

REAL DECRETO 2490/1994, DE 23 DE DICIEMBRE, POR EL QUE SE APRUEBA LOS
METODOS OFICIALES DE ANALISIS DE FERTILIZANTES.

Como consecuencia de la plena integración de España en la Comunidad Europea se hace necesario la armonización de la legislación nacional con la legislación comunitaria.

Así pues, la transposición de la Directiva 93/1/CEE, de 21 de enero, de la Comisión, sobre métodos de análisis de fertilizantes, exige la incorporación a la normativa interna de los métodos comunitarios, para comprobar las condiciones de calidad y composición de los mismos, así como para eliminar los obstáculos técnicos a los intercambios del sector.

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 149.1.16.^a de la Constitución, relativo 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 y de Sanidad y Consumo, de acuerdo con el Consejo de Estado y previa deliberación del Consejo de Ministros en su reunión del día 23 de diciembre de 1994,

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 en materia de bases y coordinación general de la sanidad, contenida en el artículo 149.1.16.^a de la Constitución.

Disposición derogatoria única. Derogación normativa.

Quedan derogadas las disposiciones de igual o inferior rango que se opongan al presente Real Decreto y, en particular, los métodos oficiales de análisis 23, 29, 30, 32 y 33 de la Orden de 31 de julio de 1979, por la que se aprueba los métodos oficiales de análisis de los aceites y grasas, productos cárnicos, cereales y derivados, fertilizantes, productos fitosanitarios, productos lácteos y productos derivados de la uva.

Disposición final primera. Facultades de desarrollo.

Se faculta a los Ministros de Agricultura, Pesca y Alimentación, de Sanidad y Consumo, de Economía y Hacienda y de Industria y Energía 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 23 de diciembre de 1994.

JUAN CARLOS R.

El Ministro de la Presidencia,

ALFREDO PEREZ RUBALCABA

ANEXO

METODO 22

22. Determinación cuantitativa del boro en los extractos de abonos por espectrometría con la azometina-H

22.1 Principio.-El ión borato forma, en contacto con una solución de azometina-H, un complejo amarillo cuya concentración se determina por espectrometría de absorción molecular a 410 nm. Los iones que puedan interferir se enmascaran con EDTA. Este método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 23(a) y 23(b) para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (boro) y/o del elemento soluble en agua (boro).

22.2 Material y aparatos.

22.2.1 Espectrómetro de absorción molecular, provisto de cubetas de recorrido óptico de 10 mm y regulado para trabajar a una longitud de onda de 410 nm.

22.3 Reactivos.

22.3.1 Solución tampón de EDTA.-Introducir en un matraz aforado de 500 ml que contenga 300 ml de agua:

- 75 g de acetato de amonio ($\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$).

- 10 g de sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético (Na_2EDTA).

- 40 ml de ácido acético (CH_3COOH , $d = 1,05$).

Enrasar a 500 ml con agua y homogeneizar por agitación. El pH de la solución, comprobado con electrodo de vidrio, ha de ser $4,8 \pm 0,1$.

22.3.2 Solución de azometina-H.-En un matraz aforado de 200 ml, introducir 10 ml de la solución tampón (22.3.1), 400 mg de azometina-H ($\text{CH}_3\text{N}_2\text{NaOS}$) y 2 g de ácido ascórbico (CHO). Enrasar y homogeneizar por agitación. No deben prepararse grandes cantidades de este reactivo por ser estable sólo durante unos días.

22.3.3 Solución patrón de boro.

22.3.3.1 Solución madre de boro (B) de 100 lg/ml.-En un matraz aforado de 1000 ml, disolver en agua 0,5719 g de ácido bórico (H_3BO_3), pesado con una precisión de 0,1 mg. Enrasar con agua a 1000 ml, homogeneizar por agitación. Trasvasar a un frasco de plástico para guardarlo en el frigorífico.

22.3.3.2 Solución patrón de trabajo de 10 lg de boro (B) por ml.-Introducir 50 ml de la solución madre (22.3.3.1) en un matraz aforado de 500 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar por agitación.

22.4 Procedimiento.

22.4.1 Preparación de la solución problema.

22.4.1.1 Disolución de boro.-Véanse los métodos 23(a) y/o 23(b) y, si procede, el método 23(c).

22.4.1.2 Preparación de la solución de ensayo.-Diluir en agua una alícuota del extracto (22.4.1.1), de manera que se obtenga una concentración de boro apropiada para la determinación (según 22.4.1.5). Puede ser necesario hacer dos soluciones sucesivas. Se llamará D al factor de dilución.

22.4.1.3 Preparación de la solución correctora.-Si la solución de ensayo (22.4.1.2) tiene color, preparar una solución correctora correspondiente, vertiendo en un matraz de plástico 5 ml de la solución de ensayo (22.4.1.2), 5 ml si la solución tampón de EDTA (22.3.1) y 5 ml de agua. Homogeneizar por agitación.

22.4.1.4 Preparación del ensayo en blanco.-Preparar una solución en blanco siguiendo todo el proceso desde la extracción y omitiendo únicamente la toma de muestras de abono.

22.4.1.5 Preparación de las soluciones patrón.-Introducir en una serie de matraces aforados de 100 ml, 0, 5, 10, 15, 20 y 25 ml de la solución patrón de trabajo (22.3.3.2). Enrasar con agua a 100 ml y homogeneizar por agitación. Estas soluciones contienen entre 0 y 2,5 lg/ml de boro (B).

22.4.1.6 Desarrollo del color.-Introducir en una serie de matraces de plástico 5 ml de las soluciones patrón (22.4.1.5), de la solución de ensayo (22.4.1.2) y del ensayo en blanco (22.4.1.4).

Añadir 5 ml de la solución tampón de EDTA (22.3.1). Añadir 5 ml de la solución de azometina-H (22.3.2).

Homogeneizar por agitación y desarrollar el color entre dos horas y media y tres horas en la oscuridad.

22.4.1.7 Mediciones.-Medir la absorbancia de las soluciones obtenidas según lo dispuesto en 22.4.1.6 y, si procede, de la solución correctora (22.4.1.3), a la longitud de onda de 410 nm utilizando el agua como referencia. Enjuagar la cubetas antes de medir la solución siguiente.

22.5 Cálculos.-Representar la curva patrón poniendo en abscisas las concentraciones de las soluciones patrón (22.4.1.5) y en ordenadas los valores correspondientes de las absorbancias (22.4.1.7), proporcionadas por el espectrómetro.

Partiendo de esta curva, determinar la concentración de boro (B) de la solución en blanco (22.4.1.4), la concentración de boro (B) de la solución de ensayo (22.4.1.2) y, si es necesario, cuando la solución de ensayo tenga color, la concentración corregida de ésta. Para calcular dicha concentración, sustraer el valor de la absorbancia de la solución correctora (22.4.1.3) del valor de la absorbancia de la solución de ensayo (22.4.1.2) y determinar la concentración corregida de la solución de ensayo. La concentración de la solución de ensayo (22.4.1.2), o la misma corregida, se llamara (X), y la concentración del ensayo en blanco (X).

El porcentaje de boro (B) del abono es:

$$B \% = ((X - X) \times V \times D) / (M \times 10)$$

Si se ha seguido el método 23 (c)

$$B \% = ((X - X) \times V \times 2D) / (M \times 10)$$

siendo:

B = El porcentaje de boro (B) en el abono.

X = La concentración de la solución de ensayo (22.4.1.2) o la concentración corregida de la misma, en lg/ml.

X = La concentración del ensayo en blanco (22.4.1.4), en lg/ml.

V = El volumen del extracto obtenido con el método 23 (a) o 23 (b) en ml.

D = El factor correspondiente a la dilución efectuada en 22.4.1.2.

M = La masa de la muestra realizada con el método 23 (a) o 23 (b) en gramos.

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

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

Referencias.-Directiva de la Comisión 93/1/CEE. Diario Oficial de las Comunidades Europeas núm. L 113/17, de 21 de enero de 1993. Método 9.5.

METODO 23

23(a) Extracción de los oligoelementos totales

23(a).1 Principio.-Disolución en ácido clorhídrico diluido y en ebullición del boro total, cobalto total, cobre total, hierro total, manganeso total, molibdeno total y zinc total, para 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.

Este método es aplicable a los abonos CEE, en los que, según lo dispuesto por la Directiva 89/530/CEE del Consejo DO número 281 de 30 de septiembre de 1989, p.116, hay que declarar uno o varios de los siguientes oligoelementos: boro, cobalto, cobre, hierro, manganeso, molibdeno y zinc. Se aplica a la determinación de cada uno de los oligoelementos cuyos contenidos declarados sean iguales o inferiores al 10 por 100.

23(a).2 Material y aparatos.

23(a).2.1 Placa calefactora eléctrica de temperatura regulable.

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

23(a).3 Reactivos.

23(a).3.1 Solución de ácido clorhídrico diluido, aproximadamente 6M. Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ClH, d:1-18) con 1 volumen de agua.

23(a).3.2 Amoníaco concentrado (NHOH, d:0 09).

23(a).4 Procedimiento.

23(a).4.1 Preparación de la muestra.-Ver método número 2.

23(a).4.2 Toma de muestra.-Pesar una cantidad de abono comprendida entre 2 y 10 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 de oligoelementos en el abono (%) / R 0,01 / 0,01 a R 5 / 5 a 10

Masa de la toma de muestra (g) / 10 / 5 / 2

Masa del elemento en la toma de muestra (mg) / 1 / 0,5 a 250 / 100 a 200

Volumen del extracto V(ml) / 250 / 500 / 500

Concentración del elemento en el extracto (mg/l) / 4 / 1 a 500 / 200 a 400

Introducir las tomas de muestra en vasos de precipitado de 250 ml.

23(a).4.3 Disolución.- Si fuera necesario, humectar la muestra con un poco de agua, añadir primeramente 1 volumen de ácido clorhídrico diluido (23 (a). 3.1) en pequeñas fracciones y con precaución a razón de 10 ml por gramo de abono utilizado, luego añadir aproximadamente 50 ml de agua. Tapar el vaso de precipitado con un vidrio de reloj y mezclar. Hervir durante treinta minutos sobre la placa calefactora. Dejar enfriar, agitando de vez en cuando. Trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 250 o 500 ml (véase el cuadro). Enrasar con agua. Homogeneizar. Pasar a través de un filtro seco a un recipiente seco. Desechar las primeras porciones del filtrado.

El extracto ha de estar perfectamente límpido.

Proceder lo más rápidamente posible a la determinación sobre partes alicuotas del filtrado claro. Si no es así, tapar el recipiente.

Observación.-Extractos en los que se debe determinar el contenido de boro, deben ser llevados a un pH comprendido entre 4 y 6 con amoníaco concentrado (23 (a).3.2).

23(a).4.4 Determinación. 4La determinación de cada elemento se efectuará sobre partes alicuotas adaptadas a los métodos específicos de cada uno de los elementos.

Sobre una parte alicuota eliminar, si procede, los agentes quelantes o complejantes orgánicos según el método 23 (c). Se recuerda que esta eliminación no suele ser necesaria en la determinación por espectrometría de absorción atómica.

23(a).5 Observaciones.-La extracción es empírica y puede ser más o menos completa según el producto o los demás componentes del abono. En particular para determinados dióxidos 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.

23(a).6 Referencias.-Directiva de la Comisión 93/1/CEE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 113, de 21 de enero de 1993. Método 9.1.

METODO 23

23(b) Extracción de los oligoelementos solubles en agua

23(b).1 Principio.-La extracción de los oligoelementos se efectúa agitando el abono en agua a una temperatura de $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

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

El presente método se aplica a los abonos CEE en los que, según lo dispuesto por la Directiva 89/530/CEE, hay que declarar uno o varios de los oligoelementos siguientes: boro, cobalto, cobre, hierro, manganeso, molibdeno y zinc. Se aplica a la determinación de cada uno de los oligoelementos cuyos contenidos declarados sean iguales o inferiores al 10 por 100.

23(b).2 Material y aparatos.

23(b).2.1 Agitador rotatorio ajustado entre 30 ó 40 revoluciones por minuto, aproximadamente.

23(b).2.2 pHmetro.

Nota.-Si se prevé la determinación cuantitativa del boro presente en el extracto, debe descartarse el uso de vidrio borosilicatado. Para la extracción puede ser conveniente el teflón

o la sílice. Si se utilizan detergentes que contengan boratos para lavar los utensilios de vidrio, éstos deben aclararse a fondo.

23(b).3 Reactivos.

23(b).3.1 Solución de ácido clorhídrico diluido, aproximadamente 6M. Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ClH, d:1-18) con 1 volumen de agua.

23(b).4 Procedimiento.

23(b).4.1 Preparación de la muestra.-Ver método número 2.

23(b).4.2 Toma de muestra.-Pesar una cantidad de abono comprendida entre 2 y 10 g, dependiendo del contenido en elemento que se espere encontrar 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 de oligoelementos en el abono (%) / R 0,01 / 0,01 a R 5 / 5 a 10

Masa de la toma de muestra (g) / 10 / 5 / 2

Masa del elemento en la toma de muestra (mg) / 1 / 0,5 a 250 / 100 a 200

Volumen del extracto V(ml) / 250 / 500 / 500

Concentración del elemento en el extracto (mg/l) / 4 / 1 a 500 / 200 a 400

Colocar la muestra en un matraz de 250 o de 500 ml según el cuadro.

23(b).4.3 Disolución.-Añadir aproximadamente 200 ml de agua, si el matraz es de 250 ml, y 400 ml de agua si es de 500 ml.

Tapar el matraz con cuidado. Agitar enérgicamente a mano para obtener una buena dispersión del producto. Colocar el matraz en el agitador (23 (b). 2.1). Tener el aparato en funcionamiento por espacio de treinta minutos. Enrasar con agua. Homogeneizar.

23(b).4.4 Preparación de la solución para la determinación.-Filtrar inmediatamente en un recipiente limpio y seco. Tapar el matraz. Proceder a la determinación inmediatamente después de la filtración.

Nota.-Si se produjese un enturbiamiento progresivo del extracto, efectuar una nueva extracción según 23(b).4.2 y 23(b).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 exactamente medidos de una solución de ácido clorhídrico (23(b).3.1).

Interrumpir la filtración en el momento preciso en el que se alcanza la línea de enrase.

Homogeneizar. En estas condiciones el valor V que figura en los cálculos es:

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

Las diluciones que figuran en los cálculos se basan en este valor de V.

23(b).4.5 Determinación.-La determinación de cada elemento se efectuará en partes alícuotas adaptadas a los métodos específicos de cada uno de los elementos.

En una parte alícuota, eliminar, si procede, los agentes quelantes o complejantes orgánicos según el método 23(c). Se recuerda que esta eliminación no suele ser necesaria en la determinación por espectrometría de absorción atómica.

23(b).5 Observaciones.-La extracción es empírica y puede ser más o menos completa.

23(b).6 Referencias.-Directiva de la Comisión 93/1/CEE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 113, de 21 de enero de 1993. Método 9.2.

METODO 23(c)

23(c) Eliminación de los compuestos orgánicos en los extractos de abonos

23(c).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 abonos obtenidos por los métodos 23(a) y 23(b) para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE 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(c).2 Material y aparatos.

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

23(c).3 Reactivos.

23(c).3.1 Solución de ácido clorhídrico diluido, aproximadamente 0,5M. Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ClH, d:1,18) con 20 volúmenes de agua.

23(c).3.2 Solución de peróxido de hidrógeno (HO, d:1,11), 30 por 100 exento de oligoelementos.

23(c).4 Procedimiento.

23(c).4.1 Preparación de la muestra.-Tomar 25 ml de la solución de extracción siguiendo el método 23(c) o el método 23(b) e introducirlo en un vaso de precipitado de 100 ml. Si se trata de la extracción 23 (b) añadir 5 ml de la solución de ácido clorhídrico diluido (23(c).3.1).

Añadir a continuación 5 ml de la solución de peróxido de hidrógeno (23(c).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 de 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 es 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(c).5 Referencias.-Directiva de la Comisión 93/1/CEE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 113, de 21 de enero de 1993. Método 9.3.

METODO 23(d)

23(d) Determinación cuantitativa de oligoelementos en los extractos de abonos por espectrometría de absorción atómica

23(d).1 Principio.-Tras un posible tratamiento del extracto, para reducir o eliminar las sustancias químicas que interfieran, se diluye el mismo de manera que su concentración se sitúe en la zona de respuesta óptima del espectrómetro para una longitud de onda adaptada al elemento en cuestión, para la determinación cuantitativa por medio de la espectrometría de absorción atómica de determinados oligoelementos.

Este método es aplicable a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 23(a) y 23 (b) para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE del Consejo una determinación cuantitativa de elemento total y/o elemento soluble en agua.

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

23(d).2 Material y aparatos.

23(d).2.1 Espectrómetro de absorción atómica capaz de recibir las fuentes que emitan las líneas características 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 deberá permitir corregir el fondo de llama, por si fuera necesario (Co, Zn). Salvo que se indique lo contrario en el método relativo a un elemento, los gases empleados serán aire y acetileno.

23(d).3 Reactivos.

23(d).3.1 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6M. Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (d=1,18) con 1 volumen de agua.

23(d).3.2 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5M. Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (d=1,18) con 20 volúmenes de agua.

23(d).3.3 Solución de sal de lantano, de 10 g de La por litro. Este reactivo se emplea para la determinación cuantitativa del cobalto, hierro, manganeso y zinc. Puede prepararse a partir de:

a) Pesar 11,73 g de óxido de lantano (LaO) e introducirlo en un matraz aforado de 1000 ml. Añadir 150 ml de agua y 120 ml de ácido clorhídrico 6M (23(d).3.1). Dejar que se disuelva y enrasar con agua. La concentración de esta solución en ácido clorhídrico libres es aproximadamente 0,5M.

b) Pesar 26,7 g de cloruro de lantano heptahidratado (LaCl₃.7HO) o 31,2 g de nitrato de lantano hexahidratado (La(NO₃)₃.6HO) o 26,2 g de sulfato de lantano nonahidratado (La(SO₄)₃.9HO) e introducirlo en un matraz aforado de 1000 ml. Añadir 150 ml de agua y 85

ml de ácido clorhídrico 6M (23(d).3.1) y enrasar con agua. La concentración de esta solución en ácido clorhídrico libre es aproximadamente 0,5M.

23(d).3.4 Solución patrón: para su preparación, véanse los métodos de determinación cuantitativa de cada oligoelemento.

23(d).4 Procedimiento.

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

23(d).4.1.1 Disolución de los elementos a determinar.-Véanse los métodos 23(a) y/o 23(b) y, si procede, el método 23(c).

23(d).4.1.2 Preparación de la solución de ensayo.-Diluir una alícuota del extracto obtenido siguiendo los métodos 23(a), 23(b) o 23(c) con agua o ácido clorhídrico (23(d).3.1) o (23(d).3.2) de manera que se obtenga, en la solución final para la medida, una concentración del elemento en cuestión adecuada a la gama patrón empleada (23(d).4.3) y una concentración de ácido clorhídrico al menos de 0,5M aproximadamente, pero no más de 2,5M. Esta operación puede requerir una o varias diluciones sucesivas.

Tomar una alícuota de la última solución de dilución del extracto, siendo (a) el volumen en ml, y llevarla a un matraz aforado de 100 ml. Para la determinación del cobalto, hierro, manganeso y zinc, añadir 10 ml de la solución de sal de lantano elegida (23(d).3.3). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5M (23(d).3.2) y homogeneizar por agitación. Esta será la solución final para la medida, siendo D el factor de dilución.

23(d).4.2 Preparación del ensayo en blanco.-Preparar una solución en blanco siguiendo todo el proceso desde la extracción, omitiendo únicamente la toma de muestra del abono.

23(d).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 un mínimo de 5 soluciones patrón de concentración creciente que correspondan al rango óptimo 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 diluida para el ensayo (23(d).4.1.2). Para la determinación del cobalto, del hierro, del manganeso y del zinc, añadir 10 ml de la solución de lantano (23(d).3.3) que se haya empleado en (23(d).4.1.2).

Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5M (23(d).3.2) y homogeneizar por agitación.

23(d).4.4 Mediciones.-Preparar el espectrómetro (23(d).2.2) y regular la longitud de onda al valor que se precise en el método propio del elemento que se vaya a determinar.

Vaporizar tres veces sucesivas las soluciones patrón (23(d).4.3), la solución problema (23(d).4.1.2) y la solución en blanco (23(d).4.2), anotando cada resultado. Lavar a fondo con agua destilada entre cada vaporización. Representar la curva patrón poniendo en ordenadas el valor medio de los resultados de cada una de las soluciones patrón (23(d).4.3) leídos en el espectrómetro y, en abscisas, las concentraciones correspondientes del elemento que se determine, expresadas en lg por ml.

Partiendo de esta curva, determinar las concentraciones de dicho elemento en la solución ensayo X (23(d).4.1.2) y en la solución en blanco X (23(d).4.2). Dichas concentraciones se expresarán en lg por ml.

23(d).5 Cálculos.-El porcentaje de elemento (g) en el abono es igual a:

E por 100 del abono = $((X - X) \times V \times D) / (M \times 10)$

Si se ha seguido el método 23(c):

E por 100 del abono = $((X - X) \times V \times 2D) / (M \times 10)$

siendo:

E = La cantidad de elemento que se determinen, expresada en porcentaje del abono.

X = La concentración de la solución de ensayo (23(d).4.1.2), en lg/ml.

X = la concentración de la solución de ensayo en blanco (23(d).4.2), en lg/ml

V = El volumen del extracto obtenido con el método 23(a) o 23(b), en ml.

D = El factor correspondiente a la dilución efectuada en 23(d).4.1.2.

M = La masa de la toma de muestra realizada según el método 23(a) o 23(b) 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 en ml correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a:

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

Referencias.-Directiva de la Comisión 93/1/CEE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 113/17, de 21 de enero de 1993. Método 9.4.

METODO 29

29. Determinación cuantitativa del zinc en los extractos de abonos por espectrometría de absorción atómica

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

Este método es aplicable a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 23(a) y 23(b) para los cuales, en la Directiva 89/530/CEE, se establece una determinación cuantitativa del elemento total (zinc) y/o del elemento soluble en agua (zinc).

29.2. Material y aparatos.

29.2.1. Espectrómetro de absorción atómica.-Véase el punto 2.1 del método 23(d).

El aparato deberá estar provisto de un corrector de fondo de llama. 29.3 Reactivos.

29.3.1 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6M.-Véase el punto 3.1. del método 23(d).

29.3.2 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5M.-Véase el punto 3.2. del método 23(d).

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

Véase el punto 3.3. del método 23(d).

29.3.4 Soluciones patrón de zinc.

29.3.4.1 Solución madre de zinc de 1.000 lg/ml.-En un matraz aforado del 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 6M (29. 3.1). Después de la disolución completa, enrasar a 1.000 ml con agua. Homogeneizar.

29.3.4.2 Solución de trabajo de zinc de 100 lg/ml.-En un matraz aforado de 200 ml, diluir 20 ml de la solución (29.3.4.1) con la solución de ácido clorhídrico 0-5M (29.3.2). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0-5M (29.3.2). Homogeneizar.

29.4 Preparación de la solución problema.

29.4.1 Disolución del zinc.-Véase el método 23(a) y/o 23(b) y, si procede, el método 23(c).

29.4.2 Preparación de la solución de ensayo.-Véase el punto 4.1.2 del método 23(d). La solución de ensayo debe contener un 10 por 100 (v/v) de una solución de sal de lantano.

29.5 Procedimiento.

29.5.1 Preparación del ensayo en blanco.-Véase el punto 4.2 del método 23(d). La solución de ensayo en blanco debe contener un 10 por 100 (v/v) de la solución de sal de lantano utilizada en 29.3.3.

29.5.2 Preparación de las soluciones patrón.-Véase el punto 4.3 del método 23(d).

En el 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 (29.3.4.2) 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 (29.4.2). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0-5M (29.3.2). Homogeneizar.

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

29.5.3 Mediciones.-Véase el punto 4.4. del método 23(d).

Preparar el espectrómetro (29.2.1) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 213-8 nm.

29.6 Cálculos.-Véase el punto 5 del método 23(d).

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

$$\text{Zn por 100} = ((X - X) \times V \times D) / (M \times 10)$$

Si se ha seguido el método 23(c)

$$\text{Zn por 100} = ((X - X) \times V \times 2D) / (M \times 10)$$

siendo:

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

X = La concentración de la solución de ensayo (29.4.2) en lg/ml.

X = La concentración de la solución de ensayo en blanco (29.5.1) en lg/ml.

V = El volumen del extracto obtenido con el método 23(a) o 23(b), en ml.

D = El factor correspondiente a la dilución efectuada en (29.4.2).

M = La masa de la toma de muestra obtenida con el método 23(a) o 23(b), 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:

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

29.7 Referencias.-Directiva de la Comisión 93/1/CEE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 113, de 21 de enero de 1993. Método 9.11.

METODO 30

30(a) Determinación cuantitativa del cobre en los extractos de abonos por espectrometría de absorción atómica

30(a).1 Principio.-En el presente documento se describe un método para la determinación del cobre en los extractos de abonos. Una vez tratados y diluidos los extractos de forma adecuada, se determina el cobre por espectrometría de absorción atómica.

Este método es aplicable a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 23(a) y 23(b) para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (cobre) y/o elemento soluble al agua (cobre).

30(a).2 Material y aparatos.

30(a).2.1 Espectrómetro de absorción atómica.-Véase el punto 2.1 del método 23(d).

El aparato debe estar provisto de una fuente de líneas características de cobre (324-8 nm).

30(a).3 Reactivos.

30(a).3.1 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6M.-Véase el punto 3.1 del método 23(d).

30(a).3.2 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0-5M.-Véase el punto 3.2 del método 23(d).

30(a).3.3 Solución de peróxido de hidrógeno (H₂O₂, d: 1-11), 30 por 100 exenta de oligoelementos.

30(a).3.4 Solución patrón de cobre.

30(a).3.5 Solución madre de cobre de 1.000 lg/ml.-En un vaso de precipitado de 250 ml, disolver 1 g de cobre en polvo, pesado con precisión de 0-1 mg, en 25 ml de ácido clorhídrico 6M (30(a).3.1), añadiendo 5 ml de solución de peróxido de hidrógeno (30(a).3.3). Calentar en placa calefactora hasta disolución completa. Dejar enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1.000 ml. Enrasar con agua y homogeneizar.

30(a).3.6 Solución de trabajo de cobre de 100 lg/ml.-Introducir, en un matraz aforado de 200 ml, 20 ml de la solución madre (30(a).3.5), enrasar a 200 ml con la solución de ácido clorhídrico 0-5M (30(a).3.2). Homogeneizar.

30(a).4 Procedimiento.

30(a).4.1 Disolución del cobre.-Véase el método 23(a) y/o 23(b) y, si procede el método 23 (c).

30(a).4.2 Preparación de la solución de ensayo.-Véase el punto 4.1.2 del método 23(d).

30(a).4.3 Preparación del ensayo en blanco.-Véase el punto 4.2 del método 23(d).

30(a).4.4 Preparación de las soluciones patrón.-Véase el punto 4.3 del método 23(d).

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 y 5 lg/ml de cobre (Cu), introducir respectivamente, en una serie de matraces aforados de 100 ml: 0, 0-5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo (30(a).3.6). Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución de ensayo (30(a).4.2). Enrasar a 100 ml con la solución de ácido clorhídrico 0-5M (30(a).3.2) y homogeneizar. Estas soluciones contienen 0, 0-5, 1, 2, 3, 4 y 5 lg/ml de cobre (Cu).

30(a).4.5 Mediciones.-Véase el punto 4.4 del método 23(d).

Preparar el espectrómetro (30(a).2.1) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 324-8 nm.

30(a).5 Cálculos.-Véase el punto 5 del método 23(d).

El porcentaje de cobre (Cu) en el abono será igual a:

$$\text{Cu por } 100 = ((X - X_0) \times V \times D) / (M \times 10)$$

Si se ha seguido el método 23(c):

$$\text{Cu por } 100 = ((X - X_0) \times V \times 2D) / (M \times 10)$$

siendo:

Cu = La cantidad de cobre (Cu), expresada en porcentaje de abono.

X = La concentración de la solución de ensayo (30(a).4.2), en lg/ml.

X₀ = La concentración de la solución del ensayo en blanco (30 (a).4.3), en lg/ml.

V = El volumen del extracto obtenido con el método 23(a) o 23(b) en ml.

D = El factor correspondiente a la dilución efectuada en 30(a).4.2.

M = La masa de la muestra obtenida con el método 23(a) o 23(b), en g.

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 soluciones respectivas, el factor de la dilución D será igual a:

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

30(a).6 Referencias.-Directiva de la Comisión 93/1/CEE «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 113/17, de 21 de enero de 1993. Método 9.7.

METODO 32

32. Determinación cuantitativa del hierro en los extractos de abonos por espectrometría de absorción atómica

32.1 Principio.-En el presente documento se describe un método para la determinación del hierro en los extractos de abonos. Una vez tratados y diluidos los extractos de forma adecuada, se determina el hierro por espectrometría de absorción atómica.

Este método es aplicable a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 23(a) y 23(b) para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (hierro) y/o elemento soluble al agua (hierro).

32.2 Material y aparatos.

32.2.1 Espectrómetro de absorción atómica.-Véase el punto 2.1 del método 23(d).

El aparato debe estar provisto de una fuente de líneas características de hierro (248-3 nm).

32.3 Reactivos.

32.3.1 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6M.-Véase el punto 3.1 del método 23(d).

32.3.2 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0-5M.-Véase el punto 3.2 del método 23(d).

32.3.3 Solución de peróxido de hidrógeno (H₂O₂, d: 1-11), 30 por 100 exenta de oligoelementos.

32.3.4 Soluciones de sal de lantano con 10 g de (La) por litro.-Véase el punto 3.3 del método 23(d).

32.3.5 Soluciones patrón de hierro.

32.3.5.1 Solución madre de hierro de 1.000 lg/ml.-En un vaso de precipitado de 500 ml, disolver 1 g de alambre de hierro puro, pesado con precisión de 0-1 mg, en 200 ml de ácido clorhídrico 6M (32.3.1), añadiendo 15 ml de solución de peróxido de hidrógeno (32.3.3).

Calentar en placa calefactora hasta disolución completa. Dejar enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1.000 ml. Enrasar con agua y homogeneizar.

32.3.5.2 Solución de trabajo de hierro de 100 lg/ml.-Introducir, en un matraz aforado de 200 ml, 20 ml de la solución madre (32.3.5.1). Completar con la solución de ácido clorhídrico 0-5M (32.3.2). Homogeneizar.

32.4 Procedimiento.

32.4.1 Disolución del hierro.-Véase el método 23(a) y/o 23(b) y, si procede, el método 23(c).

32.4.2 Preparación de la solución de ensayo.-Véase el punto 4.1.2 del método 23(d).

La solución debe contener un 10 por 100 (v/v) de una solución de sal de lantano.

32.4.3 Preparación del ensayo en blanco.-Véase el punto 4.2 del método 23(d).

La solución de ensayo en blanco debe contener un 10 por 100 (v/v) de la solución de sal de lantano utilizada en 32.4.2.

32.4.4 Preparación de las soluciones patrón.-Véase el punto 4.3 del método 23(d).

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 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 32.3.5.2. Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico 0-5 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 32.3.4. Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0-5M (32.3.2.) y homogeneizar. Estas soluciones contienen, respectivamente, 0, 2, 4, 6, 8 y 10 lg/ml de hierro (Fe).

32.4.5 Mediciones.-Véase el punto 4.4 del método 23(d).

Preparar el espectrómetro (32.2.1.) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 248-3 nm.

32.5 Cálculos.-Véase el punto 5 del método 23(d).

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

$$\text{Fe por } 100 = ((X - X_0) \times V \times D) / (M \times 10)$$

Si se ha seguido el método 23(c)

$$\text{Fe por } 100 = ((X - X_0) \times V \times 2D) / (M \times 10)$$

siendo:

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

X = La concentración de la solución de ensayo (32.4.2), en lg/ml.

X₀ = La concentración de la solución de ensayo en blanco (32. 4.3.), en lg/ml.

V = El volumen del extracto obtenido con el método 23(a) o 23(b) en ml.

D = El factor correspondiente a la dilución efectuada en 23(b).4.1.2.

M = La masa de muestra obtenida por el método 23(a) o 23(b) 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 la dilución D será igual a:

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

32.6 Referencias.-Directiva de la Comisión 93/1/CEE «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número 113/17, de 21 de enero de 1993. Método 9.8

METODO 33

33. Determinación cuantitativa del manganeso en los extractos de abonos por espectrometría de absorción atómica

33.1 Principio.-En el presente documento se describe un método para la determinación del manganeso presente en los extractos de abonos. Una vez tratados y diluido el extracto de abono de forma adecuada, se determina el manganeso por espectrometría de absorción atómica.

Este método es aplicable a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 23(a) y 23(b) para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (manganeso) y/o el elemento soluble en agua (manganeso).

33.2 Material y aparatos.

33.2.1 Espectrómetro de absorción atómica.-Véase el punto 2.1 del método 23 (d).

El aparato debe estar provisto de una fuente de líneas características de manganeso (279-6 nm).

33.3 Reactivos.

33.3.1 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6M.-Véase el punto 3.1 del método 23(d).

33.3.2 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0-5M.-Véase el punto 3.2 del método 23(d).

33.3.3 Soluciones de sal de lantano con 10 g de (La) por litro.-Véase el punto 3.3 del método 23(d).

33.3.4 Soluciones patrón de manganeso.

33.3.4.1 Solución madre de manganeso de 1.000 lg/ml.-En un vaso de precipitado de 250 ml, disolver 1 g de manganeso en polvo, pesado con precisión de 0-1 mg, en 25 ml de ácido clorhídrico 6M (33.3.1). Calentar en placa calefactora hasta disolución completa. Dejar enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1.000 ml. Enrasar con agua y homogeneizar.

33.3.4.2 Solución de trabajo de manganeso de 100 lg/ml.-En un matraz aforado de 200 ml, diluir 20 ml de la solución madre (33.3.4.1) con la solución de ácido clorhídrico 0-5M (33.3.2). Enrasar. Homogeneizar.

33.4 Procedimiento.

33.4.1 Disolución de manganeso.-Véase el método 23(a) y/o 23(b) y, si procede, el método 23(c).

33.4.2 Preparación de la solución de ensayo.-Véase el punto 4.1.2 del método 23(d).

La solución de ensayo debe contener un 10 por 100 (v/v) de una solución de sal de lantano (33.3.3).

33.4.3 Preparación del ensayo en blanco.-Véase el punto 4.2 del método 23(d).

La solución de ensayo en blanco debe contener un 10 por 100 (v/v) de la solución de sal de lantano utilizada en 23(d).4.1.2.

33.4.4 Preparación de las soluciones patrón.-Véase el punto 4.3 del método 23(d).

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 y 5 lg/ml de manganeso (Mn), introducir respectivamente, en matraces aforados de 100 ml: 0, 0-5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo (33.3.4.2). Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución de ensayo. Añadir a cada matraz 10 ml de la solución de sal de lantano utilizada en 23(b).4.1.2. Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0-5M (33.3.2) y homogeneizar. Estas soluciones contienen, respectivamente, 0, 0-5, 1, 2, 3, 4 y 5 lg/ml de manganeso (Mn).

33.4.5 Mediciones.-Véase el punto 4.4 del método 23(d).

Preparar el espectrómetro (33.2.1), para realizar las mediciones con una longitud de onda de 279-6 nm.

33.5 Cálculos.-Véase el punto 5 del método 23(d).

El porcentaje de manganeso (Mn) en el abono será igual a:

$$\text{Mn por } 100 = ((X - X) \times V \times D) / (M \times 10)$$

Si se ha seguido el método 23(c):

$$\text{Mn por } 100 = ((X - X) \times V \times 2D) / (M \times 10)$$

siendo:

Mn = La cantidad de manganeso (Mn), expresada en porcentaje del abono.

X = La concentración de la solución de ensayo (33.4.2), en lg/ml.

X = La concentración de la solución de ensayo (33.4.3), en lg/ml.

V = El volumen del extracto obtenido con el método 23(a) o 23(b) en ml.

D = El factor correspondiente a la dilución efectuada en 23(b).4.1.2.

M = La masa de la muestra obtenida con el método 23(a) o 23(b) en gramos.

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

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

33.6 Referencias.-Directiva de la Comisión de 93/1/CEE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 113/17, de 21 de enero de 1993. Método 9.9.

METODO 35

35. Determinación cuantitativa del molibdeno en los extractos de abonos por espectrofotometría de un complejo con tiocianato amónico

35.1 Principio.-En medio ácido, el molibdeno (Mo) forma, con los iones SCN, un complejo (MoO(SCN)). El complejo molibdíco se extrae por medio del acetato de n-butilo. Los iones que interfieren, como el hierro, se eliminan en fase acuosa. La coloración amarilloanaranjada se determina mediante espectrometría de absorción molecular a 470 nm.

Este método es aplicable a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 23(a) y 23(b) para los cuales, en la Directiva 89/530/CEE, se establece una determinación cuantitativa del elemento total (molibdeno) y/o del elemento soluble en agua (molibdeno).

35.2 Material y aparatos.

35.2.1 Espectrofotómetro de absorción molecular, regulado a 470 nm y provisto de cubetas de recorrido óptico de 20 nm.

35.2.2 Embudo de decantación de 200 a 250 ml.

35.3 Reactivos.

35.3.1 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6M.-Véase punto (3.1) del método 23(d).

35.3.2 Solución de 70 mg/l de cobre en medio clorhídrico 1,5 M.

En matraz aforado de 1.000 ml. disolver 275 mg de sulfato de cobre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), pesado con una precisión de 0,1 mg, con 250 ml de solución de ácido clorhídrico 6M (35.3.1) Enrasar con agua y homogeneizar.

35.3.3 Solución de ácido ascórbico de 50 g/l: en un matraz aforado de 1.000 ml, disolver en agua 50 g de ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$). Enrasar con agua, homogeneizar y conservar en el frigorífico.

35.3.4 Acetato de n-butilo

35.3.5 Solución de tiocianato de amonio 0,2 M.-En un matraz aforado de 1.000 ml disolver en agua 15,224 g de NH_4SCN . Enrasar con agua, homogeneizar y conservar en un matraz topacio.

35.3.6 Solución de cloruro estannoso de 50 g/l en medio clorhídrico de 2M.-Debe prepararse en el acto y estar preferentemente clara. Utilizar cloruro estannoso muy puro, de lo contrario la solución no estará limpia.

Para la preparación de 100 ml de solución, disolver 5 g de cloruro estannoso ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en 35 ml de la solución de ácido clorhídrico 6M (35.3.1). Añadir 10 ml de la solución de cobre (35.3.2). Completar hasta 100 ml con agua y homogeneizar.

35.3.7 Soluciones patrón de molibdeno (Mo)

35.3.7.1 Solución madre de molibdeno (Mo) de 500 lg/ml. En un matraz aforado de 1.000 ml disolver 0,920 g de molibdato amónico ($(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) pesado con la precisión de 0,1 mg, con el ácido clorhídrico 6M (35.3.1). Enrasar con esta misma solución y homogeneizar.

35.3.7.2 Solución intermedia de molibdeno (Mo) de 25 lg/ml.-En un matraz de 500 ml, introducir 25 ml de la solución madre (35.3.7.1). Enrasar con ácido clorhídrico 6M (35.3.1) y homogeneizar.

35.3.7.3 Solución de trabajo de molibdeno (Mo) de 2,5 lg/ml.-Introducir 10 ml de la solución intermedia (35.3.7.2) en un matraz aforado de 100 ml. Enrasar con ácido clorhídrico 6M (35.3.1) y homogeneizar.

35.4 Preparación de la solución problema.

35.4.1 Disolución de molibdeno.-Véase el método 23(a) y/o 23(b) y, si procede, el método 23(c).

35.4.2 Preparación de la solución de ensayo.-Diluir una alícuota del extracto (35.4.1) con la solución ácido clorhídrico 6M (35.3.1) para obtener una concentración adecuada de molibdeno (Mo). Se llamará D al factor de dilución.

Tomar una alícuota (a) de la última solución de dilución, que contenga entre 1 y 12 lg de molibdeno (Mo) e introducirla en el embudo de decantación (35.2.2) Completar hasta 50 ml con la solución de ácido clorhídrico 6M (35.3.1).

35.5 Procedimiento.

35.5.1 Preparación del ensayo en blanco. Preparar una solución en blanco siguiendo todo el proceso de extracción y omitiendo únicamente la toma de muestra de abono.

35.5.2 Preparación de las soluciones de la serie patrón.-Preparar, como mínimo una serie de seis soluciones de contenido creciente que correspondan a la zona óptima de respuesta del aparato.

En el intervalo comprendido entre 0 y 12,5 lg de molibdeno (Mo), introducir, respectivamente, 0, 1, 2, 3, 4 y 5 de la solución de trabajo (35.3.7.3) en los embudos de decantación (35.2.2). Completar hasta 50 ml con el ácido clorhídrico 6M (35.3.1). Los embudos contienen, respectivamente, 0, 2,5, 5,0, 7,5, 10 y 12,5 lg de molibdeno (Mo).

35.5.3 Desarrollo y separación del complejo.-En cada embudo (35.4.2), (35.5.1) y (35.5.2) añadir en orden sucesivo:

- 10 ml de la solución de cobre (35.3.2).

- 20 ml de la solución de ácido ascórbico (35.3.3).

Homogeneizar y esperar dos o tres minutos. Añadir:

- 10 ml de acetato de n-butilo (35.3.4) con la pipeta de precisión.

- 20 ml. de solución de tiocianato (35.3.5).

Agitar durante un minuto para extraer el complejo en la fase orgánica: dejar decantar; tras la separación de las dos fases, trasvasar totalmente la fase acuosa y desecharla. Lavar a continuación la fase orgánica con:

- 10 ml de la solución de cloruro estannoso (35.3.6).

Agitar durante un minuto. Dejar decantar y eliminar por completo la fase acuosa. Recoger la fase orgánica en un tubo de ensayo, lo que permite reunir las gotas de agua en suspensión.

35.5.4 Mediciones.-Regular la longitud de onda a 470 nm y utilizar la solución de la gama patrón de 0 lg/ml de molibdeno (Mo) como referencia. Medir y anotar la absorbancia de las soluciones patrón (35.5.2), de ensayo en blanco (35.5.1) y de ensayo (35.4.2).

35.6 Cálculos.-Representar la curva patrón poniendo en abscisas las masas correspondientes al molibdeno (Mo) de las soluciones patrón (35.5.2) expresadas en lg, y en ordenadas los valores correspondientes de las absorbancias (35.5.4) dados por el espectrofotómetro.

Partiendo de esta curva patrón, determinar la masa de molibdeno (Mo) en la solución de ensayo (35.4.2) y en la de ensayo en blanco (35.5.1). Dichas masas se llamarán respectivamente (X) y (X).

El porcentaje de molibdeno (Mo) en el abono es igual a:

$$\text{Mo por } 100 = ((X - X) \times V/a \times D) / (M \times 10)$$

Si se ha seguido el método 23(c):

$$\text{Mo por } 100 = ((X - X) \times V/a \times 2D) / (M \times 10)$$

siendo:

Mo = La cantidad de molibdeno (Mo) expresada en porcentaje del abono.

a = El volumen de alícuota tomada de la última solución de dilución (35.4.2) en ml.

X = La masa de molibdeno (Mo) en la solución de ensayo (35.4.2) en lg.

X = La masa de molibdeno (Mo) en el ensayo en blanco (35.5.1) correspondiente al mismo volumen (a) que la alícuota de ensayo (35.4.2) en lg.

V = El volumen del extracto obtenido con el método 23(a) o 23(b) en ml.

D = El factor correspondiente a la dilución efectuada en 35.4.2.

M = La masa de la toma de muestra obtenida con el método 23(a) o 23(b) en gramos.

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

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

35.7 Referencias.-Directiva de la Comisión 93/1/CEE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 113, de 21 de enero de 1993. Método 9.10.

METODO 37

37. Determinación cuantitativa del cobalto en los extractos de abonos por espectrometría de absorción atómica

37.1 Principio.-Una vez tratados y diluidos los extractos de forma adecuada, se determina cuantitativamente el cobalto por espectrometría de absorción atómica.

Este método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 23(a) y 23(b) para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa de elemento total (cobalto) y/o del elemento soluble en agua (cobalto).

37.2 Material y aparatos.

37.2.1 Espectrómetro de absorción atómica.-Véase el punto 2.1 del método 23(b).

El aparato deberá estar provisto de una fuente de líneas características del cobalto (240-7 nm) y de un corrector de fondo de llama.

37.3 Reactivos.

37.3.1 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6M.-Véase el punto 3.1 del método 23(d).

37.3.2 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0-5M.-Véase el punto 3.2 del método 23(d).

37.3.3 Soluciones de sal de lantano, de 10 g de (La) por litro.-Véase el punto 3.3 del método 23(d).

37.3.4 Soluciones patrón de cobalto.

37.3.4.1 Solución madre de cobalto de 1.000 lg/ml.

En un vaso de precipitado de 250 ml, disolver 1 g de cobalto metálico, pesado con una precisión de 0,1 mg en 25 ml de ácido clorhídrico 6M (37.3.1). Calentar en placa calefactora hasta su completa disolución. Dejar enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1.000 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar por agitación.

37.3.4.2 Solución de trabajo de cobalto de 100 lg/ml.-Introducir 10 ml de la solución madre (37.3.4.1) en un matraz aforado de 100 ml. Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0-5M (37.3.2). Homogeneizar por agitación.

37.4 Procedimiento.

37.4.1 Preparación de la solución problema.

37.4.1.1 Disolución de cobalto.-Véase el método 23(a) y/o 23(b) y, si procede, el método 23(c).

37.4.1.2 Preparación de la solución de ensayo.-Véase el punto 4.1.2 del método 23(d).

La solución de ensayo debe contener un 10 por 100 (v/v) de una solución de sal de lantano (37.3.3).

37.4.2 Preparación de ensayo en blanco.-Véase el punto 4.2 del método 23(d).

Esta solución debe contener un 10 por 100 (v/v) de la solución de sal de lantano utilizada en 37.4.1.2.

37.4.3 Preparación de las soluciones patron.-Véase el punto 4.3 del método 23(d).

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 a 5 lg/ml de cobalto (Co), introducir respectivamente en una serie de matraces aforados de 100 ml: 0, 0-5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo (37.3.4.2). Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la solución de ensayo. Añadir en cada matraz 10 ml de la solución de sal de lantano utilizada en 37.4.1.2. Enrasar a 100 ml con la solución de ácido clorhídrico 0-5M (37.3.2). Homogeneizar por agitación. Estas soluciones contienen respectivamente 0, 0-5, 1, 2, 3, 4 y 5 lg/ml de cobalto (Co).

37.4.4 Mediciones.-Véase el punto 37.4.4 del método 23(d).

Preparar el espectrómetro (37.2.1) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 240-7 nm.

37.5 Cálculos.-Véase el punto 5 del método 23(d).

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

$$\text{Co por } 100 = ((X - X) \times V \times D) / (M \times 10)$$

Si se ha seguido el método 23(c):

$$\text{Co por } 100 = ((X - X) \times V \times 2D) / (M \times 10)$$

siendo:

Co = La cantidad de cobalto (Co), en porcentaje del abono.

X = La concentración de la solución de ensayo (37.4.1.2.) en lg/ml.

X = La concentración de la solución de ensayo en blanco (37.4.2.) en lg/ml.

V = El volumen del extracto obtenido con el método 23(a) o 23(b) en ml.

D = El factor correspondiente a la dilución efectuada en 37.4.1.2.

M = La masa de la muestra obtenida con el método 23(a) o 23(b), 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 en ml correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a:

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

37.6 Referencias.-Directiva de la Comisión 93/1/CEE. «Diario Oficial de las Comunidades Europeas» número L 113/17, de 21 de enero de 1993. Método 9.6.