31993L0001

7.5.1993 EUROOPA ÜHENDUSTE TEATAJA L 113/17

KOMISJONI DIREKTIIV 93/1/EMÜ,

21. jaanuar 1993,

millega muudetakse direktiivi 77/535/EMÜ väetiste proovivõtu- ja analüüsimeetodeid käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta

(Mikroelementide analüüsimeetodid)

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Majandusühenduse asutamislepingut,

võttes arvesse nõukogu 18. detsembri 1975. aasta direktiivi 76/116/EMÜ väetisi käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta, [1] viimati muudetud direktiiviga 89/530/EMÜ, [2] eriti selle artikli 9 lõiget 2,

ning arvestades, et:

asutamislepingu artikkel 8a kehtestab sisepiirideta ala, kus on tagatud kaupade, isikute, teenuste ja kapitali vaba liikumine;

direktiiv 89/530/EMÜ täiendab ja muudab direktiivi 76/116/EMÜ mikroelementide boori, koobalti, vase, raua, mangaani, molübdeeni ja tsingi sisalduse osas väetistes;

komisjoni direktiiv 77/535/EMÜ, [3] viimati muudetud direktiiviga 89/519/EMÜ, [4] näeb ette ühenduse väetiste ametliku kontrollimise, tuvastamaks nende vastavust ühenduses sätestatud nõuetele väetiste kvaliteedi ja koostise osas; direktiivi 77/535/EMÜ tuleb täiendada nii, et see kehtiks ka väetiste kohta, mille suhtes kohaldatakse direktiivi 89/530/EMÜ;

pidades silmas kavandatava meetme ulatust ja mõju, on käesolevas direktiivis sätestatud ühenduse meetmed mitte ainult vajalikud, vaid seatud eesmärkide saavutamiseks ka mõõdapäässmatud; liikmesriigid ei suuda iseseisvalt neid eesmärke saavutada; lisaks on nimetatud eesmärkide saavutamine ühenduse tasandil juba sätestatud direktiivis 76/116/EMÜ;

käesoleva direktiiviga ettenähtud meetmed on kooskõlas väetistega kauplemises tehniliste tõkete kõrvaldamist käsitlevate direktiivide tehnika arenguga kohandamise komitee arvamusega,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA DIREKTIIVI:

Artikkel 1

Direktiivi 77/535/EMÜ II lisale lisatakse käesoleva direktiivi lisa tekst.

Käesolevad meetodid on kohaldatavad ühenduse väetiste suhtes kõikide mikroelementide määramiseks, mille deklareeritud sisaldus on 10 % või alla selle.

Artikkel 2

1. Liikmesriigid jõustavad käesoleva direktiivi järgimiseks vajalikud õigusnormid hiljemalt 31. detsembriks 1993. Liikmesriigid teatavad sellest viivitamata komisjonile.

Kui liikmesriigid need normid vastu võtavad, lisavad nad nendesse normidesse või nende normide ametliku avaldamise korral nende juurde viite käesolevale direktiivile. Sellise viitamise viisi näevad ette liikmesriigid.

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

2. Liikmesriigid edastavad komisjonile käesoleva direktiiviga reguleeritavas valdkonnas vastuvõetavate siseriiklike õigusnormide tekstid.

Artikkel 3

Käesolev direktiiv on adresseeritud liikmesriikidele.

Brüssel, 21. jaanuar 1993

Komisjoni nimel

komisjoni liige

Martin BANGEMANN

LISA

"Meetodid 9

MIKROELEMENDID

Meetod 9.1

MIKROELEMENTIDE ÜLDHULGA EKSTRAHEERIMINE

1. EESMÄRK

Käesoleva meetodiga määratakse järgmiste mikroelementide ekstraheerimise käik: üldboor, üldkoobalt, üldvask, üldraud, üldmangaan, üldmolübdeen ja üldtsink. Eesmärgiks on sooritada võimalikult väike arv ekstraktsioone, kasutades võimalusel kõikide ülalnimetatud mikroelementide üldsisalduse määramiseks sama ekstrakti.

2. RAKENDUSALA

Käesolev meetod puudutab nõukogu direktiivis 89/530/EMÜ ([1]) käsitletud EMÜ väetisi, mis sisaldavad ühte või mitut järgmistest mikroelementidest: boor, koobalt, vask, raud, mangaan, molübdeen ja tsink. Meetod on kohaldatav kõikide mikroelementide suhtes, mille deklareeritud sisaldus on 10 % või alla selle.

3. PÕHIMÕTE

Lahustamine keevas soolhappe lahuses.

Märkus: ekstraheerimine on empiiriline ja ei pruugi sõltuvalt tootest või väetise teistest koostisosadest olla kvantitatiivne. Ekstraheeritud kogus võib eriti teatud mangaanoksiidide puhul olla oluliselt väiksem kui mangaani üldsisaldus tootes. Väetisetootjate kohus on tagada, et deklareeritud sisaldus vastaks käesoleva meetodi tingimuste kohaselt ekstraheeritud tegelikule kogusele.

4. REAKTIIVID

4.1. Lahjendatud soolhappe (HCl) lahus, umbes 6 M:

1 osa soolhapet (ρ = 1,18 g/ml) segatakse 1 osa veega.

4.2. Kontsentreeritud ammoniaagilahus (NH_4OH, ρ = 0,9 g/ml).

5. SEADMED

Temperatuuri kontrollimise võimalusega kuumutusplaat.

Märkus: ekstrakti boorisisalduse määramisel ei tohi kasutada boorsilikaadist klaasanumaid. Kuna meetod sisaldab keetmist, tuleks eelistada teflonit või kvartsi. Kui klaasanumaid on pestud boraate sisaldavate detergentidega, tuleb neid hoolikalt loputada.

6. PROOVI ETTEVALMISTAMINE

Vt meetod 1 (direktiiv 77/535/EMÜ, EÜT L 213, 22.8.1977, lk 1).

7. TÖÖ KÄIK

7.1. Uuritav proov

Võetakse väetisekogus, mille kaal olenevalt elemendi deklareeritud sisaldusest tootes on 2–10 g. Lõpliku lahuse saamiseks, mis peale sobivat lahjendamist jääb kõigi meetodite mõõtmispiirkonda, kasutatakse järgmist tabelit. Proovid kaalutakse 1 mg täpsusega.

Mikroelemendi deklareeritud sisaldus väetises (%)	< 0,01	0,01 – < 5	5 – 10
Proovi mass (g)	10	5	2
Proovis sisalduva elemendi mass (mg)	1	0,5 – 250	100 – 200
Lahuse ruumala V (ml)	250	500	500
Elemendi kontsentratsioon lahuses (mg/l)	4	1 – 500	200 – 400

Proov asetatakse 250 ml keeduklaasi.

([1]) EÜT L 281, 30.9.1989, lk 116.

7.2. Lahuse valmistamine

Vajaduse korral niisutatakse proovi vähese veega, lisatakse väikeste koguste kaupa ettevaatlikult 10 ml lahjendatud soolhappe lahust (4.1) ühe grammi väetise kohta ning seejärel umbes 50 ml vett. Keeduklaas kaetakse klaaskaanega ja segatakse. Lahus aetakse kuumutusplaadil keema ja keedetakse 30 minutit. Lastakse jahtuda, segades lahust aeg-ajalt. Lahus viiakse kvantitatiivselt üle 250 ml või 500 ml mõõtekolbi (vt tabel). Kolb täidetakse ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult. Filtreeritakse läbi kuiva filtri kuiva anumasse. Esimene proov visatakse minema. Ekstrakt peab olema täiesti selge.

Elementide määramised selge filtraadi alikvootides soovitatakse sooritada viivitamatult. Kui see ei ole võimalik, tuleb anumad korgiga sulgeda.

Märkus: boorisisalduse määramisel ekstraktides viiakse pH tase kontsentreeritud ammoniaagilahusega (4.2) vahemikku 4–6.

8. MÄÄRAMINE

Kõikide mikroelementide määramisel kasutatakse iga üksiku elemendi puhul rakendatavas meetodis ette nähtud alikvoote.

Vajaduse korral kõrvaldatakse vastavalt meetodile 9.3 lahuse alikvoodist orgaanilised kelaate või komplekse moodustavad ained. Aatomabsorptsioonspektromeetria abil määramise puhul ei pruugi see vajalik olla.

Meetod 9.2

VEES LAHUSTUVATE MIKROELEMENTIDE EKSTRAHEERIMINE

1. EESMÄRK

Käesoleva meetodiga määratakse järgmiste vees lahustuvate mikroelementide ekstraheerimise käik: boor, koobalt, vask, raud, mangaan, molübdeen ja tsink. Eesmärgiks on sooritada võimalikult väike arv ekstraktsioone, kasutades võimalusel kõikide ülalnimetatud mikroelementide sisalduse määramiseks sama ekstrakti.

2. RAKENDUSALA

Käesolev meetod puudutab nõukogu direktiivis 89/530/EMÜ käsitletud EMÜ väetisi, mis sisaldavad ühte või mitut järgmistest mikroelementidest: boor, koobalt, vask, raud, mangaan, molübdeen ja tsink. Meetod on kohaldatav kõikide mikroelementide suhtes, mille deklareeritud sisaldus on 10 % või alla selle.

3. PÕHIMÕTE

Mikroelementide ekstraheerimiseks loksutatakse väetist vees temperatuuril 20 °C ± 2 °C.

Märkus: ekstraheerimine on empiiriline ja võib, kuid ei pruugi olla kvantitatiivne.

4. REAKTIIVID

4.1. Lahjendatud soolhappe (HCl) lahus, umbes 6 M:

1 osa soolhapet (ρ = 1,18 g/ml) segatakse 1 osa veega.

5. SEADMED

5.1. Pöördloksuti, mis töötab kiirusel umbes 35–40 pööret minutis.

5.2. pH-meeter.

Märkus: ekstrakti boorisisalduse määramisel ei tohi kasutada boorsilikaadist klaasanumaid. Vastava ekstraheerimise puhul tuleks eelistada teflonit või kvartsi. Kui klaasanumaid on pestud boraate sisaldavate detergentidega, tuleb neid hoolikalt loputada.

6. PROOVI ETTEVALMISTAMINE

Vt meetod 1 (direktiiv 77/535/EMÜ, EÜT L 213, 22.8.1977, lk 1).

7. TÖÖ KÄIK

7.1. Uuritav proov

Võetakse väetisekogus, mille kaal olenevalt elemendi deklareeritud sisaldusest tootes on 2–10 g. Lõpliku lahuse saamiseks, mis peale sobivat lahjendamist jääb kõigi meetodite mõõtmispiirkonda, kasutatakse järgmist tabelit. Proovid kaalutakse 1 mg täpsusega.

Mikroelemendi deklareeritud sisaldus väetises (%)	< 0,01	0,01 – < 5	5 – 102
Proovi mass (g)	10	5	2
Proovis sisalduva elemendi mass (mg)	1	0,5 – 250	100 – 200
Lahuse ruumala V (ml)	250	500	500
Elemendi kontsentratsioon lahuses (mg/l)	4	1 – 500	200 – 400

Proov asetatakse vastavalt tabelile kas 250 ml või 500 ml kolbi.

7.2. Lahuse valmistamine

250 ml kolbi lisatakse umbes 200 ml vett; 500 ml kolbi puhul lisatakse umbes 400 ml vett.

Kolb suletakse kindlalt korgiga. Loksutatakse tugevalt, et proov seguneks, seejärel asetatakse kolb loksutile ja loksutatakse 30 minutit.

Kolb täidetakse ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult.

7.3. Testlahuse valmistamine

Lahus filtreeritakse viivitamatult puhtasse, kuiva kolbi. Kolb suletakse. Määramine viiakse läbi viivitamatult peale filtreerimist.

NB: kui filtraat muutub vähehaaval häguseks, siis viiakse kolvis mahuga Ve läbi uus ekstraheerimine vastavalt punktidele 7.1 ja 7.2. Lahus filtreeritakse eelnevalt kuivatatud ja 5,00 ml lahjendatud soolhappe lahust (4.1) sisaldavasse kalibreeritud kolbi mahuga W. Filtreerimine lõpetatakse täpselt siis, kui jõutakse kalibreerimismärgini. Segatakse põhjalikult.

Sellistel tingimustel on V väärtus tulemuste väljendamisel järgmine:

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

Tulemuste väljendamisel sõltuvad lahjendused nimetatud V väärtusest.

8. MÄÄRAMINE

Kõikide mikroelementide määramisel kasutatakse iga üksiku elemendi puhul rakendatavas meetodis ette nähtud alikvoote.

Vajaduse korral kõrvaldatakse vastavalt meetodile 9.3 lahuse alikvoodist orgaanilised kelaate või komplekse moodustavad ained. Aatomabsorptsioonspektromeetria abil määramise puhul ei pruugi see vajalik olla.

Meetod 9.3

ORGAANILISTE ÜHENDITE KÕRVALDAMINE VÄETISEEKSTRAKTIDEST

1. EESMÄRK

Käesoleva meetodiga nähakse ette orgaaniliste ühendite väetiseekstraktidest kõrvaldamise kord.

2. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on kohaldatav vastavalt meetoditele 9.1 ja 9.2 ekstraheeritud proovide analüüsimisel nende väetiste puhul, mille kohta tuleb vastavalt direktiivile 89/530/EMÜ deklareerida elemendi üldsisaldus ja/või vees lahustuva osa sisaldus.

Märkus: orgaanilise aine esinemine väikeses koguses ei mõjuta tavaliselt elementide määramist aatomabsorptsioonspektromeetria abil.

3. PÕHIMÕTE

Ekstrakti alikvoodis sisalduvad orgaanilised ühendid oksüdeeritakse vesinikperoksiidiga.

4. REAKTIIVID

4.1. Lahjendatud soolhappe (HCl) lahus, umbes 0,5 M:

1 osa soolhapet (ρ = 1,18 g/ml) segatakse 20 osa veega.

4.2. Vesinikperoksiidi lahus (30 % H_2O_2, ρ = 1,11 g/ml), mis ei sisalda mikroelemente.

5. SEADMED

Temperatuuri kontrollimise võimalusega kuumutusplaat.

6. TÖÖ KÄIK

Võetakse 25 ml meetodi 9.1 või 9.2 abil saadud ekstraktlahust ja viiakse 100 ml keeduklaasi. Meetodi 9.2 puhul lisatakse 5 ml lahjendatud soolhappe lahust (4.1). Seejärel lisatakse 5 ml vesinikperoksiidi lahust (4.2). Suletakse klaaskaanega. Oksüdeeritakse toatemperatuuril umbes tund aega, seejärel aetakse lahus vähehaaval keema ja keedetakse pool tundi. Vajadusel lisatakse pärast jahtumist lahusele veel 5 ml vesinikperoksiidi. Seejärel keedetakse lahust liigse vesinikperoksiidi eemaldamiseks. Lahusel lastakse jahtuda ning see viiakse kvantitatiivselt üle 50 ml mõõtekolbi, mis täidetakse ettenähtud mahuni. Vajadusel filtreeritakse.

Alikvootide võtmisel ja mikroelemendi protsentuaalse sisalduse arvutamisel tootes tuleb selle lahjendusega arvestada.

Meetod 9.4

MIKROELEMENTIDE MÄÄRAMINE VÄETISEEKSTRAKTIDES AATOMABSORPTSIOONSPEKTROMEETRIA ABIL

(ÜLDINE TÖÖ KÄIK)

1. EESMÄRK

Käesolev dokument sätestab üldise töö käigu teatud mikroelementide sisalduse määramisel väetiseekstraktides aatomabsorptsioonspektromeetria abil.

2. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on kohaldatav vastavalt meetoditele 9.1 ja 9.2 ekstraheeritud proovide analüüsimisel nende väetiste puhul, mille kohta tuleb vastavalt direktiivile 89/530/EMÜ deklareerida elemendi üldsisaldus ja/või vees lahustuva osa sisaldus.

Käesoleva meetodi kohandused erinevatele mikroelementidele on toodud ära iga üksiku elemendi puhul rakendatavate spetsiifiliste meetodite juures.

Märkus: orgaanilise aine esinemine väikeses koguses ei mõjuta enamikel juhtudel elementide määramist aatomabsorptsioonspektromeetria abil.

3. PÕHIMÕTE

Pärast ekstrakti vajadustekohast töötlemist häirivate keemiliste ainete sisalduse vähendamiseks või nende kõrvaldamiseks lahjendatakse ekstrakti seni, kuni selle kontsentratsioon jääb spektromeetri optimaalsesse mõõtmispiirkonda määratava mikroelemendi jaoks sobivale lainepikkusele.

4. REAKTIIVID

4.1. Lahjendatud soolhappe (HCl) lahus, umbes 6 M:

1 osa soolhapet (ρ = 1,18 g/ml) segatakse 1 osa veega.

4.2. Lahjendatud soolhappe (HCl) lahus, umbes 0,5 M:

1 osa soolhapet (ρ = 1,18 g/ml) segatakse 20 osa veega.

4.3. Lantaanisoola lahused (10 g La liitri kohta)

Seda reaktiivi kasutatakse koobalti, raua, mangaani ja tsingi määramiseks ning selle valmistamiseks võib kasutada ühte alljärgnevatest ühenditest:

a) soolhappes (4.1) lahustatud lantaanoksiidi. 11,73 g lantaanoksiidi (La_2O_3) pannakse 150 ml vett sisaldavasse 1-liitrisesse mõõtekolbi ning lisatakse 120 ml 6 M soolhapet (4.1). Lantaanoksiidil lastakse lahustuda ning seejärel lisatakse vett kuni 1 liitrini ja segatakse põhjalikult. Saadav lahus on umbes 0,5 M soolhappe suhtes; või

b) lantaankloriidi, -sulfaadi või -nitraadi lahust. 150 ml vees lahustatakse 26,7 g lantaankloriidheptahüdraati ($LaCl_3$ $7H_2O$) või 31,2 g lantaannitraatheksahüdraati [$La(NO_3)_3$ $6H_2O$] või 26,2 g lantaansulfaatnonahüdraati [$La_2(SO_4)_3$ $9H_2O$], seejärel lisatakse 85 ml 6 M soolhapet (4.1). Lantaanisoolal lastakse lahustuda ning seejärel lisatakse vett kuni 1 liitrini ja segatakse põhjalikult. Saadav lahus on umbes 0,5 M soolhappe suhtes.

4.4. Kalibreerimislahused

Kalibreerimislahuste valmistamist kirjeldatakse iga üksiku mikroelemendi määramismeetodi juures.

5. SEADMED

Aatomabsorptsioonspektromeeter, mis on varustatud määratavaid mikroelemente iseloomustavat kiirgust emiteerivate kiirgusallikatega.

Analüütik peab järgima tootja juhiseid ja olema seadmega tuttav. Seade peab võimaldama vajaduse korral taustakorrektsiooni kasutamist (Co ja Zn). Kasutatavad gaasid on õhk ja atsetüleen.

6. ANALÜÜSITAVATE LAHUSTE VALMISTAMINE

6.1. Määratavate mikroelementide ekstraktlahuste valmistamine

Vt meetod 9.1 ja/või 9.2 ning vajadusel 9.3.

6.2. Testlahuse töötlemine

Kasutatava kalibreerimispiirkonna (7.2) jaoks sobiva kontsentratsiooniga määratava elemendi lõpliku testlahuse ning vähemalt 0,5 M ja mitte rohkem kui 2,5 M soolhappe lahuse saamiseks lahjendatakse meetodi 9.1, 9.2 või 9.3 abil saadud ekstrakti alikvooti veega ja/või soolhappega (4.1) või (4.2). Soovitud tulemuse saavutamiseks võib olla vajalik ühe või mitme järjestikuse lahjenduse tegemine.

Ekstrakti lahjendamise teel saadud lõpplahuse alikvoot – tähistagu (a) selle mahtu milliliitrites – valatakse 100 ml mõõtekolbi. Koobalti-, raua-, mangaani- või tsingisisalduse määramiseks lisatakse 10 ml lantaanisoola lahust (4.3). Lisatakse 0,5 M soolhappe lahust kuni ettenähtud mahuni ja segatakse põhjalikult. Saadakse lõpplahus mõõtmiste sooritamiseks. Tähistagu D lahjendusastet.

7. TÖÖ KÄIK

7.1. Pimelahuse valmistamine

Pimelahuse valmistamisel korratakse kogu töö käiku alates ekstraheerimisest, jättes välja ainult väetiseproovi.

7.2. Kalibreerimislahuste valmistamine

Iga üksiku mikroelemendi määramismeetodi kohaselt valmistatud kalibreerimise töölahusest valmistatakse 100 ml mõõtekolbidesse vähemalt viis tõusva kontsentratsiooniga kalibreerimislahust, mis jäävad spektromeetri optimaalsesse mõõtmispiirkonda. Vajadusel korrigeeritakse soolhappe kontsentratsiooni, et viia see lahjendatud testlahuse (6.2) soolhappe kontsentratsioonile võimalikult lähedale. Koobalti-, raua-, mangaani- või tsingisisalduse määramiseks lisatakse 10 ml sama lantaanisoola lahust (4.3), mida kasutati punktis 6.2. Lisatakse 0,5 M soolhappe lahust (4.2) kuni ettenähtud mahuni ja segatakse põhjalikult.

7.3. Määramine

Spektromeeter (5) valmistatakse määramiseks ette ja seatakse antud mikroelemendi määramismeetodis toodud lainepikkusele.

Kalibreerimislahust (7.2), testlahust (6.2) ja pimelahust (7.1) pihustatakse kolm korda järjest, iga tulemus märgitakse üles ja instrumenti loputatakse iga pihustamise järel destilleeritud veega.

Koostatakse kalibreerimiskõver, kandes ordinaadile spektromeetri näitude keskmise iga kalibreerimislahuse (7.2) puhul ning abstsissile sellele vastava elemendi kontsentratsiooni, väljendatuna mikrogrammides milliliitri kohta.

Saadud kõvera järgi määratakse vastava mikroelemendi kontsentratsioon testlahuses (6.2) (x_s) ja pimelahuses (7.1) (x_b), väljendatuna mikrogrammides milliliitri kohta.

8. TULEMUSTE VÄLJENDAMINE

Mikroelemendi (E) protsentuaalne sisaldus väetises arvutatakse järgmiselt:

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

Meetodi 9.3 kasutamise korral:

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

kus:

E on määratava mikroelemendi protsentuaalne sisaldus väetises;

x_s on testlahuse (6.2) kontsentratsioon (µg/ml);

x_b on pimelahuse (7.1) kontsentratsioon (µg/ml);

V on meetodi 9.1 või 9.2 abil saadud ekstrakti maht milliliitrites;

D on punktis 6.2 tehtud lahjendusele vastav lahjendusaste;

M on meetodi 9.1 või 9.2 kohaselt võetud uuritava proovi mass grammides.

Lahjendusastme D arvutamine:

kui (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) ja (a) on alikvoodid ning (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) ja (100) on nende vastavatele lahjendustele vastavad mahud milliliitrites, siis arvutatakse lahjendusaste D järgmiselt:

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

Meetod 9.5

BOORI MÄÄRAMINE VÄETISEEKSTRAKTIDES SPEKTROMEETRIA ABIL ASOMETIIN-H-ga

1. EESMÄRK

Käesolev meetod kirjeldab boori määramise käiku väetiseekstraktides.

2. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on kohaldatav vastavalt meetoditele 9.1 ja 9.2 ekstraheeritud proovide analüüsimisel nende väetiste puhul, mille kohta tuleb vastavalt direktiivile 89/530/EMÜ deklareerida boori üldsisaldus ja/või vees lahustuva boori sisaldus.

3. PÕHIMÕTE

Asometiin-H lahuses moodustavad boraadiioonid kollase kompleksi, mille kontsentratsioon määratakse molekulaarsel neeldumisel põhineva spektromeetria abil 410 nm juures. Häirivad ioonid maskeeritakse etüleendiamiintetraatsetaadi (EDTA) abil.

4. REAKTIIVID

4.1. EDTA puhverlahus

500 ml mõõtekolbi, mis sisaldab 300 ml vett, lisatakse:

— 75 g ammooniumatsetaati (NH_4OOCCH_3),

— 10 g etüleendiamiintetraäädikhappe dinaatriumsoola (Na_2EDTA),

— 40 ml äädikhapet (CH_3COOH, ρ = 1,05 g/ml).

Täidetakse kuni ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult. Klaaselektroodi abil kontrollitud pH tase lahuses peab olema 4,8 ± 0,1.

4.2. Asometiin-H lahus

200 ml mõõtekolbi lisatakse:

— 10 ml puhverlahust (4.1),

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

— 2 g askorbiinhapet ($C_6H_8O_6$).

Täidetakse kuni ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult. Seda reaktiivi ei ole mõtet valmistada suurtes kogustes, kuna see säilib ainult paar päeva.

4.3. Boori kalibreerimislahused

4.3.1. Boori põhilahus (100 µg/ml)

0,5719 g boorhapet (H_3BO_3) lahustatakse vees 1 000 ml mõõtekolvis. Täidetakse kuni ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult. Lahus viiakse plastikpudelisse ja säilitatakse külmkapis.

4.3.2. Boori töölahus (10 µg/ml)

500 ml mõõtekolbi kantakse 50 ml põhilahust (4.3.1). Täidetakse kuni ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult.

5. SEADMED

Spektromeeter, mis võimaldab mõõta molekulaarset neeldumist lainepikkusel 410 nm ning on varustatud küvettidega, mille optilise tee pikkus on 10 nm.

6. ANALÜÜSITAVA LAHUSE VALMISTAMINE

6.1. Boorilahuse valmistamine

Vt meetod 9.1 ja/või 9.2 ning vajadusel 9.3.

6.2. Testlahuse valmistamine

Ekstrakti (6.1) alikvooti lahjendatakse punktis 7.2 toodud kontsentratsiooniga boorilahuse saamiseks. Soovitud tulemuse saavutamiseks võib olla vajalik kahe järjestikuse lahjenduse tegemine. Tähistagu D lahjendusastet.

6.3. Paranduslahuse valmistamine

Kui testlahus (6.2) on värvunud, valmistatakse vastav paranduslahus, lisades plastikpudelisse 5 ml testlahust (6.2), 5 ml EDTA puhverlahust (4.1) ja 5 ml vett, ning segatakse põhjalikult.

7. TÖÖ KÄIK

7.1. Pimelahuse valmistamine

Pimelahuse valmistamisel korratakse kogu töö käiku alates ekstraheerimisest, jättes välja ainult väetiseproovi.

7.2. Kalibreerimislahuste valmistamine

0, 5, 10, 15, 20 ja 25 ml kalibreerimise töölahust (4.3.2) viiakse 100 ml mõõtekolbidesse. Lisatakse vett kuni 100 ml-ni ja segatakse põhjalikult. Saadud lahuste boorisisaldus jääb vahemikku 0–2,5 µg/ml.

7.3. Värvi ilmutamine

5 ml kalibreerimislahuseid (7.2), testlahuseid (6.2) ja pimelahust (7.1) viiakse plastikpudelitesse. Lisatakse 5 ml EDTA puhverlahust (4.1). Lisatakse 5 ml asometiin-H lahust (4.2).

Segatakse põhjalikult ja lastakse värvi ilmutamiseks 2,5–3 tundi pimedas seista.

7.4. Määramine

Vastavalt punktile 7.3 saadud lahuste ja vajadusel paranduslahuse (6.3) neelduvust vee suhtes mõõdetakse 410 nm juures. Küvette loputatakse enne iga uut mõõtmist veega.

8. TULEMUSTE VÄLJENDAMINE

Koostatakse kalibreerimiskõver, kandes abstsissile kalibreerimislahuste (7.2) kontsentratsiooni ja ordinaadile spektrofotomeetri abil mõõdetud neelduvuse (7.4).

Kalibreerimiskõvera abil leitakse boori kontsentratsioon pimelahuses (7.1) ja testlahuses (6.2) ning testlahuse värvumise korral testlahuse parandatud kontsentratsioon. Viimase arvutamiseks lahutatakse paranduslahuse (6.3) neelduvus testlahuse (6.2) neelduvusest ja määratakse testlahuse parandatud kontsentratsioon. Märgitakse üles testlahuse (6.2) kontsentratsioon parandusega või ilma (x_s) ning pimelahuse kontsentratsioon (x_b).

Boori protsentuaalset sisaldust väetises väljendatakse järgmiselt:

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

Meetodi 9.3 kasutamise korral:

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

kus:

B on boori protsentuaalne sisaldus väetises;

x_s on testlahuse (6.2) kontsentratsioon (µg/ml) parandusega või ilma;

x_b on pimelahuse (7.1) kontsentratsioon (µg/ml);

V on meetodi 9.1 või 9.2 abil saadud ekstrakti maht milliliitrites;

D on punktis 6.2 tehtud lahjendusele vastav lahjendusaste;

M on meetodi 9.1 või 9.2 kohaselt võetud uuritava proovi mass grammides.

Lahjendusastme D arvutamine: kui (a1) ja (a2) on järjestikused alikvoodid ning (v1) ja (v2) on nende vastavatele lahjendustele vastavad mahud, siis arvutatakse lahjendusaste D järgmiselt:

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

Meetod 9.6

KOOBALTI MÄÄRAMINE VÄETISEEKSTRAKTIDES AATOMABSORPTSIOONSPEKTROMEETRIA ABIL

1. EESMÄRK

Käesolev meetod kirjeldab koobalti määramise käiku väetiseekstraktides.

2. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on kohaldatav vastavalt meetoditele 9.1 ja 9.2 ekstraheeritud proovide analüüsimisel nende väetiste puhul, mille kohta tuleb vastavalt direktiivile 89/530/EMÜ deklareerida koobalti üldsisaldus ja/või vees lahustuva koobalti sisaldus.

3. PÕHIMÕTE

Pärast ekstraktide sobivat töötlemist ja lahjendamist määratakse koobaltisisaldus aatomabsorptsioonspektromeetria abil.

4. REAKTIIVID

4.1. Soolhappe lahus, umbes 6 M

Vt meetodi 9.4 punkt 4.1.

4.2. Soolhappe lahus, umbes 0,5 M

Vt meetodi 9.4 punkt 4.2.

4.3. Lantaanisoola lahused (10 g La liitri kohta)

Vt meetodi 9.4 punkt 4.3.

4.4. Koobalti kalibreerimislahused

4.4.1. Koobalti põhilahus (1 000 µg/ml)

250 ml keeduklaasi kaalutakse 0,1 mg täpsusega 1 g koobaltit, lisatakse 25 ml 6 M soolhapet (4.1) ja kuumutatakse kuumutusplaadil kuni koobalti täieliku lahustumiseni. Pärast jahtumist viiakse lahus kvantitatiivselt 1 000 ml mõõtekolbi. Täidetakse kuni ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult.

4.4.2. Koobalti töölahus (100 µg/ml)

10 ml põhilahust (4.4.1) pannakse 100 ml mõõtekolbi. Täidetakse ettenähtud mahuni 0,5 M soolhappe lahusega (4.2) ja segatakse põhjalikult.

5. SEADMED

Aatomabsorptsioonspektromeeter: vt meetodi 9.4 punkt 5. Instrument peab olema varustatud koobaltile iseloomulikku kiirgust emiteeriva kiirgusallikaga (240,7 nm). Spektromeeter peab võimaldama taustakorrektsiooni kasutamist.

6. ANALÜÜSITAVA LAHUSE VALMISTAMINE

6.1. Koobalti ekstraktlahus

Vt meetod 9.1 ja/või 9.2 ning vajadusel 9.3.

6.2. Testlahuse valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 6.2. Testlahus peab sisaldama 10 % (mahuprotsentides) lantaanisoola lahust (4.3).

7. TÖÖ KÄIK

7.1. Pimelahuse valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.1. Pimelahus peab sisaldama punktis 6.2 kasutatud 10 % (mahuprotsentides) lantaanisoola lahust.

7.2. Kalibreerimislahuste valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.2.

Koobalti määramiseks optimaalses määramispiirkonnas 0–5 µg/ml kantakse 100 ml mõõtekolbidesse vastavalt 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml töölahust (4.4.2). Vajadusel korrigeeritakse soolhappe kontsentratsiooni, et viia see testlahuse soolhappe kontsentratsioonile võimalikult lähedale. Igasse kolbi lisatakse 10 ml punktis 6.2 kasutatud lantaanisoola lahust. Täidetakse kuni 100 ml-ni 0,5 M soolhappe lahusega (4.2) ja segatakse põhjalikult. Saadud lahuste koobaltisisaldus on vastavalt 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 µg/ml.

7.3. Määramine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.3. Spektromeeter (5) valmistatakse määramiseks ette ja seatakse lainepikkusele 240,7 nm.

8. TULEMUSTE VÄLJENDAMINE

Vt meetodi 9.4 punkt 8.

Koobalti protsentuaalset sisaldust väetises väljendatakse järgmiselt:

$$Co\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Meetodi 9.3 kasutamise korral:

$$Co\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kus:

Co on koobalti protsentuaalne sisaldus väetises;

x_s on testlahuse (6.2) kontsentratsioon (µg/ml);

x_b on pimelahuse (7.1) kontsentratsioon (µg/ml);

V on meetodi 9.1 või 9.2 abil saadud ekstrakti maht milliliitrites;

D on punktis 6.2 tehtud lahjendusele vastav lahjendusaste;

M on meetodi 9.1 või 9.2 kohaselt võetud uuritava proovi mass grammides.

Lahjendusastme D arvutamine: kui (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) ja (a) on alikvoodid ning (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) ja (100) on nende vastavatele lahjendustele vastavad mahud milliliitrites, siis arvutatakse lahjendusaste D järgmiselt:

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

Meetod 9.7

VASE MÄÄRAMINE VÄETISEEKSTRAKTIDES AATOMABSORPTSIOONSPEKTROMEETRIA ABIL

1. EESMÄRK

Käesolev meetod kirjeldab vase määramise käiku väetiseekstraktides.

2. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on kohaldatav vastavalt meetoditele 9.1 ja 9.2 ekstraheeritud proovide analüüsimisel nende väetiste puhul, mille kohta tuleb vastavalt direktiivile 89/530/EMÜ deklareerida vase üldsisaldus ja/või vees lahustuva vase sisaldus.

3. PÕHIMÕTE

Pärast ekstraktide sobivat töötlemist ja lahjendamist määratakse vasesisaldus aatomabsorptsioonspektromeetria abil.

4. REAKTIIVID

4.1. Soolhappe lahus, umbes 6 M

Vt meetodi 9.4 punkt 4.1.

4.2. Soolhappe lahus, umbes 0,5 M

Vt meetodi 9.4 punkt 4.2.

4.3. Vesinikperoksiidi lahus (30 % H_2O_2, ρ = 1,11 g/ml), mis ei sisalda mikroelemente.

4.4. Vase kalibreerimislahused

4.4.1. Vase põhilahus (1 000 µg/ml)

250 ml keeduklaasi kaalutakse 0,1 mg täpsusega 1 g vaske, lisatakse 25 ml 6 M soolhapet (4.1) ja 5 ml vesinikperoksiidi lahust (4.3) ning kuumutatakse kuumutusplaadil kuni vase täieliku lahustumiseni. Pärast jahtumist viiakse lahus kvantitatiivselt 1 000 ml mõõtekolbi. Täidetakse kuni ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult.

4.4.2. Vase töölahus (100 µg/ml)

20 ml põhilahust (4.4.1) pannakse 200 ml mõõtekolbi. Täidetakse ettenähtud mahuni 0,5 M soolhappe lahusega (4.2) ja segatakse põhjalikult.

5. SEADMED

Aatomabsorptsioonspektromeeter: vt meetodi 9.4 punkt 5. Instrument peab olema varustatud vasele iseloomulikku kiirgust emiteeriva kiirgusallikaga (324,8 nm).

6. ANALÜÜSITAVA LAHUSE VALMISTAMINE

6.1. Vase ekstraktlahus

Vt meetod 9.1 ja/või 9.2 ning vajadusel 9.3.

6.2. Testlahuse valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 6.2.

7. TÖÖ KÄIK

7.1. Pimelahuse valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.1.

7.2. Kalibreerimislahuste valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.2.

Vase määramiseks optimaalses määramispiirkonnas 0–5 µg/ml kantakse 100 ml mõõtekolbidesse vastavalt 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml töölahust (4.4.2). Vajadusel korrigeeritakse soolhappe kontsentratsiooni, et viia see testlahuse (6.2) soolhappe kontsentratsioonile võimalikult lähedale. Täidetakse kuni 100 ml-ni 0,5 M soolhappe lahusega (4.2) ja segatakse põhjalikult. Saadud lahuste vasesisaldus on vastavalt 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 µg/ml.

7.3. Määramine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.3. Spektromeeter (5) valmistatakse määramiseks ette ja seatakse lainepikkusele 324,8 nm.

8. TULEMUSTE VÄLJENDAMINE

Vt meetodi 9.4 punkt 8.

Vase protsentuaalset sisaldust väetises väljendatakse järgmiselt:

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

Meetodi 9.3 kasutamise korral:

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

kus:

Cu on vase protsentuaalne sisaldus väetises;

x_s on testlahuse (6.2) kontsentratsioon (µg/ml);

x_b on pimelahuse (7.1) kontsentratsioon (µg/ml);

V on meetodi 9.1 või 9.2 abil saadud ekstrakti maht milliliitrites;

D on punktis 6.2 tehtud lahjendusele vastav lahjendusaste;

M on meetodi 9.1 või 9.2 kohaselt võetud uuritava proovi mass grammides.

Lahjendusastme D arvutamine: kui (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) ja (a) on alikvoodid ning (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) ja (100) on nende vastavatele lahjendustele vastavad mahud milliliitrites, siis arvutatakse lahjendusaste D järgmiselt:

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

Meetod 9.8

RAUA MÄÄRAMINE VÄETISEEKSTRAKTIDES AATOMABSORPTSIOONSPEKTROMEETRIA ABIL

1. EESMÄRK

Käesolev meetod kirjeldab raua määramise käiku väetiseekstraktides.

2. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on kohaldatav vastavalt meetoditele 9.1 ja 9.2 ekstraheeritud proovide analüüsimisel nende väetiste puhul, mille kohta tuleb vastavalt direktiivile 89/530/EMÜ deklareerida raua üldsisaldus ja/või vees lahustuva raua sisaldus.

3. PÕHIMÕTE

Pärast ekstraktide sobivat töötlemist ja lahjendamist määratakse rauasisaldus aatomabsorptsioonspektromeetria abil.

4. REAKTIIVID

4.1. Soolhappe lahus, umbes 6 M

Vt meetodi 9.4 punkt 4.1.

4.2. Soolhappe lahus, umbes 0,5 M

Vt meetodi 9.4 punkt 4.2.

4.3. Vesinikperoksiidi lahus (30 % H_2O_2, ρ = 1,11 g/ml), mis ei sisalda mikroelemente.

4.4. Lantaanisoola lahused (10 g La liitri kohta)

Vt meetodi 9.4 punkt 4.3.

4.5. Raua kalibreerimislahused

4.5.1. Raua põhilahus (1 000 µg/ml)

500 ml keeduklaasi kaalutakse 0,1 mg täpsusega 1 g puhast raudtraati, lisatakse 200 ml 6 M soolhapet (4.1) ja 15 ml vesinikperoksiidi lahust (4.3). Kuumutatakse kuumutusplaadil kuni raua täieliku lahustumiseni. Pärast jahtumist viiakse lahus kvantitatiivselt 1 000 ml mõõtekolbi. Täidetakse kuni ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult.

4.5.2. Raua töölahus (100 µg/ml)

20 ml põhilahust (4.5.1) pannakse 200 ml mõõtekolbi. Täidetakse ettenähtud mahuni 0,5 M soolhappe lahusega (4.2) ja segatakse põhjalikult.

5. SEADMED

Aatomabsorptsioonspektromeeter: vt meetodi 9.4 punkt 5. Instrument peab olema varustatud rauale iseloomulikku kiirgust emiteeriva kiirgusallikaga (248,3 nm).

6. ANALÜÜSITAVA LAHUSE VALMISTAMINE

6.1. Raua ekstraktlahus

Vt meetod 9.1 ja/või 9.2 ning vajadusel 9.3.

6.2. Testlahuse valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 6.2. Testlahus peab sisaldama 10 % (mahuprotsentides) lantaanisoola lahust.

7. TÖÖ KÄIK

7.1. Pimelahuse valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.1. Testlahus peab sisaldama punktis 6.2 kasutatud 10 % (mahuprotsentides) lantaanisoola lahust.

7.2. Kalibreerimislahuste valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.2.

Raua määramiseks optimaalses määramispiirkonnas 0–10 µg/ml kantakse 100 ml mõõtekolbidesse vastavalt 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 ml töölahust (4.5.2). Vajadusel korrigeeritakse soolhappe kontsentratsiooni, et viia see testlahuse soolhappe kontsentratsioonile võimalikult lähedale. Igasse kolbi lisatakse 10 ml punktis 6.2 kasutatud lantaanisoola lahust. Täidetakse kuni 100 ml-ni 0,5 M soolhappe lahusega (4.2) ja segatakse põhjalikult. Saadud lahuste rauasisaldus on vastavalt 0, 2, 4, 6, 8 ja 10 µg/ml.

7.3. Määramine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.3. Spektromeeter (5) valmistatakse määramiseks ette ja seatakse lainepikkusele 248,3 nm.

8. TULEMUSTE VÄLJENDAMINE

Vt meetodi 9.4 punkt 8.

Raua protsentuaalset sisaldust väetises väljendatakse järgmiselt:

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

Meetodi 9.3 kasutamise korral:

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

kus:

Fe on raua protsentuaalne sisaldus väetises;

x_s on testlahuse (6.2) kontsentratsioon (µg/ml);

x_b on pimelahuse (7.1) kontsentratsioon (µg/ml);

V on meetodi 9.1 või 9.2 abil saadud ekstrakti maht milliliitrites;

D on punktis 6.2 tehtud lahjendusele vastav lahjendusaste;

M on meetodi 9.1 või 9.2 kohaselt võetud uuritava proovi mass grammides.

Lahjendusastme D arvutamine: kui (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) ja (a) on alikvoodid ning (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) ja (100) on nende vastavatele lahjendustele vastavad mahud milliliitrites, siis arvutatakse lahjendusaste D järgmiselt:

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

Meetod 9.9

MANGAANI MÄÄRAMINE VÄETISEEKSTRAKTIDES AATOMABSORPTSIOONSPEKTROMEETRIA ABIL

1. EESMÄRK

Käesolev meetod kirjeldab mangaani määramise käiku väetiseekstraktides.

2. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on kohaldatav vastavalt meetoditele 9.1 ja 9.2 ekstraheeritud proovide analüüsimisel nende väetiste puhul, mille kohta tuleb vastavalt direktiivile 89/530/EMÜ deklareerida mangaani üldsisaldus ja/või vees lahustuva mangaani sisaldus.

3. PÕHIMÕTE

Pärast ekstraktide sobivat töötlemist ja lahjendamist määratakse mangaanisisaldus aatomabsorptsioonspektromeetria abil.

4. REAKTIIVID

4.1. Soolhappe lahus, umbes 6 M

Vt meetodi 9.4 punkt 4.1.

4.2. Soolhappe lahus, umbes 0,5 M

Vt meetodi 9.4 punkt 4.2.

4.3. Lantaanisoola lahused (10 g La liitri kohta)

Vt meetodi 9.4 punkt 4.3.

4.4. Mangaani kalibreerimislahused

4.4.1. Mangaani põhilahus (1 000 µg/ml)

250 ml keeduklaasi kaalutakse 0,1 mg täpsusega 1 g mangaani ja lisatakse 25 ml 6 M soolhappe lahust (4.1). Kuumutatakse kuumutusplaadil kuni mangaani täieliku lahustumiseni. Pärast jahtumist viiakse lahus kvantitatiivselt 1 000 ml mõõtekolbi. Täidetakse kuni ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult.

4.4.2. Mangaani töölahus (100 µg/ml)

200 ml mõõtekolvis lahjendatakse 20 ml põhilahust (4.4.1) 0,5 M soolhappe lahuses (4.2). Täidetakse kuni ettenähtud mahuni 0,5 M soolhappe lahusega (4.2) ja segatakse põhjalikult.

5. SEADMED

Aatomabsorptsioonspektromeeter: vt meetodi 9.4 punkt 5. Seade peab olema varustatud mangaanile iseloomulikku kiirgust emiteeriva kiirgusallikaga (279,6 nm).

6. ANALÜÜSITAVA LAHUSE VALMISTAMINE

6.1. Mangaani ekstraktlahus

Vt meetod 9.1 ja/või 9.2 ning vajadusel 9.3.

6.2. Testlahuse valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 6.2. Testlahus peab sisaldama 10 % (mahuprotsentides) lantaanisoola lahust (4.3).

7. TÖÖ KÄIK

7.1. Pimelahuse valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.1. Pimelahus peab sisaldama punktis 6.2 kasutatud 10 % (mahuprotsentides) lantaanisoola lahust.

7.2. Kalibreerimislahuste valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.2.

Mangaani määramiseks optimaalses määramispiirkonnas 0–5 µg/ml kantakse 100 ml mõõtekolbidesse vastavalt 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml töölahust (4.4.2). Vajadusel korrigeeritakse soolhappe kontsentratsiooni, et viia see testlahuse soolhappe kontsentratsioonile võimalikult lähedale. Igasse kolbi lisatakse 10 ml punktis 6.2 kasutatud lantaanisoola lahust. Täidetakse kuni 100 ml-ni 0,5 M soolhappe lahusega (4.2) ja segatakse põhjalikult. Saadud lahuste mangaanisisaldus on vastavalt 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 µg/ml.

7.3. Määramine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.3. Spektromeeter (5) valmistatakse määramiseks ette ja seatakse lainepikkusele 279,6 nm.

8. TULEMUSTE VÄLJENDAMINE

Vt meetodi 9.4 punkt 8.

Mangaani protsentuaalset sisaldust väetises väljendatakse järgmiselt:

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

Meetodi 9.3 kasutamise korral:

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

kus:

Mn on mangaani protsentuaalne sisaldus väetises;

x_s on testlahuse (6.2) kontsentratsioon (µg/ml);

x_b on pimelahuse (7.1) kontsentratsioon (µg/ml);

V on meetodi 9.1 või 9.2 abil saadud ekstrakti maht milliliitrites;

D on punktis 6.2 tehtud lahjendusele vastav lahjendusaste;

M on meetodi 9.1 või 9.2 kohaselt võetud uuritava proovi mass grammides.

Lahjendusastme D arvutamine: kui (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) ja (a) on alikvoodid ning (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) ja (100) on nende vastavatele lahjendustele vastavad mahud milliliitrites, siis arvutatakse lahjendusaste D järgmiselt:

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

Meetod 9.10

MOLÜBDEENI MÄÄRAMINE VÄETISEEKSTRAKTIDES SPEKTROFOTOMEETRIA ABIL KOMPLEKSIS AMMOONIUM-TIOTSÜANAADIGA

1. EESMÄRK

Käesolev meetod kirjeldab molübdeeni määramise käiku väetiseekstraktides.

2. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on kohaldatav vastavalt meetoditele 9.1 ja 9.2 ekstraheeritud proovide analüüsimisel nende väetiste puhul, mille kohta tuleb vastavalt direktiivile 89/530/EMÜ deklareerida molübdeeni üldsisaldus ja/või vees lahustuva molübdeeni sisaldus.

3. PÕHIMÕTE

Molübdeen (V) moodustab happelises keskkonnas SCN^--ioonidega kompleksi $[MoO(SCN)_5]^{-2}$.

Kompleks ekstraheeritakse n-butüülatsetaadiga. Häirivad ioonid, nagu näiteks rauaioonid, jäävad vesifaasi. Kontsentratsioon määratakse kollakasoranži värvuse järgi molekulaarsel neeldumisel põhineva spektromeetria abil 470 nm juures.

4. REAKTIIVID

4.1. Lahjendatud soolhappe (HCl) lahus, umbes 6 M

Vt meetodi 9.4 punkt 4.1.

4.2. Vaselahus (70 mg/l) 1,5 M soolhappes

1 000 ml mõõtekolvis lahustatakse 250 ml 6 M soolhappe (4.1) lahuses 275 mg 0,1 mg täpsusega kaalutud vasksulfaati ($CuSO_4$ $5H_2O$). Täidetakse kuni ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult.

4.3. Askorbiinhappe lahus (50 g/l)

1 000 ml mõõtekolvis lahustatakse vees 50 g askorbiinhapet ($C_6H_8O_6$). Täidetakse ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult. Lahust säilitatakse külmkapis.

4.4. n-butüülatsetaat

4.5. Ammooniumtiotsüanaadi lahus, 0,2 M

1 000 ml mõõtekolvis lahustatakse vees 15,224 g NH_4SCN. Täidetakse ettenähtud mahuni veega, segatakse põhjalikult ja säilitatakse tumedas pudelis.

4.6. Tina(II)kloriidi lahus (50 g/l) 2 M soolhappes

Lahus peab olema täiesti selge ja valmistatud vahetult enne kasutamist. Selge lahus saadakse üksnes väga puhta tina(II)kloriidi kasutamisel.

100 ml lahuse valmistamiseks lahustatakse 5 g $SnCl_2$ $2H_2O$ 35 ml 6 M HCl lahuses (4.1). Lisatakse 10 ml vaselahust (4.2). Täidetakse kuni ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult.

4.7. Molübdeeni kalibreerimislahused

4.7.1. Molübdeeni põhilahus (500 µg/ml)

1 000 ml mõõtekolvis lahustatakse 6 M soolhappe (4.1) lahuses 0,920 g 0,1 mg täpsusega kaalutud ammooniummolübdaati [$(NH_4)6Mo_7O_{24}$ 4H2O]. Täidetakse nimetatud lahusega kuni ettenähtud mahuni ja segatakse põhjalikult.

4.7.2. Molübdeeni vahelahus (25 µg/ml)

25 ml põhilahust (4.7.1) pannakse 500 ml mõõtekolbi. Täidetakse ettenähtud mahuni 6 M soolhappe lahusega (4.1) ja segatakse põhjalikult.

4.7.3. Molübdeeni töölahus (2,5 µg/ml)

10 ml vahelahust (4.7.2) pannakse 100 ml mõõtekolbi. Täidetakse ettenähtud mahuni 6 M soolhappe lahusega (4.1) ja segatakse põhjalikult.

5. SEADMED

5.1. Spektrofotomeeter, mis võimaldab mõõta neelduvust lainepikkusel 470 nm ning on varustatud küvettidega, mille optilise tee pikkus on 20 mm.

5.2. 200 ml või 250 ml jaotuslehtrid.

6. ANALÜÜSITAVA LAHUSE VALMISTAMINE

6.1. Molübdeeni ekstraktlahus

Vt meetod 9.1 ja/või 9.2 ning vajadusel 9.3.

6.2. Testlahuse valmistamine

Sobiva kontsentratsiooniga molübdeenilahuse saamiseks lahjendatakse ekstrakti (6.1) alikvooti 6 M soolhappe lahusega (4.1). Tähistagu D lahjendusastet.

1–12 µg molübdeeni sisaldavast ekstraktlahusest võetud alikvoot (a) viiakse jaotuslehtrisse (5.2). Täidetakse kuni 50 ml-ni 6 M soolhappe lahusega (4.1).

7. TÖÖ KÄIK

7.1. Pimelahuse valmistamine

Pimelahuse valmistamisel korratakse kogu töö käiku alates ekstraheerimisest, jättes välja ainult väetiseproovi.

7.2. Kalibreerimislahuste valmistamine

Valmistatakse vähemalt kuus tõusva kontsentratsiooniga kalibreerimislahust, mis jäävad spektromeetri optimaalsesse mõõtmispiirkonda.

Molübdeeni määramiseks vahemikus 0–12,5 µg kantakse jaotuslehtritesse (5.2) vastavalt 0, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml töölahust (4.7.3). Täidetakse kuni 50 ml-ni 6 M soolhappe lahusega (4.1). Molübdeenisisaldus lehtrites on vastavalt 0, 2,5, 5, 7,5, 10 ja 12,5 µg.

7.3. Kompleksi ilmutamine ja eraldamine

Igasse jaotuslehtrisse (6.2, 7.1 ja 7.2) lisatakse alltoodud järjekorras järgmised lahused:

— 10 ml vaselahust (4.2),

— 20 ml askorbiinhappe lahust (4.3);

segatakse põhjalikult ja oodatakse 2–3 minutit. Seejärel lisatakse:

— 10 ml n-butüülatsetaati (4.4) gradueeritud pipeti abil,

— 20 ml tiotsüanaadi lahust (4.5).

Kompleksi ekstraheerimiseks orgaanilisse faasi loksutatakse lahust üks minut. Lahusel lastakse settida ning pärast kahe faasi eraldumist eemaldatakse kogu vesifaas ja visatakse minema; seejärel pestakse orgaanilist faasi:

— 10 ml tina(II)kloriidi lahusega (4.6).

Loksutatakse üks minut. Lastakse settida ja eemaldatakse kogu vesifaas. Orgaaniline faas kogutakse katseklaasi; see võimaldab suspensioonis veetilgad kokku koguda.

7.4. Määramine

Punktis 7.3 saadud lahuste neelduvusi mõõdetakse lainepikkusel 470 nm, kasutades võrdluslahusena molübdeeni kalibreerimislahust kontsentratsiooniga 0 µg/ml (7.2).

8. TULEMUSTE VÄLJENDAMINE

Koostatakse kalibreerimiskõver, kandes abstsissile kalibreerimislahuste (7.2) molübdeenisisalduse mikrogrammides ja ordinaadile nendele vastavad spektromeetri abil mõõdetud neelduvuse väärtused (7.4).

Saadud kõvera järgi määratakse molübdeenisisaldus testlahuses (6.2) ja pimelahuses (7.1). Neid sisaldusi tähistatakse vastavalt x_s ja x_b.

Molübdeeni protsentuaalset sisaldust väetises väljendatakse järgmiselt:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Meetodi 9.3 kasutamise korral:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kus:

Mo on molübdeeni protsentuaalne sisaldus väetises;

a on viimasest lahjendatud lahusest (6.2) võetud alikvoodi maht milliliitrites;

x_s on Mo sisaldus mikrogrammides testlahuses (6.2);

x_b on Mo sisaldus mikrogrammides pimelahuses (7.1), mille maht vastab testlahuse (6.2) alikvoodi mahule (a);

V on meetodi 9.1 või 9.2 abil saadud ekstrakti maht milliliitrites;

D on punktis 6.2 tehtud lahjendusele vastav lahjendusaste;

M on meetodi 9.1 või 9.2 kohaselt võetud uuritava proovi mass grammides.

Lahjendusastme D arvutamine: kui (a1), (a2) on järjestikused alikvoodid ning (v1), (v2) on nende vastavatele lahjendustele vastavad mahud milliliitrites, siis arvutatakse lahjendusaste D järgmiselt:

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

Meetod 9.11

TSINGI MÄÄRAMINE VÄETISEEKSTRAKTIDES AATOMABSORPTSIOONSPEKTROMEETRIA ABIL

1. EESMÄRK

Käesolev meetod kirjeldab tsingi määramise käiku väetiseekstraktides.

2. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on kohaldatav vastavalt meetoditele 9.1 ja 9.2 ekstraheeritud proovide analüüsimisel nende väetiste puhul, mille kohta tuleb vastavalt direktiivile 89/530/EMÜ deklareerida tsingi üldsisaldus ja/või vees lahustuva tsingi sisaldus.

3. PÕHIMÕTE

Pärast ekstraktide sobivat töötlemist ja lahjendamist määratakse tsingisisaldus aatomabsorptsioonspektromeetria abil.

4. REAKTIIVID

4.1. Soolhappe lahus, umbes 6 M

Vt meetodi 9.4 punkt 4.1.

4.2. Soolhappe lahus, umbes 0,5 M

Vt meetodi 9.4 punkt 4.2.

4.3. Lantaanisoola lahused (10 g La liitri kohta)

Vt meetodi 9.4 punkt 4.3.

4.4. Tsingi kalibreerimislahused

4.4.1. Tsingi põhilahus (1 000 µg/ml)

1 000 ml mõõtekolvis lahustatakse 25 ml 6 M soolhappes (4.1) 0,1 mg täpsusega kaalutud 1 g tsingipulbrit või -helbeid. Pärast täielikku lahustumist täidetakse kolb kuni ettenähtud mahuni veega ja segatakse põhjalikult.

4.4.2. Tsingi töölahus (100 µg/ml)

200 ml mõõtekolvis lahustatakse 20 ml põhilahust (4.4.1) 0,5 M soolhappe lahuses (4.2). Täidetakse 0,5 M soolhappe lahusega ettenähtud mahuni ja segatakse põhjalikult.

5. SEADMED

Aatomabsorptsioonspektromeeter: vt meetodi 9.4 punkt 5. Seade peab olema varustatud tsingile iseloomulikku kiirgust emiteeriva kiirgusallikaga (213,8 nm). Spektromeeter peab võimaldama taustakorrektsiooni kasutamist.

6. ANALÜÜSITAVA LAHUSE VALMISTAMINE

6.1. Tsingi ekstraktlahus

Vt meetod 9.1 ja/või 9.2 ning vajadusel 9.3.

6.2. Testlahuse valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 6.2. Testlahus peab sisaldama 10 % (mahuprotsentides) lantaanisoola lahust.

7. TÖÖ KÄIK

7.1. Pimelahuse valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.1. Pimelahus peab sisaldama punktis 6.2 kasutatud 10 % (mahuprotsentides) lantaanisoola lahust.

7.2. Kalibreerimislahuste valmistamine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.2.

Tsingi määramiseks optimaalses määramispiirkonnas 0–5 µg/ml kantakse 100 ml mõõtekolbidesse vastavalt 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 ml töölahust (4.4.2). Vajadusel korrigeeritakse soolhappe kontsentratsiooni, et viia see testlahuse soolhappe kontsentratsioonile võimalikult lähedale. Igasse kolbi lisatakse 10 ml punktis 6.2 kasutatud lantaanisoola lahust. Täidetakse kuni 100 ml-ni 0,5 M soolhappe lahusega (4.2) ja segatakse põhjalikult. Saadud lahuste tsingisisaldus on vastavalt 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ja 5 µg/ml.

7.3. Määramine

Vt meetodi 9.4 punkt 7.3. Spektromeeter (5) valmistatakse määramiseks ette ja seatakse lainepikkusele 213,8 nm.

8. TULEMUSTE VÄLJENDAMINE

Vt meetodi 9.4 punkt 8.

Tsingi protsentuaalne sisaldus väetises leitakse järgmiselt:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Meetodi 9.3 kasutamise korral:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

kus:

Zn on tsingi protsentuaalne sisaldus väetises;

x_s on testlahuse (6.2) kontsentratsioon (µg/ml);

x_b on pimelahuse (7.1) kontsentratsioon (µg/ml);

V on meetodi 9.1 või 9.2 abil saadud ekstrakti maht milliliitrites;

D on punktis 6.2 tehtud lahjendusele vastav lahjendusaste;

M on meetodi 9.1 või 9.2 kohaselt võetud uuritava proovi mass grammides.

Lahjendusastme D arvutamine: kui (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) ja (a) on järjestikused alikvoodid ning (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) ja (100) on nende vastavatele lahjendustele vastavad mahud, siis arvutatakse lahjendusaste D järgmiselt:

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