

REAL DECRETO 575/1996, DE 28 DE MARZO, POR EL QUE SE APRUEBAN NUEVOS
METODOS OFICIALES DE ANALISIS DE FERTILIZANTES.

La plena integración de España en la Comunidad Europea requiere la armonización de la legislación nacional con la normativa comunitaria.

En consecuencia, es necesaria la transposición de la Directiva 95/8/CE, de 10 de abril, de la Comisión, sobre métodos de análisis de fertilizantes, que supone la incorporación a la normativa interna de nuevos métodos comunitarios que permiten comprobar sus condiciones de calidad y composición, así como eliminar los obstáculos técnicos a los intercambios del sector. Los nuevos métodos vienen a añadirse a los métodos oficiales ya vigentes, aprobados por las Ordenes de 30 de noviembre de 1976, 31 de julio de 1979, 17 de septiembre de 1981, 1 de diciembre de 1981 y 18 de julio de 1989 y por los Reales Decretos 1163/1991, de 22 de julio, y 2490/1994, de 23 de diciembre.

El contenido de la presente norma se dicta al amparo de lo dispuesto en el artículo 40.2 de la Ley 14/1986, de 25 de abril, General de Sanidad, y del artículo 149.1.13.^a y 16.^a de la Constitución, relativo a las bases y coordinación de la planificación general de la actividad económica y a las bases y coordinación general de la sanidad.

En la tramitación del presente Real Decreto han sido consultadas las entidades y organizaciones afectadas por el mismo y ha sido emitido el informe de la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria.

En su virtud, a propuesta de los Ministros de Agricultura, Pesca y Alimentación, de Economía y Hacienda, de Industria y Energía, de Sanidad y Consumo y de Comercio y Turismo, de acuerdo con el Consejo de Estado, y previa deliberación del Consejo de Ministros en su reunión del día 28 de marzo de 1996,

D I S P O N G O :

Artículo 1. Objeto.

Se aprueban como oficiales los métodos de análisis de fertilizantes que se detallan en el anexo.

Artículo 2. Supuesto de inexistencia de métodos oficiales.

Cuando no existan métodos oficiales para determinados análisis de fertilizantes, y hasta que sean aprobados, podrán ser utilizados los establecidos en normas nacionales vigentes o aquellos métodos internacionales de reconocida solvencia.

Disposición adicional única. Carácter básico.

Lo dispuesto en el presente Real Decreto tiene el carácter de normativa básica estatal al amparo de lo dispuesto en el artículo 40.2 de la Ley 14/1986, de 25 de abril, General de Sanidad, y del artículo 149.1.13.^a y 16.^a de la Constitución, relativos a las bases y coordinación de la planificación general de la actividad económica y a las bases y coordinación general de la sanidad.

Disposición final primera. Facultades de desarrollo.

Se faculta a los Ministros de Agricultura, Pesca y Alimentación, de Economía y Hacienda, de Industria y Energía, de Sanidad y Consumo y de Comercio y Turismo para dictar, en el ámbito de sus respectivas competencias, las disposiciones necesarias para el cumplimiento y aplicación de lo dispuesto en el presente Real Decreto.

Disposición final segunda. Entrada en vigor.

El presente Real Decreto entrará en vigor el día siguiente al de su publicación en el «Boletín Oficial del Estado».

Dado en Madrid a 28 de marzo de 1996.

JUAN CARLOS R.

El Ministro de la Presidencia,

ALFREDO PEREZ RUBALCABA

A N E X O

INDICE

22(b). Determinación cuantitativa del boro en los extractos de abonos de contenidos superiores al 10 por 100 por acidimetría.

23(e). Oligoelementos en contenidos superiores al 10 por 100.

- 23(f). Extracción de los oligoelementos solubles en agua.
- 23(g). Eliminación de los compuestos orgánicos en los extractos de abonos en contenidos superiores al 10 por 100.
- 23(h). Determinación cuantitativa de oligoelementos en contenidos superiores al 10 por 100 en los extractos de abonos por espectrometría de absorción atómica (método general).
- 29(b). Determinación cuantitativa del zinc en contenidos superiores al 10 por 100 en los extractos de abonos por espectrometría de absorción atómica.
- 30(c). Determinación cuantitativa del cobre en los extractos de abonos en contenidos superiores al 10 por 100 por volumetría.
- 32(b). Determinación cuantitativa del hierro en los extractos de abonos en contenidos superiores al 10 por 100 por espectrometría de absorción atómica.
- 33(b). Determinación cuantitativa del manganeso en contenidos superiores al 10 por 100 en los extractos de abonos por valoración como permanganato.
- 35(b). Determinación cuantitativa del molibdeno en contenidos superiores al 10 por 100 en los extractos de abonos por gravimetría con 8-hidroxiquinoleína.
- 37(b). Determinación cuantitativa del cobalto en los extractos de abonos de contenidos superiores al 10 por 100 por gravimetría con 1-nitroso-2-naftol.

I. METODO 22(b)

22(b) Determinación cuantitativa del boro en los extractos de abonos de contenidos superiores al 10 por 100 por acidimetría.

22(b).1 Principio.

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

El presente método es aplicable a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 23(e) y 23(f), para los que la Orden de 14 de junio de 1991, sobre productos fertilizantes y afines, establece la declaración del contenido de boro total y/o del contenido de boro soluble en agua.

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.

22(b).2 Material y aparatos.

22(b).2.1 pHmetro con electrodo de vidrio

22(b).2.2 Agitador magnético

22(b).2.3 Vaso de precipitados de 400 ml con barra de teflón.

22(b).3 Reactivos.

22(b).3.1 Solución indicadora de rojo de metilo. En un matraz aforado de 100 ml, disolver 0,1 g de rojo de metilo (CHNO) en 50 ml de etanol al 95 por 100. Enrasar con agua.

Homogeneizar.

22(b).3.2 Solución diluida de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 M. Mezclar un volumen de ácido clorhídrico (HCl, $d = 1,18 \text{ g/ml}$) y 20 volúmenes de agua.

22(b).3.3 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.

22(b).3.4 Solución de 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 (22(b).3.3) con agua hervida y homogeneizar. Se determinará su valor expresado en B (véase el punto 22(b).4.4).

22(b).3.5 Solución de calibración de boro (100 lg/ml de B). En un matraz aforado de 1.000 ml disolver con agua 0,5719 g de ácido bórico (HBO), pesado con precisión de 0,1 mg. Enrasar con agua y homogeneizar. Pasar a un frasco de plástico para conservar en el frigorífico.

22(b).3.6 D-manitol (CHO) en polvo

22(b).3.7 Cloruro de sodio (NaCl).

22(b).4 Procedimiento.

22(b).4.1 Preparación de la solución problema. Disolución del boro. Véanse los métodos 23(e) y 23(f) y, en su caso, el 23(g).

22(b).4.2 Prueba. En el vaso de precipitados de 400 ml (23(b).2.3), introducir una alícuota (a) tomada del extracto (22(b).4.1) 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 (22(b).3.1).

En caso de extracción por el método 23(f) acidificar añadiendo ácido clorhídrico 0,5 M (22(b).3.2) hasta que vire el indicador y añadir después un exceso de 0,5 ml de ácido clorhídrico 0,5 M (22(b).3.2). Añadir 3 g de cloruro de sodio (22(b).3.7) y llevar a ebullición para eliminar el dióxido de carbono. Dejar enfriar. Poner el vaso de precipitados en el agitador magnético (22(b).2.2) e introducir en él los electrodos del pHmetro (22(b).2.1) 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 (22(b).3.6), disolver completamente y homogeneizar. Valorar con la solución de hidróxido de sodio 0,025 M (22(b).3.4) hasta alcanzar el pH de 6,3 (estabilidad de, al menos, 1 minuto).

Llamaremos X al volumen necesario.

22(b).4.3 Ensayo en blanco. Ejecutar un ensayo en blanco en las mismas condiciones desde la disolución y omitiendo únicamente el abono. Llamaremos X al volumen necesario.

22(b).4.4 Valor en boro (B) de la solución de hidróxido de sodio (22(b).3.4). Tomar con una pipeta 20 ml (equivalentes a 2,0 mg de boro (B)) de la solución de calibración (22(b).3.5) y pasarlos a un vaso de precipitados de 400 ml; añadir algunas gotas de la solución de rojo de metilo (22(b).3.1). Añadir 3 g de cloruro de sodio (22(b).3.7) y solución de ácido clorhídrico (22(b).3.2) hasta que vire la solución indicadora (22(b).3.1). 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 (22(b).2.2) e introducir en él los electrodos del pHmetro (22(b).2.1), 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 (22(b).3.6) disolver completamente y homogeneizar. Valorar con la solución de hidróxido de sodio 0,025 M (22(b).3.4) hasta alcanzar el pH de 6,3 (estabilidad de, al menos, 1 minuto). Llamaremos V al volumen necesario.

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

La equivalencia en boro (F) de la solución valorada de NaOH (22(b).3.4) es la siguiente:

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

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

22(b).5 Cálculos.

El porcentaje de boro (B) del abono es:

$$B (\%) = (X - X) \times F \times V$$

$$10 \times X \text{ a } X \text{ M}$$

Siendo:

$$B (\%)$$

= el porcentaje en boro del abono.

X

= el volumen de la solución de hidróxido de sodio 0,025 M (22(b).3.4) necesario en la prueba (22(b).4.2), en ml.

X

= el volumen de la solución de hidróxido de sodio 0,025 M (22(b).3.4) necesario en el ensayo en blanco (22(b).4.3), en ml.

F

= la equivalencia en boro (B) de la solución de hidróxido de sodio 0,025 M (22(b).3.4) en mg/ml.

V

= el volumen del extracto obtenido según método 23(e) o 23(f), en ml.

a

= el volumen de la alícuota (22(b).4.2).

M

= la masa de la muestra de abono tomada según el método 23(e) o 23(f), en gramos.

22(b).6 Referencias.

Directiva de la Comisión 95/8/CE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L86, de 20 de abril de 1995. Método 10.5.

II. METODO 23(e)

23(e) Oligoelementos en contenidos superiores al 10 por 100

Extracción de los oligoelementos totales

23(e).1 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.

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.

El presente método concierne a los abonos CEE contemplados en la Orden de 14 de junio de 1991, sobre productos fertilizantes y afines, 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 por 100.

23(e).2 Material y aparatos.

23(e).2.1 Placa calefactora de temperatura regulable.

23(e).2.2 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, éstos deben aclararse cuidadosamente.

23(e).3 Reactivos.

23(e).3.1 Solución diluida de ácido clorhídrico (HCl), aproximadamente 6 M. Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico ($p = 1,18 \text{ g/mg}$) con 1 volumen de agua.

23(e).3.2 Solución de amoníaco concentrado (NH_4OH , $p = 0,9 \text{ g/ml}$).

23(e).4 Procedimiento.

23(e).4.1 Preparación de la muestra. Ver método número 1 (Orden de 18 de julio de 1989, por la que se aprueban los métodos oficiales de análisis de fertilizantes)

23(e).4.2 Toma de muestras. Pesar una cantidad de abono de 1 ó 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 (porcentaje). / T 10 R 25 / » 25

Masa de la muestra (g). / 2 / 1

Masa del elemento en la muestra (mg). / T 200 R 500 / » 250

Volumen del extracto V (ml). / 500 / 500

Concentración del elemento en el extracto (mg/l). / T 400 R 1.000 / » 500

Introducir la muestra en un vaso de precipitado de 250 mililitros.

23(e).4.3 Disolución. Si fuera necesario, humectar la muestra con un poco de agua; añadir ácido clorhídrico diluido (23 (e).3.1) en pequeñas fracciones y con precaución, a razón de 10

mililitros por gramo de abono utilizado; luego añadir aproximadamente 50 ml de agua. Tapar el vaso de precipitado con un vidrio de reloj y mezclar. Hervir durante treinta minutos sobre la placa calefactor. Dejar enfriar, agitando de vez en cuando. Transvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 500 mililitros. Enrasar con agua. Homogeneizar. Pasar a través de un filtro seco a un recipiente seco. Desechar la primera porción de 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 (23(e).3.2).

23(e).4.4 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 22(b), 37(b), 33(b) y 35(b) no pueden utilizarse para determinar elementos presentes en forma quelatada o acomplexada. En tales casos, debe seguirse el método 23(g) antes de la determinación.

Este tratamiento puede no ser necesario en las determinaciones por espectrofotometría de absorción atómica (métodos 32(b) y 29(b)).

23(e).5 Referencias.

Directiva de la Comisión 95/8/CE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 86, de 2 de abril de 1995. Método 10.1.

III. METODO 23(f)

23(f) Extracción de los oligoelementos solubles en agua.

23(f).1 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 no puede ser cuantitativa.

En el presente documento se establece el método de extracción de las formas solubles en agua de los siguientes oligoelementos: boro, cobalto, 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 en cada uno de estos oligoelementos.

El presente método se aplica a los abonos CEE contemplados en la Orden de 14 de junio de 1991, sobre productos fertilizantes y afines, 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 por 100.

23(f).2 Material y aparatos.

23(f).2.1 Agitador rotatorio ajustado a 35 ó 40 revoluciones por minuto, aproximadamente.

Nota: Si se prevé la determinación cuantitativa del boro presente en el extracto, 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.

23(f).3 Reactivos.

23(f).3.1 Solución diluida de ácido clorhídrico (HCl), aproximadamente 6M. Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (q: 1,18 g/ml) con 1 volumen de agua.

23(f).4 Procedimiento.

23(f).4.1 Preparación de la muestra. Ver método número 1 (Orden de 18 de julio de 1989, por la que se aprueban los métodos oficiales de análisis de fertilizantes).

23(f).4.2 Toma de muestra. Tomar una cantidad de abono de 1 ó 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 (porcentaje). / T 10 R 25 / » 25

Masa de la muestra (g). / 2 / 1

Masa del elemento en la muestra (mg). / T 200 R 500 / » 250

Volumen del extracto V (ml). / 500 / 500

Concentración del elemento en el extracto (mg/l). / T 400 R 1.000 / » 500

Colocar la muestra en un matraz de 500 ml.

23(f).4.3 Disolución. Añadir aproximadamente 400 ml de agua. Tapar el matraz con cuidado. Agitar enérgicamente con la mano para obtener una buena dispersión del producto. Colocar el matraz en el agitador (23(f).2.1). Tener el aparato en funcionamiento por espacio de treinta minutos. Enrasar con agua. Homogeneizar. 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 enturbiamiento progresivo de extracto, efectuar una nueva extracción según (23(f).4.2) y (23(f).4.3) 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 (23(f).3.1). 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 :

$$V = V \times \frac{W}{W - 5}$$

W - 5

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

23(f).4.4 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 22(b), 37(b), 30(c), 33(b) y 35(b) no pueden utilizarse para determinados elementos presentes en forma quelatada o acomplejada. En tales casos, debe seguirse el método 23(g) antes de cada determinación.

Este tratamiento puede no ser necesario en las determinaciones por espectrofotometría de absorción atómica (métodos 32(b) y 29 (b)).

23(f).5 Referencias.

Directiva de la Comisión 95/8/CE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 86, de 20 de abril de 1995. Método 10.2.

IV. METODO 23(g)

23(g) Eliminación de los compuestos orgánicos en los extractos de abonos en contenidos superiores al 10 por 100.

23(g).1 Principio.

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

Este método se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 23(e) y 23(f) para los que la Orden de 14 de junio de 1991, sobre productos fertilizantes y afines, establece la determinación cuantitativa del elemento total y/o del elemento soluble en agua.

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

23(g).2 Material y aparatos.

23(g).2.1 Placa calefactora de temperatura regulable.

23(g).3 Reactivos.

23(g).3.1 Solución de ácido clorhídrico diluido, aproximadamente 0,5 M.

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (HCl, q = 1,18) con 20 volúmenes de agua.

23(g).3.2 Solución de peróxido de hidrógeno (H₂O₂, q = 1,1), al 30 por 100 exento de oligoelementos.

23(g).4 Procedimiento.

23(g).4.1 Preparación de la muestra. Tomar 25 ml de la solución de extracción siguiendo el método 23(e) o el 23(f) e introducirla en un vaso de precipitados de 100 ml. Si se trata de la extracción 23(f), añadir 5 ml de la solución de ácido clorhídrico (23(g).3.1).

Añadir a continuación 5 ml de la solución de peróxido de hidrógeno (23(g).3.2). Cubrir con un vidrio de reloj. Dejar oxidar en frío durante aproximadamente una hora y a continuación, hervir progresivamente y mantener en ebullición durante media hora. Si es necesario, añadir otros 5 ml de peróxido de hidrógeno a la solución templada y proseguir la eliminación de los compuestos orgánicos.

Después eliminar el exceso de peróxido de hidrógeno mediante ebullición. Dejar enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 50 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar. Filtrar si fuera necesario.

Se contará con esta dilución al 50 por 100 a la hora de tomar alícuotas y al calcular el porcentaje de oligoelemento del producto.

23(g).6 Referencias.

Directiva de la Comisión 95/8/CE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 86, de 20 de abril de 1995. Método 10.3.

V. METODO 23(h)

23(h) Determinación cuantitativa de oligoelementos en contenidos superiores al 10 por 100 en los extractos de abonos por espectrometría de absorción atómica. (Método general.)

23(h).1 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. Este método se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 23(e) y 23(f) para los que la Orden de 14 de junio de 1991, sobre productos fertilizantes y afines, establece una declaración del contenido 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.

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

23(h).2 Material y aparatos.

23(h).2.1 Espectrómetro de absorción atómica equipado con fuentes que emitan las líneas características de radiación de los elementos estudiados.

Para su utilización, el analista se ajustará a las instrucciones del fabricante del aparato y deberá estar familiarizado con su utilización.

El aparato debe permitir corregir el fondo de llama, por si fuera necesario (por ejemplo, Zn).

Los gases empleados serán aire y acetileno.

23(h).3 Reactivos.

23(h).3.1 Solución de ácido clorhídrico aproximadamente 6 M. Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) con 1 volumen de agua.

23(h).3.2 Solución de ácido clorhídrico aproximadamente 0,5 M. Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) con 20 volúmenes de agua.

23(h).3.3 Soluciones de sal de lantano (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 (23(h).3.1). 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 (23(h).3.1). 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 heptahidratado ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) o 31,2 g de nitrato de lantano hexahidratado ($\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 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 6M (23(h).3.1). Dejar que se disuelva y enrasar con agua. La concentración de esta solución en ácido clorhídrico es 0,5 M, aproximadamente.

23(h).3.4 Soluciones patrón. Para su preparación véanse los métodos de determinación cuantitativa de cada oligoelemento.

23(h).4 Procedimiento.

23(h).4.1 Preparación de la solución problema.

23(h).4.1.1 Disolución de los elementos a determinar. Véanse los métodos 23(e) y 23(f) y, si procede, 23(g).

23(h).4.1.2 Preparación de la solución de ensayo. Diluir una alícuota del extracto obtenido siguiendo los métodos 23(e), 23(f) o 23(g) con agua o ácido clorhídrico (23(h).3.1) o

(23(h).3.2) 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 patrón (23(h).4.3) 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) el volumen en ml de esta alícuota. Añadir 10 ml de la solución de sal de lantano elegida (23(h).3.3). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (23(h).3.2) y homogeneizar. Sea D el factor de dilución.

23(h).4.2 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.

23(h).4.3 Preparación de las soluciones patrón

A partir de la solución patrón de trabajo preparada según el método descrito para cada oligoelemento, preparar, en matraces aforados de 100 ml una serie de, como mínimo, cinco soluciones patrón de concentración creciente que correspondan a la zona óptima de medida del aparato. Si es preciso, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución problema diluida (23(h).4.1.2). Para la determinación de hierro o de zinc, añadir 10 ml de la misma solución de sal de lantano (23(h).3.3) que se haya empleado en 23(h).4.1.2. Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (23(h).3.2) y homogeneizar.

23(h).4.4 Mediciones. Preparar el espectrómetro (23(h).2.1) para la determinación y regular la longitud de onda al valor que se precise en el método propio del elemento que se vaya a determinar.

Medir tres veces sucesivamente las soluciones patrón (23(h).4.3), la solución problema (23(h).4.1.2) y la solución en blanco (23(h).4.2), anotando cada resultado; lavar a fondo el aparato con agua destilada entre cada medida.

Representar la curva patrón poniendo en ordenadas el valor medio de los resultados de cada una de las mediciones patrón (23(h).4.3) leídas en el espectrómetro y, en abscisas, las concentraciones correspondientes del elemento que se determine, expresadas en lg/ml.

Partiendo de esta curva, determinar las concentraciones de dicho elemento en la solución problema X (23(h).4.1.2). Dichas concentraciones se expresarán en lg/ml.

23(h).5 Cálculos.

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

$$E (\%) \text{ del abono} = \frac{(X - X_0) \times V \times D}{M \times 10}$$

Si se ha seguido el método 23(g):

$$E (\%) \text{ del abono} = \frac{(X - X_0) \times V \times 2D}{M \times 10}$$

Siendo:

E

= la cantidad del elemento que se determina, expresada en porcentaje del abono.

X

= la concentración de la solución de ensayo (23(h).4.1.2) en lg/ml.

X₀

= la concentración de la solución en blanco (23(h).4.2) en lg/ml.

V

= el volumen del extracto obtenido según el método 23(e) o 23(f), en ml.

D

= el factor correspondiente a la dilución efectuada en (23(h).4.1.2).

M

= la masa de la muestra tomada con arreglo al método 23(e) o 23(f), en gramos.

Cálculo del factor de dilución D: si (a), (a), (a), ... (a) y (a) son las alícuotas y (v), (v), (v), ... (v) y 100 los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a:

$$D = \frac{v}{v} \div \frac{v}{100}$$

$$D = \frac{a}{a} \div \frac{a}{a} \dots \frac{a}{a} \div \frac{a}{a}$$

a / a / a / a

(/) / (/) / (/) / (/)

23(h).6 Referencias.

Directiva de la Comisión 95/8/CE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L86, de 20 de abril de 1995. Método 10.4.

VI. METODO 29(b)

29(b) Determinación cuantitativa del zinc en contenidos superiores al 10 por 100 en los extractos de abonos por espectrometría de absorción atómica.

29(b).1 Principio.

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

Este método se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 23(e) y 23(f) para los que la Orden de 14 de junio de 1991, sobre productos fertilizantes y afines, establece la declaración del contenido de zinc.

29(b).2 Material y aparatos

29(b).2.1 Espectrómetro de absorción atómica: véase el apartado 23(h).2. El aparato debe estar provisto de una fuente de radiación característica del zinc (213,8 nm) y de un corrector de fondo.

29(b).3 Reactivos.

29(b).3.1 Solución de ácido clorhídrico aproximadamente 6 M. Véase el apartado 23(h).3.1.

29(b).3.2 Solución de ácido clorhídrico aproximadamente 0,5 M. Véase el apartado 23(h).3.2.

29(b).3.3 Soluciones de sal de lantano (10 g de La por litro). Véase el apartado 23(h).3.3.

29(b).3.4 Soluciones patrón del zinc.

29(b).3.4.1 Solución madre de zinc (1.000 lg/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 concentrado 6 M (29(b).3.1). Después de la disolución completa, enrasar con agua y homogeneizar.

29(b).3.4.2 Solución de trabajo de zinc (100 lg/ml). En un matraz aforado de 200 ml, diluir 20 ml de la solución madre (29(b).3.4.1) con solución de ácido clorhídrico 0,5 M (29(b).3.2).

Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M. Homogeneizar.

29(b).4 Procedimiento.

29(b).4.1 Preparación de la solución problema. Disolución del zinc. Véanse los métodos 23(e) y 23(f) y, si procede, 23(g).

29(b).4.2 Preparación de la solución de ensayo. Véase el apartado 23(h).4.1.2. La solución de ensayo debe contener un 10 por 100 (v/v) de una solución de sal de lantano.

29(b).4.3 Preparación de la solución en blanco. Véase el apartado 23(h).4.2. La solución de ensayo debe contener un 10 por 100 (v/v) de una solución de sal de lantano utilizada en 29(b).4.2.

29(b).4.4 Preparación de las soluciones patrón. Véase el apartado 23(h).4.3. Para un intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 y 5 lg/ml de zinc (Zn), introducir, respectivamente, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo 29(b).3.4.2 en matraces aforados de 100 ml. Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución de ensayo. Añadir en cada matraz 10 ml de la solución de sal de lantano utilizada en 29(b).4.2. Enrasar con solución de ácido clorhídrico 0,5 M (29(b).3.2). Homogeneizar.

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

29(b).4.5 Mediciones. Véase el apartado 23(h).4.4. Preparar el espectrómetro (29(b).2.1) para realizar las mediciones a una longitud de onda de 213,8 nm.

29(b).5 Cálculos.

Véase el apartado 23(h).5.

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

$$\text{Zn (\%)} = \frac{(X - X_0) \times V \times D}{M \times 10}$$

M X 10

Si se ha seguido el método 23(g):

$$\text{Zn (\%)} = \frac{(X - X_0) \times V \times 2D}{M \times 10}$$

M X 10

Siendo:

Zn

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

X

= la concentración de la solución de ensayo (29(b).4.2) en lg/ml.

X

= la concentración de la solución en blanco (29(b).4.3) en lg/ml.

V

= el volumen del extracto obtenido según el método 23(e) o 23(f), en ml.

D

= el factor correspondiente a la dilución efectuada en (29(b).4.2).

M

= la masa de la muestra tomada con arreglo al método 23(e) o 23(f), en gramos.

Cálculo del factor de dilución D: si (a), (a), (a), ... (a) y (a) son las alícuotas y (v), (v), (v), ... (v) y 100 los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a:

$v / v / v / 100$

$D = / / X / / X \dots X / / X /$

$a / a / a / a$

$(/) / (/) / (/) / (/)$

29(b).6 Referencias.

Directiva de la Comisión 95/8/CE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L86, de 20 de abril de 1995. Método 10.11.

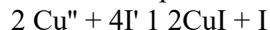
VII. METODO 30(c)

30(c) Determinación cuantitativa del cobre en los extractos de abonos en contenidos superiores al 10 por 100 por volumetría.

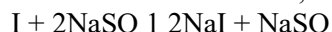
30(c).1 Principio.

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

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:



Este método se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 23(e) o 23(f) para los que la Orden de 14 de junio de 1991, sobre productos fertilizantes y afines, establece la determinación del contenido de cobre.

30(c).2 Reactivos.

30(c).2.1 Ácido nítrico (HNO₃, p: 1,40 g/ml)

30(c).2.1 Urea ((NH₂)₂C=O)

30(c).2.2 Solución al 10 por 100 (p/v) de bifluoruro de amonio (NH₄HF₂)

Guardar la solución en un recipiente de plástico.

30(c).2.3 Solución de hidróxido de amonio (1 + 1).

Mezclar un volumen de solución de hidróxido de amonio (NH₄OH, p: 0,9 g/ml) y un volumen de agua.

30(c).2.4 Solución patrón de tiosulfato de sodio. En un matraz aforado de 1 litro, disolver 7,812 g de tiosulfato de sodio pentahidrato (Na₂S₂O₃ · 5H₂O) 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.

30(c).2.5 Yoduro de potasio (KI)

30(c).2.6 Solución de tiocianato de potasio (KSCN) al 25 por 100 (p/v). Conservar esta solución en un frasco de plástico.

30(c).2.7 Solución de almidón al 0,5 por 100, aproximadamente. Introducir en un vaso de precipitados de 600 ml 2,5 g de almidón ((CHO)_n). Añadir 500 ml de agua aproximadamente. Llevar a ebullición agitando. Enfriar a temperatura ambiente. La solución no se conserva mucho tiempo.

30(c).3 Procedimiento.

30(c).3.1 Disolución del cobre. Véanse los métodos 23(e) y 23(f).

30(c).3.2 Preparación de la solución de ensayo. Introducir una alícuota de la solución del extracto que no contenga menos de 20 ó 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 (30(c).2.1) y hervir durante medio minuto, aproximadamente.

Retirar el erlenmeyer de la fuente de calor, añadir 3 g, aproximadamente de urea (30(c).2.1) 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 (30(c).2.3), hasta que la solución se vuelva azul. A continuación adicionar 1 ml más.

Añadir 10 g de yoduro de potasio (30(c).2.5) y disolver.

30(c).3.3 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 (30(c).2.4) hasta que disminuya la intensidad del color marrón del yodo liberado de la solución.

Introducir 10 ml de la solución de almidón (30(c).2.7). Continuar la valoración con la solución de tiosulfato sódico (30(c).2.4) hasta la práctica desaparición del color púrpura.

Añadir 20 ml de solución de tiocianato de potasio (30(c).2.6) y proseguir la valoración hasta la desaparición total del color azul violeta.

Anotar el volumen empleado de la solución de tiosulfato.

30(c).4 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:

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

a

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 23(e) o 23(f), en ml.

a

= el volumen de la parte alícuota, en ml.

M

= la masa de la muestra tratada según los métodos 23(e) o 23(f), en gramos.

30(c).5 Referencias.

Directiva de la Comisión 95/8/CE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L86, de 20 de abril de 1995. Método 10.7.

VIII. METODO 32(b)

32(b) Determinación cuantitativa del hierro en los extractos de abonos en contenido superior al 10 por 100 por espectrometría de absorción atómica.

32(b).1 Principio.

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

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

El presente método se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 23(e) y 23(f) y para los cuales la Orden de 14 de junio de 1991, sobre productos

fertilizantes y afines, establece la determinación del contenido de hierro total y/o soluble en agua.

32(b).2 Material y aparatos.

Espectrómetro de absorción atómica, véase el apartado 2 del método 23(h). El aparato debe estar provisto de una fuente de radiación característica del hierro (248,3 nm).

32(b).3 Reactivos.

32(b).3.1 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M. Véase el apartado 3.1 del método 23(h).

32(b).3.2 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 M. Véase apartado 3.2 del método 23(h).

32(b).3.3 Solución de peróxido de hidrógeno (HO al 30 por 100, $p = 1,11$ g/ml) exento de oligoelementos.

32(b).3.4 Soluciones de sal de lantano (10 g de La por litro). Véase el apartado 3.3 del método 23(h).

32(b).3.5 Soluciones de calibración del hierro.

32(b).3.5.1 Solución madre de hierro (1.000 lg/ml). En un vaso de precipitado 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 6M (32(b).3.1) y 15 ml de solución de peróxido de (32(b).3.3). Calentar en placa calefactora hasta disolución completa, dejar enfriar y pasar cuantitativamente a un matraz de 1.000 ml. Enrasar con agua y homogeneizar. 32(b).3.5.2 Solución de trabajo de hierro (100 lg/ml). En un matraz aforado de 200 ml, introducir 20 ml de solución madre (32(b).3.5.1). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (32(b).3.2). Homogeneizar.

32(b).4 Procedimiento.

32(b).4.1 Disolución del hierro. Véanse los métodos 23(e), 23(f) y si procede 23(g).

32(b).4.2 Preparación de la solución de ensayo. Véase el apartado 4.1.2 del método 23(h). La solución de ensayo debe contener un 10 por 100 (v/v) de una solución de sal de lantano.

32(b).4.3 Preparación de la solución en blanco. Véase el apartado 4.2 del método 23(h). La solución en blanco debe contener un 10 por 100 (v/v) de la solución de sal de lantano utilizada en 32(b).4.2.

32(b).4.4 Preparación de las soluciones de calibración. Véase el apartado 4.3 del método 23(h). Para un intervalo óptimo de detección comprendida entre cero y 10 lg/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 (32(b).3.5.2). 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 32(b).4.2. Enrasar con solución de ácido clorhídrico 0,5 M (32(b).3.2). Homogeneizar. Estas soluciones contienen, respectivamente, 0, 2, 4, 6, 8 y 10 lg/ml de hierro (Fe).

32(b).4.5 Mediciones. Véase el apartado 4.4 del método 23(h). Preparar el espectrómetro (32(b).2) para realizar las mediciones a una longitud de onda de 248,3 nm.

32(b).5 Cálculos.

Véase el apartado 5 del método 23(h).

El porcentaje de hierro (Fe) en el abono es igual a: $\text{Fe (\%)} = ((X - X) \times V \times 2D)/(M \times 10)$

Siendo:

Fe

= cantidad de hierro (Fe), expresada en porcentaje del abono.

X

= la concentración de la solución de ensayo (32(b).4.2) en lg/ml.

X

= la concentración de la solución en blanco (32(b).4.3) en lg/ml.

V

= el volumen del extracto obtenido con el método 23(e) o 23(f) en ml.

D

= el factor correspondiente a la dilución efectuada en (32(b).4.1).

M

= la masa de la muestra tomada con arreglo al método 23(e) o 23(f) en gramos.

Cálculo del factor de dilución D:

Si (a), (a), (a) ... (a) y (v), (v), (v) ... (v) y (100) los volúmenes en ml correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a:

$$D = (v/a) \times (v/a) \times (v/a) \times \dots \times (v/a) \times (100/a)$$

32(b).6 Referencia.

Directiva de la Comisión 95/8/CE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L86, de 20 de abril de 1995. Método 10.8.

IX. METODO 33(b)

33(b) Determinación cuantitativa del manganeso en contenidos superiores al 10 por 100 en los extractos de abonos por valoración como permanganato.

33(b).1 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 forme se reduce mediante un exceso de sulfato ferroso. Este exceso se valora con una solución de permanganato de potasio. Este método se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 23(e) y 23(f) para los que la Orden de 14 de junio de 1991, sobre productos fertilizantes y afines, establece la declaración del contenido del manganeso

33(b).2 Material y aparatos.

33(b).2.1 Crisol filtrante P16/ISO 4793, porosidad 4, capacidad 50 ml, instalado sobre un matraz de filtración de 500 ml.

33(b).2.2 Agitador magnético.

33(b).3 Reactivos.

33(b).3.1 Ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄, q: 1,84 g/ml).

33(b).3.2 Ácido sulfúrico aproximadamente 9 M. Mezclar con cuidado 1 volumen de ácido sulfúrico concentrado (33(b).3.1) y un volumen de agua.

33(b).3.3 Ácido nítrico 6 M. Mezclar 3 volúmenes de ácido nítrico (HNO₃, q: 1,40 g/ml) y 4 volúmenes de agua.

33(b).3.4 Ácido nítrico 0,3 M. Mezclar un volumen de ácido nítrico 6 M y 19 volúmenes de agua.

33(b).3.5 Bismutato de sodio (NaBiO₃) al 85 por 100.

33(b).3.6 Tierra de diatomeas.

33(b).3.7 Ácido ortofosfórico 15 M (H₃PO₄ q: 1,71 g/ml).

33(b).3.8 Solución de sulfato ferroso 0,15 M. En un matraz aforado de 1 litro, disolver 41,6 g de sulfato ferroso heptahidrato (FeSO₄·7H₂O). Añadir 25 ml de ácido sulfúrico concentrado (33(b).3.1) y 25 ml de ácido fosfórico (33(b).3.7). Enrasar y homogeneizar.

33(b).3.9 Solución de permanganato de potasio 0,020 M. Pesar, con una precisión de 0,1 mg, 3,160 g de permanganato potásico (KMnO₄), disolver y llevar a 1.000 ml de agua.

33(b).3.10 Solución de nitrato de plata. Disolver 1,7 g de nitrato de plata (AgNO₃) y llevar a 100 ml con agua

33(b).4 Procedimiento.

33(b).4.1 Preparación de la solución problema.

33(b).4.1.1 Disolución del manganeso. Véanse los métodos 23(e) y 23(f).

Si hay dudas sobre la presencia de iones cloruro, someter a prueba la solución con una gota de la solución de nitrato de plata (33(b).3.10).

33(b).4.1.2 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 (33(b).3.1).

33(b).4.1.3 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 (33(b).3.2). Bajo una campana extractora, llevar a ebullición sobre la 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 (33(b).3.10). Si quedan aún cloruros, comenzar de nuevo la operación tras haber añadido 5 ml de ácido sulfúrico 9 M (33(b).3.2).

33(b).4.2 En un vaso de precipitados de 400 ml que contiene la solución problema, poner 25 ml de ácido nítrico 6 M (33(b).3.3) y 2,5 g de bismutato de sodio (33(b).3.5). Con el agitador magnético (33(b).2.2), agitar enérgicamente durante tres minutos. Añadir 50 ml de ácido nítrico 0,3 M (33(b).3.4) y agitar de nuevo.

Filtrar a vacío con un crisol (33(b).2.1) cuyo fondo se ha cubierto de tierra de diatomeas (33(b).3.6). Lavar varias veces el crisol con ácido nítrico 0,3 M (33(b).3.4) 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 la solución de sulfato ferroso 0,15 M (33(b).3.8). Si el filtrado se vuelve amarillo tras la adición de sulfato ferroso, añadir 3 ml de ácido ortofosfórico 15 M (33(b).3.7).

Valorar mediante una bureta el exceso de sulfato ferroso con la solución de permanganato de potasio 0,02 M (33(b).3.9) hasta obtener un color rosa estable durante un 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.

33(b).5 Cálculos.

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

$$\text{Mn (\% del abono)} = \frac{(X - X_0) \times 0,1099 \times V}{a \times X \times M}$$

Siendo:

X

= el volumen del permanganato utilizado en la prueba en blanco, en ml.

X₀

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

V

= el volumen del extracto obtenido según los métodos 23(e) y 23(f), en ml.

a

= el volumen de la alícuota tomada del extracto, en ml.

M

= la masa de la muestra, en gramos.

33(b).6 Referencias.

Directiva de la Comisión 95/8/CE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L86, de 20 de abril de 1995. Método 10.9.

X. METODO 35(b)

35(b) Determinación cuantitativa del molibdeno en contenidos superiores al 10 por 100 en los extractos de abonos por gravimetría con 8-hidroxiquinoleína.

35(b).1 Principio.

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

Este método se aplica a los extractos de las muestras de abonos obtenidos por los métodos 23(e) y 23(f) para los que la Orden de 14 de junio de 1991, sobre productos fertilizantes y afines, establece la declaración del contenido de molibdeno.

35(b).2 Material y aparatos.

35(b).2.1 Crisol filtrante P16/ISO 4793, porosidad 4, capacidad 30 ml.

35(b).2.2 pHmetro con electrodos de vidrio.

35(b).2.3 Estufa de secado regulada a 130-135 °C.

35(b).3 Reactivos.

35(b).3.1 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 (HSO₄, q = 1,84 g/ml). Homogeneizar. Dejar enfriar y completar hasta 1 litro. Homogeneizar.

35(b).3.2 Solución amoniacal diluida (1:3). Mezclar 1 volumen de amoníaco concentrado (NHOH, q = 0,9 g/ml) y 3 volúmenes de agua.

35(b).3.3 Solución de ácido acético diluido (1:3). Mezclar 1 volumen de ácido acético concentrado (99,7 por 100 de CH₃COOH, q = 1,049 g/ml) y 3 volúmenes de agua.

35(b).3.4 Solución de sal disódica de ácido etilendiaminotetraacético (EDTA). En un matraz aforado de 100 ml, disolver en agua 5 g de NaEDTA. Enrasar y homogeneizar.

35(b).3.5 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.

35(b).3.6 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 (35(b).3.2) hasta que la solución se enturbie, y a continuación ácido acético (35(b).3.3) hasta que la solución vuelva a estar límpida. Enrasar con agua.

35(b).4 Procedimiento.

35(b).4.1 Preparación de la solución problema. Disolución del molibdeno. Véanse los métodos 23(e) y 23(f).

35(b).4.2 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 de la solución de ácido sulfúrico (35(b).3.1).

Añadir 15 ml de la solución de EDTA (35(b).3.4) y, a continuación, 5 ml de solución tampón (35(b).3.5). Completar hasta 80 ml, aproximadamente, con agua.

35(b).4.3 Obtención y lavado del precipitado. Obtención del precipitado. Calentar ligeramente la solución. Mientras se agita constantemente, añadir la solución de oxina (35(b).3.6).

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 ó 3 minutos.

Filtración y lavado. Filtrar con un crisol filtrante (35(b).2.1). 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.

35(b).4.4 Pesada del precipitado. Secar el precipitado a 130-135 °C hasta que alcance peso constante (una hora al menos). Dejar enfriar en un desecador y pesar.

35(b).5 Cálculos.

1 mg de oxinato de molibdenilo, MoO(CHON) corresponde a 0,2305 mg de Mo

Mo (%) del abono = $\frac{X}{a} \times \frac{0,2305}{M} \times \frac{V}{D}$

a X 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 23(e) o 23(f), 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.

35(b).6 Referencias.

Directiva de la Comisión 95/8/CE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L86, de 20 de abril de 1995. Método 10.10.

XI. METODO 37(b)

37(b) Determinación cuantitativa del cobalto en los extractos de abonos, de contenidos superiores al 10 por 100, por gravimetría con 1-nitroso-2-naftol.

37(b).1 Principio.

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

El procedimiento descrito se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 23(e) o 23(f), para los que la Orden de 14 de junio de 1991, sobre productos fertilizantes y afines, establece la declaración del contenido de cobalto.

El cobalto III forma con el 1-nitroso-2-naftol un precipitado rojo de $\text{Co}(\text{CHONO})_2\cdot 2\text{HO}$.

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 $\text{Co}(\text{CHONO})_2\cdot 2\text{HO}$.

37(b).2 Material y aparatos.

37(b).2.1 Crisol filtrante P 16/ISO 4793, porosidad 4, capacidad 30 ó 50 ml.

37(b).2.2 Estufa de desecación regulada a $130 \pm 2^\circ\text{C}$.

37(b).3 Reactivos.

37(b).3.1 Solución de peróxido de hidrógeno al 30 por 100 (HO , $q = 1,11 \text{ g/ml}$).

37(b).3.2 Solución de hidróxido sódico, aproximadamente 2 M.

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

37(b).3.3 Solución diluida de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M. Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico ($q = 1,18 \text{ g/ml}$) y 1 volumen de agua.

37(b).3.4 Ácido acético (99,7 por 100 de CHCOH , $q = 1,05 \text{ g/ml}$).

37(b).3.5 Solución de ácido acético 1:2 (aproximadamente 6 M). Mezclar un volumen de ácido acético (37(b).3.4) y 2 volúmenes de agua.

37(b).3.6 Solución de 1-nitroso-2-naftol en ácido acético. Disolver 4 g de 1-nitroso-2-naftol en 100 ml de ácido acético (37(b).3.4). Añadir 100 ml de agua tibia. Homogeneizar. Filtrar inmediatamente. La solución obtenida debe ser utilizada en el momento.

37(b).4 Procedimiento.

37(b).4.1 Disolución de cobalto. Véanse los métodos 23 (e) y 23 (f).

37(b).4.2 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 23(f), acidificar con cinco gotas de ácido clorhídrico (37(b).3.3).

Añadir unos 10 ml de la solución de peróxido de hidrógeno (37(b).3.1).

Dejar que el oxidante actúe en frío durante quince 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 diez minutos aproximadamente. Enfriar.

Alcalinizar añadiendo gota a gota solución de hidróxido de sodio (37(b).3.2) hasta que el hidróxido de cobalto negro comience a precipitar.

Añadir 10 ml de ácido acético (37(b).3.4) 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 1-nitroso-2-naftol (37(b).3.6) agitando constantemente. Finalizar con una agitación enérgica a fin de que el precipitado se coagule.

Filtrar sobre un crisol filtrante (37(b).2.1) 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 precipitado con ácido acético diluido (37(b).3.5) para arrastrar todo el precipitado, lavar el precipitado sobre el filtro con ácido acético diluido (37(b).3.5) y luego tres veces con agua caliente.

Secar una estufa (37(b).2.2) a $130 \pm 2^\circ\text{C}$ hasta que alcance un peso constante.

37(b).5 Cálculos.

1 mg de precipitado de $\text{Co}(\text{CHONO})_2\cdot 2\text{HO}$ corresponde a 0,096381 mg de Co.

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

$\text{Co}(\%) = \frac{X}{V} \times 0,096381 \times D$

a X M

Siendo:

X

= la masa del precipitado, en mg.

V

= el volumen de la solución del extracto obtenido según el método 23(e) o 23(f), 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.

37(b).6 Referencias.

Directiva de la Comisión 95/8/CE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L86, de 20 de abril de 1995. Método 10.6.