

## II

(Retsakter hvis offentliggørelse ikke er obligatorisk)

## KOMMISSIONEN

## KOMMISSIONENS DIREKTIV 93/1/EØF

af 21. januar 1993

om ændring af direktiv 77/535/EØF om tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning om stikprøve- og analysemetoder for gødning

(Analysemetoder for mikronæringsstoffer)

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til Traktaten om Oprettelse af Det Europæiske Økonomiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets direktiv 76/116/EØF af 18. december 1975 om indbyrdes tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning om gødning<sup>(1)</sup>, senest ændret ved direktiv 89/530/EØF<sup>(2)</sup>, særlig artikel 9, stk. 2, og

ud fra følgende betragtninger:

Ved Traktatens artikel 8 A oprettes et område uden indre grænser med fri bevægelighed for varer, personer, tjenesteydelser og kapital;

ved direktiv 89/530/EØF suppleres og ændres direktiv 76/116/EØF for så vidt angår mikronæringsstofferne, bor, cobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn og zink i gødninger;

ifølge Kommissionens direktiv 77/535/EØF<sup>(3)</sup>, senest ændret ved direktiv 89/519/EØF<sup>(4)</sup>, skal der foretages officiel kontrol af EØF-gødninger med henblik på at fastslå, at de opfylder de krav, som følger af fællesskabsbestemmelserne vedrørende gødningers kvalitet og sammensætning; nævnte direktiv bør suppleres, således at de gødnings, som omhandles i direktiv 89/530/EØF, ligeledes kan blive kontrolleret;

i betragtning af de påtænkte foranstaltningers omfang og virkninger er de ved dette direktiv fastsatte EF-fælles-

skabsforanstaltninger uomgængeligt nødvendige for at opfylde de fastsatte mål; disse mål kan ikke opfyldes af medlemsstaterne enkeltvis; opfyldelsen af disse mål på fællesskabsplan er i øvrigt allerede fastsat ved direktiv 76/116/EØF;

de i dette direktiv fastsatte bestemmelser er i overensstemmelse med udtalelse fra Udvalget for Tilpasning til den Tekniske Udvikling af direktiverne om fjernelse af tekniske hindringer for handel med gødning —

UDSTEDT FØLGENDE DIREKTIV:

*Artikel 1*

Metoderne, som er anført i bilaget til nærværende direktiv, indsættes i bilag II til direktiv 77/535/EØF.

De metoder, som er anført i nævnte bilag II, som ændret ved nærværende direktiv, anvendes på EØF-gødninger til bestemmelse af ethvert mikronæringsstof, der er deklareret med mindre end eller lig med 10 %.

*Artikel 2*

1. Medlemsstaterne træffer de nødvendige love og administrative bestemmelser for at efterkomme dette direktiv senest den 31. december 1993. De underretter straks Kommissionen herom.

Når medlemsstaterne vedtager disse love og administrative bestemmelser, skal de indeholde en henvisning til dette direktiv, eller de skal ved offentliggørelsen ledsages af en sådan henvisning.

<sup>(1)</sup> EFT nr. L 24 af 30. 1. 1976, s. 21.

<sup>(2)</sup> EFT nr. L 281 af 30. 9. 1989, s. 116.

<sup>(3)</sup> EFT nr. L 213 af 22. 8. 1977, s. 1.

<sup>(4)</sup> EFT nr. L 265 af 12. 9. 1989, s. 30.

2. Medlemsstaterne meddeler Kommissionen teksten til de nationale retsfor skrifter, som de udsteder på det område, der er omfattet af dette direktiv.

Udfærdiget i Bruxelles, den 21. januar 1993.

*Artikel 3*

Dette direktiv er rettet til medlemsstaterne.

*På Kommissionens vegne*

Martin BANGEMANN

*Medlem af Kommissionen*

## BILAG

## »Metode 9

## MIKRONÆRINGSSTOFFER

## Metode 9.1

## EKSTRAKTION AF TOTALINDHOLDET AF MIKRONÆRINGSSTOFFER

## 1. FORMÅL

I denne metode fastsættes proceduren til ekstraktion af totalindholdet af følgende mikronæringsstoffer: bor, cobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn og zink. Det tilstræbes at foretage færrest mulige ekstraktioner og i videst mulig udstrækning anvende samme ekstrakt til bestemmelse af totalindholdet af hvert enkelt af ovennævnte mikronæringsstoffer.

## 2. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne metode anvendes til EØF-gødninger, der er omfattet af Rådets direktiv 89/530/EØF<sup>(1)</sup>, og hvor der er deklareret et eller flere af følgende mikronæringsstoffer: bor, cobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn eller zink. Metoden anvendes til bestemmelse af ethvert mikronæringsstof, der er deklareret med mindre end eller lig med 10 %.

## 3. PRINCIP

Opløsning i kogende, fortyndet saltsyre.

*N.B.:* Ekstraktionen er empirisk og er ikke nødvendigvis kvantitativ, afhængigt af produktet og de øvrige bestanddele af gødningen. Navnlig kan den ekstraherede mængde for visse manganoxiders vedkommende være betydeligt lavere end den samlede mængde mangan, som er indeholdt i produktet. Det påhviler gødningsfabrikanterne at sikre, at det deklarerede indhold reelt svarer til den mængde, som ekstraheres under de i metoden anvendte betingelser.

## 4. REAGENSER

## 4.1. Fortyndet saltsyreopløsning, ca. 6 M:

1 rumfang saltsyre (HCL,  $\rho = 1,18$  g/ml) blandes med 1 rumfang vand.

4.2. Koncentreret ammoniumhydroxidopløsning (NH<sub>4</sub>OH,  $\rho = 0,9$  g/ml).

## 5. APPARATUR

Elektrisk varmeplade med temperaturregulering.

*N.B.:* Hvis ekstraktet skal benyttes til bestemmelse af bor, må der ikke anvendes borosilikatglas. Teflon eller kvarts vil være velegnet til denne ekstraktion. Anvendes der opvaskemidler indeholdende borater til afvaskning af laboratorieudstyr, skal dette skylles ekstra omhyggeligt.

## 6. PRØVEFORBEREDELSE

Se metode nr. 1 [Kommissionens direktiv 77/535/EØF (EØF nr. L 213 af 22. 8. 1977, s. 1)].

## 7. FREMGANGSMÅDE

## 7.1. Analyseprøve

Alt efter det deklarerede indhold af det pågældende næringsstof i produktet udtages en gødningsmængde på mellem 2 og 10 g. Følgende tabel skal anvendes til fremstilling af en endelig opløsning, som efter passende fortynding ligger inden for måleintervallet for hver metode. Prøven afvejes med en nøjagtighed på 1 mg.

Deklareret indhold af mikronæringsstof i gødningen (%)	<0,01	0,01-<5	≥ 5-10
Analyseprøve (g)	10	5	2
Næringsstoffets masse i analyseprøven (mg)	1	0,5-250	100-200
Ekstraktrumfang V (ml)	250	500	500
Næringsstoffets koncentration i ekstraktet (mg/l)	4	1-500	200-400

Prøven anbringes i et 250 ml bægerglas.

<sup>(1)</sup> EFT nr. L 281 af 30. 9. 1989, s. 116.

## 7.2. Fremstilling af opløsningen

Hvis prøven er i fast form, fugtes den med en smule vand, hvorefter der forsigtigt og i små portioner først tilsættes et rumfang fortyndet saltsyre (4.1) svarende til 10 ml pr. g gødning og derefter ca. 50 ml vand. Bægerglasset dækkes med et urglas, og der blandes.

Prøven bringes i kog på varmepladen og holdes kogende i 30 minutter, hvorefter den afkøles, idet den omrøres med mellemrum.

Derefter overføres væsken kvantitativt til en målekolbe på 250 eller 500 ml (se tabel), og der fyldes op til mærket med vand og blandes.

Der filtreres på et tørt filter over i en tør beholder, idet den første portion kasseres; filtratet skal være helt klart.

Det anbefales at foretage bestemmelsen hurtigst muligt på alikvoter af det klare filtrat. I modsat fald tilproppes beholderen.

*Bemærkning:* Ekstrakter til bestemmelse af borindhold: pH justeres til mellem 4 og 6 ved tilsætning af koncentreret ammoniumhydroxidopløsning (4.2).

## 8. BESTEMMELSE

Bestemmelsen af næringsstofferne foretages på alikvoter, som er tilpasset til de specifikke metoder for hvert enkelt næringsstof.

Om nødvendigt fjernes organiske, chelaterende eller kompleksbindende stoffer på en alikvot efter metode 9.3. Normalt er dette unødvendigt for bestemmelser ved atomabsorptionsspektrometri.

### Metode 9.2

## EKSTRAKTION AF VANDOPLØSELIGE MIKRONÆRINGSSTOFFER

### 1. FORMÅL

I denne metode fastsættes proceduren til ekstraktion af vandopløselige former af følgende mikronæringsstoffer: bor, cobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn og zink. Det tilstræbes at foretage færrest mulige ekstraktioner og i videst mulig udstrækning anvende samme ekstrakt til bestemmelse af indholdet af hvert enkelt af ovennævnte mikronæringsstoffer.

### 2. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne metode anvendes til EØF-gødninger, der er omfattet af direktiv 89/530/EØF, og hvor der er deklareret et eller flere af følgende mikronæringsstoffer: bor, cobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn eller zink. Metoden anvendes til bestemmelse af ethvert mikronæringsstof, der er deklareret med mindre end eller lig med 10 %.

### 3. PRINCIP

Næringsstofferne ekstraheres ved omrystning af gødningen i vand ved en temperatur på  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ .

*N.B.:* Ekstraktionen er empirisk og vil ikke nødvendigvis være kvantitativ.

### 4. REAGENSER

#### 4.1. Opløsning af fortyndet saltsyre, ca. 6 M:

1 rumfang saltsyre (HCL,  $\rho = 1,18 \text{ g/ml}$ ) blandes med 1 rumfang vand.

### 5. APPARATUR

#### 5.1. Rysteapparat indstillet til 35 til 40 omdrejninger pr. minut.

#### 5.2. pH-meter

*N.B.:* Hvis ekstraktet skal benyttes til bestemmelse af bor, må der ikke anvendes borosilikatglas. Teflon eller kvarts vil være velegnet til denne ekstraktion. Anvendes der opvaskemidler indeholdende borater til afvaskning af laboratorieudstyr, skal dette skylles ekstra omhyggeligt.

### 6. PRØVEFORBEREDELSE

Se metode nr. 1 [Kommissionens direktiv 77/535/EØF (EØF nr. L 213 af 22. 8. 1977, s. 1)].

## 7. FREMGANGSMÅDE

## 7.1. Analyseprøve

Alt efter det deklarerede indhold af det pågældende næringsstof i produktet udtages en gødningsmængde på mellem 2 og 10 g. Følgende tabel skal anvendes til fremstilling af en endelig opløsning, som efter passende fortynding ligger inden for måleintervallet for hver metode. Prøven afvejes med en nøjagtighed på 1 mg.

Deklareret indhold af mikronæringsstof i gødningen (%)	< 0,01	0,01 - < 5	≥ 5-10
Analyseprøve (g)	10	5	2
Næringsstoffets masse i analyseprøven (mg)	1	0,5-250	100-200
Ekstraktrumfang V (ml)	250	500	500
Næringsstoffets koncentration i ekstraktet (mg/l)	4	1-500	200-400

Prøven anbringes i en 250 eller 500 ml målekolbe (jf. tabellen).

## 7.2. Fremstilling af opløsningen

Der tilsættes ca. 200 ml vand, hvis det er en 250 ml målekolbe, eller 400 ml vand, hvis det er en 500 ml målekolbe.

Kolben tilproppes omhyggeligt og rystes kraftigt i hånden, så prøven bliver dispergeret. Derefter anbringes kolben på rysteapparatet (5.1) i 30 minutter.

Der fyldes op til mærket med vand og blandes.

## 7.3. Præparering af analyseopløsningen

Der filtreres omgående i en ren og tør flaske, som straks tilproppes. Bestemmelsen foretages hurtigst muligt efter filtreringen.

*N.B.:* Hvis filtratet gradvis bliver uklart, foretages en ny ekstraktion som under 7.1. og 7.2. Målekolbens rumfang er  $V_e$ . En portion af ekstraktet filtreres over i en målekolbe med rumfanget  $W$ , hvori der på forhånd er afpipetteret 5 ml saltsyreopløsning (4). Filtreringen afbrydes i det øjeblik, målestregen er nået, og der blandes.

Ved denne fremgangsmåde er volumen af ekstraktet:

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

Denne værdi af  $V$  skal anvendes ved den efterfølgende bestemmelse af de enkelte næringsstoffer.

## 8. BESTEMMELSE

Bestemmelsen af næringsstofferne foretages på alikvoter, som er afpasset efter den specifikke metode, der skal anvendes i det enkelte tilfælde.

Om nødvendigt fjernes organiske, chelaterende eller kompleksbindende stoffer på en alikvot efter metode 9.3. Normalt er dette unødvendigt for bestemmelser ved atomabsorptionsspektrometri.

*Metode 9.3*

## FJERNELSE AF ORGANISKE FORBINDELSER I GØDNINGSEKSTRAKTER

## 1. FORMÅL

I denne metode fastsættes proceduren til fjernelse af organiske forbindelser i gødningsekstrakter.

## 2. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne procedure anvendes til ekstrakter af gødninger omfattet af direktiv 89/530/EØF, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af næringsstof. Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

*N.B.:* Sædvanligvis har tilstedeværelsen af organisk materiale i små mængder ingen indflydelse på bestemmelserne ved atomabsorptionsspektrometri.

### 3. PRINCIP

De organiske forbindelser i en alikvot af ekstraktet oxideres med hydrogenperoxid.

### 4. REAGENSER

#### 4.1. Opløsning af fortyndet saltsyre, ca. 0,5 M:

1 rumfang saltsyre, (HCL,  $\rho = 1,18$  g/ml) blandes med 20 rumfang vand.

#### 4.2. Hydrogenperoxidopløsning (30 % $H_2O_2$ , $\rho = 1,11$ g/ml), fri for mikronæringsstoffer.

### 5. APPARATUR

Elektrisk varmeplade med temperaturregulering.

### 6. FREMGANGSMÅDE

Der udtages 25 ml af ekstraktionsopløsningen, fremkommet efter metode 9.1 eller 9.2, som overføres til et 100 ml bægerglas. Er der tale om ekstraktion 9.2, tilsættes 5 ml fortyndet saltsyreopløsning (4.1). Derefter tilsættes 5 ml hydrogenperoxidopløsning (4.2), og bægerglasset dækkes med et urglas. Man lader oxidationen foregå ved stuetemperatur i ca. 1 time og bringer derefter langsomt væsken i kog og holder den kogende i en halv time. Om nødvendigt tilsættes på ny 5 ml hydrogenperoxid til den afkølede opløsning, og nedbrydningen af organiske forbindelser fortsættes, og overskud af hydrogenperoxid fjernes ved kogning. Opløsningen afkøles og overføres kvantitativt til en 50 ml målekolbe, og der fyldes op til mærket med vand. Om nødvendigt filtreres.

Der tages hensyn til denne fortynding ved udtagningen af alikvoter mængder og beregning af produktets procentvise indhold af mikronæringsstoffer.

#### *Metode 9.4*

### BESTEMMELSE AF MIKRONÆRINGSSTOFFER I GØDNINGSEKSTRAKTER VED ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI

#### (GENEREL FREMGANGSMÅDE)

### 1. FORMÅL

I denne metode beskrives en generelt anvendelig procedure til bestemmelse af visse mikronæringsstoffer i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri.

### 2. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødning omfattet af direktiv 89/530/EØF, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af næringsstof. Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

Tilpasningen af denne procedure til de forskellige mikronæringsstoffer fremgår af metoderne for hvert enkelt næringsstof.

*N.B.:* Normalt vil tilstedeværelsen af små mængder af organisk stof i opløsningen ikke påvirke bestemmelser foretaget med atomabsorptionsspektrometri.

### 3. PRINCIP

Efter en eventuel nødvendig behandling af ekstraktet for at mindske eller fjerne generende kemiske stoffer fortyndes ekstraktet således, at dets koncentration ligger inden for spektrometrets optimale arbejdsområde ved en bølgelængde, der er givet ved det næringsstof, som skal bestemmes.

### 4. REAGENSER

#### 4.1. Opløsning af fortyndet saltsyre, ca. 6 M:

1 rumfang saltsyre (HCL,  $\rho = 1,18$  g/ml) blandes med 1 rumfang vand.

#### 4.2. Opløsning af fortyndet saltsyre, ca. 0,5 M:

1 rumfang saltsyre, (HCL,  $\rho = 1,18$  g/ml) blandes med 20 rumfang vand.

#### 4.3. Lanthanopløsning, 10 g (La)/liter

Dette reagens anvendes ved bestemmelse af cobolt, jern, mangan og zink. Det kan fremstilles ud fra :

- a) Lathanoxid opløst i saltsyre (4.1). I en 1 liter målekolbe bringes 11,73 g lanthanoxid ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ) i suspension i 150 ml vand, hvorefter der tilsættes 120 ml 6 M (4.1). Efter at stoffet er opløst, fyldes op til mærket med vand og blandes. Denne opløsning er ca. 0,5 M med hensyn til saltsyre. Eller
- b) Lanthanchlorid, -nitrat, eller -sulfat. I en 1 liter målekolbe opløses 26,7 g lanthanchlorid, heptahydrat ( $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) eller 31,2 g lanthannitrat, hexahydrat ( $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) eller 26,2 g lanthansulfat, nonahydrat ( $\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) i 150 ml vand, hvorefter der tilsættes 85 ml 6 M saltsyre (4.1). Der fyldes op til mærket med vand og blandes. Denne opløsning er ca. 0,5 M med hensyn til saltsyre.

#### 4.4. Standardopløsninger

Med hensyn til fremstilling heraf henvises til metoderne for hvert enkelt mikronæringsstof.

### 5. APPARATUR

Atomabsorptionsspektrometer, udstyret med emissionskilder, som er karakteristiske for de næringsstoffer, der skal bestemmes.

Ved anvendelsen af spektrometret skal producentens brugervejledning nøje følges. Apparatet skal være udstyret, så det er muligt om nødvendigt at foretage baggrundskorrektion. Dette gælder specielt ved bestemmelse af zink og cobolt. Der anvendes acetylen/luft-flamme.

### 6. FREMSTILLING AF ANALYSEOPLØSNINGEN

#### 6.1. Opløsning

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt evt. 9.3.

#### 6.2. Forberedelse af analyseopløsningen

En alikvot af det ekstrakt, der er fremstillet efter metode 9.1, 9.2 eller 9.3, fortyndes med vand og/eller saltsyre (4.1) eller (4.2), således at der i den endelige måleopløsning opnås en koncentration af det næringsstof, der skal bestemmes, som ligger i det anvendte kalibreringsområde (7.2) og en saltsyrekonzentration på mellem 0,5 M og 2,5 M. Fremgangsmåden kan nødvendiggøre en eller flere successive fortyndinger.

Der udtages en alikvot, hvis volumen kaldes (a), af den sidste fortyndingsopløsning af ekstraktet, som overføres til en 100 ml målekolbe. Til bestemmelse af cobolt, jern, mangan og zink tilføjes 10 ml lanthanopløsning (4.3). Der fyldes op til mærket med 0,5 M saltsyreopløsning (4.2) og blandes. Denne opløsning er den endelige måleopløsning. Fortyndingsfaktoren betegnes D.

### 7. FREMGANGSMÅDE

#### 7.1. Fremstilling af blindprøve

Der fremstilles en blindprøve ved at gennemføre hele proceduren, inklusive ekstraktionen, idet man blot udelader gødningsprøven.

#### 7.2. Fremstilling af standardopløsninger

Ud fra næringsstofstandardopløsningen, fremstillet efter den metode, der er beskrevet for hvert enkelt mikronæringsstof, fremstilles i 100 ml målekolber en standardserie på mindst fem opløsninger med stigende koncentration liggende i apparatets optimale arbejdsområde. Koncentrationen af saltsyre tilpasses bedst muligt til koncentrationen i den endelige måleopløsning (6.2). Ved bestemmelse af cobolt, jern, mangan og zink tilsættes 10 ml af samme lanthanopløsning (4.3) som anvendt under 6.2. Der fyldes op til mærket med 0,5 M saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

#### 7.3. Måling

Spektrometret (5) gøres klar til måling og indstilling på den bølgelængde, der er angivet for det pågældende næringsstof.

Der foretages ind sugning tre gange af hhv. standardopløsningerne (7.2), analyseopløsningen (6.2) og blindprøven (7.1), idet alle resultater noteres. Instrumentet gennemskylles med destilleret vand mellem hver ind sugning.

Kalibreringskurven tegnes ved som ordinat at afsætte gennemsnitsværdien af spektrometrets visning for hver standardopløsning (7.2) og som absците de tilsvarende næringsstofkoncentrationer udtrykt i  $\mu\text{g/ml}$ .

Ud fra denne kurve bestemmes koncentrationerne af mikronæringsstof i analyseopløsningen (6.2) og i blindprøven (7.1). Disse koncentrationer betegnes hhv. ( $X_s$ ) og ( $X_b$ ) og udtrykkes i  $\mu\text{g/ml}$ .

## 8. BEREGNING AF RESULTATERNE

Det procentvise indhold af næringsstof (E) i gødningen er lig med:

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

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

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

hvor

E er mængden af det bestemte næringsstof udtrykt i procent af gødningen

$x_s$  er koncentrationen i analyseopløsningen (6.2) i  $\mu\text{g/ml}$

$x_b$  er koncentrationen i blindprøven (7.1) i  $\mu\text{g/ml}$

V er ekstraktumfanget opnået ved metode 9.1 eller 9.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D

hvis ( $a_1$ ), ( $a_2$ ), ( $a_3$ ), ..., ( $a_i$ ) og ( $a$ ) er alikvoter, og ( $v_1$ ), ( $v_2$ ), ( $v_3$ ), ..., ( $v_i$ ) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

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

### Metode 9.5

#### BESTEMMELSE AF BOR I GØDNINGSEKSTRAKTER VED AZOMETHIN-H-SPEKTROFOTOMETRIMETODEN

## 1. FORMÅL

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af bor i gødningsekstrakter.

## 2. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne metode anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødninger omfattet af direktiv 89/530/EØF, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af næringsstof (bor). Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

## 3. PRINCIP

Borationer danner med en opløsning af azomethin-H et gult kompleks, hvis koncentration bestemmes ved molekylærabsorptionsspektrometri ved 410 nm. Interfererende ioner maskeres med EDTA.

## 4. REAGENSER

### 4.1. EDTA-bufferopløsninger

Til en 500 ml målekolbe indeholdende 300 ml vand overføres:

- 75 g ammoniumacetat ( $\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$ )
- 10 g dinatriumsalt af ethylendiamintetraeddikesyre ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ )
- 40 ml eddikesyre ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\rho = 1,05 \text{ g/ml}$ ).

Der fyldes op til mærket med vand og blandes. Opløsningens pH, kontrolleret med glaselektrode, skal være  $4,8 \pm 0,1$ .

#### 4.2. Azomethin-H-opløsning

Til en 200 ml målekolbe overføres:

- 10 ml bufferopløsning (4.1)
- 400 mg asomethin-H ( $C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$ )
- 2 g ascorbinsyre ( $C_6H_8O_6$ ).

Der fyldes op til mærket med vand og blandes. Der bør ikke tilberedes store mængder af dette reagens, som kun er holdbart i nogle få dage.

#### 4.3. Borstandardopløsninger

##### 4.3.1. Borstamopløsninger, 100 µg (B)/ml

I en 1 000 ml målekolbe opløses 0,5719 g borsyre ( $H_3BO_3$ ), afvejet med en nøjagtighed på 0,1 mg, i vand, hvorefter der fyldes op til mærket med vand og blandes. Opløsningen overføres til en plastflaske og opbevares i køleskab.

##### 4.3.2. Borarbejdsopløsning, 10 µg (B)/ml

50 ml stamopløsning (4.3.1) overføres til en 500 ml målekolbe, og der fyldes op til mærket med vand og blandes.

#### 5. APPARATUR

Spektrometer udstyret til molekylærabsorption med 10 mm kuvetter og indstillet på en bølgelængde på 410 nm.

#### 6. FREMSTILLING AF ANALYSEOPLØSNINGEN

##### 6.1. Opløsning af bor i gødningsprøven

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt eventuelt 9.3.

##### 6.2. Forberedelse af analyseopløsning

En alikvot af ekstraktet (6.1) fortyndes med vand, så der opnås en borkoncentration, der ligger inden for området specificeret i afsnit 7.2. To på hinanden følgende fortyndinger kan være nødvendige. Fortyndingsfaktoren betegnes D.

##### 6.3. Fremstilling af korrektionsopløsning

Hvis analyseopløsningen (6.2) er farvet, fremstilles en tilsvarende korrektionsopløsning ved at overføre 5 ml analyseopløsning (6.2), 5 ml EDTA-bufferopløsning (4.1) og 5 ml vand til en plastflaske. Der blandes.

#### 7. FREMGANGSMÅDE

##### 7.1. Fremstilling af blindprøve

Der fremstilles en blindprøve ved at gennemføre hele proceduren inklusive ekstraktionen og kun udelade gødningsprøven.

##### 7.2. Fremstilling af standardopløsninger

Til en række målekolber på 100 ml overføres henholdsvis 0, 5, 10, 15, 20 og 25 ml borarbejdsopløsning (4.3.2). Der fyldes op til mærket med vand og blandes grundigt. Disse opløsninger indeholder fra 0 til 2,5 µg bor (B)/ml.

##### 7.3. Farveudvikling

Til en række plastflasker overføres 5 ml af hver af standardopløsningerne (7.2), af analyseopløsningen (6.2) og af blindprøven (7.1).

Der tilsættes 5 ml EDTA-bufferopløsning (4.1) og 5 ml azomethin-H-opløsning (4.2) til hver af flaskerne. Der blandes, og farven udvikles i mørke i 2 en halv til 3 timer.

##### 7.4. Måling

Ved bølgelængden 410 nm og med vand som reference måles og noteres absorbanserne af opløsningerne (7.3), samt i givet fald af korrektionsopløsningen (6.3). Kuvetterne skylles med vand forud for målingen af den følgende opløsning.

## 8. BEREGNING AF RESULTATERNE

Kalibreringskurven tegnes med koncentrationen af standardopløsningerne (7.2) som abscisse og de tilsvarende absorbansværdier (7.4), aflæst på spektrofotometret, som ordinat.

Ud fra kalibreringskurven bestemmes borkoncentrationen (B) i blindprøven (7.1), borkoncentrationen i analyseopløsningen (6.2) og i givet fald, hvis analyseopløsningen er farvet, den korrigerende koncentration til analyseopløsningen. For at beregne den korrigerede koncentration trækkes absorbansværdien af korrektionsoopløsningen (6.3) fra absorbansværdien for analyseopløsningen. Koncentrationen i analyseopløsningen (6.2) eller den korrigerede koncentration i analyseopløsningen noteres ( $x_s$ ). Koncentrationen i blindprøven noteres ( $x_b$ ).

Det procentvise indhold af bor (B) i gødningen er:

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

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

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

hvor

B er det procentvise indhold af bor (B) i gødningen

$x_s$  er koncentrationen af bor i analyseopløsningen (6.2) uden eller med korrektion i  $\mu\text{g/ml}$

$x_b$  er koncentrationen af bor i blindprøven (7.1) i  $\mu\text{g/ml}$

V er rumfanget af ekstraktet fremstillet ved metode 9.1 eller 9.2, i ml

D er fortyndingsfaktoren svarende til den under 6.2 foretagne fortynding

M er massen af den afvejede prøve efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D

hvis (a1), (a2), er de successive alikvoter og (v1), (v2) de rumfang, der svarer til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

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

### Metode 9.6

## BESTEMMELSE AF COBOLT I GØDNINGSEKSTRAKTER VED ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI

### 1. FORMÅL

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af cobolt i gødningsekstrakter.

### 2. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter til gødninger omfattet af direktiv 89/530/EØF, og for hvilke der er foreskrevet deklARATION af total og/eller vandopløseligt indhold af næringsstof (cobolt). Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

### 3. PRINCIP

Efter passende behandling og fortynding af ekstrakterne bestemmes coboltindholdet ved atomabsorptionsspektrometri.

### 4. REAGENSER

#### 4.1. Saltsyreopløsning, ca. 6 M

Se metode 9.4, afsnit 4.1.

#### 4.2. Saltsyreopløsning, ca. 0,5 M

Se metode 9.4, afsnit 4.2.

#### 4.3. Lanthanopløsninger, 10 g (La) pr. liter

Se metode 9.4, afsnit 4.3.

#### 4.4. Coboltstandardopløsninger

## 4.4.1. Coboltstamopløsning, 1 000 µg/ml.

I et 250 ml bægerglas opløses nøjagtigt 1 g metallisk cobolt, afvejet med en nøjagtighed på 0,1 mg, i 25 ml 6 M saltsyre (4.1). Der opvarmes på varmeplade indtil fuldstændig opløsning. Efter afkøling overføres væsken kvantitativt til en 1 000 ml målekolbe, og der fyldes op til mærket med vand og blandes.

## 4.4.2. Coboltarbejdsopløsning, 100 µg Co/ml.

Til en 100 ml målekolbe overføres 10 ml stamopløsning (4.4.1), og der fyldes op til mærket med 0,5 M saltsyreopløsning (4.2). Derefter blandes.

## 5. APPARATUR

Atomabsorptionsspektrometer: Se metode 9.4, afsnit 5. Apparatet skal være udstyret med en cobolt-lampe og indstilles på bølgelængden 240,7 nm. Målingen skal gennemføres med baggrundskorrektion.

## 6. FREMSTILLING AF ANALYSEOPLØSNING

## 6.1. Opløsning af cobolt i gødningsprøven

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt evt. 9.3.

## 6.2. Forberedelse af analyseopløsning

Se metode 9.4, afsnit 6.2. Analyseopløsningen skal indeholde 10 % (v/v) lanthanopløsning (4.3).

## 7. FREMGANGSMÅDE

## 7.1. Fremstilling af blindprøve

Se metode 9.4, afsnit (7.1). Blindprøven skal indeholde 10 % (v/v) af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning.

## 7.2. Fremstilling af standardopløsninger

Se metode 9.4, afsnit 7.2.

For at opnå det optimale måleområde mellem 0 og 5 µg/ml cobolt (Co)/ml overføres til en række 100 ml målekolber henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml coboltarbejdsopløsning (4.4.2). Om nødvendigt tilpasses saltsyrekonzentrationen mest muligt til analyseopløsningens koncentration. Der tilsættes til hver kolbe 10 ml af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning og fyldes op til 100 ml med 0,5 M saltsyreopløsning (4.2). Der blandes. Disse opløsninger indeholder henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 µg cobolt (Co)/ml.

## 7.3. Måling

Se metode 9.4, afsnit 7.3. Spektrometret (5) indstilles til at måle ved bølgelængden 240,7 nm.

## 8. BEREGNING AF RESULTATERNE

Se metode 9.4, afsnit 8.

Det procentvise indhold af cobolt (Co) i gødningen er lig med:

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

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

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

hvor

Co er mængden af cobolt (Co) udtrykt i procent af gødningen

$x_s$  er koncentrationen af cobolt i analyseopløsningen (6.2) i µg/ml

$x_b$  er koncentrationen af cobolt i blindprøven (7.1) i µg/ml

V er ekstrakrumfanget fremstillet efter metode 9.1 eller 9.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D

hvis (a1), (a2), (a3), ..., (ai) og (a) er alikvoter (v1), (v2), (v3), ..., (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

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

*Metode 9.7***BESTEMMELSE AF KOBBER I GØDNINGSEKSTRAKTER  
VED ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI****1. FORMÅL**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af kobber i gødningsekstrakter.

**2. ANVENDELSESOMRÅDE**

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødninger omfattet af direktiv 89/530/EØF, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af næringsstof (kobber). Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

**3. PRINCIP**

Efter passende behandling og fortynding af ekstrakterne bestemmes kobberindholdet ved atomabsorptionsspektrometri.

**4. REAGENSER****4.1. Saltsyreopløsning, ca. 6 M**

Se metode 9.4, afsnit 4.1.

**4.2. Saltsyreopløsning, ca. 0,5 M**

Se metode 9.4, afsnit 4.2.

**4.3. Opløsning af hydrogenperoxid (30 % H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, ρ = 1,11 g/ml), fri for mikronæringsstoffer****4.4. Kobberstandardopløsninger****4.4.1. Kobberstamopløsning, 1 000 µg Cu/ml**

I et 250 ml bægerglas afvejes, med en nøjagtighed på 0,1 mg, nøjagtig 1 g kobber i pulverform. Der tilsættes 25 ml 6 M saltsyre (4.1) og 5 ml hydrogenperoxidopløsning (4.3), og der varmes på en varmeplade, til alt kobber er opløst. Efter afkøling overføres kvantitativt til en 1 000 ml målekolbe, og der fyldes op til mærket med vand og blandes.

**4.4.2. Kobberarbejdsopløsning, 100 µg Cu/ml**

Til en 200 ml målekolbe overføres 20 ml stamopløsning (4.4.1), og der fyldes op til mærket med 0,5 M saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

**5. APPARATUR**

Atomabsorptionsspektrometer : Se metode 9.4, afsnit 5. Apparatet skal være udstyret med en kobberlampe og indstilles på bølgelængden 324,8 nm.

**6. FREMSTILLING AF ANALYSEOPLØSNING****6.1. Opløsning af kobber i gødningsprøven**

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2, samt eventuelt 9.3.

**6.2. Forberedelse af analyseopløsningen**

Se metode 9.4, afsnit 6.2.

**7. FREMGANGSMÅDE****7.1. Fremstilling af blindprøve**

Se metode 9.4, afsnit 7.1.

**7.2. Fremstilling af standardopløsninger**

Se metode 9.4, afsnit 7.2.

For at opnå det optimale måleområde mellem 0 og 5 µg kobber (Cu)/ml overføres til en række 100 ml målekolber henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml kobberarbejdsopløsning (4.4.2). Om nødvendigt tilpasses saltsyrekoncentrationen mest muligt til koncentrationen i analyseopløsningen (6.2). Der fyldes op til mærket med 0,5 M saltsyreopløsning (4.2) og blandes. Disse opløsninger indeholder henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 µg kobber (Cu)/ml.

## 7.3. Måling

Se metode 9.4, afsnit 7.3. Spektrometret (5) indstilles til at måle ved bølgelængden 324,8 nm.

## 8. BEREGNING AF RESULTATERNE

Se metode 9.4, afsnit 8.

Det procentvise indhold af kobber (Cu) i gødningen er lig med:

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

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

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

hvor

Cu er mængden af kobber (Cu) udtrykt i procent af gødningen

$x_s$  er koncentrationen af kobber i analyseopløsningen (6.2) i  $\mu\text{g/ml}$

$x_b$  er koncentrationen af kobber i blindprøven (7.1) i  $\mu\text{g/ml}$

V er ekstraktumfanget fremstillet efter metode 9.1 eller 9.2 i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D

hvis (a1), (a2), (a3) , , , (ai) og (a) er alikvoter, og (v1), (v2), (v3), , , , (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

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

*Metode 9.8*BESTEMMELSE AF JERN I GØDNINGSEKSTRAKTER  
VED ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI

## 1. FORMÅL

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af jern i gødningsekstrakter.

## 2. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødninger omfattet af direktiv 89/530/EØF, og for hvilke der er foreskrevet deklARATION af total og/eller vandopløseligt indhold af næringsstof (jern). Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

## 3. PRINCIP

Efter passende behandling og fortynding af ekstrakterne bestemmes jernindholdet ved atomabsorptionsspektrometri.

## 4. REAGENSER

## 4.1. Saltsyreopløsning, ca. 6 M

Se metode 9.4, afsnit 4.1.

## 4.2. Saltsyreopløsning, ca. 0,5 M

Se metode 9.4, afsnit 4.2.

4.3. Hydrogenperoxidopløsning (30 %  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\rho = 1,11 \text{ g/ml}$ ), fri for mikroernæringsstoffer.

## 4.4. Lanthanopløsninger, 10 g (La)/liter

Se metode 9.4, afsnit 4.3.

## 4.5. Jernstandardopløsninger

## 4.5.1. Jernstamopløsning, 1 000 µg Fe/ml

I et 500 ml bærglas afvejes, med en nøjagtighed på 0,1 mg, nøjagtigt 1 g ren jerntråd. Der tilsættes ca. 200 ml 6 M saltsyre (4.1) og 15 ml hydrogenperoxidopløsning (4.3) og der varmes på en varmeplade, til alt jern er opløst. Efter afkøling overføres kvantitativt til en 1 000 ml målekolbe, og der fyldes op til mærkat med vand og blandes.

## 4.5.2. Jernarbejdsopløsning, 100 µg Fe/ml

Til en 200 ml målekolbe overføres 20 ml stamopløsning (4.5.1), og der fyldes op til mærket med 0,5 M saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

## 5. APPARATUR

Atomabsorptionsspektrometer: Se metode 9.4, afsnit 5. Apparatet skal være forsynet med en jernlampe og indstilles på bølgelængden 248,3 nm.

## 6. FREMSTILLING AF ANALYSEOPLØSNING

## 6.1. Opløsning af jern i gødningsprøven

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt evt. 9.3.

## 6.2. Forberedelse af analyseopløsning

Se metode 9.5, afsnit 6.2. Analyseopløsningen skal indeholde 10 % (v/v) lanthanopløsning.

## 7. FREMGANGSMÅDE

## 7.1. Fremstilling af blindprøve

Se metode 9.4, afsnit 7.1. Blindprøven skal indeholde 10 % (v/v) af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning.

## 7.2. Fremstilling af standardopløsninger

Se metode 9.4, afsnit 7.2.

For at opnå det optimale måleområde mellem 0 og 10 µg jern (Fe)/ml overføres til en række 100 ml målekolber henholdsvis 0, 2, 4, 6, 8 og 10 ml jernarbejdsopløsning (4.5.2). Om nødvendigt tilpasses saltsyrekonzentrationen mest muligt koncentrationen i analyseopløsningen. Der tilsættes 10 ml af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning. Der fyldes op til mærket med 0,5 M saltsyreopløsning (4.2) og blandes. Disse opløsninger indeholder henholdsvis 0, 2, 4, 6, 8 og 10 µg jern (Fe)/ml.

## 7.3. Måling

Se metode 9.4, afsnit 7.3. Spektrometret (5) indstilles til at måle ved bølgelængden 248,3 nm.

## 8. BEREGNING AF RESULTATERNE

Se metode 9.4, afsnit 8.

Det procentvise indhold af jern (Fe) i gødningen er lig med:

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

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

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

hvor

$F_e$  er mængden af jern (Fe) udtrykt i procent af gødningen

$x_s$  er koncentrationen af jern i analyseopløsningen (6.2) i µg/ml

$x_b$  er koncentrationen af jern i blindprøven (7.1) i µg/ml

$V$  er ekstraktrumfanget fremstillet efter metode 9.1 eller 9.2 i ml.

$D$  er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

$M$  er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren  $D$

hvis (a1), (a2), (a3), ..., (ai) og (a) er alikvoter, og (v1), (v2), (v3), ..., (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren  $D$  være lig med:

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

*Metode 9.9***BESTEMMELSE AF MANGAN I GØDNINGSEKSTRAKTER  
VED ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI****1. FORMÅL**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af mangan i gødningsekstrakter.

**2. ANVENDELSESOMRÅDE**

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødninger omfattet af direktiv 89/530/EØF, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af næringsstof (mangan). Ekstrakterne skal fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

**3. PRINCIP**

Efter passende behandling og fortynding af ekstrakterne bestemmes manganindholdet ved atomabsorptionsspektrometri.

**4. REAGENSER****4.1. Saltsyreopløsning, ca. 6 M.**

Se metode 9.4, afsnit 4.1.

**4.2. Saltsyreopløsning, ca. 0,5 M**

Se metode 9.4, afsnit 4.2.

**4.3. Lanthanopløsninger, 10 g (La)/liter**

Se metode 9.4, afsnit 4.3.

**4.4. Manganstandardopløsninger****4.4.1. Manganstamopløsning, 1 000 µg Mn/ml**

I et 250 ml bægerglas afvejes, med en nøjagtighed på 0,1 mg, nøjagtigt 1 g manganpulver. Der tilsættes 25 ml 6 M saltsyre (4.1), og der varmes på en varmeplade til alt mangan er opløst. Efter afkøling overføres kvantitativt til en 1 000 ml målekolbe, og der fyldes op til mærket med vand og blandes.

**4.4.2. Manganarbejdsopløsning, 100 µg Mn/ml**

Til en 200 ml målekolbe overføres 20 ml af stamopløsningen (4.4.1), og der fyldes op til mærket med 0,5 M saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

**5. APPARATUR**

Atomabsorptionsspektrometer: Se metode 9.4, afsnit 5. Apparatet skal være udstyret med en manganlampe og indstilles på bølgelængden 279,6 nm.

**6. FREMSTILLING AF ANALYSEOPLØSNING****6.1. Opløsning af mangan i gødningsprøven**

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt evt. 9.3.

**6.2. Forberedelse af analyseopløsningen**

Se metode 9.4, afsnit 6.2. Analyseopløsningen skal indeholde 10 % (v/v) lanthanopløsning (4.3).

**7. FREMGANGSMÅDE****7.1. Fremstilling af blindprøve**

Se metode 9.4, afsnit 7.1. Blindprøven skal indeholde 10 % (v/v) af den under 6.2 anvendte lanthanopløsning.

## 7.2. Fremstilling af standardopløsninger

Se metode 9.4, afsnit 7.2.

For at opnå det optimale måleområde mellem 0 og 5 µg mangan (Mn)/ml overføres til en række 100 ml målekolber henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml manganarbejdsopløsning (4.4.2). Om nødvendigt tilpasses saltsyrekonzentrationen mest muligt til koncentrationen i analyseopløsningen. Der tilsættes til hver kolbe 10 ml af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning, fyldes op til mærket med 0,5 M saltsyreopløsning (4.2) og blandes. Disse opløsninger indeholder henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 µg mangan (Mn)/ml.

## 7.3. Måling

Se metode 9.4, afsnit 7.3. Spektrometret (5) indstilles til at måle ved bølgelængden 279,6 nm.

## 8. BEREGNING AF RESULTATERNE

Se metode 9.4 afsnit 8.

Det procentvise indhold af mangan (Mn) i gødningen er lig med:

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

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

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

hvor

Mn er mængden af mangan (Mn) udtrykt i procent af gødningen

$x_s$  er koncentrationen af mangan i analyseopløsningen (6.2) i µg/ml

$x_b$  er koncentrationen af mangan i blindprøven (7.1) i µg/ml

V er ekstraktumfanget fremstillet efter metode 9.1 eller 9.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D

hvis (a1), (a2), (a3), ..., (ai) og (a) er alikvoter, og (v1), (v2), (v3), ..., (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

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

## Metode 9.10

BESTEMMELSE AF MOLYBDÆN I GØDNINGSEKSTRAKTER  
SPEKTROFOTOMETRI AF ET KOMPLEKS MED AMMONIUMTHIOCYANAT

## 1. FORMÅL

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af molybdæn i gødningsekstrakter.

## 2. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødninger omfattet af direktiv 89/530/EØF, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af næringsstof (molybdæn). Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

## 3. PRINCIP

Molybdæn(V) danner i surt miljø sammen med SCN<sup>-</sup>-ioner et [MoO(SCN)<sub>5</sub>]<sup>2-</sup>-komplex. Molybdænkomplekset udtrækkes med *n*-butylacetat. Interfererende ioner som jern fjernes i vandfasen. Den gul-orange farve bestemmes ved molekylærsorptionsspektrometri ved 470 nm.

## 4. REAGENSER

## 4.1. Fortyndet saltsyreopløsning, ca. 6 M.

1 rumfang saltsyre (HCl, ρ = 1,18 g/ml) blandes med 1 rumfang vand.

## 4.2. Kobberopløsning, 70 mg/l i 1,5 M saltsyre

I en 1 000 ml målekolbe opløses 275 mg kobbersulfat (CuSO<sub>4</sub> × 5H<sub>2</sub>O) afvejet med en nøjagtighed på 0,1 mg, i 250 ml 6 M saltsyreopløsning (4.1). Der fyldes op til mærket med vand og blandes.

## 4.3. Ascorbinsyreopløsning 50 g/l

I en 1 000 ml målekolbe opløses med vand 50 g ascorbinsyre ( $C_6H_8O_6$ ). Der fyldes op til mærket med vand og blandes. Opløsningen opbevares i køleskab.

4.4. *n*-butylacetat.

## 4.5. Ammoniumthiocyanatopløsning, 0,2 M

I en 1 000 ml målekolbe opløses med vand 15,224 g  $NH_4SCN$ . Der fyldes op til mærket med vand og blandes. Opløsningen opbevares i en farvet flaske.

## 4.6. Stannochloridopløsning, 50 g/l i 2 M saltsyre

Opløsningen skal være helt klar og tilberedes umiddelbart før brug. Der anvendes meget rent stannochlorid, idet opløsningen ellers ikke bliver klar.

Til fremstilling af 100 ml opløsning opløses 5 g stannochlorid ( $SnCl_2 \times 2H_2O$ ) i 35 ml 6M saltsyre (4.1) i en 100 ml målekolbe. Der tilsættes 10 ml kobberopløsning (4.2), hvorefter der fyldes op til mærket med vand og blandes.

## 4.7. Molybdænstandardopløsninger

4.7.1. Molybdænstamopløsninger, 500  $\mu$ g (Mo) pr. ml

I en 1 000 ml målekolbe opløses 0,920 g ammoniummolybdat [ $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \times 4H_2O$ ], afvejet med en nøjagtighed på 0,1 mg, i 6 M saltsyre (4.1). Der fyldes op til mærket med samme saltsyre og blandes.

4.7.2. Molybdænmellemopløsning, 25  $\mu$ g (Mo)/ml

Til en 500 ml målekolbe overføres 25 ml af stamopløsningen (4.7.1). Der fyldes op til mærket med 6 M saltsyre (4.1) og blandes.

4.7.3. Molybdænarbejdsopløsning, 2,5  $\mu$ g (Mo)/ml

10 ml af mellemopløsningen (4.7.2) overføres til en 100 ml målekolbe, og der fyldes op til mærket med 6 M saltsyre (4.1) og blandes.

## 5. APPARATUR

5.1. Spektrometer til molekylærabsorption, indstillet til 470 nm, og udstyret med 20 mm kuvetter

5.2. Skilletragt på 200 eller 250 ml.

## 6. FREMSTILLING AF ANALYSEOPLØSNINGEN

## 6.1. Opløsning af molybdæn i gødningsprøven

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt evt. 9.3.

## 6.2. Forberedelse af analyseopløsningen

En alikvot af ekstraktet (6.1) fortyndes med 6 M saltsyreopløsning, så der opnås en passende koncentration af molybdæn (Mo). Fortyndingsfaktoren betegnes D.

Af denne sidste opløsning udtages en alikvot (a) indeholdende 1 til 12  $\mu$ g molybdæn (Mo), som overføres til skilletragten (5.2). Der fyldes op til 50 ml med 6 M saltsyreopløsning (4.1).

## 7. FREMGANGSMÅDE

## 7.1. Fremstilling af blindprøve

Der fremstilles en blindprøve ved at gennemføre samtlige trin inklusive ekstraktionen og kun udelade gødningsprøven.

## 7.2. Fremstilling af standardopløsninger

For at opnå det optimale måleområde mellem 0 og 12,5  $\mu$  Mo fremstilles 6 standardopløsninger med stigende koncentration ved at overføre henholdsvis 0, 1, 2, 3, 4 og 5 ml af molybdænarbejdsopløsningen (4.7.3) til skilletragtene (5.2). Der fyldes op til 50 ml med 6 M saltsyre (4.1). Tragtene indeholder henholdsvis 0, 2,5, 5,0, 7,5, 10 og 12,5  $\mu$ g molybdæn (Mo).

## 7.3. Dannelse og adskillelse af komplekset

Til hver skilletragt (6.2), (7.1) og (7.2), overføres efterhånden i rækkefølge:

- 10 ml kobberopløsning (4.2)
- 20 ml ascorbinsyreopløsning (4.3).

Der blandes grundigt og ventes 2 til 3 minutter. Derefter tilsættes:

- 10 ml *n*-butylacetat (4.4) med præcisionspipette, og
- 20 ml thiocyanatopløsning (4.5).

Der omrystes i 1 minut for at trække komplekset over i den organiske fase. Efter adskillelse af de to faser fjernes vandfasen fuldstændigt og bortkastes. Derefter vaskes den organiske fase med — 10 ml stannochloridopløsning (4.6).

Der omrystes i 1 minut. Efter adskillelse af de to faser fjernes vandfasen fuldstændigt. Den organiske fase opsamles i et reagensglas for at samle vanddråberne i suspension.

## 7.4. Måling

Ved bølgelængden 470 nm og under anvendelse af standardopløsningen på 0 µg molybdæn (Mo)/ml (7.2) som reference måles og noteres absorbanserne af opløsningerne fremstillet under (7.3).

## 8. BEREGNING AF RESULTATERNE

Kalibreringskurven tegnes ved som abscisse at afsætte de pågældende masser i µg molybdæn (Mo) i standardopløsningerne (7.2) og som ordinat de tilsvarende absorbansværdier (7.4), aflæst på spektrometret.

Ud fra denne kurve bestemmes masserne af molybdæn (Mo) i analyseopløsningen (6.2) og i blindprøven (7.1). Disse masser betegnes henholdsvis ( $x_s$ ) og ( $x_b$ ).

Det procentvise indhold af molybdæn (Mo) i gødningen er lig med:

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

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

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

hvor

Mo er mængden af molybdæn (Mo) udtrykt i procent af gødningen

a er rumfanget af den alikvot, der er udtaget af den sidste fortyndingsopløsning (6.2), i ml

$x_s$  er massen af molybdæn (Mo) i analyseopløsningen (6.2), i µg

$x_b$  er massen af molybdæn (Mo) i blindprøven (7.1) svarende til samme rumfang (a) som den alikvot analyseopløsning (6.2), i µg

V er ekstraktrumfanget fremstillet efter metode 9.1 eller 9.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D

hvis (a1), (a2) er alikvoter, og (v1), (v2) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

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

*Metode 9.11*BESTEMMELSE AF ZINK I GØDNINGSEKSTRAKTER  
VED ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI

## 1. FORMÅL

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af zink i gødningsekstrakter.

## 2. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødninger omfattet af direktiv 89/530/EØF, og for hvilke der er foreskrevet deklARATION af total og/eller vandopløseligt indhold af næringsstof (zink). Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

### 3. PRINCIP

Efter passende behandling og fortynding af ekstraktet bestemmes zinkindholdet ved atomabsorptionspektrometri.

### 4. REAGENSER

#### 4.1. Saltsyreopløsning, ca. 6 M

Se metode 9.4, afsnit 4.1.

#### 4.2. Saltsyreopløsning, ca. 0,5 M

Se metode 9.4, afsnit 4.2.

#### 4.3. Lanthanopløsninger, 10 g (La)/liter

Se metode 9.4, afsnit 4.3.

#### 4.4. Zinkstandardopløsninger

##### 4.4.1. Zinkstamopløsning, 1 000 µg Zn/ml

I en 1 000 ml målekolbe afvejes, med en nøjagtighed på 0,1 mg, nøjagtigt 1 g zinkstøv eller zinkskæl, og der tilsættes 25 ml 6 M saltsyre (4.1). Når alt zink er opløst fyldes op til mærket med vand og blandes.

##### 4.4.2. Zinkarbejdsopløsning, 100 µg Zn/ml

Til en 200 ml målekolbe overføres 20 ml af stamopløsningen (4.4.1). Der fyldes op til mærket med 0,2 M saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

### 5. APPARATUR

Atomabsorptionsspektrometer: Se metode 9.4, afsnit 5. Apparatet skal være forsynet med en zinklampe og indstilles på bølgelængden 213,8 nm. Målingen skal gennemføres med baggrundskorrektion.

### 6. FREMSTILLING AF ANALYSEOPLØSNING

#### 6.1. Opløsning af zink i gødningsprøven

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2, samt evt. 9.3.

#### 6.2. Forberedelse af analyseopløsningen

Se metode 9.4, afsnit 6.2. Analyseopløsningen skal indeholde 10 % (vv) lanthanopløsning.

### 7. FREMGANGSMÅDE

#### 7.1. Fremstilling af blindprøve

Se metode 9.4, afsnit 7.1. Blindprøven skal indeholde 10 % (v/v) af den under 6.2 anvendte lanthanopløsning.

#### 7.2. Fremstilling af standardopløsninger

Se metode 9.4, afsnit 7.2.

For at opnå det optimale måleområde mellem 0 og 5 µg zink (Zn)/ml overføres til en række 100 ml målekolber henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml zinkarbejdsopløsning (4.4.2). I givet fald justeres saltsyrekonzentrationen, så den ligger så nært som muligt op ad koncentrationen i analyseopløsningen. Der tilsættes 10 ml af den under 6.2 anvendte lanthanopløsning til hver kolbe, hvorefter der fyldes op til mærket med 0,5 M saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

Disse opløsninger indeholder henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, og 5 µg zink (Zn)/ml.

#### 7.3. Måling

Se metode 9.4, afsnit 7.3. Spektrometret (5) indstilles til at måle ved bølgelængden 213,8 nm.

**8. BEREGNING AF RESULTATERNE**

Se metode 9.4, afsnit 8.

Det procentvise indhold af zink (Zn) i gødningen er lig med :

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

Hvis metode 9.3 har været anvendt :

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

hvor

$z_n$  er mængden af zink (Zn) udtrykt i procent af gødningen

$x_s$  er koncentrationen af zink i analyseopløsningen (6.2) i  $\mu\text{g/ml}$

$x_b$  er koncentrationen af zink i blindprøven (7.1) i  $\mu\text{g/ml}$

V er ekstratrumfanget fremstillet efter metode 9.1 eller 9.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram.

Beregning af fortyndingsfaktoren D

hvis (a1), (a2), (a3), . . . , (ai) og (a) er alikvoter, og (v1), (v2), (v3), . . . , (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med :

$$D \% = [(v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)]$$

---