

REAL DECRETO 1163/1991, DE 22 DE JULIO, POR EL QUE SE APRUEBAN LOS METODOS OFICIALES DE ANALISIS DE FERTILIZANTES.

LAS ORDENES DE 30 DE NOVIEMBRE DE 1976 (<BOLETIN OFICIAL DEL ESTADO> DE 4 DE ENERO DE 1977), DE 31 DE JULIO DE 1979 (<BOLETIN OFICIAL DEL ESTADO> DE 29 Y 30 DE AGOSTO), DE 17 DE SEPTIEMBRE DE 1981 (<BOLETIN OFICIAL DEL ESTADO> DE 14 DE OCTUBRE), DE 1 DE DICIEMBRE DE 1981 (<BOLETIN OFICIAL DEL ESTADO> DE 20 DE ENERO DE 1982) Y 18 DE JULIO DE 1989 (<BOLETIN OFICIAL DEL ESTADO> DEL 25) ESTABLECIERON DIVERSOS METODOS OFICIALES DE ANALISIS DE FERTILIZANTES.

COMO CONSECUENCIA DE LA PLENA INTEGRACION DE ESPAÑA EN LA COMUNIDAD ECONOMICA EUROPEA SE HACE NECESARIO ARMONIZAR LA LEGISLACION NACIONAL CON LA CORRESPONDIENTE COMUNITARIA EN LO REFERENTE A LOS METODOS DE TOMA DE MUESTRAS Y ANALISIS DE LOS ABONOS ADAPTANDOLOS A LO DISPUESTO EN LA DIRECTIVA DE LA COMISION 89/519/CEE, DE 1 DE AGOSTO DE 1989 (<DIARIO OFICIAL DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS> NUMERO 265, DE 12 DE SEPTIEMBRE DE 1989). ESTA ARMONIZACION SOBRE LOS METODOS DE TOMA DE MUESTRAS Y ANALISIS DE LOS ABONOS PREVE QUE SE TOMEN MUESTRAS DE ESTOS PRODUCTOS DE CONFORMIDAD CON LOS METODOS COMUNITARIOS A FIN DE COMPROBAR LAS CONDICIONES SOBRE LA CALIDAD Y COMPOSICION DE LOS ABONOS, ASI COMO ELIMINAR LOS OBSTACULOS TECNICOS A LOS INTERCAMBIOS EN EL SECTOR, DE ACUERDO TODO ELLO CON LAS NORMAS COMUNITARIAS.

EL CONTENIDO DE LA PRESENTE NORMA DETERMINA REQUISITOS SANITARIOS, POR LO QUE LA MISMA SE DICTA, SIN PERJUICIO DE LA EXISTENCIA DE OTROS TITULOS COMPETENCIALES, EN APLICACION DE LO DISPUESTO EN EL ARTICULO 40.2 DE LA LEY 14/1986, DE 25 DE ABRIL, GENERAL DE SANIDAD Y AL AMPARO DEL ARTICULO 149.1.16. DE LA CONSTITUCION ESPAÑOLA.

EN SU VIRTUD, A PROPUESTA DE LOS MINISTROS DE ECONOMIA Y HACIENDA; DE INDUSTRIA, COMERCIO Y TURISMO; DE AGRICULTURA, PESCA Y ALIMENTACION, Y DE SANIDAD Y CONSUMO, PREVIO INFORME PRECEPTIVO DE LA COMISION INTERMINISTERIAL PARA LA ORDENACION ALIMENTARIA Y OIDOS LOS REPRESENTANTES DE LAS ORGANIZACIONES AFECTADAS, DE ACUERDO CON EL CONSEJO DE ESTADO, PREVIA DELIBERACION DEL CONSEJO DE MINISTROS EN SU REUNION DEL DIA 19 DE JULIO DE 1991, DISPONGO:

ARTICULO 1. SE APRUEBAN COMO OFICIALES LOS METODOS DE ANALISIS DE FERTILIZANTES QUE SE DETALLAN EN EL ANEXO.

ART. 2. CUANDO NO EXISTAN METODOS OFICIALES PARA DETERMINADOS ANALISIS DE FERTILIZANTES Y HASTA TANTO LOS MISMOS NO SEAN APROBADOS POR EL ORGANO COMPETENTE Y PREVIAMENTE INFORMADOS POR LA COMISION INTERMINISTERIAL PARA LA ORDENACION ALIMENTARIA, PODRAN SER UTILIZADOS LOS APROBADOS POR LOS ORGANISMOS NACIONALES O INTERNACIONALES DE RECONOCIDA SOLVENCIA.

DISPOSICION ADICIONAL

LO DIPUESTO EN EL PRESENTE REAL DECRETO Y LOS METODOS OFICIALES QUE APRUEBA SE DICTAN DE ACUERDO CON LO ESTABLECIDO EN EL ARTICULO 40.2 DE LA LEY 14/1986, DE 25 DE ABRIL, GENERAL DE SANIDAD, Y AL AMPARO DEL ARTICULO 149.1.16. DE LA CONSTITUCION ESPAÑOLA.

DISPOSICION DEROGATORIA

QUEDAN DEROGADAS LAS DISPOSICIONES DE IGUAL O INFERIOR RANGO QUE SE OPONGAN AL PRESENTE REAL DECRETO Y EN PARTICULAR EL METODO NUMERO 10(C) QUE FIGURA EN LA ODEN DE 30 DE NOVIEMBRE DE 1976

(<BOLETIN OFICIAL DEL ESTADO> DE 4 DE ENERO DE 1977), LOS METODOS NUMEROS 25, 26, 27, 31, 34(A) Y 34(B) QUE FIGURAN EN LA ORDEN DE 31 DE JULIO DE 1979 (<BOLETIN OFICIAL DEL ESTADO> DE 29 Y 30 DE AGOSTO) Y LOS METODOS NUMEROS 24(A), 24(B), 24(C) Y 24(D) DE LA ORDEN DE 18 DE JULIO DE 1989 (<BOLETIN OFICIAL DEL ESTADO> DE 25 DE JULIO DE 1989).

DADO EN MADRID A 22 DE JULIO DE 1991.

JUAN CARLOS R.

EL MINISTRO DE RELACIONES CON LAS CORTES

Y DE LA SECRETARIA DEL GOBIERNO,

VIRGILIO ZAPATERO GOMEZ

INDICE

24(A). EXTRACCION DEL CALCIO TOTAL, DEL MAGNESIO TOTAL, DEL SODIO TOTAL Y DEL AZUFRE TOTAL EN FORMA DE SULFATO.

24(B).

EXTRACCION DEL AZUFRE TOTAL PRESENTE EN DIVERSAS FORMAS.

24(C).

EXTRACCION DE LAS FORMAS SOLUBLES EN AGUA DEL CALCIO, DEL MAGNESIO, DEL SODIO Y DEL AZUFRE EN FORMA DE SULFATO.

24(D). EXTRACCION DEL AZUFRE SOLUBLE EN AGUA, PRESENTE EN DIVERAS FORMAS.

24(E). EXTRACCION Y DETERMINACION CUANTITATIVA DEL AZUFRE ELEMENTAL.

24(F).

DETERMINACION MANGANIMETRICA DEL CALCIO EXTRAIDO POR PRECIPITACION EN FORMA DE OXALATO.

24(G). DETERMINACION CUANTITATIVA DEL MAGNESIO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.

24(H).

DETERMINACION CUANTITATIVA DEL MAGNESIO POR COMPLEXOMETRIA.

24(I).

DETERMINACION CUANTITATIVA DE LOS SULFATOS.

24(J). DETERMINACION CUANTITATIVA DEL SODIO EXTRAIDO.

24(A). EXTRACCION DEL CALCIO TOTAL, DEL MAGNESIO TOTAL, DEL SODIO TOTAL Y DEL AZUFRE TOTAL EN FORMA DE SULFATO

24(A).1 PRINCIPIO. DISOLUCION EN ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO MEDIANTE EBULLICION DEL CALCIO TOTAL, DEL MAGNESIO TOTAL, DEL SODIO TOTAL Y DEL AZUFRE TOTAL EN FORMA DE SULFATO, PARA EFECTUAR, EN LA MEDIDA DE LO POSIBLE, UNA UNICA EXTRACCION A PARTIR DE LA CUAL PODER DETERMINAR CADA UNO DE ESTOS ELEMENTOS.

ESTE METODO ES APLICABLE A LOS ABONOS CEE EN LOS QUE, SEGUN LO DISPUESTO POR LA DIRECTIVA 89/284/CEE, HAY QUE DECLARAR EL CALCIO TOTAL, EL MAGNESIO TOTAL, EL SODIO TOTAL Y EL AZUFRE TOTAL EN FORMA DE SULFATO.

24(A).2 MATERIAL Y APARATOS. PLACA CALEFACTORA ELECTRICA DE TEMPERATURA REGULABLE.

24(A).3 REACTIVOS. ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO (1:1).

UN VOLUMEN DE ACIDO CLORHIDRICO (DENSIDAD 1,18) POR UN VOLUMEN DE AGUA DESTILADA.

24(A).4 PROCEDIMIENTO:

24(A).4.1 PREPARACION DE LA MUESTRA. VER METODO NUMERO 2.

24(A).4.2 TOMA DE MUESTRA. EL CALCIO, EL MAGNESIO, EL SODIO Y EL AZUFRE DE LOS SULFATOS SE DETERMINARAN A PARTIR DE LA MUESTRA DE 5 G QUE SE HABRA PESADO CON PRECISION DE 1 MG.

NO OBSTANTE, CUANDO EL CONTENIDO EN AZUFRE (S) DEL ABONO SEA SUPERIOR AL 15 POR 100, ESTO ES, UN 37,5 POR 100 DE SO₃, Y EL CONTENIDO

EN CALCIO (CA) SEA SUPERIOR AL 18,8 POR 100, ESTO ES, UN 26,3 POR 100 DE CAO, EL CALCIO Y EL AZUFRE SE DETERMINARAN A PARTIR DE UNA MUESTRA DE 1 G QUE SE HABRA PESADO CON PRECISION DE 1 MG.

LAS MUESTRAS SE INTRODUCIRAN EN VASOS DE PRECIPITADO DE 600 ML.

24(A).4.3 DISOLUCION. AÑADIR APROXIMADAMENTE 400 ML DE AGUA Y 50 ML DE ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO (24(A).3) EN PEQUEÑAS PORCIONES Y CON PRECAUCION SI EL PRODUCTO CONTIENE UNA CANTIDAD IMPORTANTE DE CARBONATOS. HERVIR Y MANTENER EN EBULLICION DURANTE TREINTA MINUTOS. DEJAR ENFRIAR AGITANDO DE VEZ EN CUANDO.

TRASVASAR CUANTITATIVAMENTE A UN MATRAZ AFORADO DE 500 ML.

AÑADIR AGUA HASTA ALCANZAR ESTE VOLUMEN. HOMOGENEIZAR POR AGITACION. FILTRAR A TRAVES DE UN FILTRO SECO EN UN RECIPIENTE SECO. DESECHAR LAS PRIMERAS PORCIONES. EL EXTRACTO HA DE ESTAR PERFECTAMENTE LIMPIDO. TAPAR SI EL FILTRADO NO VA A UTILIZARSE INMEDIATAMENTE.

24(A).5 REFERENCIAS. DIRECTIVA DE LA COMISION 89/519/CEE. <DIARIO OFICIAL DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS> NUMERO L 265, DE 12 DE SEPTIEMBRE DE 1989. METODO 8.1.

24(B). EXTRACCION DEL AZUFRE TOTAL PRESENTE EN DIVERSAS FORMAS

24(B).1 PRINCIPIO. EXTRACCION DEL AZUFRE TOTAL PRESENTE EN LOS ABONOS EN FORMA ELEMENTAL Y/O EN DIVERSAS FORMAS, TRANSFORMANDOLO EN MEDIO FUERTEMENTE ALCALINO EN POLISULFUROS Y TIOSULFATOS, Y OXIDACION DE ESTOS Y DE LOS SULFITOS EVENTUALMENTE PRESENTE CON PEROXIDO DE HIDROGENO. LAS DIVERSAS FORMAS DE AZUFRE SE TRANSFORMAN ASI EN SULFATO QUE SE CUANTIFICA EN FORMA DE SULFATO DE BARIO PRECIPITADO (METODO 24(I)).

EL PRESENTE METODO SE APLICA A LOS ABONOS CEE EN LOS QUE, SEGUN LO DISPUESTO EN LA DIRECTIVA 89/284/CEE, HAY QUE DECLARAR EL AZUFRE TOTAL PRESENTE EN DIVERSAS FORMAS (ELEMENTAL, TIOSULFATO, SULFITO, SULFATO).

24(B).2 MATERIAL Y APARATOS. PLACA CALEFACTORA ELECTRICA DE TEMPERATURA REGULABLE.

24(B).3 REACTIVOS:

24(B).3.1 ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO (1:1).

UN VOLUMEN DE ACIDO CLORHIDRICO (DENSIDAD 1,18) POR UN VOLUMEN DE AGUA DESTILADA.

24(B).3.2 SOLUCION DE HIDROXIDO DE SODIO AL 30 POR 100 DE NAOH COMO MINIMO (DENSIDAD 1,33).

24(B).3.3 SOLUCION DE PEROXIDO DE HIDROGENO AL 30 POR 100 EN MASA.

24(B).3.4 CLORURO DE BARIO $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, SOLUCION ACUOSA DE 122 G/L.

24(B).4 PROCEDIMIENTO:

24(B).4.1 PREPARACION DE LA MUESTRA: VER METODO NUMERO 2.

24(B).4.2 TOMA DE MUESTRA: PESAR, CON PRECISION DE 1 MG, UNA CANTIDAD DE ABONO QUE CONTENGA ENTRE 80 Y 350 MG DE AZUFRE (S), ESTO ES, DE 200 A 875 MG DE SO_3

EN LA MAYORIA DE LOS CASOS ($S < 15$ POR 100), SE PESARAN 2,5 G.

INTRODUCIR LA MUESTRA EN UN VASO DE PRECIPITADO DE 400 ML.

24(B).4.3 OXIDACION. AÑADIR 20 ML DE SOLUCION DE HIDROXIDO DE SODIO (24(B).3.2) Y 20 ML DE AGUA. TAPAR CON UN VIDRIO DE RELOJ. HERVIR DURANTE CINCO MINUTOS SOBRE LA PLACA CALEFACTORA (24(B).2).

RETIRAR DE LA PLACA. ARRASTRAR EL AZUFRE ADHERIDO A LAS PAREDES DEL VASO DE PRECIPITADO CON UN CHORRO DE AGUA HIRVIENDO. HERVIR Y MANTENER EN EBULLICION DURANTE VEINTE MINUTOS. DEJAR ENFRIAR. AÑADIR EL PEROXIDO DE HIDROGENO (24(B).3.3) EN DOSIS DE 2 ML HASTA QUE DESAPAREZCA LA REACCION.

NORMALMENTE SON NECESARIOS DE 6 A 8 ML DE PEROXIDO DE HIDROGENO. DEJAR QUE PROSIGA LA OXIDACION EN FRIO DURANTE UNA HORA, LUEGO HERVIR DURANTE MEDIA HORA. DEJAR ENFRIAR.

24(B).4.4 PREPARACION DE LA SOLUCION PROBLEMA.

AÑADIR APROXIMADAMENTE 50 ML DE AGUA Y 50 ML DE LA SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO (24(B).3.1):

SI EL CONTENIDO DE AZUFRE (S) ES INFERIOR AL 5 POR 100: FILTRAR LA SOLUCION EN UN VASO DE PRECIPITADO DE 600 ML. LAVAR REPETIDAS VECES CON AGUA FRIA EL RESIDUO DEL FILTRO. AL TERMINAR EL LAVADO, COMPROBAR QUE NO QUEDEN SULFATOS EN LAS ULTIMAS GOTAS DEL FILTRADO CON AYUDA DE LA SOLUCION DE CLORURO DE BARIO (24(B).3.4). EL FILTRADO DEBE ESTAR PERFECTAMENTE LIMPIDO. LA DETERMINACION CUANTITATIVA DE LOS SULFATOS SE EFECTUARA EN LA TOTALIDAD DEL FILTRADO SIGUIENDO EL METODO 24(I).

SI EL CONTENIDO EN AZUFRE (S) ES DEL 5 POR 100 O MAS: TRASVASAR CUANTITATIVAMENTE EL CONTENIDO DEL VASO DE PRECIPITADO A UN MATRAZ AFORADO DE 250 ML. ENRASAR CON AGUA. HOMOGENEIZAR POR AGITACION. FILTRAR A TRAVES DE UN FILTRO SECO EN UN RECIPIENTE SECO. EL FILTRADO DEBE ESTAR PERFECTAMENTE LIMPIDO. TAPAR EL RECIPIENTE SI LA SOLUCION NO VA A UTILIZARSE INMEDIATAMENTE. LA DETERMINACION CUANTITATIVA DE LOS SULFATOS SE EFECTUARA EN UNA ALICUOTA DE ESTA SOLUCION POR PRECIPITACION EN FORMA DE SULFATO DE BARIO SIGUIENDO EL METODO 24(I). 24(B).5 REFERENCIAS. DIRECTIVA DE LA COMISION 89/519/CEE.

<DIARIO OFICIAL DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS> NUMERO L 265, DE 12 DE SEPTIEMBRE DE 1989. METODO 8.2.

24(C). EXTRACCION DE LAS FORMAS SOLUBLES EN AGUA DEL CALCIO, DEL MAGNESIO, DEL SODIO Y DEL AZUFRE PRESENTE EN FORMA DE SULFATO 24(C).1 PRINCIPIO. DISOLUCION, EN AGUA HIRVIENDO, DEL CALCIO, DEL MAGNESIO, DEL SODIO Y DEL AZUFRE EN FORMA DE SULFATO, PARA EFECTUAR, EN LA MEDIDA DE LO POSIBLE, UNA UNICA EXTRACCION A PARTIR DE LA CUAL PODER DETERMINAR LA CANTIDAD DE CADA UNO DE ESTOS ELEMENTOS CONTENIDA EN LOS ABONOS.

ESTE METODO ES APLICABLE A LOS ABONOS CEE EN LOS QUE, SEGUN LO DISPUESTO POR LA DIRECTIVA 89/284/CEE, HAY QUE DECLARAR EL CALCIO, EL MAGNESIO, EL SODIO Y EL AZUFRE EN FORMA DE SULFATO, SOLUBLES EN AGUA.

24(C).2 MATERIAL Y APARATOS. PLACA CALEFACTORA ELECTRICA DE TEMPERATURA REGULABLE.

24(C).3 REACTIVOS. AGUA DESTILADA O DESMINERALIZADA DE CALIDAD EQUIVALENTE.

24(C).4 PROCEDIMIENTO:

24(C).4.1 PREPARACION DE LA MUESTRA. VER METODO NUMERO 2.

24(C).4.2 TOMA DE MUESTRA:

24(C).4.2.1 ABONO SIN AZUFRE O QUE CONTENGA SIMULTANEAMENTE, Y A LO SUMO, UN 3 POR 100 DE AZUFRE (S) (= 7,5 POR 100 SO 3) Y UN 4 POR 100 DE CALCIO (CA) (= 5,6 POR 100 CAO):

PESAR, CON PRECISION DE 1 MG, 5 G DE ABONO.

24(C).4.2.2 ABONO QUE CONTENGA MAS DE UN 3 POR 100 DE AZUFRE (S) Y DE UN 4 POR 100 DE CALCIO (CA): PESAR, CON PRECISION DE 1 MG, 1 G DE ABONO. INTRODUCIR EN UN VASO DE PRECIPITADO DE 600 ML LA MUESTRA PESADA SEGUN (24(C).4.2.1) O (24(C).4.2.2).

24(C).4.3 DISOLUCION. AÑADIR APROXIMADAMENTE 400 ML DE AGUA. HERVIR DURANTE TREINTA MINUTOS. DEJAR ENFRIAR AGITANDO DE VEZ EN CUANDO. TRASVASAR CUANTITATIVAMENTE A UN MATRAZ AFORADO DE 500

ML. ENRASAR CON AGUA. HOMOGENEIZAR POR AGITACION. FILTRAR, A TRAVES DE UN FILTRO SECO, EN UN RECIPIENTE SECO.

DESECHAR LAS PRIMERAS PORCIONES. EL FILTRADO HA DE ESTAR PERFECTAMENTE LIMPIDO.

TAPAR EL RECIPIENTE SI LA SOLUCION NO VA A UTILIZARSE INMEDIATAMENTE.

24(C).5 REFERENCIAS. DIRECTIVA DE LA COMISION 89/519/CEE.

<DIARIO OFICIAL DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS> NUMERO L 26 5, DE 12 DE SEPTIEMBRE DE 1989. METODO 8.3.

24(D). EXTRACCION DEL AZUFRE SOLUBLE EN AGUA, PRESENTE EN DIVERSAS FORMAS

24(D).1 PRINCIPIO. DISOLUCION EN AGUA FRIA DEL AZUFRE PRESENTE EN DIVERSAS FORMAS (TIOSULFATO, SULFITO Y SULFATO) Y TRANSFORMACION EN SULFATO POR OXIDACION CON PEROXIDO DE HIDROGENO EN MEDIO ALCALINO.

ESTE METODO ES APLICABLE A LOS ABONOS EN LOS QUE, SEGUN LO DISPUESTO EN LA DIRECTIVA 89/284/CEE, HAY QUE DECLARAR EL AZUFRE SOLUBLE EN AGUA PRESENTE EN DIVERSAS FORMAS (TIOSULFATO, SULFITO, SULFATO).

24(D).2 MATERIAL Y APARATOS:

24(D).2.1 MATRAZ AFORADO DE 500 ML.

24(D).2.2 AGITADOR ROTATIVO REGULADO 34/40 RPM.

24(D).2.3 PLACA CALEFACTORA ELECTRICA DE TEMPERATURA REGULABLE.

24(D).3 REACTIVOS:

24(D).3.1 ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO (1:1). UN VOLUMEN DE ACIDO CLORHIDRICO (DENSIDAD 1,18) POR UN VOLUMEN DE AGUA DESTILADA.

24(D).3.2 SOLUCION DE HIDROXIDO SODICO AL 30 POR 100 DE NAOH COMO MINIMO (DENSIDAD 1,33).

24(D).3.3 SOLUCION DE PEROXIDO DE HIDROGENO AL 30 POR 100 EN MASA.

24(D).4 PROCEDIMIENTO:

24(D).4.1 PREPARACION DE LA MUESTRA. VER METODO NUMERO 2.

24(D).4.2 TOMA DE MUESTRA:

24(D).4.2.1 ABONO QUE CONTENGA SIMULTANEAMENTE Y A LO SUMO, UN 3 POR 100 DE AZUFRE (S) (= 7,5 POR 100 SO 3) Y UN 4 POR 100 DE CALCIO (CA) (= 5,6 POR 100 DE CAO): PESAR 5 G DE ABONO CON PRECISION DE 1 MG.

24(D).4.2.2 ABONO QUE CONTENGA MAS DE UN 3 POR 10 DE AZUFRE (S) Y DE UN 4 POR 100 DE CALCIO (CA): PESAR 1 G DE ABONO CON PRECISION DE 1 MG. INTRODUCIR EN UN MATRAZ AFORADO DE 500 ML (24(D).2.1) LA MUESTRA PESADA SEGUN (24(D).4.2.1) O (24(D).4.2.2).

24(D).4.3 DISOLUCION. AÑADIR APROXIMADAMENTE 400 ML DE AGUA.

TAPAR. AGITAR (24(D).2.2) DURANTE TREINTA MINUTOS. ENRASAR CON AGUA. HOMOGENEIZAR POR AGITACION.

FILTRAR A TRAVES DE UN FILTRO SECO EN UN RECIPIENTE SECO. TAPAR SI LA SOLUCION NO VA A UTILIZARSE INMEDIATAMENTE.

24(D).4.4 OXIDACION DE LA ALICUOTA QUE VA A ANALIZARSE. TOMAR UNA ALICUOTA DE LA SOLUCION DE EXTRACCION QUE NO SEA SUPERIOR A 50 ML Y QUE CONTENGA ENTRE 20 Y 100 MG DE AZUFRE (S). INTRODUCIRLA EN UN VASO DE PRECIPITADO DE CAPACIDAD ADECUADA. EN CASO NECESARIO LLEVAR EL VOLUMEN A UNOS 50 ML CON AGUA.

AÑADIR 3 ML DE SOLUCION DE HIDROXIDO DE SODIO (24(D).3.2) Y 2 ML DE SOLUCION DE PEROXIDO DE HIDROGENO (24(D).3.3).

TAPAR CON UN VIDRIO DE RELOJ Y DEJAR HERVIR MODERADAMENTE DURANTE UNA HORA SOBRE LA PLACA CALEFACTORA (24(D).2.3). AÑADIR, EN DOSIS DE 1 ML, SOLUCION DE PEROXIDO DE HIDROGENO, HASTA QUE CESE LA REACCION (A LO SUMO 5 ML).

DEJAR ENFRIAR, RETIRAR Y LAVAR EL VIDRIO DE RELOJ DEL VASO DE PRECIPITADO. ACIDIFICAR CON APROXIMADAMENTE 20 ML DE ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO (24(D)).3.1. AÑADIR AGUA HASTA COMPLETAR 300 ML. EFECTUAR LA DETERMINACION CUANTITATIVA DE LOS SULFATOS DE TODA LA SOLUCION OXIDADA SIGUIENDO EL METODO 24(I).

24(D).5 REFERENCIAS. DIRECTIVA DE LA COMISION 89/519/CEE. <DIARIO OFICIAL DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS> NUMERO L 265, DE 12 DE SEPTIEMBRE DE 1989. METODO 8.4.

24(E). EXTRACCION Y DETERMINACION CUANTITATIVA DEL AZUFRE ELEMENTAL

24(E).1 PRINCIPIO. EXTRACCION DEL AZUFRE ELEMENTAL CON SULFURO DE CARBONO, PREVIA ELIMINACION DE LOS COMPUESTOS SOLUBLES.

GRAVIMETRIA DEL AZUFRE EXTRAIDO.

ESTE METODO ES APLICABLE A LOS ABONOS CEE EN LOS QUE SEGUN LO DISPUESTO POR LA DIRECTIVA 89/284/CEE, HAY QUE DECLARAR EL AZUFRE TOTAL EN FORMA ELEMENTAL.

24(E).2 MATERIAL Y APARATOS:

24(E).2.1 MATRAZ DE EXTRACCION DE 100 ML DE CUELLO ESMERILADO.

24(E).2.2 APARATO DE SOXHLET, CON SUS CORRESPONDIENTES CARTUCHOS FILTRANTES.

24(E).2.3 EVAPORADOR ROTATIVO DEL VACIO.

24(E).2.4 ESTUFA ELECTRICA CON VENTILACION, REGULADA A 90 +/- 2 C.

24(E).2.5 CAPSULAS DE PETRI DE PORCELANA, CON UN DIAMETRO DE 5 A 7 CM Y UNA ALTURA NO SUPERIOR A 5 CM.

24(E).2.6 PLACA CALEFACTORA ELECTRICA DE TEMPERATURA REGULABLE.

24(E).3 REACTIVOS:

24(E).3.1 SULFURO DE CARBONO.

24(E).4 PROCEDIMIENTO:

24(E).4.1 PREPARACION DE LA MUESTRA. VER METODO NUMERO 2.

24(E).4.2 EXTRACCION DEL AZUFRE. INTRODUCIR DE 5 A 10 G DE MUESTRA, PESADOS CON PRECISION DE 1 MG, EN UN CARTUCHO DEL APARATO DE SOXHLET (24(E).2.2).

LAVAR A FONDO, CON AGUA CALIENTE, EL CONTENIDO DEL CARTUCHO, PARA ELIMINAR TODOS LOS COMPUESTOS SOLUBLES. SECAR EN ESTUFA A 90 C (24(E).2.4) DURANTE, AL MENOS, UNA HORA.

INTRODUCIR EL CARTUCHO EN EL APARATO SOXHLET (24(E).2.2). DESPUES DE INTRODUCIR EN EL MATRAZ (24(E).2.1) UNAS CUANTAS PERLAS DE VIDRIO, SE TARA (P 0) Y SE INTRODUCEN 50 ML DE SULFURO DE CARBONO (24(E).3.1).

CONECTAR EL APARATO Y EXTRAER EL AZUFRE ELEMENTAL DURANTE SEIS HORAS.

SUPRIMIR EL CALENTAMIENTO, DEJAR ENFRIAR Y DESCONECTAR EL MATRAZ DEL APARATO. PONER EL MATRAZ EN EL EVAPORADOR ROTATIVO (24(E).2.3) HASTA QUE EL CONTENIDO DEL MATRAZ SE SOLIDIFIQUE EN UNA MASA ESPONJOSA.

SECAR EL MATRAZ EN LA ESTUFA A 90 C (24(E).2.4) HASTA OBTENER UN PESO CONSTANTE (P 1). SUELE BASTAR CON UNA HORA.

24(E).4.3 DETERMINACION DE LA PUREZA DEL AZUFRE EXTRAIDO. ES POSIBLE QUE SE EXTRAIGAN OTRAS SUSTANCIAS, A LA VEZ QUE EL AZUFRE ELEMENTAL, CON EL SULFURO DE CARBONO. PARA DETERMINAR SU PROPORCION, SE PROCEDERA DE LA SIGUIENTE FORMA:

DESPUES DE HOMOGENEIZAR LO MEJOR POSIBLE EL CONTENIDO DEL MATRAZ, TOMAR DE 2 A 3 G DE SUSTANCIA Y PESAR CON UNA PRECISION DE 1 MG (N).

INTRODUCIRLOS EN UNA CAPSULA DE PETRI (24(E).2.5) Y PESARLO TODO (P 2).

PONERLO LUEGO SOBRE LA PLACA CALEFACTORA (24(E).2.6) REGULADA DE TAL FORMA QUE NO SUPERE LOS 220 C PARA NO PROVOCAR UNA COMBUSTION DEL AZUFRE.

CONTINUAR LA SUBLIMACION ENTRE TRES Y SIETE HORAS HASTA ALCANZAR UN PESO CONSTANTE (P 3).

NOTA: PARA ALGUNOS ABONOS NO HARA FALTA CONOCER EL ESTADO DE PUREZA DEL AZUFRE, EN CUYO CASO EL PROCEDIMIENTO CONCLUIRA AL FINAL DEL PUNTO (24(E).4.2).

24(E).5 CALCULOS. EL PORCENTAJE DE AZUFRE ELEMENTAL (S 0) DEL ABONO ES IGUAL A:

PORCENTAJE DE SO IMPURO DEL ABONO = $P1-PO/M \times 100$

PORCENTAJE DE PUREZA DEL AZUFRE EXTRAIDO = $P2-P3/N \times 100$

PORCENTAJE DE SO PURO DE ABONO = $(P1-PO) \times (P2-P3)/M \times N \times 100$

SIENDO:

M = LA MASA, EN G, DE LA MUESTRA DE ABONO.

P 0 = LA MASA, EN G, DEL MATRAZ DE SOXHLET.

P 1 = LA MASA, EN G, DEL MATRAZ DE SOXHLET Y DEL AZUFRE IMPURO, UNA VEZ SECO.

N = LA MASA, EN G, DEL AZUFRE IMPURO UTILIZADO PARA LA PURIFICACION.

P 2 = LA MASA, EN G, DE LA CAPSULA DE PETRI + LA TOMA DE MUESTRA UTILIZADA EN EL PUNTO (24(E).4.3).

P 3 = LA MASA, EN G, DE LA CAPSULA DE PETRI DESPUES DE LA SUBLIMACION DEL AZUFRE.

24(E).6. OBSERVACIONES. EN ESTE METODO DE ANALISIS SE UTILIZA SULFURO DE CARBONO (CS 2). ELLO OBLIGA A TOMAR DISPOSICIONES DE SEGURIDAD ESPECIALES, EN PARTICULAR:

ALMACENAMIENTO DE CS 2

EQUIPO DE PROTECCION DEL PERSONAL.

HIGIENE EN EL TRABAJO.

PROTECCION CONTRA INCENDIOS Y EXPLOSIONES.

ELIMINACION DEL REACTIVO.

PARA LLEVAR A CABO ESTE METODO SE REQUIERE UN PERSONAL ALTAMENTE CUALIFICADO Y EL EQUIPO DE LABORATORIO ADECUADO.

24(E).7 REFERENCIAS. DIRECTIVA DE LA COMISION 89/519/CEE. <DIARIO OFICIAL DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS> NUMERO L 265, DE 12 DE SEPTIEMBRE DE 1989. METODO NUMERO 8.5.

24(F). DETERMINACION MANGANIMETRICA DEL CALCIO EXTRAIDO POR PRECIPITACION EN FORMA DE OXALATO

24(F).1 PRINCIPIO.

PRECIPITACION DEL CALCIO PRESENTE EN UNA ALICUOTA DE LA SOLUCION DE EXTRACCION EN FORMA DE OXALATO. UNA VEZ SEPARADO Y DISUELTO, VALORAR EL ACIDO OXALICO CON PERMANGANATO POTASICO.

ESTE METODO ES APLICABLE A LOS ABONOS EN LOS QUE SEGUN LO DISPUESTO POR LA DIRECTIVA 89/284/CEE, HAY QUE DECLARAR EL CALCIO TOTAL Y/O SOLUBLE EN AGUA.

24(F).2. MATERIAL Y APARATOS:

24(F).2.1 CRISOL FILTRANTE DE VIDRIO SINTERIZADO CON UNA POROSIDAD DE 5 A 20 M.

24(F).2.2 BAÑO MARIA.

24(F).3 REACTIVOS:

24(F).3.1 ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO (1:1). UN VOLUMEN DE ACIDO CLORHIDRICO (DENSIDAD 1,18) POR UN VOLUMEN DE AGUA DESTILADA.

24(F).3.2 ACIDO SULFURICO DILUIDO (1:10). UN VOLUMEN DE ACIDO SULFURICO (DENSIDAD 1,84) POR 10 VOLUMENES DE AGUA DESTILADA.

24(F).3.3 SOLUCION DE AMONIACO (1:1). UN VOLUMEN DE AMONIACO (DENSIDAD 0,88) POR UN VOLUMEN DE AGUA DESTILADA.
24(F).3.4 SOLUCION SATURADA DE OXALATO DE AMONIO ((NH₄)₂H₂O).C₂O₄H₂O), A TEMPERATURA AMBIENTE (40 G/L APROXIMADAMENTE).
24(F).3.5 SOLUCION DE ACIDO CITRICO AL 30 POR 100 (M/V).
24(F).3.6 SOLUCION DE CLORURO DE AMONIO AL 5 POR 100 (M/V).
24(F).3.7 SOLUCION DE AZUL DE BROMOTIMOL AL 0,1 POR 100 (M/V) EN ETANOL DE 95 POR 100.
24(F).3.8 SOLUCION DE VERDE DE BROMOCRESOL AL 0,04 POR 100 (M/V) EN ETANOL DE 95 POR 100. 24(F).3.9 SOLUCION VALORADA DE PERMANGANATO POTASICO 0,02 M.

24(F).4 PROCEDIMIENTO:

24(F).4.1 PREPARACION DE LA ALICUOTA QUE VA A ANALIZARSE. CON UNA PIPETA DE PRECISION, TOMAR UNA ALICUOTA DE LA SOLUCION DE EXTRACCION OBTENIDA POR EL METODO (24(A) O 24(C)), QUE CONTENGA DE 15 A 50 MG DE CA (= 21 A 70 MG DE CAO). SIENDO V₂ EL VOLUMEN DE ESTA ALICUOTA. INTRODUCIRLA EN UN VASO DE PRECIPITADO DE 400 ML. AÑADIR UNAS GOTAS DE SOLUCION DEL INDICADOR (24(F).3.7). NEUTRALIZAR, SI FUERA NECESARIO, CON UNAS GOTAS DE LA SOLUCION DE AMONIACO (24(F).3.3) (VIRAJE DEL INDICADOR DE AMARILLO O AZUL). AÑADIR 1 ML DE LA SOLUCION DE ACIDO CITRICO (24(F).3.5) Y 5 ML DE LA SOLUCION DE CLORURO DE AMONIO (24(F).3.6).

24(F).4.2 PRECIPITACION DEL OXALATO CALCICO. AÑADIR APROXIMADAMENTE 100 ML DE AGUA. HERVIR, AÑADIR DE 8 A 10 GOTAS DE SOLUCION DEL INDICADOR (24(F).3.8) Y, GOTA A GOTA, 50 ML DE SOLUCION CALIENTE DE OXALATO DE AMONIO (24(F).3.4). SI SE FORMA UN PRECIPITADO, DISOLVERLO AÑADIENDO UNAS GOTAS DE ACIDO CLORHIDRICO (24(F).3.1). NEUTRALIZAR MUY LENTAMENTE CON LA SOLUCION DE AMONIACO (24(F).3.3), AGITANDO CONTINUAMENTE HASTA ALCANZAR UN PH DE 4,4 A 4,6 (VIRAJE DEL INDICADOR (24(F).3.8) DE VERDE A AZUL. PONER EL VASO DE PRECIPITADO AL BAÑO MARIA (24(F).2.2) Y MANTENERLO HIRVIENDO DURANTE TREINTA MINUTOS. SACAR EL VASO DE PRECIPITADO DEL BAÑO MARIA, DEJARLO EN REPOSO DURANTE UNA HORA Y FILTRAR SOBRE EL CRISOL (24(F).2.1).

24(F).4.3 VALORACION DEL OXALATO PRECIPITADO. LAVAR EL VASO DE PRECIPITADO Y EL CRISOL HASTA ELIMINAR POR COMPLETO EL EXCESO DE OXALATO DE AMONIO (LO QUE SE PODRA VERIFICAR COMPROBANDO LA AUSENCIA DE CLORURO EN EL AGUA DE LAVADO). INTRODUCIR EL CRISOL EN EL VASO DE PRECIPITADO DE 400 ML Y DISOLVER EL PRECIPITADO CON 50 ML DE ACIDO SULFURICO CALIENTE (24(F).3.2).

AÑADIR AGUA AL VASO DE PRECIPITADO HASTA 100 ML APROXIMADAMENTE. CALENTAR HASTA ALCANZAR UNA TEMPERATURA DE 70 A 80 C Y VALORAR, GOTA A GOTA, CON LA SOLUCION DE PERMANGANATO (24(F).3.9) HASTA QUE EL COLOR ROSA SE MANTENGA DURANTE UN MINUTO.

SIENDO N ESTE VOLUMEN.

24(F).5 CALCULOS. EL CONTENIDO EN CALCIO (CA) DEL ABONO ES IGUAL A CA (PORCENTAJE) = $N \times 0,2004 \times 1/0,02 \times V_1/V_2 \times M$

SIENDO:

N = LOS ML DE PERMANGANATO UTILIZADOS.

M = LA MASA, EN G, DE LA MUESTRA.

V₂ = EL VOLUMEN, EN ML, DE LA ALICUOTA.

V₁ = EL VOLUMEN, EN ML, DE LA SOLUCION DE EXTRACCION.

T = LA MOLARIDAD DE LA SOLUCION DE PERMANGANATO EN MOLES POR LITRO.

CAO (PORCENTAJE) = CA (PORCENTAJE) X 1,400 24(F).6 REFERENCIAS.
DIRECTIVA DE LA COMISION 89/519/CEE. <DIARIO OFICIAL DE LAS
COMUNIDADES EUROPEAS> NUMERO L 265, DE 12 DE SEPTIEMBRE DE 1989.
METODO NUMERO 8.6.

24(G). DETERMINACION CUANTITATIVA DEL MAGNESIO POR
ESPECTROMETRIA DE ABSORCION ATOMICA

24(G).1 PRINCIPIO. UNA VEZ DILUIDO EL EXTRACTO DE FORMA ADECUADA, SE
DETERMINA EL MAGNESIO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.
ESTE METODO ES APLICABLE A LOS ABONOS CEE, EN LOS QUE, SEGUN LO
DISPUERTO POR LA DIRECTIVA 89/284/CEE, HAY QUE DECLARAR EL MAGNESIO
TOTAL Y/O EL MAGNESIO SOLUBLE EN AGUA, EXCEPTUANDO LOS ABONOS
DEL ANEXO DE LA DIRECTIVA 89/284/CEE SOBRE ELEMENTOS SECUNDARIOS:
TIPO 4 (KIESERITA), TIPO 5 (SULFATO DE MAGNESIO) Y TIPO 7 (KIESERITA CON
SULFATO DE POTASIO), A LOS QUE SE APLICARA EL METODO (24(H)).

EL PRESENTE METODO SE APLICA A TODOS LOS EXTRACTOS DE ABONOS QUE
CONTENGAN ELEMENTOS EN CANTIDAD TAL QUE PUEDAN INTERFERIR EN LA
DETERMINACION COMPLEXOMETRICA DEL MAGNESIO.

24(G).2 MATERIAL Y APARATOS:

24(G).2.1 ESPECTROMETRO DE ABSORCION ATOMICA PROVISTO DE UNA
LAMPARA DE MAGNESIO Y REGULADO A 285,2 NM. LLAMA DE
AIRE/ACETILENO.

24(G).3 REACTIVOS:

24(G).3.1 ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO APROXIMADAMENTE 1M.

24(G).3.2 ACIDO

CLORHIDRICO DILUIDO APROXIMADAMENTE 0,5 M.

24(G).3.3 SOLUCION PATRON DE MAGNESIO DE 1,00 MG POR ML.

24(G).3.3.1 DISOLVER 1,013 G DE SULFATO DE MAGNESIO (MG.SO 4 H 2 O) EN LA
SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO 0,5 M (24(G).3.2) Y SEGUIR AÑADIENDO
ESTE ACIDO HASTA ALCANZAR 100 ML.

24(G).3.3.2 ALTERNATIVA 1: PESAR 1,658 G DE OXIDO DE MAGNESIO (MGO)
PREVIAMENTE CALCINADO PARA ELIMINAR LAS TRAZAS DE
RECARBONATAACION. INTRODUCIRLO EN UN VASO DE PRECIPITADO CON 100
ML DE AGUA Y 120 ML DE ACIDO CLORHIDRICO 1 M (24(G).3.1).

UNA VEZ DISUELTO, TRASVASAR CUANTITATIVAMENTE A UN MATRAZ
AFORADO DE 1.000 ML, ENRASAR CON AGUA Y HOMOGENEIZAR POR
AGITACION.

24(G).3.3.3 ALTERNATIVA 2: SOLUCION PATRON COMERCIAL.

EL LABORATORIO ES RESPONSABLE DEL CONTROL DE ESTAS SOLUCIONES
COMERCIALES.

24(G).3.4 SOLUCION DE CLORURO DE ESTRONCIO. DISOLVER 75 G DE CLORURO
DE ESTRONCIO (SRCL 2 H 2 O) EN UNA SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO
DILUIDO 0,5 M (24(G).3.2) Y LLEVAR A 500 ML CON ESTE MISMO ACIDO.

24(G).4 PROCEDIMIENTO:

24(G).4.1 PREPARACION DE LA SOLUCION PROBLEMA (VER METODOS 24(A) Y
24(C)).

24(G).4.2 SI EL CONTENIDO DECLARADO EN MAGNESIO (MG) DEL ABONO ES
SUPERIOR AL 6 POR 100 (=10 POR 100 DE MGO), TOMAR 25 ML (V 1) DE LA
SOLUCION DE EXTRACCION (24(G).4.1) E INTRODUCIRLA EN UN MATRAZ
AFORADO DE 100 ML.

ENRASAR CON AGUA.

HOMOGENEIZAR. EL FACTOR DE DILUCION SERA $D 1 = 100/V 1$

24(G).4.3 CON UNA PIPETA, TOMAR 10 ML DE LA SOLUCION DE EXTRACCION
(24(G).4.1) O DE LA SOLUCION (24(G).4.2) E INTRODUCIRLA EN UN MATRAZ
AFORADO DE 200 ML. ENRASAR CON LA SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO
0,5 M (24(G).3.2). HOMOGENEIZAR. FACTOR DE DILUCION 200/10.

24(G).4.4 DILUIR LA SOLUCION (24(G).4.3) CON LA SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO 0,5 M (24(G).3.2), HASTA OBTENER UNA CONCENTRACION CORRESPONDIENTE AL RANGO OPTIMO DE MEDIDAS DEL ESPECTROMETRO (24(G).2.1).

SIENDO V 2 EL VOLUMEN DE LA EXTRACCION EN 100 ML. EL FACTOR DE DILUCION SERA $D_2 = 100/V_2$

LA SOLUCION FINAL DEBERA CONTENER UN 10 POR 100 V/V DE LA SOLUCION DE CLORURO DE ESTRONCIO (24(G).3.4).

24(G).4.5 PREPARACION DE LA SOLUCION EN BLANCO.

PREPARAR UNA SOLUCION EN BLANCO SIGUIENDO TODO EL PROCEDIMIENTO DESDE LA EXTRACCION (METODOS DE EXTRACCION 24(A) O 24(C)), OMITIENDO UNICAMENTE LA TOMA DE MUESTRA DEL ABONO.

24(G).4.6 PREPARACION DE LAS SOLUCIONES PARA TRAZAR LA CURVA PATRON.

DILUIR LA SOLUCION PATRON (24(G).3.3) CON ACIDO CLORHIDRICO 0,5 M, (24(G).3.2), PREPARAR COMO MINIMO CINCO SOLUCIONES PATRON DE CONCENTRACION CRECIENTE QUE CORRESPONDAN AL RANGO OPTIMO DE MEDIDAS DEL APARATO (24(G).2).

ESTAS SOLUCIONES DEBERAN CONTENER UN 10 POR 100 V/V DE LA SOLUCION DE CLORURO DE ESTRONCIO (24(G).3.4).

24(G).4.7 MEDICIONES.

PREPARAR EL ESPECTROMETRO (24(G).2.1) PARA MEDIR A 285,2 NM.

PULVERIZAR, SUCESIVAMENTE, LAS SOLUCIONES PATRON (24(G).4.6), LA SOLUCION PROBLEMA (24(G).4.4) Y LA SOLUCION EN BLANCO (24(G).4.5), LAVANDO EL APARATO CON LA SOLUCION QUE VAYA A MEDIRSE A CONTINUACION. REPETIR ESTA OPERACION TRES VECES.

REPRESENTAR LA CURVA PATRON PONIENDO EN ORDENADAS EL VALOR DE CADA UNA DE LAS SOLUCIONES PATRON (24(G).4.6) EN EL ESPECTROMETRO Y EN ABCISAS LAS CONCENTRACIONES EN MAGNESIO CORRESPONDIENTES EXPRESADAS EN MG/ML. PARTIENDO DE ESTA CURVA, DETERMINAR LA CONCENTRACION EN MAGNESIO DE LA MUESTRA (24(G).4.4), ESTO ES X S , Y LA CONCENTRACION DE LA SOLUCION EN BLANCO (24(G).4.5), ESTO ES X B

24(G).5 CALCULOS. CALCULAR LA CANTIDAD DE MAGNESIO (MG) O DE OXIDO DE MAGNESIO (MGO) DE LA MUESTRA PARTIENDO DE LAS SOLUCIONES PATRON Y TENIENDO EN CUENTA EL ENSAYO EN BLANCO. EL CONTENIDO EN MAGNESIO (MG) DEL ABONO, EN PORCENTAJE, ES IGUAL A:

$MG \text{ (PORCENTAJE)} = (X_S - X_B) \times D_1 \times (200/10) \times D_2 \times 500 \times 100/1000 \times 1000 \times M$
X S = LA CONCENTRACION, EN MG/ML, DE LA SOLUCION PROBLEMA DADA EN LA CURVA PATRON.

X B = LA CONCENTRACION, EN MG/ML, DE LA SOLUCION EN BLANCO DADA EN LA CURVA PATRON.

D 1 = EL FACTOR DE DILUCION DESPUES DE LA DILUCION ESPECIFICADA EN EL PUNTO (24(G).4.2).

ESTE SERA IGUAL A 4 CUANDO SE EXTRAIGAN 25 ML, Y A 1 CUANDO NO SE HAGA DILUCION.

D 2 = EL FACTOR DE DILUCION DEL PUNTO (24(G).4.4).

M = LA MASA, EN G, DE LA MUESTRA EN EL MOMENTO DE LA EXTRACCION.

$MGO \text{ (PORCENTAJE)} = MG \text{ (PORCENTAJE)} / 0,6$

24(G).6 REFERENCIAS. DIRECTIVA DE LA COMISION 89/284/CEE, <DIARIO OFICIAL DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS> NUMERO L 265, DE 12 DE SEPTIEMBRE DE 1989. METODO NUMERO 8.7.

24(H). DETERMINACION CUANTITATIVA DEL MAGNESIO POR COMPLEXOMETRIA

24(H).1 PRINCIPIOS.

DISOLUCION DEL MAGNESIO CONTENIDO EN LOS ABONOS POR UNO DE LOS METODOS 24(A) Y/O 24(C). PRIMERA VALORACION CON EDTA DE CA+MG, EN PRESENCIA DE NEGRO DE ERIOCROMO T. SEGUNDA VALORACION CON EDTA DE CA, EN PRESENCIA DE CALCEINA O DE ACIDO CALCONCARBONICO.

DETERMINACION DEL MG POR DIFERENCIA.

EL PRESENTE METODO ES APLICABLE A LOS ABONOS CEE SIGUIENTES, PARA LOS QUE SE ESTABLECE LA DETERMINACION CUANTITATIVA DEL MAGNESIO TOTAL Y/O DEL MAGNESIO SOLUBLE EN AGUA:

ABONOS DE LA DIRECTIVA 76/116/CEE: ABONOS SIMPLES NITROGENADOS DEL TIPO 1 B (NITRATO DE CALCIO Y DE MAGNESIO), TIPO 7 (SULFONITRATO DE MAGNESIO), TIPO 8 (ABONO NITROGENADO CON MAGNESIO) Y ABONOS SIMPLES POTASICOS DEL TIPO 2 (SAL BRUTA DE POTASA ENRIQUECIDA), TIPO 4 (CLORURO DE POTASIO CON MAGNESIO) Y TIPO 6 (SULFATO DE POTASIO CON SAL DE MAGNESIO).

ABONOS QUE FIGURAN EN EL ANEXO DE LA DIRECTIVA 89/284/CEE SOBRE ELEMENTOS SECUNDARIOS.

24(H).2 MATERIAL Y APARATOS:

24(H).2.1 AGITADOR MAGNETICO O MECANICO.

24(H).2.2 MEDIDOR DE PH (PHMETRO).

24(H).3 REACTIVOS:

24(H).3.1 SOLUCION PATRON DE MAGNESIO 0,05 M.

24(H).3.1.1 DISOLVER 1,232 G DE SULFATO DE MAGNESIO (MGSO 4 H 2 O) EN LA SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO 0,5 M (24(H).3.11) Y LLEVAR A 100 ML CON ESTE MISMO ACIDO.

O:

24(H).3.1.2 PESAR 2,016 G DE OXIDO DE MAGNESIO PREVIAMENTE CALCINADO PARA ELIMINAR CUALQUIER RECARBONATAACION. INTRODUCIRLOS EN UN VASO DE PRECIPITADO CON 100 ML DE AGUA. AÑADIR, MIENTRAS SE AGITA, UNOS 120 ML DE ACIDO CLORHIDRICO APROXIMADAMENTE 1 M (24(H).3.12). CONSEGUIDA LA DISOLUCION, TRASVASAR CUANTITATIVAMENTE A UN MATRAZ AFORADO DE 1.000 ML, ENRASAR Y HOMOGENEIZAR. UN ML DE DICHAS SOLUCIONES DEBERA CONTENER 1,216 MG DE MG (=2,016 MG DE MGO). *B6

EL LABORATORIO HA DE CONTROLAR LA CONCENTRACION DE ESTA SOLUCION PATRON.

24(H).3.2 SOLUCION 0,05 M DE EDTA. PESAR 18,61 G DE SAL DISODICA DIHIDRATADA DE ACIDO ETILENDIAMINOTETRAACETICO (C 10 H 14 N 2 NA 2 O 8 H 2 O), INTRODUCIRLOS EN UN VASO DE PRECIPITADO DE 1.000 ML Y DISOLVER EN UNOS 600 A 800 ML DE AGUA. TRASVASAR LA SOLUCION CUANTITATIVAMENTE A UN MATRAZ AFORADO DE 1.000 ML.

ENRASAR Y HOMOGENEIZAR. CONTROLAR ESTA SOLUCION CON LA SOLUCION (24(H).3.1), EXTRAYENDO 20 ML DE ESTA ULTIMA Y VALORANDO SEGUN LA TECNICA ANALITICA DESCRITA EN EL PUNTO (24(H).5.3).

UN ML DE SOLUCION DE EDTA DEBERA CORRESPONDER A 1,216 MG DE MG (=2,016 MG DE MGO) Y A 2,004 MG DE CA (=2,804 MG DE CAO) (VER LAS OBSERVACIONES DE LOS PUNTOS 24(H).7.1 Y 24(H).7.6).

24(H).3.3 SOLUCION PATRON DE CALCIO 0,05 M. PESAR 5,004 G DE CARBONATO DE CALCIO, PARA ANALISIS, EN SECO E INTRODUCIRLOS EN UN VASO DE PRECIPITADO CON 100 ML DE AGUA. AÑADIR PROGRESIVAMENTE, MIENTRAS SE AGITA, 120 ML DE ACIDO CLORHIDRICO APROXIMADAMENTE MOLAR (24(H).3.12). HERVIR PARA EXPULSAR EL ANHIDRIDO CARBONICO, ENFRIAR Y TRASVASAR CUANTITATIVAMENTE A UN MATRAZ AFORADO DE 1 L.

COMPLETAR EL VOLUMEN CON AGUA Y HOMOGENEIZAR. CONTROLAR LA CORRESPONDENCIA DE ESTA SOLUCION CON LA SOLUCION (24(H).3.2) SEGUN LA TECNICA ANALITICA (24(H).5.4).

UN ML DE ESTA SOLUCION DEBERA CONTENER 2,004 MG DE CA (=2,804 MG DE CAO) Y CORRESPONDER A 1 ML DE LA SOLUCION DE EDTA 0,05 M (24(H).3.2).

24(H).3.4 INDICADOR CALCEINA. MEZCLAR CUIDADOSAMENTE EN UN MORTERO 1 G DE CALCEINA CON 100 G DE CLORURO DE SODIO. UTILIZAR 0,010 G DE ESTA MEZCLA. EL INDICADOR CAMBIARA DE VERDE A NARANJA. SE DEBERA VALORAR HASTA QUE SE OBTENGA UN NARANJA SIN REFLEJOS VERDES.

24(H).3.5 INDICADOR ACIDO CALCONCARBONICO.
DISOLVER 0,40 G DE ACIDO CALCONCARBONICO EN 100 ML DE METANOL. UTILIZAR TRES GOTAS DE DICHA SOLUCION. ESTA SOLUCION SE CONSERVA ESTABLE DURANTE CUATRO SEMANAS APROXIMADAMENTE. EL INDICADOR CAMBIARA DE ROJO A AZUL. SE DEBERA VALORAR HASTA OBTENER UN AZUL SIN REFLEJOS ROJOS.

24(H).3.6 INDICADOR NEGRO DE ERIOCROMO T.
DISOLVER 0,30 G DE NEGRO DE ERIOCROMO T EN UNA MEZCLA DE 25 ML DE PROPANOL-1 Y DE 15 ML DE TRIETANOLAMINA. ESTA SOLUCION SE CONSERVA ESTABLE DURANTE CUATRO SEMANAS APROXIMADAMENTE. UTILIZAR TRES GOTAS DE ESTA SOLUCION. ESTE INDICADOR CAMBIARA DE ROJO A AZUL Y DEBERA VALORARSE HASTA QUE SE OBTENGA UN AZUL SIN REFLEJOS ROJOS. SOLO CAMBIARA EN PRESENCIA DE MAGNESIO. SI FUERA NECESARIO, AÑADIR 1 ML DE LA SOLUCION PATRON (24(H).3.1). EN PRESENCIA SIMULTANEA DE CALCIO Y MAGNESIO, EL EDTA SE COMBINARA PRIMERO CON EL CALCIO Y, A CONTINUACION, CON EL MAGNESIO. EN TAL CASO, SE VALORARAN CONJUNTAMENTE AMBOS ELEMENTOS.

24(H).3.7 SOLUCION DE CIANURO POTASICO. SOLUCION ACUOSA DE KCN AL 2 POR 100 (NO SE PUEDE PIPETEAR CON LA BOCA). VEASE (24(H).7.7).

24(H).3.8 SOLUCION DE HIDROXIDO DE POTASIO Y DE CIANURO DE POTASIO. DISOLVER 280 G DE KOH Y 66 G DE KCN EN AGUA, COMPLETAR EL VOLUMEN HASTA UN LITRO Y HOMOGENEIZAR.

24(H).3.9 SOLUCION TAMPON PH 10,5. EN UN MATRAZ AFORADO DE 500 ML, DISOLVER 33 G DE CLORURO DE AMONIO EN 200 ML DE AGUA, AÑADIR 250 ML DE AMONIACO (DENSIDAD = 0,91), ENRASAR CON AGUA Y HOMOGENEIZAR. COMPROBAR CON REGULARIDAD EL PH DE ESTA SOLUCION.

24(H).3.10 ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO 1:1. UN VOLUMEN DE ACIDO CLORHIDRICO (DENSIDAD 1,18) POR UN VOLUMEN DE AGUA DESTILADA.

24(H).3.11 SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO, APROXIMADAMENTE 0,5 M.

24(H).3.12 SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO, APROXIMADAMENTE 1 M.

24(H).3.13 SOLUCION DE HIDROXIDO DE SODIO 5 M.

24(H).4 PRUEBA DE CONTROL. EFECTUAR UNA DETERMINACION EN ALICUOTAS DE LAS SOLUCIONES (24(H).3.1) Y (24(H).3.3), DE TAL FORMA QUE SE TENGA UNA RELACION CA/MG APROXIMADAMENTE IGUAL A LA DE LA SOLUCION PROBLEMA. A TAL EFECTO, EXTRAER (A) DE LA SOLUCION PATRON (24(H).3.3) Y (B) DE LA SOLUCION PATRON (24(H).3.1), SIENDO (A) Y (B) LOS ML DE SOLUCION EDTA UTILIZADOS EN LAS DOS VALORACIONES EFECTUADAS CON LA SOLUCION PROBLEMA. ESTE PROCEDIMIENTO SOLO ES CORRECTO SI LAS SOLUCIONES DE EDTA, DE CALCIO Y DE MAGNESIO SON EXACTAMENTE EQUIVALENTES. EN CASO CONTRARIO, DEBERAN EFECTUARSE LAS CORRECCIONES PERTINENTES.

24(H).5 PROCEDIMIENTO:

24(H).5.1 PREPARACION DE LA SOLUCION PROBLEMA. VER METODOS 24(A) Y 24(C).

24(H).5.2 ALICUOTAS QUE HAN DE EXTRAERSE. DENTRO DE LO POSIBLE, LA ALICUOTA DEBERA CONTENER ENTRE 9 Y 18 MG DE MAGNESIO (=15 Y 30 MG DE MGO).

24(H).5.3 VALORACION EN PRESENCIA DE NEGRO DE ERIOCROMO T. EXTRAER CON LA PIPETA UNA ALICUOTA (24(H).5.2) DE LA SOLUCION PROBLEMA E INTRODUCIRLA EN UN VASO DE PRECIPITADO DE 400 ML. NEUTRALIZAR, UTILIZANDO EL PHMETRO, EL EXCESO DE ACIDO CON LA SOLUCION DE HIDROXIDO DE SODIO 5 M (24(H).3.13). DILUIR CON AGUA HASTA UNOS 100 ML. AÑADIR 5 ML DE SOLUCION TAMPON (24(H).3.9). EL PH MEDIO CON EL PHMETRO DEBERA SER DE 10,5+0,1. AÑADIR 2 ML DE SOLUCION DE CIANURO DE POTASIO (24(H).3.7) Y TRES GOTAS DE INDICADOR NEGRO DE ERIOCROMO T (24(H).3.6). VALORAR CON LA SOLUCION DE EDTA (24(H).3.2), MIENTRAS SE AGITA CON MODERACION EN EL AGITADOR (24(H).2.1) VER LOS PUNTOS (24(H).7.2), (24(H).7.3) Y (24(H).7.4). SIENDO EL NUMERO DE ML DE SOLUCION EDTA 0,05 M.

24(H).5.4 VALORACION EN PRESENCIA DE CALCEINA O DE ACIDO CALCONCARBONICO. EXTRAER CON LA PIPETA UNA ALICUOTA DE LA SOLUCION PROBLEMA, IGUAL A LA UTILIZADA PARA LA VALORACION ANTERIOR, E INTRODUCIRLA EN UN VASO DE PRECIPITADO DE 400 ML. NEUTRALIZAR, UTILIZANDO EL PHMETRO, EL EXCESO DE ACIDO CON LA SOLUCION DE HIDROXIDO DE SODIO 5 M (24(H).3.13). DILUIR CON AGUA HASTA UNOS 100 ML. AÑADIR 10 ML DE LA SOLUCION DE KOH-KCN (24(H).3.8) Y EL INDICADOR (24(H).3.4) O (24(H).3.5). VALORAR CON LA SOLUCION DE EDTA (24(H).3.2), MIENTRAS SE AGITA CON MODERACION EN EL AGITADOR (24(H).2.1) VER LOS PUNTOS (24(H).7.2), (24(H).7.3) Y (24(H).7.4). SIENDO <A> EL NUMERO DE ML DE SOLUCION EDTA 0,05 M.

24(H).6 CALCULOS. PARA LOS ABONOS CEE A LOS QUE SE APLICA EL PRESENTE METODO (5 G DE ABONO POR 500 ML DE EXTRACTO), EL CONTENIDO DEL ABONO ES IGUAL A:

MGO (PORCENTAJE) EN EL ABONO = (B-A) X T/M

MG (PORCENTAJE) EN EL ABONO = (B-A) X T/M

SIENDO:

A = LOS ML DE EDTA 0,05 M UTILIZADOS PARA LA VALORACION EN PRESENCIA DE CALCEINA O DE ACIDO CALCONCARBONICO.

B = LOS ML DE EDTA 0,05 M UTILIZADOS PARA LA VALORACION EN PRESENCIA DE NEGRO DE ERIOCROMO T.

M = LA MASA DE LA MUESTRA, EXPRESADA EN GRAMOS, PRESENTE EN LA ALICUOTA EXTRAIDA.

T = 0,2016XMOLARIDAD DE LA SOLUCION DE EDTA/0,05 (VER 24(H).3.2).

T' = 0,1216XMOLARIDAD DE LA SOLUCION DE EDTA/0,05 (VER 24(H).3.2).

24(H).7 OBSERVACIONES:

24(H).7.1 LA RELACION ESTEQUIOMETRICA EDTA/METAL EN LOS ANALISIS POR COPLEXOMETRIA SIEMPRE ES DE 1:1, SEA CUAL SEA LA VALENCIA DEL METAL Y AUNQUE EL EDTA SEA TETRAVALENTE. POR TANTO, LA SOLUCION DE VALORACION DE EDTA Y LAS SOLUCIONES PATRON SERAN MOLARES Y NO NORMALES.

24(H).7.2 LOS INDICADORES COMPLEXOMETRICOS SUELEN SER SENSIBLES AL AIRE. LA SOLUCION PUEDE PERDER COLOR DURANTE LA VALORACION. DEBERA AÑADIRSE ENTONCES UNA O DOS GOTAS DE INDICADOR. ESTO OCURRE SOBRE TODO CON EL NEGRO ERIOCROMO T Y EL ACIDO CALCONCARBONICO.

24(H).7.3 LOS COMPLEJOS METAL-INDICADOR SON A VECES RELATIVAMENTE ESTABLES Y PUEDEN TARDAR EN VIRAR. POR ELLO SE DEBERAN AÑADIR LENTAMENTE LAS ULTIMAS GLOTAS DE EDTA Y COMPROBAR QUE NO SE HA SUPERADO EL VIRAJE AÑADIENDO UNA GOTA DE LA SOLUCION 0,05 M DE MAGNESIO (24(H).3.1) O DE CALCIO (24(H).3.3), ESPECIALMENTE PARA EL COMPLEJO ERIOCROMO-MAGNESIO.

24(H).7.4 EL VIRAJE DEL INDICADOR NO DEBERA OBSERVARSE DE ARRIBA ABAJO, SINO HORIZONTALMENTE A TRAVES DE LA SOLUCION, Y EL VASO DE PRECIPITADO DEBERA COLOCARSE SOBRE UN FONDO BLANCO EN UNA POSICION ADECUADA CON RELACION A LA LUZ. EL VIRAJE TAMBIEN PUEDE OBSERVARSE FACILMENTE COLOCANDO EL VASO DE PRECIPITADO SOBRE UN VIDRIO ESMERILADO, ALUMBRADO POR DEBAJO CON UNA LUZ MODERADA (LAMPARA DE 25 W).

24(H).7.5 ESTE ANALISIS REQUIERE CIERTA EXPERIENCIA Y CONVIENE EJERCITARSE, POR EJEMPLO, OBSERVANDO LOS VIRAJES DE LAS SOLUCIONES PATRON (24(H).3.1 Y 24(H).3.3). ES PREFERIBLE QUE SEA EL MISMO ANALISTA DEL LABORATORIO QUIEN EFECTUE LAS DETERMINACIONES.

24(H).7.6 PARA FACILITAR EL CONTROL DE LA EQUIVALENCIA ENTRE LAS SOLUCIONES PATRON (24(H).3.1, 24(H).3.2 Y 24(H).3.3) SE PUEDE UTILIZAR UNA SOLUCION DE EDTA DE CONCENTRACION GARANTIZADA (TALES COMO TRITISOL O NORMEX).

24(H).7.7 NO DEBEN VERTERSE A LA RED DE ALCANTARILLADO LAS SOLUCIONES QUE CONTENGAN CIANURO DE POTASIO SIN HABER TRANSFORMADO PREVIAMENTE EL CIANURO EN UN COMPUESTO INOCUO, POR EJEMPLO, POR OXIDACION CON HIPOCLORITO SODICO, DESPUES DE ALCALINIZARLO.

24(H).8 REFERENCIAS. DIRECTIVA DE LA COMISION 89/284/CEE, <DIARIO OFICIAL DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS> NUMERO L 265, DE 12 DE SEPTIEMBRE DE 1989.

METODO 8.8.

24(I). DETERMINACION CUANTITATIVA DE LOS SULFATOS

24(I).1 PRINCIPIO. DETERMINACION DEL AZUFRE EN FORMA DE SULFATO PRESENTE EN EXTRATOS DE ABONOS MEDIANTE DETERMINACION GRAVIMETRICA DE LOS SULFATOS POR PRECIPITACION EN FORMA DE SULFATO DE BARIO.

ESTE METODO SE APLICA A LA DETERMINACION CUANTITATIVA DE LOS SULFATOS PRESENTES EN LAS EXTRACCIONES EFECTUADAS SEGUN LOS METODOS 24(A), 24(B), 24(C) Y 24(D).

24(I).2 MATERIAL Y APARATOS:

24(I).2.1 CAPSULAS DE PORCELANA PARA INCINERACION.

24(I).2.2 BAÑO MARIA.

24(I).2.3 ESTUFA DE SECADO REGULADA A 105C +- 1C.

24(I).2.4 HORNO ELECTRICO, CON CIRCULACION DE AIRE, REGULADO A 800C +- 50C.

24(I).3 REACTIVOS:

24(I).3.1 ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO (1:1). UN VOLUMEN DE ACIDO CLORHIDRICO (DENSIDAD 1,18) POR UN VOLUMEN DE AGUA DESTILADA.

24(I).3.2 CLORURO DE BARIO $BaCl_2 \cdot 2H_2O$, SOLUCION ACUOSA DE 122 G/L.

24(I).3.3 NITRATO DE PLATA, SOLUCION ACUOSA DE 5 G/L.

24(I).4 PROCEDIMIENTO:

24(I).4.1 PREPARACION DE LA SOLUCION. CON UNA PIPETA, TOMAR UNA ALICUOTA DE UNA DE LAS SOLUCIONES DE EXTRACCION MENCIONADAS EN EL PUNTO (24(I).1) QUE CONTENGA ENTRE 20 Y 100 MG DE S, ES DECIR, ENTRE 50 Y 250 MG DE SO_3

INTRODUCIR ESTA ALICUOTA EN UN VASO DE PRECIPITADO DE CAPACIDAD ADECUADA. AÑADIR 20 ML DE ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO (24(I).3.1).

AÑADIR AGUA HASTA 300 ML.

24(I).4.2 OBTENCION DEL PRECIPITADO. HERVIR LA SOLUCION, AÑADIENDO, GOTA A GOTA, APROXIMADAMENTE 20 ML DE LA SOLUCION DE CLORURO DE BARIO (24(I).3.2), AGITANDO ENERGICAMENTE LA SOLUCION EN EL VASO DE PRECIPITADO. CONTINUAR LA EBULLICION DURANTE UNOS MINUTOS.

PONER AL BAÑO MARIA HIRVIENDO (24(I).2.2) EL VASO DE PRECIPITADO CUBIERTO CON UN VIDRIO DE RELOJ DURANTE UNA HORA. A CONTINUACION, DEJAR EN REPOSO Y EN CALIENTE (APROXIMADAMENTE 60C), HASTA QUE EL LIQUIDO SOBRENADANTE QUEDE CLARO.

RETIRAR DEL BAÑO MARIA Y DEJAR ENFRIAR.

DECANTAR LA SOLUCION CLARA A TRAVES DE UN FILTRO SIN CENIZAS, DE FILTRACION LENTA. LAVAR EL PRECIPITADO VARIAS VECES POR DECANTACION CON UN VOLUMEN ADECUADO DE AGUA CALIENTE. SEGUIR LAVANDO EL PRECIPITADO EN EL FILTRO HASTA LA ELIMINACION DE LOS CLORUROS, LO CUAL SE COMPROBARA CON LA SOLUCION DE NITRATO DE PLATA (24(I).3.3).

24(I).4.3 CALCINACION Y PESADA DEL PRECIPITADO. INTRODUCIR EL FILTRO CON EL PRECIPITADO EN UNA CAPSULA DE POCELANA (24(I).2.1)

PREVIAMENTE TARADA CON PRECISION DE 0,1 MG. SECAR EN LA ESTUFA (24(I).2.3) Y CALCINAR A 800C (24(I).2.4) APROXIMADAMENTE, DURANTE MEDIA HORA. DEJAR ENFRIAR EN UN DESECADOR Y PESAR CON PRECISION DE 0,1 MG.

24(I).5 CALCULOS. UN MG DE SULFATO DE BARIO CORRESPONDE A 0,137 MG DE S O A 0,343 MG DE SO₃

EL CONTENIDO DEL ABONO EN PORCENTAJE DE S ES IGUAL A:

S (PORCENTAJE) = $W \times 0,0137 \times V1/V2 \times M$

SO₃ (PORCENTAJE) = S (PORCENTAJE) 2,5

SIENDO:

W = EL PESO, EN MG, DEL PRECIPITADO DE SULFATO DE BARIO.

V 1 = EL VOLUMEN, EN ML, DE LA SOLUCION DE EXTRACCION.

V 2 = EL VOLUMEN, EN ML, DE LA ALICUOTA.

M = LA MASA, EN G, DE LA MUESTRA.

24(I).6 REFERENCIAS.

DIRECTIVA DE LA COMISION 89/519/CEE, <DIARIO OFICIAL DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS> NUMERO L 265, DE 12 DE SEPTIEMBRE DE 1989. METODO NUMERO 8.9.

24(J). DETERMINACION CUANTITATIVA DEL SODIO EXTRAIDO

24(J).1 PRINCIPIO. TRAS HABER DILUIDO CONVENIENTEMENTE EL EXTRACTO OBTENIDO CON LOS METODOS 24(A) Y/O 24(C), SE DETERMINARA POR ESPECTROMETRIA DE EMISION DE LLAMA EL CONTENIDO EN SODIO DE LA SOLUCION.

EL PRESENTE METODO ES APLICABLE A LOS ABONOS CEE EN LOS QUE, SEGUN LO DISPUESTO EN LA DIRECTIVA 89/284/CEE, HAY QUE DECLARAR EL SODIO.

24(J).2 MATERIAL Y APARATOS:

24(J).2.1 ESPECTROMETRO DE EMISION DE LLAMA REGULADO A 589,3 NM.

24(J).3 REACTIVOS:

24(J).3.1 ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO (1:1). UN VOLUMEN DE ACIDO CLORHIDRICO (DENSIDAD:

1,18) POR UN VOLUMEN DE AGUA DESTILADA.

24(J).3.2 NITRATO DE ALUMINIO, AL(NO₃)₃ H₂O.

24(J).3.3 CLORURO DE CESIO, CSCL.

24(J).3.4 CLORURO DE SODIO ANHIDRO, NA₂CO₃.

24(J).3.5 SOLUCION DE CLORURO DE CESIO Y DE NITRATO DE ALUMINIO. EN UN MATRAZ AFORADO DE 1.000 ML, DISOLVER EN AGUA 50 G DE CLORURO DE CESIO (24(J).3.3) Y 250 G DE NITRATO DE ALUMINIO (24(J).3.2).

ENRASAR CON AGUA Y HOMOGENEIZAR POR AGITACION.

24(J).3.6 SOLUCION PATRON DE SODIO DE 1 MG/ML DE NA. EN UN MATRAZ AFORADO DE 1.000 ML, DISOLVER EN AGUA 2,542 G DE CLORURO DE SODIO (24(J).3.4). AÑADIR 10 ML DE ACIDO CLORHIDRICO (24(J).3.1). ENRASAR CON AGUA. HOMOGENEIZAR POR AGITACION.

24(J).3.7 SOLUCION PATRON DE SODIO DE 40 MG/ML DE NA. INTRODUCIR 10 ML DE SOLUCION PATRON (24(J).3.6) EN UN MATRAZ AFORADO DE 250 ML.

ENRASAR CON AGUA.

HOMOGENEIZAR POR AGITACION.

24(J).4 PROCEDIMIENTO:

24(J).4.1 SOLUCIONES PATRON. EN MATRACES AFORADOS DE 100 ML INTRODUCIR 0, 5, 10, 15, 20 Y 25 ML DE LA SOLUCION INTERMEDIA (24(J).3.7).

AÑADIR 10 ML DE LA SOLUCION (24(J).3.5). ENRASAR CON AGUA.

HOMOGENEIZAR POR AGITACION.

CONCENTRACION DE LAS SOLUCIONES: 0, 2, 4, 6, 8 Y 10 MG/ML DE NA.

24(J).4.2 PREPARACION DE LAS SOLUCIONES PROBLEMA. DEPENDIENDO DEL CONTENIDO EN SODIO PREVISIBLE DE LA SOLUCION DE EXTRACCION (5 G DE ABONO EN 500 ML) OBTENIDA SIGUIENDO EL METODO 24(A) O EL METODO 24(C), EFECTUAR LAS DILUCIONES SEGUN EL SIGUIENTE CUADRO:

(PORCENTAJE) NA20/(PORCENTAJE) NA/DILUCION INTERMEDIA: ALICUOTA

(ML) (V2)/ DILUCION EN ML (V3)/DILUCION FINAL: ALICUOTA (ML)

(V4)/DILUCION EN ML/ FACTOR DILUCION

35/2,2- 3,7/10/50/10/100/50

5-10/3,7- 7,4/10/100/10/100/100

10-20/7,4-15,0/10/100/5/100/200

20-38/15,0-28,0/5/100/5/100/400

LA DILUCION INTERMEDIA SE HARA CON AGUA.

PARA LA DILUCION FINAL SE AÑADIRAN 10 ML DE LA SOLUCION (24(J).3.5) EN EL MATRAZ AFORADO DE 100 ML.

PARA UNA MUESTRA DE 1 G, MULTIPLIQUESE POR 5 LA ALICUOTA DE LA DILUCION FINAL (V 4).

24(J).4.3 MEDICIONES.

PREPARAR EL ESPECTROMETRO (24(J).2.1) PARA EFECTUAR MEDICIONES DE 589,3 NM. CALIBRAR EL APARATO MIDIENDO LA RESPUESTA DE LAS SOLUCIONES PATRON (24(J).4.1). REGULAR DESPUES LA SENSIBILIDAD DEL APARATO DE FORMA QUE SE UTILICE TOTALMENTE SU ESCALA CUANDO SE EMPLEE LA SOLUCION PATRON MAS CONCENTRADA. A CONTINUACION, MEDIR LA RESPUESTA DE LA SOLUCION DE LA MUESTRA QUE VAYA A ANALIZARSE (24(J).4.2). REPETIR LA OPERACION TRES VECES.

24(J).5 CALCULOS. REPRESENTAR LA CURVA PATRON PONIENDO EN ORDENADAS LAS MEDIAS DE LAS RESPUESTAS DE CADA UNA DE LAS SOLUCIONES PATRON Y EN ABCISAS LAS CONCENTRACIONES CORRESPONDIENTES EXPRESADAS EN MG/ML. A PARTIR DE ESTA, CALCULAR LA CONCENTRACION EN SODIO DE LA SOLUCION DE LA MUESTRA.

CALCULAR LA CANTIDAD DE SODIO A PARTIR DE LAS SOLUCIONES PATRON TENIENDO EN CUENTA LAS DILUCIONES. EXPRESAR LOS RESULTADOS EN PORCENTAJES DE LA MUESTRA.

EL PORCENTAJE EN SODIO (NA) DEL ABONO ES IGUAL A:

(PORCENTAJE) NA = C X V3/V4 X V1/V2 X 10-2/M

(PORCENTAJE) NA20 = (PORCENTAJE) NA X 1,384

SIENDO:

C = LA CONCENTRACION, EN MG/ML, DE LA SOLUCION INTRODUCIDA EN EL ESPECTROMETRO.

V 1 = EL VOLUMEN, EN ML, DE LA SOLUCION DE EXTRACCION.

V 2 = EL VOLUMEN, EN ML, DE LA ALICUOTA EN LA DISOLUCION INTERMEDIA.

V 3 = EL VOLUMEN, EN ML, DE LA DILUCION INTERMEDIA.

V 4 = EL VOLUMEN, EN ML, DE LA ALICUOTA EN LA DILUCION FINAL (EN 100 ML).

M = LA MASA, EN G, DE LA MUESTRA.

24(J).6 REFERENCIAS. DIRECTIVA DE LA COMISION 89/519/CEE, <DIARIO OFICIAL DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS> NUMERO L 265, DE 12 DE SEPTIEMBRE DE 1989. METODO 8.10.