir durante medio minuto, aproximadamente.

Retirar el Erlenmeyer de la fuente de calor, añadir 3 g, aproximadamente, de urea (4.2) y volver a hervir durante otro medio minuto, aproximadamente.

Retirar de la fuente de calor y añadir 200 ml de agua fría. Si es preciso, enfriar el contenido del Erlenmeyer a temperatura ambiente.

Añadir poco a poco amoníaco (4.4) hasta que la solución se vuelva azul. A continuación adicionar 1 ml más.

Añadir 50 ml de solución de bifluoruro de amonio (4.3) y mezclar.

Introducir 10 g de yoduro de potasio (4.6) y disolver.

6.2. Valoración de la solución

Colocar el Erlenmeyer sobre un agitador magnético. Introducir la varilla en el Erlenmeyer y regular el agitador a la velocidad deseada.

Añadir con una bureta solución patrón de tiosulfato sódico (4.5) hasta que disminuya la intensidad del color marrón del yodo liberado de la solución.

Introducir 10 ml de la solución de almidón (4.8).

Continuar la valoración con la solución de tiosulfato sódico (4.5) hasta la práctica desaparición del color púrpura.

Añadir 20 ml de solución de tiocianato de potasio (4.7) y proseguir la valoración hasta la desaparición total del color azul violeta.

Anotar el volumen empleado de la solución de tiosulfato.

7. CÁLCULOS

1 ml de la solución patrón de tiosulfato sódico (7,812 mg) corresponde a 2 mg de Cu.

El porcentaje de cobre en el abono es:

$$\text{Cu (\%)} = X \frac{V}{a \times M \times 5}$$

siendo:

X el volumen utilizado de la solución de tiosulfato sódico, en ml

V el volumen de la solución de extracto, obtenido según los métodos 10.1 o 10.2, en ml

a el volumen de la parte alícuota, en ml

M la masa, de la muestra tratada según los métodos 10.1 y 10.2, en gramos.

Método 10.8

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

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 10.1 y 10.2 para los cuales la Directiva 89/530/CEE establece la declaración del contenido de hierro total y/o de hierro soluble en agua.

3. PRINCIPIO

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

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M

Véase el punto 4.1 del método 10.4.

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

Véase el punto 4.2 del método 10.4.

4.3. Solución de peróxido de hidrógeno (H₂O₂ al 30 %, ρ = 1,11 g/ml) exenta de oligoelementos.

- 4.4. Soluciones de sal de lantano (10 g de La por litro)
Véase el punto 4.3 del método 10.4.
- 4.5. Soluciones de calibración del hierro
- 4.5.1. Solución madre de hierro (1 000 µg/ml)
En un vaso de precipitados de 500 ml, pesar 1 g de alambre de hierro puro, con una precisión de 0,1 mg, y añadir 200 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1) y 15 ml de solución de peróxido de hidrógeno (4.3). Calentar en placa calefactora hasta disolución completa, dejar enfriar y pasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar.
- 4.5.2. Solución de trabajo de hierro (100 µg/ml)
En un matraz aforado de 200 ml, introducir 20 ml de la solución madre (4.5.1). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica : véase el punto 5 del método 10.4. El aparato debe estar provisto de una fuente de radiación característica del hierro (248,3 nm).

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

- 6.1. Disolución del hierro
Véanse los métodos 10.1, 10.2 y, si procede, 10.3.
- 6.2. Preparación de una solución de ensayo
Véase en punto 6.2 del método 10.4. La solución de ensayo debe contener un 10 % (v/v) de una solución de sal de lantano.

7. PROCEDIMIENTO

- 7.1. Preparación de la solución en blanco
Véase el punto 7.1 del método 10.4. La solución en blanco debe contener un 10 % (v/v) de una solución de sal de lantano utilizada en 6.2.
- 7.2. Preparación de las soluciones de calibración
Véase el punto 7.2 del método 10.4.
Para un intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 y 10 µg/ml de hierro (Fe), introducir respectivamente en matraces aforados de 100 ml : 0, 2, 4, 6, 8 y 10 ml de la solución de trabajo (4.5.2). Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución de ensayo. Añadir 10 ml de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2. Enrasar con solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar. Estas soluciones contienen, respectivamente, 0, 2, 4, 6, 8 y 10 µg/ml de hierro (Fe).
- 7.3. Mediciones
Véase el punto 7.3 del método 10.4. Preparar el espectrómetro (5) para realizar las mediciones a una longitud de onda de 248,3 nm.

8. CÁLCULOS

Véase el punto 8 del método 10.4.

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

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

Si se ha seguido el método 10.3 :

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

siendo :

- Fe la cantidad de hierro (Fe), expresada en porcentaje del abono
 X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2), en µg/ml
 X_b la concentración de la solución en blanco (7.1), en µg/ml
 V el volumen del extracto obtenido con el método 10.1 o 10.2, en ml
 D el factor correspondiente a la dilución efectuada en (6.2)
 M la masa de la muestra tomada con arreglo al método 10.1 o 10.2, en gramos.

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

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_n/a_n) \times (100/a)$$

Método 10.9

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL MANGANESO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR VALORACIÓN COMO PERMANGANATO

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 10.1 y 10.2 para los que la Directiva 89/530/CEE establece la declaración del contenido del manganeso.

3. PRINCIPIO

En caso de que haya iones cloruro presentes en el extracto, se eliminan mediante ebullición del extracto, al que se habrá añadido ácido sulfúrico. El manganeso se oxida por medio de bismutato de sodio en ácido nítrico. El permanganato que se forma se reduce mediante un exceso de sulfato ferroso. Este exceso se valora con una solución de permanganato de potasio.

4. REACTIVOS

4.1. Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4 , ρ : 1,84 g/ml)

4.2. Ácido sulfúrico aproximadamente 9 M

Mezclar con cuidado 1 volumen de ácido sulfúrico concentrado (4.1) y un volumen de agua.

4.3. Ácido nítrico 6 M

Mezclar 3 volúmenes de ácido nítrico (HNO_3 , ρ : 1,40 g/ml) y 4 volúmenes de agua.

4.4. Ácido nítrico 0,3 M

Mezclar 1 volumen de ácido nítrico 6 M y 19 volúmenes de agua.

4.5. Bismutato de sodio ($NaBiO_3$) al 85 %.

4.6. Tierra de diatomeas.

4.7. Ácido ortofosfórico 15 M (H_3PO_4 , ρ : 1,71 g/ml).

4.8. Solución de sulfato ferroso 0,15 M

En un matraz aforado de 1 litro, disolver 41,6 g de sulfato ferroso heptahidrato ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$). Añadir 25 ml de ácido sulfúrico concentrado (4.1) y 25 ml de ácido fosfórico (4.7). Enrasar y homogeneizar.

4.9. Solución de permanganato de potasio 0,020 M

Pesar, con una precisión de 0,1 mg, 3,160 g de permanganato de potasio ($KMnO_4$), disolver y llevar a 1 000 ml con agua.

4.10. Solución de nitrato de plata 0,1 M

Disolver 1,7 g de nitrato de plata ($AgNO_3$) y llevar a 100 ml con agua.

5. APARATOS

5.1. Crisol filtrante P16/ISO 4793, porosidad 4, capacidad 50 ml, instalado sobre un matraz de filtración de 500 ml

5.2. Agitador magnético.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del manganeso

Véanse los métodos 10.1 y 10.2.

Si hay dudas sobre la presencia de iones cloruro, someter a prueba la solución con una gota de la solución de nitrato de plata (4.10).

6.2. En caso de que no haya iones cloruro, introducir en un vaso de precipitados de 400 ml una alícuota del extracto que contenga entre 10 y 20 mg de manganeso. Llevar a un volumen de 25 ml, aproximadamente, bien por evaporación o bien añadiendo agua. Añadir 2 ml de ácido sulfúrico concentrado (4.1).

6.3. Si hay iones cloruro, es necesario eliminarlos de la siguiente forma:

En un vaso de precipitados alto y de capacidad apropiada, introducir una alícuota del extracto que contenga entre 10 y 20 mg de manganeso. Añadir 5 ml de ácido sulfúrico 9 M (4.2). Bajo una campana extractora, llevar a ebullición sobre placa calefactora y mantener la ebullición hasta que haya una liberación abundante de humos blancos. Proseguir hasta que el volumen se reduzca a 2 ml, aproximadamente (fina capa de líquido almibarado en el fondo del vaso). Llevar de nuevo el vaso de precipitados a temperatura ambiente. Añadir con cuidado 25 ml de agua y comprobar una vez más la ausencia de cloruros con una gota de la solución de nitrato de plata (4.10). Si quedan aún cloruros, comenzar de nuevo la operación tras haber añadido 5 ml de ácido sulfúrico 9 M (4.2).

7. PROCEDIMIENTO

En el vaso de precipitados de 400 ml que contiene la solución problema, poner 25 ml de ácido nítrico 6 M (4.3) y 2,5 g de bismutato de sodio (4.5). Con el agitador magnético (5.2), agitar energicamente durante 3 minutos. Añadir 50 ml de ácido nítrico 0,3 M (4.4) y agitar de nuevo.

Filtrar en vacío con un crisol (5.1) cuyo fondo se ha cubierto de tierra de diatomeas (4.6). Lavar varias veces el crisol con ácido nítrico 0,3 M (4.4) hasta obtener un filtrado incoloro.

Transferir el filtrado y la solución de lavado a un vaso de precipitados de 500 ml. Mezclar y añadir 25 ml de solución de sulfato ferroso 0,15 M (4.8). Si el filtrado se vuelve amarillo tras la adición de sulfato ferroso, añadir 3 ml de ácido ortofosfórico 15 M (4.7).

Valorar mediante una bureta el exceso de sulfato ferroso con la solución de permanganato de potasio 0,02 M (4.9) hasta obtener un color rosa estable durante 1 minuto.

Efectuar una determinación en blanco en las mismas condiciones omitiendo únicamente la muestra.

Nota: la solución oxidada no debe entrar en contacto con caucho.

8. CÁLCULOS

1 ml de solución de permanganato de potasio 0,02 M corresponde a 1,099 mg de manganeso (Mn).

$$M_n (\%) \text{ del abono} = (X_b - X_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

siendo:

X_b es el volumen, del permanganato utilizado en la prueba en blanco, en ml

X_s el volumen, del permanganato utilizado en la prueba con la muestra, en ml

V el volumen, del extracto obtenido según los métodos 10.1 y 10.2, en ml

a el volumen, de la alícuota tomada del extracto, en ml

M la masa, de la muestra, en gramos.

Método 10.10

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL MOLIBDENO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR GRAVIMETRÍA CON 8-HIDROXIQUINOLEÍNA

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El procedimiento descrito se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 10.1 y 10.2 para los que la Directiva 89/530/CEE establece la declaración del contenido de molibdeno.

3. PRINCIPIO

La determinación cuantitativa del molibdeno se realiza por precipitación como oxinato de molibdeno en unas condiciones determinadas.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido sulfúrico, aproximadamente 1 M

En un matraz aforado de 1 litro que contenga 800 ml de agua, poner con cuidado 55 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4 , $\rho = 1,84$ g/ml). Homogeneizar. Dejar enfriar y completar hasta 1 litro. Homogeneizar.

4.2. Solución amoniacal diluida (1 : 3)

Mezclar 1 volumen de amoníaco concentrado (NH_4OH , $\rho = 0,9$ g/ml) y 3 volúmenes de agua.

4.3. Solución de ácido acético diluido (1 : 3)

Mezclar 1 volumen de ácido acético concentrado (99,7 % de CH_3COOH , $\rho = 1,049$ g/ml) y 3 volúmenes de agua.

4.4. Solución de sal disódica de ácido etilendiaminotetraacético (EDTA)

En un matraz aforado de 100 ml, disolver en agua 5 g de Na_2 EDTA. Enrasar y homogeneizar.

4.5. Solución tampón

En un matraz aforado de 100 ml, disolver en agua 15 ml de ácido acético concentrado y 30 g de acetato de amonio. Enrasar.

4.6. Solución de 8-hidroxiquinoleína (oxina)

En un matraz aforado de 100 ml, disolver 3 g de hidroxiquinoleína en 5 ml de ácido acético concentrado. Añadir 80 ml de agua. Añadir gota a gota solución amoniacal (4.2) hasta que la solución se enturbie, y a continuación ácido acético (4.3) hasta que la solución vuelva a estar límpida. Enrasar con agua.

5. APARATOS

- 5.1. Crisol filtrante P16/ISO 4793, porosidad 4, capacidad 30 ml.
5.2. pHmetro con electrodos de vidrio
5.3. Estufa de secado regulada a 130-135 °C.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del molibdeno

Véanse los métodos 10.1 y 10.2.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación de la solución de ensayo

Introducir en un vaso de precipitados de 250 ml una alícuota que contenga entre 25 y 100 mg de Mo. Completar el volumen con agua hasta 50 ml.

Llevar esta solución a un pH de 5 añadiendo gota a gota solución de ácido sulfúrico (4.1).

Añadir 15 ml de solución de EDTA (4.4) y, a continuación, 5 ml de solución tampón (4.5). Completar hasta 80 ml, aproximadamente, con agua.

7.2. Obtención y lavado del precipitado

Obtención del precipitado

Calentar ligeramente la solución. Mientras se agita constantemente, añadir la solución de oxina (4.6). Proseguir la precipitación hasta que ya no se observe formación de sedimento. Añadir un exceso de reactivo hasta que la solución sobrenadante tome un ligero color amarillo. Normalmente, debería ser suficiente una cantidad de 20 ml. Continuar calentando levemente el precipitado durante 2 o 3 minutos.

Filtración y lavado

Filtrar con un crisol filtrante (5.1). Aclarar varias veces con volúmenes de 20 ml de agua caliente. El agua del aclarado debe hacerse progresivamente incolora, lo que indica que ya no hay oxina.

7.3. Pesada del precipitado

Secar el precipitado a 130-135 °C hasta que alcance un peso constante (1 hora al menos).

Dejar enfriar en un desecador y pesar.

8. CÁLCULOS

1 mg de oxinato de molibdenilo, $\text{MoO}_2(\text{C}_8\text{H}_7\text{ON})_2$ corresponde a 0,2305 mg de Mo.

$$\text{Mo (\%)} \text{ del abono} = X \times 0,02305 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

siendo:

- X la masa del precipitado de oxinato de molibdenilo, en mg
V el volumen de la solución del extracto, obtenido según el método 10.1 o 10.2, en ml,
a el volumen de la alícuota tomada de la última dilución, en ml
D el factor de dilución de esta alícuota
M la masa de la muestra, en gramos.

Método 10.11

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

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 10.1 y 10.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una declaración del contenido de zinc.

3. PRINCIPIO

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

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M

Véase el punto 4.1 del método 10.4.

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

Véase el punto 4.2 del método 10.4.

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

Véase el punto 4.3 del método 10.4.

4.4. Soluciones de calibración del zinc

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

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

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

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

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica: véase el punto 5 del método 10.4. El aparato debe estar provisto de una fuente de radiación característica del zinc (213,8 nm) y de un corrector de fondo.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del zinc

Véanse los métodos 10.1, 10.2 y, si procede, 10.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Véase el punto 6.2 del método 10.4. La solución de ensayo debe contener un 10 % (v/v) de una solución de sal de lantano.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación de la solución en blanco

Véase el punto 7.1 del método 10.4. La solución en blanco debe contener un 10 % (v/v) de la solución de sal de lantano utilizado en 6.2.

7.2. Preparación de las soluciones de calibración

Véase el punto 7.2 del método 10.4.

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

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

7.3. Mediciones

Véase el punto 7.3 del método 10.4. Preparar el espectrómetro (5) para realizar las mediciones a una longitud de onda de 213,8 nm.

8. CÁLCULOS

Véase el punto 8 del método 10.4.

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

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

Si se ha seguido el método 10.3.:

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

siendo:

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

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

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

V el volumen del extracto obtenido con el método 10.1 o 10.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en 6.2.

M la masa de la muestra tomada con arreglo al método 10.1 o 10.2, en gramos.

Cálculo del factor de dilución D: si (a₁), (a₂), (a₃), ..., (a_i) y (a) son las alícuotas y (v₁), (v₂), (v₃), ..., (v_i) y (100) los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a:

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