

Diario Oficial

de las Comunidades Europeas

ISSN 1012-9200

L 113

36° año

7 de mayo de 1993

Edición
en lengua española

Legislación

Sumario

I *Actos cuya publicación es una condición para su aplicabilidad*

- ★ **Reglamento (CEE) n° 1108/93 del Consejo, de 4 de mayo de 1993, relativo a determinadas normas de desarrollo de los acuerdos bilaterales en materia agrícola celebrados entre la Comunidad, por una parte, y Austria, Finlandia, Islandia, Noruega y Suecia, por otra** 1
- Reglamento (CEE) n° 1109/93 de la Comisión, de 6 de mayo de 1993, por el que se fijan las exacciones reguladoras a la importación aplicables a los cereales y a las harinas, grañones y sémolas de trigo o de centeno 3
- Reglamento (CEE) n° 1110/93 de la Comisión, de 6 de mayo de 1993, por el que se fijan las primas que se añaden a las exacciones reguladoras a la importación para los cereales, la harina y la malta 5
- Reglamento (CEE) n° 1111/93 de la Comisión, de 6 de mayo de 1993, por el que se fijan las exacciones reguladoras mínimas a la importación de aceite de oliva y las exacciones reguladoras a la importación de los demás productos del sector del aceite de oliva 7
- ★ **Reglamento (CEE) n° 1112/93 de la Comisión, de 6 de mayo de 1993, por el que se establecen las disposiciones de aplicación del mecanismo complementario de los intercambios en el sector de la carne de vacuno entre la Comunidad, en su composición de 31 de diciembre de 1985, y España y Portugal, y por el que se derogan los Reglamentos (CEE) n° 3810/91 y 3829/92** 10
- ★ **Reglamento (CEE) n° 1113/93 de la Comisión, de 6 de mayo de 1993, por el que se establecen las normas específicas relativas a los pagos compensatorios para determinados cultivos herbáceos de regadío** 14
- Reglamento (CEE) n° 1114/93 de la Comisión, de 6 de mayo de 1993, por el que se modifica el Reglamento (CEE) n° 846/93 por el que se establece un gravamen compensatorio a la importación de manzanas originarias de Chile 16

Comisión

- ★ **Directiva 93/1/CEE de la Comisión, de 21 de enero de 1993, por la que se modifica la Directiva 77/535/CEE relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre los métodos de toma de muestras y de análisis de los abonos (Métodos de análisis de los oligoelementos) 17**

I

(Actos cuya publicación es una condición para su aplicabilidad)

REGLAMENTO (CEE) Nº 1108/93 DEL CONSEJO

de 4 de mayo de 1993

relativo a determinadas normas de desarrollo de los acuerdos bilaterales en materia agrícola celebrados entre la Comunidad, por una parte, y Austria, Finlandia, Islandia, Noruega y Suecia, por otra

EL CONSEJO DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea y, en particular, su artículo 113,

Vista la propuesta de la Comisión,

Artículo 1

Considerando que el 2 de mayo de 1992 la Comunidad firmó en Oporto una serie de acuerdos bilaterales en materia agrícola en forma de canje de notas con Austria, Finlandia, Islandia, Noruega, Suecia y Suiza;

Considerando que dichos acuerdos fueron firmados al mismo tiempo que el Acuerdo sobre el Espacio Económico Europeo entre la Comunidad Económica Europea, la Comunidad Europea del Carbón y del Acero y sus Estados miembros, por una parte, y los Estados de la Asociación Europea de Libre Comercio, por otra, en lo sucesivo denominado « Acuerdo EEE »; que el objetivo de todas las partes era la entrada en vigor simultánea del Acuerdo EEE y los acuerdos bilaterales agrícolas;

Considerando que, a raíz de la decisión adoptada por la Confederación Suiza de no ratificar el Acuerdo EEE, el 17 de marzo de 1993 se firmaron una serie de acuerdos en forma de canje de notas entre la Comunidad, por una parte, y Austria, Finlandia, Islandia, Noruega y Suecia, por otra, con el objeto de aplicar a partir del 15 de abril de 1993 y hasta la entrada en vigor del Acuerdo EEE los acuerdos bilaterales agrícolas firmados el 2 de mayo de 1992 con los citados países; que los acuerdos de 17 de marzo de 1993 establecen asimismo que, salvo decisión contraria de las Partes contratantes, dichos acuerdos provisionales expirarán el 1 de enero de 1994 si el Acuerdo EEE no entra en vigor en dicha fecha;

Considerando que mediante la Decisión de 15 de marzo de 1993 ⁽¹⁾, el Consejo aprobó dichos acuerdos;

Considerando que es necesario establecer las normas de desarrollo de las diversas disposiciones de los citados acuerdos,

En lo que se refiere a los productos agrícolas incluidos en el Anexo II del Tratado y sometidos a las normas de una organización común de mercado, las normas de desarrollo de los acuerdos bilaterales en materia agrícola firmados en Oporto el 2 de mayo de 1992 entre la Comunidad Económica Europea, por una parte, y Austria, Finlandia, Islandia, Noruega y Suecia, por otra, se adoptarán con arreglo al procedimiento previsto en el artículo 30 del Reglamento (CEE) nº 804/68 del Consejo, de 27 de junio de 1968, por el que se establece la organización común de mercados en el sector de la leche y los productos lácteos ⁽²⁾ o a los artículos correspondientes de los demás Reglamentos que establezcan organizaciones comunes de mercados. Cuando la aplicación de estos acuerdos exija una estrecha cooperación con los Estados signatarios, la Comisión podrá adoptar cuantas medidas juzgue útiles para alcanzar dicha cooperación.

Artículo 2

El presente Reglamento entrará en vigor el día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas*.

Será aplicable a partir del 15 de abril de 1993.

⁽¹⁾ DO nº L 109 de 1. 5. 1993, p. 1.

⁽²⁾ DO nº L 148 de 28. 6. 1968, p. 1. Reglamento cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) nº 2071/92 (DO nº L 215 de 30. 7. 1992, p. 1).

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 4 de mayo de 1993.

Por el Consejo

El Presidente

J. TRØJBORG

REGLAMENTO (CEE) Nº 1109/93 DE LA COMISIÓN

de 6 de mayo de 1993

por el que se fijan las exacciones reguladoras a la importación aplicables a los cereales y a las harinas, grañones y sémolas de trigo o de centeno

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Visto el Reglamento (CEE) nº 2727/75 del Consejo, de 29 de octubre de 1975, por el que se establece una organización común de mercados en el sector de los cereales⁽¹⁾, modificado en último lugar por el Reglamento (CEE) nº 1738/92⁽²⁾, y, en particular, el apartado 5 de su artículo 13,Visto el Reglamento (CEE) nº 3813/92 del Consejo, de 28 de diciembre de 1992, relativo a la unidad de cuenta y a los tipos de conversión que han de aplicarse en el marco de la política agrícola común⁽³⁾, y, en particular, su artículo 5,Considerando que el Reglamento (CEE) nº 762/93 de la Comisión⁽⁴⁾ y todos los Reglamentos que posteriormente lo han modificado han fijado las exacciones reguladoras aplicables a la importación de cereales, de harinas de trigo y de centeno y de grañones y sémolas de trigo;

Considerando que, para permitir el normal funcionamiento del régimen de las exacciones reguladoras, es conveniente aplicar para el cálculo de éstas el tipo repre-

sentativo de mercado registrado durante el período de referencia de 5 de mayo de 1993 por lo que se refiere a las monedas flotantes;

Considerando que la aplicación de las modalidades mencionadas en el Reglamento (CEE) nº 762/93 a los precios de oferta y a las cotizaciones de dicho día de los que tiene conocimiento la Comisión conduce a modificar las exacciones reguladoras actualmente en vigor con arreglo al Anexo del presente Reglamento,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:*Artículo 1*

Se fijan en el Anexo las exacciones reguladoras que deben percibirse a la importación de los productos contemplados en las letras a), b) y c) del artículo 1 del Reglamento (CEE) nº 2727/75.

Artículo 2

El presente Reglamento entrará en vigor el 7 de mayo de 1993.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 6 de mayo de 1993.

Por la Comisión

René STEICHEN

Miembro de la Comisión⁽¹⁾ DO nº L 281 de 1. 11. 1975, p. 1.⁽²⁾ DO nº L 180 de 1. 7. 1992, p. 1.⁽³⁾ DO nº L 387 de 31. 12. 1992, p. 1.⁽⁴⁾ DO nº L 79 de 1. 4. 1993, p. 11.

ANEXO

del Reglamento de la Comisión, de 6 de mayo de 1993, por el que se fijan las exacciones reguladoras a la importación aplicables a los cereales y a las harinas, grañones y sémolas de trigo o de centeno

(en ecus/t)

Código NC	Países terceros ^(*)
0709 90 60	140,42 ^(?) ^(?)
0712 90 19	140,42 ^(?) ^(?)
1001 10 00	182,73 ⁽¹⁾ ^(?)
1001 90 91	144,46
1001 90 99	144,46 ^(?)
1002 00 00	156,10 ^(?)
1003 00 10	142,21
1003 00 20	142,21
1003 00 80	142,21 ^(?)
1004 00 00	116,24
1005 10 90	140,42 ^(?) ^(?)
1005 90 00	140,42 ^(?) ^(?)
1007 00 90	145,64 ^(*)
1008 10 00	58,17 ^(?)
1008 20 00	102,53 ^(*)
1008 30 00	62,71 ^(?)
1008 90 10	^(?)
1008 90 90	62,71
1101 00 00	214,84 ^(?)
1102 10 00	231,14
1103 11 30	295,27
1103 11 50	295,27
1103 11 90	230,38

⁽¹⁾ Para el trigo duro, originario de Marruecos y transportado directamente desde dicho país a la Comunidad, la exacción reguladora se reducirá en 0,60 ecus por tonelada.

⁽²⁾ Con arreglo a lo dispuesto en el Reglamento (CEE) nº 715/90 las exacciones reguladoras no se aplicarán a los productos originarios de los Estados de África, del Caribe y del Pacífico e importados directamente en los departamentos franceses de Ultramar.

⁽³⁾ Para el maíz originario de los Estados de África, del Caribe y del Pacífico, la exacción reguladora a la importación en la Comunidad se reducirá en 1,81 ecus por tonelada.

⁽⁴⁾ Para el mijo y el sorgo originarios de los Estados de África, del Caribe y del Pacífico, la exacción reguladora a la importación en la Comunidad se percibirá con arreglo a lo dispuesto en el Reglamento (CEE) nº 715/90.

⁽⁵⁾ Para el trigo duro y el alpiste producidos en Turquía y transportados directamente desde dicho país a la Comunidad, la exacción reguladora se reducirá en 0,60 ecus por tonelada.

⁽⁶⁾ La exacción reguladora percibida a la importación de centeno producido en Turquía y transportado directamente desde dicho país a la Comunidad se define en los Reglamentos (CEE) nº 1180/77 del Consejo (DO nº L 142 de 9. 6. 1977, p. 10), modificado en último lugar por el Reglamento (CEE) nº 1902/92 (DO nº L 192 de 11. 7. 1992, p. 3), y (CEE) nº 2622/71 de la Comisión (DO nº L 271 de 10. 12. 1971, p. 22), modificado por el Reglamento (CEE) nº 560/91 (DO nº L 62 de 8. 3. 1991, p. 26).

⁽⁷⁾ A la importación del producto del código NC 1008 90 10 (triticale), se percibirá la exacción reguladora aplicable al centeno.

⁽⁸⁾ De acuerdo con el apartado 1 del artículo 101 de la Decisión 91/482/CEE, no se aplicarán exacciones reguladoras a los productos originarios de los países y territorios de Ultramar.

⁽⁹⁾ Los productos de dicho código importados de Polonia, Checoslovaquia y Hungría con arreglo a los Acuerdos interinos celebrados entre esos países y la Comunidad para los que se presente un certificado EUR 1, expedido en las condiciones previstas en el Reglamento (CEE) nº 585/92, estarán sujetos a las exacciones reguladoras contempladas en el Anexo de ese mismo Reglamento.

REGLAMENTO (CEE) Nº 1110/93 DE LA COMISIÓN**de 6 de mayo de 1993****por el que se fijan las primas que se añaden a las exacciones reguladoras a la importación para los cereales, la harina y la malta**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Visto el Reglamento (CEE) nº 2727/75 del Consejo, de 29 de octubre de 1975, por el que se establece una organización común de mercados en el sector de los cereales⁽¹⁾, modificado en último lugar por el Reglamento (CEE) nº 1738/92⁽²⁾, y, en particular, el apartado 6 de su artículo 15,Visto el Reglamento (CEE) nº 3813/92 del Consejo, de 28 de diciembre de 1992, relativo a la unidad de cuenta y a los tipos de conversión que han de aplicarse en el marco de la política agrícola común⁽³⁾, y, en particular, su artículo 5,Considerando que el Reglamento (CEE) nº 3874/92 de la Comisión⁽⁴⁾ y todos los Reglamentos que posteriormente lo han modificado han fijado las primas que se añaden a las exacciones reguladoras para los cereales y la malta;

Considerando que, para permitir el normal funcionamiento del régimen de las exacciones reguladoras, es conveniente aplicar para el cálculo de éstas el tipo representativo de mercado registrado durante el período de

referencia de 5 de mayo de 1993 por lo que se refiere a las monedas flotantes;

Considerando que, en función de los precios cif y de los precios cif de compra a plazo de dicho día, las primas que se añaden a las exacciones reguladoras actualmente en vigor deben modificarse con arreglo al Anexo del presente Reglamento,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

Las primas que se añaden a las exacciones reguladoras fijadas por anticipado para las importaciones de cereales y de malta procedentes de terceros países, contempladas en el artículo 15 del Reglamento (CEE) nº 2727/75, se fijan en el Anexo.

Artículo 2

El presente Reglamento entrará en vigor el 7 de mayo de 1993.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 6 de mayo de 1993.

Por la Comisión

René STEICHEN

Miembro de la Comisión⁽¹⁾ DO nº L 281 de 1. 11. 1975, p. 1.⁽²⁾ DO nº L 180 de 1. 7. 1992, p. 1.⁽³⁾ DO nº L 387 de 31. 12. 1992, p. 1.⁽⁴⁾ DO nº L 390 de 31. 12. 1992, p. 121.

ANEXO

del Reglamento de la Comisión, de 6 de mayo de 1993, por el que se fijan las primas que se añaden a las exacciones reguladoras a la importación para los cereales, la harina y la malta

A. Cereales y harinas

(en ecus/t)

Código NC	Corriente	1º plazo	2º plazo	3º plazo
	5	6	7	8
0709 90 60	0	0	0	0
0712 90 19	0	0	0	0
1001 10 00	0	0	0	0
1001 90 91	0	7,72	7,72	11,39
1001 90 99	0	7,72	7,72	11,39
1002 00 00	0	0	0	0
1003 00 10	0	0	0	0
1003 00 20	0	0	0	0
1003 00 80	0	0	0	0
1004 00 00	0	0	0	0
1005 10 90	0	0	0	0
1005 90 00	0	0	0	0
1007 00 90	0	0	0	0
1008 10 00	0	0	0	0
1008 20 00	0	0	0	0
1008 30 00	0	0	0	0
1008 90 90	0	0	0	0
1101 00 00	0	10,80	10,80	15,95

B. Malta

(en ecus/t)

Código NC	Corriente	1º plazo	2º plazo	3º plazo	4º plazo
	5	6	7	8	9
1107 10 11	0	13,74	13,74	20,27	20,27
1107 10 19	0	10,27	10,27	15,15	15,15
1107 10 91	0	0	0	0	0
1107 10 99	0	0	0	0	0
1107 20 00	0	0	0	0	0

REGLAMENTO (CEE) Nº 1111/93 DE LA COMISIÓN**de 6 de mayo de 1993****por el que se fijan las exacciones reguladoras mínimas a la importación de aceite de oliva y las exacciones reguladoras a la importación de los demás productos del sector del aceite de oliva**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Visto el Reglamento nº 136/66/CEE del Consejo, de 22 de septiembre de 1966, por el que se establece una organización común de mercados en el sector de las materias grasas ⁽¹⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) nº 2046/92 ⁽²⁾, y, en particular, el apartado 2 de su artículo 16,Visto el Reglamento (CEE) nº 1514/76 del Consejo, de 24 de junio de 1976, relativo a las importaciones de aceite de oliva de Argelia ⁽³⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) nº 1900/92 ⁽⁴⁾, y, en particular, su artículo 5,Visto el Reglamento (CEE) nº 1521/76 del Consejo, de 24 de junio de 1976, relativo a las importaciones de aceite de oliva de Marruecos ⁽⁵⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) nº 1901/92 ⁽⁶⁾, y, en particular, su artículo 5,Visto el Reglamento (CEE) nº 1508/76 del Consejo, de 24 de junio de 1976, relativo a las importaciones de aceite de oliva de Túnez ⁽⁷⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) nº 413/86 ⁽⁸⁾, y, en particular, su artículo 5,Visto el Reglamento (CEE) nº 1180/77 del Consejo, de 17 de mayo de 1977, relativo a la importación en la Comunidad de determinados productos agrícolas originarios de Turquía ⁽⁹⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) nº 1902/92 ⁽¹⁰⁾, y, en particular, el apartado 2 de su artículo 10,Visto el Reglamento (CEE) nº 1620/77 del Consejo, de 18 de julio de 1977, relativo a las importaciones de aceite de oliva del Líbano ⁽¹¹⁾,Considerando que, mediante su Reglamento (CEE) nº 3131/78 ⁽¹²⁾ modificado por el Acta de Adhesión de Grecia, la Comisión ha decidido recurrir al procedimiento

de licitación para la fijación de las exacciones reguladoras para el aceite de oliva;

Considerando que el artículo 3 del Reglamento (CEE) nº 2751/78 del Consejo, de 23 de noviembre de 1978, por el que se adoptan las normas generales relativas al régimen de fijación mediante licitación de la exacción reguladora a la importación de aceite de oliva ⁽¹³⁾, prevé que el tipo de la exacción reguladora mínima se fijará para cada uno de los productos de que se trate en función de un examen de la situación del mercado mundial y del mercado comunitario, así como de los tipos de las exacciones reguladoras indicados por los licitadores;

Considerando que, al percibir la exacción reguladora, procede tener en cuenta las disposiciones que figuran en los acuerdos entre la Comunidad y determinados terceros países; que, en particular, la exacción aplicable a esos países debe fijarse tomando como base de cálculo la exacción reguladora sobre las importaciones de los demás terceros países;

Considerando que, en virtud del apartado 1 del artículo 101 de la Decisión 91/482/CEE del Consejo, de 25 de julio de 1991, relativa a la asociación de los países y territorios de Ultramar a la Comunidad Económica Europea ⁽¹⁴⁾, no se aplicarán exacciones reguladoras a los productos originarios de los países y territorios de Ultramar;

Considerando que la aplicación de las modalidades anteriormente mencionadas a los tipos de la exacción reguladora que han presentado los licitadores los días 3 y 4 de mayo de 1993 implica que las exacciones reguladoras mínimas vengan fijadas tal como se indica en el Anexo I del presente Reglamento;

Considerando que la exacción reguladora que ha de percibirse a la importación de las aceitunas de los códigos NC 0709 90 39 y 0711 20 90, así como de los productos de los códigos NC 1522 00 31, 1522 00 39 y 2306 90 19, debe calcularse a partir de la exacción reguladora mínima aplicable a la cantidad de aceite de oliva contenido en dichos productos; que, no obstante, para las aceitunas la exacción reguladora no puede ser inferior a un importe que corresponda al 8 % del valor del producto importado, fijándose tal importe a tanto alzado; que la aplicación de dichas disposiciones conduce a fijar las exacciones reguladoras tal como se indica en el Anexo II del presente Reglamento,

⁽¹⁾ DO nº 172 de 30. 9. 1966, p. 3025/66.⁽²⁾ DO nº L 215 de 30. 7. 1992, p. 1.⁽³⁾ DO nº L 169 de 28. 6. 1976, p. 24.⁽⁴⁾ DO nº L 192 de 11. 7. 1992, p. 1.⁽⁵⁾ DO nº L 169 de 28. 6. 1976, p. 43.⁽⁶⁾ DO nº L 192 de 11. 7. 1992, p. 2.⁽⁷⁾ DO nº L 169 de 28. 6. 1976, p. 9.⁽⁸⁾ DO nº L 48 de 26. 2. 1986, p. 1.⁽⁹⁾ DO nº L 142 de 9. 6. 1977, p. 10.⁽¹⁰⁾ DO nº L 192 de 11. 7. 1992, p. 3.⁽¹¹⁾ DO nº L 181 de 21. 7. 1977, p. 4.⁽¹²⁾ DO nº L 370 de 30. 12. 1978, p. 60.⁽¹³⁾ DO nº L 331 de 28. 11. 1978, p. 6.⁽¹⁴⁾ DO nº L 263 de 19. 9. 1991, p. 1.

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO :

Artículo 1

Se fijan en el Anexo I las exacciones reguladoras a la importación de aceite de oliva.

Artículo 2

Se fijan en el Anexo II las exacciones reguladoras aplicables a la importación de los demás productos del sector del aceite de oliva.

Artículo 3

El presente Reglamento entrará en vigor el 7 de mayo de 1993.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 6 de mayo de 1993.

Por la Comisión

René STEICHEN

Miembro de la Comisión

ANEXO I

Exacciones reguladoras mínimas a la importación en el sector del aceite de oliva ⁽¹⁾

(en ecus/100 kg)

Código NC	Terceros países
1509 10 10	79,00 ⁽²⁾
1509 10 90	79,00 ⁽²⁾
1509 90 00	92,00 ⁽²⁾
1510 00 10	77,00 ⁽²⁾
1510 00 90	122,00 ⁽²⁾

⁽¹⁾ De acuerdo con el apartado 1 del artículo 101 de la Decisión 91/482/CEE, no se aplicarán exacciones reguladoras a los productos originarios de los países y territorios de Ultramar.

⁽²⁾ Para las importaciones de los aceites de este código totalmente obtenidos en uno de los países que se mencionan a continuación y que se transporten directamente desde dichos países a la Comunidad, de la exacción reguladora que deba percibirse se deducirán:

a) Líbano: 0,60 ecus por 100 kilogramos;

b) Túnez: 12,69 ecus por 100 kilogramos, siempre que el operador aporte la prueba de que ha reembolsado el gravamen a la exportación establecido por dichos países, sin que, no obstante, tal reembolso pueda exceder del importe del gravamen efectivamente establecido;

c) Turquía: 22,36 ecus por 100 kilogramos siempre que el operador aporte la prueba de que ha reembolsado el gravamen a la exportación establecido por dicho país, sin que, no obstante, tal reembolso pueda exceder del importe del gravamen efectivamente establecido;

d) Argelia y Marruecos: 24,78 ecus por 100 kilogramos, siempre que el operador aporte la prueba de que ha reembolsado el gravamen a la exportación establecido por dichos países, sin que, no obstante, tal reembolso pueda exceder del importe del gravamen efectivamente establecido.

⁽³⁾ Para las importaciones de los aceites de este código:

a) totalmente obtenidos en Argelia, Marruecos, Túnez, y que se transporten directamente de dichos países a la Comunidad, de la exacción reguladora que deba percibirse se deducirán 3,86 ecus por 100 kilogramos;

b) totalmente obtenidos en Turquía y que se transporten directamente de dicho país a la Comunidad, de la exacción reguladora que deba percibirse se deducirán 3,09 ecus por 100 kilogramos.

⁽⁴⁾ Para las importaciones de los aceites de este código:

a) totalmente obtenidos en Argelia, Marruecos y Túnez que se transporten directamente de dichos países a la Comunidad, de la exacción reguladora que deba percibirse se deducirán 7,25 ecus por 100 kilogramos;

b) totalmente obtenidos en Turquía y que se transporten directamente de dicho país a la Comunidad, de la exacción reguladora que deba percibirse se deducirán 5,80 ecus por 100 kilogramos.

ANEXO II

Exacciones reguladoras a la importación de los demás productos del sector del aceite de oliva ⁽¹⁾

(en ecus/100 kg)

Código NC	Terceros países
0709 90 39	17,38
0711 20 90	17,38
1522 00 31	39,50
1522 00 39	63,20
2306 90 19	6,16

⁽¹⁾ De acuerdo con el apartado 1 del artículo 101 de la Decisión 91/482/CEE, no se aplicarán exacciones reguladoras a los productos originarios de los países y territorios de Ultramar.

REGLAMENTO (CEE) Nº 1112/93 DE LA COMISIÓN

de 6 de mayo de 1993

por el que se establecen las disposiciones de aplicación del mecanismo complementario de los intercambios en el sector de la carne de vacuno entre la Comunidad, en su composición de 31 de diciembre de 1985, y España y Portugal, y por el que se derogan los Reglamentos (CEE) nºs 3810/91 y 3829/92

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Vista el Acta de adhesión de España y de Portugal y, en particular, sus artículos 83 y 251,

Visto el Reglamento (CEE) nº 3817/92 del Consejo, de 28 de diciembre de 1992, por el que se establece las normas generales de aplicación del mecanismo complementario aplicable a los suministros a España de productos que no sean frutas ni hortalizas⁽¹⁾ y, en particular, su artículo 9,

Visto el Reglamento (CEE) nº 744/93 del Consejo, de 17 de marzo de 1993, por el que se establecen las normas generales de aplicación del mecanismo complementario aplicable a los suministros a Portugal de productos que no sean frutas ni hortalizas⁽²⁾ y, en particular, su artículo 1,

Visto el Reglamento (CEE) nº 3792/85 del Consejo, de 20 de diciembre de 1985, por el que se define el régimen aplicable en los intercambios de productos agrícolas entre España y Portugal⁽³⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) nº 3296/88⁽⁴⁾, y, en particular, su artículo 13,

Considerando que el Reglamento (CEE) nº 3810/91 de la Comisión⁽⁵⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) nº 894/93⁽⁶⁾, establece los límites máximos indicativos a que límites refieren los artículos 83 y 251 del Acta de adhesión de España y de Portugal para el año 1993; que los citados límites se fijan sobre la base de unas previsiones de producción y consumo en España y Portugal de los productos en cuestión del sector de la carne de vacuno, y de un calendario de previsiones de los intercambios comerciales con el resto del mercado comunitario;

Considerando que el artículo 5 del Reglamento (CEE) nº 3792/85 establece que las importaciones en Portugal de tales productos procedentes de España estarán sujetas al MCI, de conformidad con lo dispuesto en los artículos 249 a 252 del Acta de adhesión;

Considerando que el apartado 3 del artículo 1 del Reglamento (CEE) nº 3817/92 establece que la expedición de

certificados MCI no está obligatoriamente supeditada al depósito de una garantía; que esta posibilidad se introdujo, en particular, para facilitar los intercambios de los productos en cuestión; que es necesario hacer uso de dicha posibilidad y establecer que no es preciso depositar garantía alguna en el momento de la presentación de las solicitudes de certificados MCI;

Considerando que, para garantizar una mejor regulación de los intercambios comerciales que tenga en cuenta la mayor o menor sensibilidad de los mercados español y portugués según los distintos períodos del año y, en particular, la menor capacidad de absorción que se registra en el segundo y tercer trimestres, conviene escalonar la cantidad anual en períodos de dos meses;

Considerando que, para fijar las normas relativas a la presentación de las solicitudes y a la expedición de los certificados, procede establecer excepciones al Reglamento (CEE) nº 3719/88 de la Comisión, de 16 de noviembre de 1988, por el que se establecen disposiciones comunes de aplicación del régimen de certificados de importación, de exportación y de fijación anticipada para los productos agrícolas⁽⁷⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) nº 2101/92⁽⁸⁾, y al Reglamento (CEE) nº 574/86 de la Comisión, de 28 de febrero de 1986, por el que se establecen normas para la aplicación del mecanismo complementario aplicable a los intercambios⁽⁹⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) nº 3296/88;

Considerando que, para simplificar el procedimiento de expedición de los certificados MCI, conviene disponer que ésta se realice de forma automática, a la vez que se crean un sistema de comunicaciones eficaz y un mecanismo de vigilancia de la utilización de los certificados expedidos;

Considerando que procede disponer que los agentes económicos comunitarios puedan suministrar algunos productos del sector de la carne de vacuno a España y Portugal únicamente en determinadas condiciones restrictivas, en especial, respecto del período durante el cual hayan ejercido su actividad comercial;

Considerando que, por lo que atañe a las importaciones en Portugal procedentes de terceros países, es necesario precisar algunos aspectos del régimen aplicable a los certificados de importación MCI previsto en el Reglamento (CEE) nº 3817/92; que, a tal fin, lo más indicado resulta

⁽¹⁾ DO nº L 387 de 31. 12. 1992, p. 12.

⁽²⁾ DO nº L 77 de 31. 3. 1993, p. 11.

⁽³⁾ DO nº L 367 de 31. 12. 1985, p. 7.

⁽⁴⁾ DO nº L 293 de 27. 10. 1988, p. 7.

⁽⁵⁾ DO nº L 357 de 28. 12. 1991, p. 53.

⁽⁶⁾ DO nº L 93 de 17. 4. 1993, p. 8.

⁽⁷⁾ DO nº L 331 de 2. 12. 1988, p. 1.

⁽⁸⁾ DO nº L 210 de 25. 7. 1992, p. 18.

⁽⁹⁾ DO nº L 57 de 1. 3. 1986, p. 1.

aplicar al sistema de importación de carne de vacuno las disposiciones del Reglamento (CEE) nº 2377/80 de la Comisión, de 4 de septiembre de 1980, por el que se establecen modalidades especiales de aplicación del régimen de importación y de exportación en el sector de la carne de vacuno⁽¹⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) nº 3662/92⁽²⁾, así como las demás disposiciones relativas a los diferentes regímenes especiales de importación;

Considerando que, en aras de una mayor claridad, es conveniente recoger en un nuevo Reglamento las disposiciones de aplicación relativas al MCI aplicable a España y Portugal, al tiempo que se derogan los Reglamentos (CEE) nº 3810/91 y (CEE) nº 3829/92 de la Comisión⁽³⁾;

Considerando que las medidas previstas en el presente Reglamento se ajustan al dictamen del Comité de gestión de carne de vacuno,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

1. En el Anexo I figuran los límites máximos indicativos correspondientes a determinados productos del sector de la carne de vacuno que España podrá importar de la Comunidad en su composición de 31 de diciembre de 1985.
2. En el Anexo II figuran los límites máximos indicativos correspondientes a determinados productos del sector de la carne de vacuno que Portugal podrá importar de la Comunidad, en su composición de 31 de diciembre de 1985, y de España.
3. Cuando, durante el mismo año natural, la cantidad global por la que se hayan presentado solicitudes para un bimestre sea inferior a la cantidad disponible, la cantidad restante se añadirá a la cantidad disponible del bimestre siguiente.

Artículo 2

No obstante lo dispuesto en:

- a) el artículo 15 del Reglamento (CEE) nº 3719/88, las solicitudes de certificados MCI se presentarán hasta las 13 horas de los días laborables y los certificados se expedirán automáticamente al día siguiente, a reserva de las disposiciones del artículo 3;
- b) los párrafos primero y segundo del apartado 2 del artículo 6 del Reglamento (CEE) nº 574/86, los Estados miembros comunicarán a la Comisión, antes de las 13 horas de cada lunes, las cantidades por las que se hayan expedido certificados durante la semana anterior; no obstante, los Estados miembros comunicarán diariamente a la Comisión la cantidad por la que

se hayan expedido certificados el día anterior cuando dichos certificados afecten a más de 2 000 cabezas diarias en el caso de España y 200 en el de Portugal;

- c) el apartado 1 del artículo 6 del Reglamento (CEE) nº 574/86, el ejemplar nº 1 del certificado se entregará en mano al propio solicitante o se enviará a la dirección que figure en la solicitud.

Artículo 3

1. Cuando de las comunicaciones previstas en la letra b) del artículo 2 se desprenda que el ritmo de expedición de certificados puede hacer que se agoten completamente las cantidades restantes disponibles, la Comisión tomará medidas especiales para permitir que los Estados miembros suspendan la expedición de certificados hasta el bimestre siguiente.
2. La prueba de la utilización de los certificados deberá presentarse durante el mes siguiente al de expiración de su validez; si el examen de estas pruebas pusiera de manifiesto que los certificados expedidos no se han utilizado completamente, el Estado miembro en cuestión podrá adoptar las medidas que considere necesarias, pudiendo llegar incluso a rechazar la expedición de nuevos certificados.

Artículo 4

1. El solicitante deberá ser una persona física o jurídica que, en el momento de la presentación de la solicitud, esté inscrita en un registro público de un Estado miembro y lleve ejerciendo desde al menos doce meses antes una actividad en el comercio de animales vivos de la especie bovina, exceptuados los reproductores de raza pura.
2. Las solicitudes de certificado sólo se admitirán si el solicitante declara por escrito que no ha presentado, y que se compromete a no presentar, solicitudes para el mismo producto en otros Estados miembros distintos de aquél donde haya sido presentada la solicitud. En caso de que el mismo interesado presente solicitudes en dos o varios Estados miembros, todas las solicitudes serán rechazadas.
3. Todas las solicitudes presentadas por un mismo interesado serán consideradas una única solicitud.

Artículo 5

La suma de las cantidades solicitadas en los certificados MCI por el mismo agente económico durante un mismo día no podrá sobrepasar las 200 cabezas por Estado miembro de destino.

Artículo 6

El período de validez del certificado MCI establecido con arreglo a los artículos 1 y 3 del Reglamento (CEE) nº 744/93 será de diez días contados desde la fecha de su expedición efectiva, de conformidad con el apartado 2 del artículo 21 del Reglamento (CEE) nº 3719/88. Este plazo será de quince días en caso de transporte marítimo debidamente justificado.

⁽¹⁾ DO nº L 241 de 13. 9. 1980, p. 5.

⁽²⁾ DO nº L 370 de 19. 12. 1992, p. 43.

⁽³⁾ DO nº L 387 de 31. 12. 1992, p. 45.

Sin embargo, el período de validez de los certificados MCI será de treinta días cuando se trate de productos despachados al consumo en las islas Azores y en Madeira.

Artículo 7

1. Siempre que sea necesario, las disposiciones del Reglamento (CEE) nº 574/86 serán aplicables al mecanismo complementario de los intercambios contemplado en el Reglamento (CEE) nº 3817/92, a reserva de las disposiciones del apartado 2.

2. Para la aplicación del Reglamento (CEE) nº 3817/92 y del artículo 7 del Reglamento (CEE) nº 574/86, se considerará como declaración de despacho al consumo en España y Portugal el ejemplar nº 4 del documento de tránsito comunitario interno visado por la oficina de destino, que se utilizará de conformidad con las disposiciones de la letra b) del apartado 3 del artículo 3 del Reglamento (CEE) nº 2726/90 del Consejo ⁽¹⁾.

Las disposiciones del párrafo anterior no constituirán un obstáculo para la aplicación de procedimientos simplificados de tránsito comunitario, ni podrán dar lugar a controles en las fronteras.

Artículo 8

1. A más tardar cuarenta y cinco días después de concluido el período correspondiente, España y Portugal comunicarán a la Comisión las cantidades efectivamente importadas cada bimestre, desglosadas por productos.

2. A más tardar el 15 de octubre de cada año, España y Portugal comunicarán a la Comisión sus previsiones respectivas de producción y consumo para el año siguiente.

Artículo 9

Con respecto a Portugal, los certificados de importación MCI establecidos en el apartado 1 del artículo 1 del Reglamento (CEE) nº 3817/92 quedarán sujetos a las disposiciones del Reglamento (CEE) nº 2377/80 y a las demás disposiciones aplicables a los diversos regímenes especiales de importación, sin perjuicio de lo dispuesto en el Reglamento (CEE) nº 574/86.

En las comunicaciones establecidas en el apartado 8 del artículo 10 del Reglamento (CEE) nº 574/86 se precisarán las cantidades solicitadas al amparo de cada régimen de importación.

Artículo 10

Quedan derogados los Reglamentos (CEE) nº 3810/91 y 3829/92.

Artículo 11

El presente Reglamento entrará en vigor el día de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas*.

Será aplicable a partir del 7 de mayo de 1993.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 6 de mayo de 1993.

Por la Comisión

René STEICHEN

Miembro de la Comisión

⁽¹⁾ DO nº L 262 de 26. 9. 1990, p. 1.

ANEXO I

Grupos	Código NC	Designación de la mercancía	Límite máximo indicativo para 1993
1	0102 90	Animales vivos de la especie bovina distintos de los reproductores de raza pura y de los animales para corridas (en número de cabezas)	275 000 cabezas enero-febrero : 60 000 marzo-abril : 60 000 mayo-junio : 35 000 julio-agosto : 35 000 septiembre-octubre : 40 000 noviembre-diciembre : 45 000

ANEXO II

Grupos	Código NC	Designación de la mercancía	Límite máximo indicativo para 1993
1	ex 0102 90	Animales vivos de la especie bovina de las especies domésticas, distintos de los reproductores de raza pura y de los animales para corridas (en número de cabezas)	22 000 cabezas enero-febrero : 5 000 marzo-abril : 5 000 mayo-junio : 2 000 julio-agosto : 2 000 septiembre-octubre : 4 000 noviembre-diciembre : 4 000

REGLAMENTO (CEE) Nº 1113/93 DE LA COMISIÓN

de 6 de mayo de 1993

por el que se establecen las normas específicas relativas a los pagos compensatorios para determinados cultivos herbáceos de regadío

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Visto el Reglamento (CEE) nº 1765/92 del Consejo, de 30 de junio de 1992, por el que se establece un régimen de apoyo a los productores de determinados cultivos herbáceos⁽¹⁾, modificado por el Reglamento (CEE) nº 364/93⁽²⁾ y, en particular, sus artículos 12 y 16,

Considerando que el artículo 3 del Reglamento (CEE) nº 1765/92 prevé que los planes de regionalización pueden establecer una diferencia entre las tierras de regadío y las de secano;

Considerando que en determinadas zonas de la Comunidad, las tierras de regadío y las de secano se hallan hasta tal punto imbricadas dentro de una misma zona que a veces resulta imposible distinguir zonas de producción homogéneas y diferenciadas; que, por lo tanto, la diferenciación adecuada de dichas zonas puede consistir en el establecimiento de distintos tipos de rendimiento para una misma región, no basados en distinciones geográficas, sino en el tipo real de cultivo, es decir, de regadío o de secano;

Considerando que la diferenciación de los pagos compensatorios según se trate de tierras de regadío o de secano puede incitar al desarrollo de la práctica del regadío, con el fin de obtener ayudas más elevadas y, por ende, acarrear un aumento de los gastos; que, por analogía con el artículo 2 del Reglamento (CEE) nº 1765/92 y para no comprometer la eficacia del régimen, conviene limitar la superficie con derecho a los pagos compensatorios al tipo de tierras de regadío a un máximo correspondiente a las hectáreas irrigadas en cada región durante el período 1989, 1990 y 1991;

Considerando que, en determinados casos, se han realizado inversiones después del período de referencia utilizado para el establecimiento del límite máximo, pero antes de la entrada en vigor del Reglamento (CEE) nº 1765/92; que, por lo tanto, conviene prever las disposiciones pertinentes a fin de tener en cuenta la situación de determinadas tierras en las que se ha introducido recientemente el sistema de regadío;

Considerando que el presente Reglamento aparece en un momento en el que la mayor parte de los Estados miembros ya han adoptado y comunicado a los interesados las disposiciones referentes al regadío; que la aplicación de las disposiciones del presente Reglamento, especialmente

las correspondientes a la retirada de tierras, podría conducir a un replanteamiento de los planes de retirada de tierras ya programados por los interesados; que conviene, por lo tanto, prever que la aplicación de estas disposiciones se efectúe de forma gradual;

Considerando que el Comité conjunto de gestión de los cereales, materias grasas y forrajes desecados no ha emitido dictamen alguno en el plazo establecido por su presidente,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

En las regiones cuyo sistema de regadío sea tradicional e importante, pero en las que este criterio no permita la delimitación de zonas homogéneas y diferenciadas en el plan de regionalización, debido sobre todo a la dispersión de las tierras de regadío y su imbricación con las tierras de secano, los pagos compensatorios respecto a los cultivos herbáceos de regadío podrán calcularse mediante un rendimiento específico.

Artículo 2

En el supuesto de aplicación del artículo 1, el rendimiento medio regional histórico facilitado con arreglo a lo establecido en los párrafos primero y segundo del apartado 2 del artículo 3 del Reglamento (CEE) nº 1765/92 se dividirá en rendimiento de las tierras de regadío y rendimiento de las tierras de secano. A este respecto se considerarán los mismos años que los utilizados para el establecimiento del rendimiento medio regional histórico. Esta división no podrá dar lugar al rebasamiento del rendimiento histórico de la región de que se trate.

Artículo 3

1. Los Estados miembros determinarán las condiciones que permitan decidir si una superficie ha de considerarse de regadío durante una campaña determinada. Entre estas condiciones se incluirá como mínimo:

- una lista de cultivos herbáceos respecto a las cuales puedan concederse pagos compensatorios calculados mediante el rendimiento de las zonas de regadío,
- el material de irrigación de que deba disponer el agricultor, que deberá ser proporcional a las superficies de regadío,
- el período de regadío que deba tenerse en cuenta.

⁽¹⁾ DO nº L 181 de 1. 7. 1992, p. 12.

⁽²⁾ DO nº L 42 de 19. 2. 1993, p. 3.

2. En su solicitud de ayuda por superficie, los agricultores anotarán por separado las superficies de regadío y las de secano. Los Estados miembros comprobarán que las solicitudes efectuadas con arreglo al pago para zonas de regadío cumplen las condiciones especificadas en el apartado 1. En caso de incumplimiento, se aplicarán las sanciones previstas en el Reglamento (CEE) nº 3887/92 de la Comisión ⁽¹⁾ en función de la superficie afectada.

Artículo 4

1. El beneficio correspondiente al rendimiento fijado para los cultivos herbáceos de regadío se concederá hasta un límite máximo por región de producción, definida en el plan de regionalización.

2. Para cada región de producción, este límite máximo será igual a la media de las superficies consideradas de regadío durante los años 1989, 1990 y 1991 y dedicadas al cultivo de cereales o productos oleaginosos o proteaginosos, a las que se podrán añadir las nuevas tierras de regadío dedicadas a los mismos cultivos a partir de 1992 como consecuencia de inversiones efectuadas antes del 1 de agosto de 1992.

3. Los Estados miembros suministrarán a la Comisión los datos mencionados en el apartado 2, acompañados de los justificantes que demuestren el cumplimiento de las condiciones exigidas. Con ocasión de la comunicación de estos datos se especificarán las estadísticas por cultivos de las superficies de regadío entre 1989 y 1991 así como las de las nuevas superficies de regadío dedicadas a los cultivos subvencionables, su localización y la fecha de inicio de la inversión.

4. La Comisión examinará los datos suministrados por los Estados miembros y comprobará si los justificantes proporcionados son suficientes. Determinará asimismo los límites máximos correspondientes con arreglo a los procedimientos previstos en el apartado 1 del artículo 12 del Reglamento (CEE) nº 1765/92.

Artículo 5

1. Cuando las superficies por las que se solicite el pago compensatorio con base en un rendimiento específico de

tierras de regadío, incrementadas por el número correspondiente de hectáreas de tierras retiradas de la producción, superen el límite máximo contemplado en el artículo 4, los pagos compensatorios al tipo de rendimiento de zonas de regadío se reducirán proporcionalmente respecto a la región en cuestión. No obstante, para la campaña 1993/94, esta reducción sólo se efectuará si los cultivos de regadío superan por sí solos, es decir, sin contar las tierras retiradas, el límite máximo.

2. En caso de que se superen simultáneamente el límite máximo contemplado en el presente Reglamento y la superficie básica contemplada en el artículo 2 del Reglamento (CEE) nº 1765/92, sólo se aplicará la reducción más elevada de las dos previstas.

Artículo 6

En las regiones en las que se apliquen las disposiciones del presente Reglamento:

- a) la condición de pequeño productor a que se refiere el artículo 8 del Reglamento (CEE) nº 1765/92 se determinará en función del contenido global de la solicitud « por superficie » del agricultor y de los rendimientos de las zonas de regadío y de secano;
- b) los pagos compensatorios para los cultivos herbáceos concedidos en el marco del régimen general y del régimen simplificado se efectuarán sobre la base del rendimiento de las zonas de regadío, para las superficies correspondientes, y del rendimiento de las zonas de secano para las demás;
- c) los pagos compensatorios por la retirada de tierras de cultivo se efectuarán sobre la base del rendimiento medio de la región.

Artículo 7

El presente Reglamento entrará en vigor el séptimo día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas*.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 6 de mayo de 1993.

Por la Comisión

René STEICHEN

Miembro de la Comisión

(1) DO nº L 391 de 31. 12. 1992, p. 36.

REGLAMENTO (CEE) Nº 1114/93 DE LA COMISIÓN**de 6 de mayo de 1993****por el que se modifica el Reglamento (CEE) nº 846/93 por el que se establece un gravamen compensatorio a la importación de manzanas originarias de Chile**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Visto el Reglamento (CEE) nº 1035/72 del Consejo, de 18 de mayo de 1972, por el que se establece una organización común de mercados en el sector de las frutas y hortalizas ⁽¹⁾, modificado en último lugar por el Reglamento (CEE) nº 638/93 ⁽²⁾, y, en particular, el párrafo segundo del apartado 2 de su artículo 27,Considerando que el Reglamento (CEE) nº 846/93 de la Comisión ⁽³⁾, modificado en último lugar por el Reglamento (CEE) nº 1074/93 ⁽⁴⁾, ha establecido un gravamen compensatorio a la importación de manzanas originarias de Chile;

Considerando que el apartado 1 de Sudáfrica; 26 del Reglamento (CEE) nº 1035/72 ha fijado las condiciones

en las que se modifica un gravamen compensatorio establecido en aplicación del artículo 25 de dicho Reglamento; que la consideración de dichas condiciones conduce a modificar el gravamen compensatorio a la importación de manzanas originarias de Chile,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

Se sustituye el importe de 12,28 ecus que figura en el artículo 1 del Reglamento (CEE) nº 846/93 por el importe de 16,97 ecus.

Artículo 2

El presente Reglamento entrará en vigor el 7 de mayo de 1993.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 6 de mayo de 1993.

Por la Comisión

René STEICHEN

Miembro de la Comisión⁽¹⁾ DO nº L 118 de 20. 5. 1972, p. 1.⁽²⁾ DO nº L 69 de 20. 3. 1993, p. 7.⁽³⁾ DO nº L 88 de 8. 4. 1993, p. 30.⁽⁴⁾ DO nº L 108 de 1. 5. 1993, p. 123.

II

(Actos cuya publicación no es una condición para su aplicabilidad)

COMISIÓN

DIRECTIVA 93/1/CEE DE LA COMISIÓN

de 21 de enero de 1993

por la que se modifica la Directiva 77/535/CEE relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre los métodos de toma de muestras y de análisis de los abonos

(Métodos de análisis de los oligoelementos)

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Vista la Directiva 76/116/CEE del Consejo, de 18 de diciembre de 1975, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre los abonos⁽¹⁾, cuya última modificación la constituye la Directiva 89/530/CEE⁽²⁾, y, en particular, el apartado 2 del artículo 9,

Considerando que el artículo 8 A del Tratado CEE establece un espacio sin fronteras interiores en el que la libre circulación de mercancías, personas, servicios y capitales está garantizada;

Considerando que la Directiva 89/530/CEE completa y modifica la Directiva 76/116/CEE en lo que respecta a los oligoelementos boro, cobalto, cobre, hierro, manganeso, molibdeno y zinc en los abonos;

Considerando que la Directiva 77/535/CEE de la Comisión⁽³⁾, cuya última modificación la constituye la Directiva 89/519/CEE⁽⁴⁾, establece controles oficiales de los abonos de la Comunidad para comprobar que se cumplen las condiciones que establecen las disposiciones comunitarias sobre la calidad y composición de los abonos; que es conveniente completar dicha Directiva para que los abonos CEE contemplados en la Directiva 89/530/CEE puedan someterse también a dichos controles;

Considerando que, teniendo en cuenta el alcance y los efectos de la acción prevista, las medidas comunitarias previstas por la presente Directiva no son solamente necesarias, sino indispensables para la consecución de los obje-

tivos establecidos, y que dichos objetivos no pueden ser alcanzados por los Estados miembros por separado; que además la Directiva 76/116/CEE ha previsto ya su realización a nivel comunitario;

Considerando que las medidas previstas en la presente Directiva se ajustan al dictamen del Comité para la adaptación al progreso técnico de las directivas destinadas a eliminar los obstáculos técnicos a los intercambios en el sector de los abonos,

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

Artículo 1

El texto que figura en el Anexo de la presente Directiva se añadirá al Anexo II de la Directiva 77/535/CEE.

Los métodos contemplados en dicho Anexo II, modificado por la presente Directiva, se aplicarán a los abonos CEE para la determinación de cada uno de los oligoelementos cuyo contenido declarado sea igual o inferior al 10 %.

Artículo 2

1. Los Estados miembros adoptarán las medidas necesarias para cumplir la presente Directiva, a más tardar, el 31 de diciembre de 1993. Informarán inmediatamente de ello a la Comisión.

Cuando los Estados miembros adopten dichas disposiciones, éstas harán referencia a la presente Directiva o irán acompañadas de dicha referencia en su publicación oficial. Los Estados miembros establecerán las modalidades de la mencionada referencia.

⁽¹⁾ DO nº L 24 de 30. 1. 1976, p. 21.

⁽²⁾ DO nº L 281 de 30. 9. 1989, p. 116.

⁽³⁾ DO nº L 213 de 22. 8. 1977, p. 1.

⁽⁴⁾ DO nº L 265 de 12. 9. 1989, p. 30.

2. Los Estados miembros comunicarán a la Comisión el texto de las disposiciones de Derecho interno que adopten en el ámbito regulado por la presente Directiva.

Hecho en Bruselas, el 21 de enero de 1993.

Artículo 3

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

Por la Comisión

Martin BANGEMANN

Miembro de la Comisión

ANEXO

« Método 9 »

OLIGOELEMENTOS

Método 9.1

EXTRACCIÓN DE LOS OLIGOELEMENTOS TOTALES

1. OBJETO

En el presente documento se establece el método de extracción de los siguientes oligoelementos : boro total, cobalto total, cobre total, hierro total, manganeso total, molibdeno total y zinc total. El objetivo consiste en efectuar un mínimo de extracciones de forma que pueda utilizarse, siempre que ello sea posible, el mismo extracto para determinar el contenido total de cada uno de los oligoelementos citados.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método concierne a los abonos CEE contemplados en la Directiva 89/530/CEE del Consejo ⁽¹⁾, en los que hay que declarar uno o varios de los siguientes oligoelementos : boro, cobalto, cobre, hierro, manganeso, molibdeno y zinc. Se aplica a la determinación de cada uno de los oligoelementos cuyos contenidos declarados sean iguales o inferiores al 10 %.

3. PRINCIPIO

Disolución en ácido clorhídrico diluido y en ebullición.

Nota : La extracción es empírica y puede ser más o menos completa según el producto o los demás componentes del abono. En particular, para determinados dióxidos de manganeso, las cantidades extraídas pueden ser muy inferiores a la totalidad del manganeso contenido en el producto. Es responsabilidad de los fabricantes de abonos garantizar que el contenido declarado corresponde efectivamente a la cantidad solubilizada en las condiciones del método.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico diluido, aproximadamente 6 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ClH, d : 1,18) con 1 volumen de agua.

4.2. Amoníaco concentrado (NH₄OH, d : 0,9)

5. APARATOS

Placa calefactora eléctrica de temperatura regulable.

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

6. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Véase el método nº 1 [Directiva 77/535/CEE de la Comisión (DO nº L 213 de 22. 8. 1977, p. 1)].

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Toma de muestra

Pesar una cantidad de abono comprendida entre 2 y 10 g, dependiendo del contenido declarado de elemento en el producto. Debe utilizarse el cuadro siguiente para obtener una solución final que, una vez diluida convenientemente, se sitúe en el intervalo de medida de cada método. Las muestras se pesarán con una precisión de 1 mg.

Contenido declarado de oligoelemento en el abono (%)	<0,01	0,01 a <5	5 a 10
Masa de la toma de muestra (g)	10	5	2
Masa del elemento en la toma de muestra (mg)	1	0,5 a 250	100 a 200
Volumen del extracto V (ml)	250	500	500
Concentración del elemento en el extracto (mg/l)	4	1 a 500	200 a 400

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

⁽¹⁾ DO nº L 281 de 30. 9. 1989, p. 116.

7.2. Disolución

Si fuera necesario, humectar la toma de muestra con un poco de agua, añadir primeramente 1 volumen de ácido clorhídrico diluido (4.1) en pequeñas fracciones y con precaución, a razón de 10 ml por gramo de abono utilizado, luego añadir aproximadamente 50 ml de agua. Tapar el vaso de precipitados con un vidrio de reloj y mezclar. Hervir durante 30 minutos sobre la placa calefactora. Dejar enfriar, agitando de vez en cuando. Trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 250 o 500 ml (véase el cuadro). Enrasar con agua. Homogeneizar. Pasar a través de un filtro seco a un recipiente seco. Desechar las primeras porciones del filtrado. El extracto ha de estar perfectamente limpio.

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

Observación: extractos en los que se debe determinar el contenido de boro: deben ser llevados a un pH comprendido entre 4 y 6 con amoníaco concentrado (4.2).

8. DETERMINACIÓN

La determinación de cada elemento se efectuará sobre partes alícuotas adaptadas a los métodos específicos de cada uno de los elementos.

Sobre una parte alícuota eliminar, si procede, los agentes quelantes o complejantes orgánicos según el método 9.3. Se recuerda que esta eliminación no suele ser necesaria en la determinación por espectrometría de absorción atómica.

Método 9.2

EXTRACCIÓN DE LOS OLIGOELEMENTOS SOLUBLES EN AGUA

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

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

3. PRINCIPIO

La extracción de los elementos se efectúa agitando el abono en agua a una temperatura de $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

Nota: La extracción es empírica y puede ser más o menos completa.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico diluido, aproximadamente 6 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ClH, d:1,18) con 1 volumen de agua.

5. APARATOS

5.1. Agitador rotatorio ajustado a 35 a 40 revoluciones por minuto, aproximadamente.

5.2. pH metro

Nota: Si se prevé la determinación cuantitativa del boro presente en el extracto, debe descartarse el uso de vidrio borosilicatado. Para esta extracción puede ser conveniente el teflón o la sílice. Si se utilizan detergentes que contengan boratos para lavar los utensilios de vidrio, éstos deben aclararse a fondo.

6. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Véase el método nº 1 [Directiva 77/535/CEE de la Comisión (DO nº L 213 de 22. 8. 1977, p. 1)].

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Toma de muestra

Tomar una cantidad de abono comprendida entre 2 y 10 g dependiendo del contenido en elemento que se espere encontrar en el producto. Debe utilizarse el cuadro siguiente para obtener una solución final que, una vez diluida convenientemente, se sitúe en el intervalo de medida de cada método. Las tomas de muestra se pesarán con una precisión de 1 mg.

Contenido declarado de oligoelemento en el abono (%)	<0,01	0,01 a <5	5 a 10
Masa de la toma de muestra (g)	10	5	2
Masa del elemento en la toma de muestra (mg)	1	0,5 a 250	100 a 200
Volumen del extracto V (ml)	250	500	500
Concentración del elemento en el extracto (mg/l)	4	1 a 500	200 a 400

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

7.2. Disolución

Añadir aproximadamente 200 ml de agua, si el matraz es de 250 ml, y 400 ml de agua si es de 500 ml.

Tapar el frasco con cuidado. Agitar enérgicamente a mano para obtener una buena dispersión del producto. Colocar el matraz en el agitador (5.1). Tener el aparato en funcionamiento por espacio de 30 minutos. Enrasar con agua. Homogeneizar.

7.3. Preparación de la solución para la determinación

Filtrar inmediatamente en un frasco limpio y seco. Tapar el frasco. Proceder a la determinación inmediatamente después de la filtración.

Nota: Si se produjese un enturbiamiento progresivo del extracto, efectuar una nueva extracción según 7.1 y 7.2 en un matraz de volumen V_e . Filtrar sobre un matraz aforado de volumen (W), previamente seco en el que se habrán vertido 5 ml exactamente medido de una solución de ácido clorhídrico (*). Interrumpir la filtración en el momento preciso en el que se alcanza la línea de enrase. Homogeneizar.

En estas condiciones el valor de V que figura en la expresión de resultados es:

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

Las diluciones que figuran en la expresión de resultados se basan en este valor de V .

8. DETERMINACIÓN

La determinación de cada elemento se efectuará en partes alícuotas adaptadas a los métodos específicos de cada uno de los elementos.

En una parte alícuota, eliminar, si procede, los agentes quelantes o complejantes orgánicos según el método 9.3. Se recuerda que esta eliminación no suele ser necesaria en la determinación por espectrometría de absorción atómica.

Método 9.3

ELIMINACIÓN DE LOS COMPUESTOS ORGÁNICOS EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS

1. OBJETO

En el presente documento se describe un método de eliminación de los compuestos orgánicos en los extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total y/o del elemento soluble en agua.

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

3. PRINCIPIO

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

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico diluido, aproximadamente 0,5 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ClH, d:1,18) con 20 volúmenes de agua.

4.2. Solución de peróxido de hidrógeno (H_2O_2 , d:1,11). 30 % exenta de oligoelementos.

5. APARATOS

Placa calefactora eléctrica de temperatura regulable.

6. PROCEDIMIENTO

Tomar 25 ml de la solución de extracción siguiendo el método 9.1 o el método 9.2 e introducirlos en un vaso de precipitados de 100 ml. Si se trata de la extracción 9.2, añadir 5 ml de la solución de ácido clorhídrico diluido (4.1). Añadir a continuación 5 ml de la solución de peróxido de hidrógeno (4.2). Cubrir con un vidrio de reloj. Dejar oxidar en frío durante aproximadamente 1 hora y, a continuación, hervir progresivamente y mantener en ebullición durante media hora. Si es necesario, añadir otros 5 ml de peróxido de hidrógeno a la solución templada y proseguir la destrucción de los compuestos orgánicos; después, eliminar el exceso de peróxido de hidrógeno mediante ebullición. Dejar enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 50 ml. Ajustar al volumen con agua. Homogeneizar. Filtrar si es necesario.

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

Método 9.4

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE OLIGOELEMENTOS EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

(PROCEDIMIENTO GENERAL)

1. OBJETO

En el presente documento se establece un método general para la determinación cuantitativa por medio de la espectrometría de absorción atómica de determinados oligoelementos contenidos en extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE del Consejo una determinación cuantitativa de elemento total y/o elemento soluble en agua.

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

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

3. PRINCIPIO

Tras un posible tratamiento del extracto para reducir o eliminar las sustancias químicas que interfieren, se diluye el extracto de manera tal que su concentración se sitúe en la zona de respuesta óptima del espectrómetro para una longitud de onda adaptada al elemento en cuestión.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico diluido, aproximadamente 6 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ClH, d:1,18) con 1 volumen de agua.

4.2. Solución de ácido clorhídrico diluido, aproximadamente 0,5 M

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico (ClH, d:1,18) con 20 volúmenes de agua.

4.3. Solución de sal de lantano, de 10 g de La por litro

Este reactivo se emplea para la determinación cuantitativa del cobalto, hierro, manganeso y zinc. Puede prepararse a partir de:

- a) En un matraz aforado de 1 litro, verter 11,73 g de óxido de lantano (La_2O_3) en 150 ml de agua y añadir a continuación 120 ml de ácido clorhídrico 6 M. Dejar que se disuelva y enrasar con agua. Homogeneizar. La concentración de esta solución en ácido clorhídrico libre es 0,5 M, aproximadamente.
- b) En un matraz aforado de 1 litro, disolver 26,7 g de cloruro de lantano heptahidratado ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) o 31,2 g de nitrato de lantano hexahidratado [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] o 26,2 g de sulfato de lantano nonahidratado [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] en 150 ml de agua; añadir 85 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1) y enrasar con agua. Homogeneizar. La concentración de esta solución en ácido clorhídrico libre es 0,5 M, aproximadamente.

4.4. Soluciones patrón

Para su preparación, véanse los métodos de determinación cuantitativa propios de cada oligoelemento.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica capaz de recibir las fuentes que emitan las líneas características de los elementos estudiados.

Para su utilización, el químico se ajustará a las instrucciones del fabricante del aparato y deberá estar familiarizado con su manipulación. El aparato debe permitir corregir el fondo de llama, por si fuera necesario (Co y Zn). Salvo que se indique lo contrario en el método relativo a un elemento, los gases empleados serán el aire y el acetileno.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución de los elementos que deben determinarse

Véanse los métodos 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Diluir una alícuota del extracto obtenido siguiendo los métodos 9.1, 9.2 o 9.3 con agua o ácido clorhídrico (4.1) o (4.2) de manera que se obtenga, en la solución final para la medida, una concentración del elemento en cuestión adecuada a la gama patrón empleada (7.2) y una concentración de ácido clorhídrico al menos 0,5 M aproximadamente, pero no más de 2,5 M aproximadamente. Esta operación puede requerir una o varias diluciones sucesivas.

Tomar una alícuota de la última solución de dilución del extracto, siendo (a) el volumen en ml, y verterla en un matraz aforado de 100 ml. Para la determinación del cobalto, hierro, manganeso y zinc, añadir 10 ml de la solución de sal de lantano elegida (4.3). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2) y homogeneizar. Esta será la solución final para la medida, siendo D el factor de dilución.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Preparar una solución en blanco siguiendo todo el proceso desde la extracción y omitiendo únicamente la toma de muestra de abono.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

A partir de la solución patrón de trabajo preparada según el método descrito para cada oligoelemento, preparar, en matraces aforados de 100 ml, una serie de, como mínimo, 5 soluciones patrón de concentración creciente que correspondan al rango óptimo de medida del aparato. Si es preciso, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución diluida para el ensayo (6.2). Para la determinación del cobalto, del hierro, del manganeso y del zinc, añadir 10 ml de la misma solución de sal de lantano (4.3) que se haya empleado en (6.2). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2) y homogeneizar.

7.3. Mediciones

Preparar el espectrómetro (5) para las mediciones y regular la longitud de onda al valor que se precise en el método propio del elemento que vaya a determinarse.

Pulverizar tres veces sucesivas las soluciones patrón (7.2), la solución problema (6.2) y la solución en blanco (7.1), anotando cada resultado; lavar a fondo el instrumento con agua destilada entre cada pulverización.

Representar la curva patrón poniendo en ordenadas el valor medio de los resultados de cada una de las soluciones patrón (7.2) leídos en el espectrómetro y, en abscisas, las concentraciones correspondientes del elemento que se determine, expresadas en µg por ml.

Partiendo de esta curva, determinar las concentraciones de dicho elemento en la solución de ensayo X_s (6.2) y en la solución en blanco X_b (7.1). Dichas concentraciones se expresarán en µg por ml.

8. CÁLCULOS

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

$$E \% \text{ del abono} = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Si se ha seguido el método 9.3:

$$E \% \text{ del abono} = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

siendo:

E la cantidad de elemento que se determine, expresada en porcentaje del abono

X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2), en µg/ml

X_b la concentración de la solución de ensayo en blanco (7.1), en µg/ml

V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en 6.2

M la masa de la toma de muestra realizada según el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D: si (a_1) , (a_2) , (a_3) , ... (a_i) y (a) son las alícuotas y (v_1) , (v_2) , (v_3) , ... (v_i) y (100) los volúmenes en ml correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a:

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

Método 9.5

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL BORO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROMETRÍA DE LA AZOMETINA-H

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (boro) y/o del elemento soluble en agua (boro).

3. PRINCIPIO

El ión borato forma, en contacto con una solución de azometina-H, un complejo amarillo cuya concentración se determina por espectrometría de absorción molecular a 410 nm. Los iones que puedan interferir se enmascaran con EDTA

4. REACTIVOS

4.1. Solución tampón de EDTA.

Introducir en un matraz aforado de 500 ml que contenga 300 ml de agua:

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

— 10 g de sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético (Na_2EDTA)

— 40 ml de ácido acético (CH_3COOH , d:1,05).

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

4.2. Solución de azometina-H

En un matraz aforado de 200 ml, introducir 10 ml de la solución tampón (4.1), 400 mg de azometina-H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$) y 2 g de ácido ascórbico ($C_6H_8O_6$). Enrasar y homogeneizar. No han de prepararse grandes cantidades de este reactivo por ser estable sólo durante algunos días.

4.3. Soluciones patrón de boro

4.3.1. Solución madre de boro (B) de 100 µg/ml

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver en agua 0,5719 g de ácido bórico (H_3BO_3), pesado con una precisión de 0,1 mg. Enrasar con agua a 1 000 ml, homogeneizar. Trasvasar a un frasco de plástico para guardarlo en el frigorífico.

4.3.2. Solución patrón de trabajo de 10 µg del boro (B) por ml

Introducir 50 ml de la solución madre (4.3.1) en un matraz aforado de 500 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar.

5. APARATOS

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

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución de boro

Véanse los métodos 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Diluir en agua una alícuota del extracto (6.1), de manera que se obtenga una concentración de boro apropiada para la determinación, según 7.2. Puede ser necesario hacer dos diluciones sucesivas. Se llamará D al factor de dilución.

6.3. Preparación de la solución correctora

Si la solución de ensayo (6.2) tiene color, preparar una solución correctora correspondiente, vertiendo en un matraz de plástico 5 ml de la solución de ensayo (6.2), 5 ml de la solución tampón de EDTA (4.1) y 5 ml de agua. Homogeneizar.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Preparar una solución en blanco siguiendo todo el proceso desde la extracción y omitiendo únicamente la toma de muestra de abono.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

Introducir en una serie de matraces aforados de 100 ml, 0, 5, 10, 15, 20 y 25 ml de la solución patrón de trabajo (4.3.2). Enrasar con agua a 100 ml y homogeneizar. Estas soluciones contienen entre 0 y 2,5 µg/ml de boro (B).

7.3. Desarrollo del color

Introducir en una serie de matraces de plástico 5 ml de las soluciones patrón (7.2), de la solución de ensayo (6.2) y del ensayo en blanco (7.1).

Añadir 5 ml de la solución tampón de EDTA (4.1). Añadir 5 ml de la solución de azometina-H (4.2).

Homogeneizar y desarrollar el color entre 2 horas y media y 3 horas en la oscuridad.

7.4. Mediciones

Medir la absorbancia de las soluciones obtenidas según lo dispuesto en (7.3) y, si procede, de la solución correctora (6.3), a la longitud de onda de 410 nm utilizando el agua como referencia. Enjuagar las cubetas antes de medir la solución siguiente.

8. CÁLCULOS

Representar la curva patrón poniendo en abscisas las concentraciones de las soluciones patrón (7.2) y en ordenadas los valores correspondientes de las absorbancias (7.4), proporcionados por el espectrofotómetro.

Partiendo de esta curva, determinar la concentración de boro (B) de la solución en blanco (7.1), la concentración de boro (B) de la solución de ensayo (6.2) y, si es necesario, cuando la solución de ensayo tenga color, la concentración corregida de ésta. Para calcular dicha concentración, sustraer el valor de la absorbancia de la solución correctora (6.3) del valor de la absorbancia de la solución de ensayo (6.2) y determinar la concentración corregida de la solución de ensayo. La concentración de la solución de ensayo (6.2), o la misma corregida, se llamará (X_s), y la concentración del ensayo en blanco (x_b).

El porcentaje de boro (B) del abono es:

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

Si se ha seguido el método 9.3:

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

siendo:

B el porcentaje de boro (B) en el abono

X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2) o la concentración corregida de la misma, en $\mu\text{g/ml}$

X_b la concentración del ensayo en blanco (7.1), en $\mu\text{g/ml}$

V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en (6.2)

M la masa de la toma de muestra realizada con el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D: si (a_1) y (a_2) son las alícuotas sucesivas y (v_1) y (v_2) los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2).$$

Método 9.6

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL COBALTO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa de elemento total (cobalto) y/o del elemento soluble en agua (cobalto).

3. PRINCIPIO

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

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M

Véase el punto 4.1 del método 9.4.

4.2. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 M

Véase el punto 4.2 del método 9.4.

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

Véase el punto 4.3 del método 9.4.

4.4. Soluciones patrón de cobalto

4.4.1. Solución madre de cobalto de 1 000 µg/ml

En un vaso de precipitados de 250 ml, disolver 1 g de cobalto metálico, pesado con una precisión de 0,1 mg, en 25 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1). Calentar en placa calefactora hasta su completa disolución. Dejar enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar.

4.4.2. Solución de trabajo de cobalto de 100 µg/ml

Introducir 10 ml de la solución madre (4.4.1) en un matraz aforado de 100 ml. Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica : véase el punto 5 del método 9.4. El aparato deberá estar provisto de una fuente de líneas características del cobalto (240,7 nm) y de un corrector de fondo de llama.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del cobalto

Véase el método 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Véase el punto 6.2 del método 9.4. La solución de ensayo debe contener un 10 % (v/v) de una solución de sal de lantano. (4.3)

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Véase el punto 7.1 del método 9.4. Esta solución debe contener un 10 % (v/v) de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

Véase el punto 7.2 del método 9.4.

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 a 5 µg/ml de cobalto (Co), introducir respectivamente en una serie de matraces aforados de 100 ml : 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo (4.4.2). Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de solución de ensayo. Añadir en cada matraz 10 ml de la solución de sal de lantano utilizada en (6.2). Enrasar a 100 ml con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar. Estas soluciones contienen respectivamente 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 µg/ml de cobalto (Co).

7.3. Mediciones

Véase el punto 7.3 del método 9.4. Preparar el espectrómetro (5) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 240,7 nm.

8. CÁLCULOS

Véase el punto 8 del método 9.4.

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

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

Si se ha seguido el método 9.3 :

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

siendo :

Co la cantidad de cobalto (Co), en porcentaje del abono

X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2) en µg/ml

X_b la concentración de la solución de ensayo en blanco (7.1) en µg/ml

V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en (6.2)

M la masa de la toma de muestra obtenida con el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D : si (a_1), (a_2), (a_3) ... (a_i) y (a) son las alícuotas y (v_1), (v_2), (v_3), ... , (v_i) y (100) los volúmenes en ml correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a :

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

*Método 9.7***DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL COBRE EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA****1. OBJETO**

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (cobre) y/o del elemento soluble en agua (cobre).

3. PRINCIPIO

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

4. REACTIVOS**4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M**

Véase el punto 4.1 del método 9.4.

4.2. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 M

Véase el punto 4.2. del método 9.4.

4.3. Solución de peróxido de hidrógeno (H_2O_2 , d: 1,11), 30 %, exenta de oligoelementos.**4.4. Soluciones patrón de cobre****4.4.1. Soluciones madre de cobre de 1 000 µg/ml**

En un matraz aforado de 250 ml, disolver 1 g de cobre en polvo, pesado con una precisión de 0,1 mg, en 25 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1). Añadiendo 5 ml de solución de peróxido de hidrógeno (4.3). Calentar en placa calefactora hasta disolución completa. Dejar enfriar y transvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar.

4.4.2. Solución de trabajo de cobre de 100 µg/ml

Introducir, en un matraz aforado de 200 ml, 20 ml de la solución madre (4.4.1). Enrasar a 200 ml con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica: véase el punto 5 del método (9.4). El aparato debe estar provisto de una fuente de líneas características del cobre (324,8 nm).

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA**6.1. Disolución del cobre**

Véase el método 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Véase el punto 6.2 del método 9.4.

7. PROCEDIMIENTO**7.1. Preparación del ensayo en blanco**

Véase el punto 7.1 del método 9.4.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

Véase el punto 7.2 del método 9.4.

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 y 5 µg/ml de cobre (Cu), introducir respectivamente, en una serie de matraces aforados de 100 ml: 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo (4.4.2). Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución de ensayo (6.2). Enrasar a 100 ml con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar. Estas soluciones contienen 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 µg/ml de cobre (Cu).

7.3. Mediciones

Véase el punto 7.3 del método 9.4. Preparar el espectrómetro (5) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 324,8 nm.

8. CÁLCULOS

Véase el punto 8 del método 9.4.

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

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

Si se ha seguido el método 9.3 :

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

siendo :

Cu la cantidad de cobre (Cu), expresada en porcentaje del abono

X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2), en µg/ml

X_b la concentración de la solución de ensayo en blanco (7.1), en µg/ml

V el volumen del extracto con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en (6.2)

M la masa de la toma de muestra obtenida con el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D : si (a₁), (a₂), (a₃) ... (a_i) y (a) son las alícuotas y (v₁), (v₂), (v₃), ... (v_i) y (100) los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a :

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

Método 9.8

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL HIERRO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (hierro) y/o del elemento soluble en agua (hierro).

3. PRINCIPIO

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

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M

Véase el punto 4.1 del método 9.4.

4.2. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 M

Véase el punto 4.2 del método 9.4.

4.3. Solución de peróxido de hidrógeno (H₂O₂, d:1,11), 30 %, exenta de oligoelementos.

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

Véase el punto 4.3 del método 9.4.

4.5. Soluciones patrón de hierro

4.5.1. Solución madre de hierro de 1 000 µg/ml

En un matraz aforado de 500 ml, disolver 1 g de alambre de hierro puro, pesado con una precisión de 0,1 mg, en 200 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1), añadiendo 15 ml de disolución de peróxido de hidrógeno (4.3). Calentar en placa calefactora hasta disolución completa, dejar enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar.

4.5.2. Solución de trabajo de hierro de 100 µg/ml

Introducir en un matraz aforado de 200 ml, 20 ml de la solución madre (4.5.1). Completar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica: véase el punto 5 del método 9.4. El aparato debe estar provisto de una fuente de líneas características del hierro (248,3 nm).

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del hierro

Véase el método 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Véase el punto 6.2 del método 9.4. La solución de ensayo debe contener un 10% (v/v) de una solución de sal de lantano.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Véase el punto 7.1 del método 9.4. La solución de ensayo en blanco debe contener un 10 % (v/v) de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

Véase el punto 7.2 del método 9.4.

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 y 10 µg/ml de hierro (Fe), introducir respectivamente, en matraces aforados de 100 ml: 0, 2, 4, 6, 8 y 10 ml de la solución de trabajo (4.5.2). Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución de ensayo. Añadir 10 ml de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2. Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar. Estas soluciones contienen, respectivamente, 0, 2, 4, 6, 8 y 10 µg/ml de hierro (Fe).

7.3. Mediciones

Véase el punto 7.3 del método 9.4. Preparar el espectrómetro (5) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 248,3 nm.

8. CÁLCULOS

Véase el punto 8 del método 9.4.

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

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

Si se ha seguido el método 9.3:

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

siendo

F_e la cantidad de hierro (Fe), expresada en porcentaje del abono

X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2), en µg/ml

X_b la concentración de la solución de ensayo en blanco (7.1), en µg/ml

V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en (6.2)

M la masa de la toma de muestra obtenida con el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D : si (a_1) , (a_2) , (a_3) , ... (a_i) y (a) son las alícuotas y (v_1) , (v_2) , (v_3) ... (v_i) y (100) los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a:

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

*Método 9.9***DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL MANGANESO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS
POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA****1. OBJETO**

En el presente documento se describe un método para determinar el manganeso presente en los extractos de abonos.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (manganeso) y/o del elemento soluble en agua (manganeso).

3. PRINCIPIO

Una vez tratado y diluido el extracto de forma adecuada, se determina el manganeso por espectrometría de absorción atómica.

4. REACTIVOS**4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M**

Véase el punto 4.1 del método 9.4.

4.2. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 M

Véase el punto 4.2 del método 9.4.

4.3. Soluciones de sal de lantano de 10 g de (la) por litro

Véase el apartado 4.3 del método 9.4.

4.4. Soluciones patrón de manganeso**4.4.1. Solución madre de manganeso de 1 000 µg/ml**

En un matraz aforado de 250 ml, disolver 1 g de manganeso en polvo, pesado con una precisión de 0,1 mg, en 25 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1). Calentar en una placa calefactora hasta disolución completa. Dejar enfriar, transvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml. Enfrasar con agua. Homogeneizar.

4.4.2. Solución de trabajo de manganeso de 100 µg/ml

En un matraz aforado de 200 ml, diluir 20 ml de la solución madre (4.4.1) con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica: véase el apartado 5 del método 9.4. El aparato debe estar provisto de una fuente de líneas características del manganeso (2789,6 nm).

6.1. Disolución del manganeso

Véase el método 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Véase el apartado 6.2 del método 9.4. La solución de ensayo debe contener un 10 % (v/v) de una solución de sal de lantano (4.3).

7. PROCEDIMIENTO**7.1. Preparación del ensayo en blanco**

Véase el punto 7.1 del método 9.4. La solución de ensayo en blanco debe contener un 10 % (v/v) de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

Véase el punto 7.2 del método 9.4.

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 y 5 µg/ml de manganeso (Mn), introducir, respectivamente, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo (4.4.2) en matraces aforados de 100 ml. Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución de ensayo. Añadir a cada matraz 10 ml de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2. Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar. Estas soluciones contienen, respectivamente, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 µg/ml de manganeso (Mn).

7.3. Mediciones

Véase el punto 7.3 del método 9.4. Preparar el espectrómetro (5) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 279,6 nm.

8. CÁLCULOS

Véase el punto 8 del método 9.4.

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

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

Si se ha seguido el método 9.3 :

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

siendo :

Mn la cantidad de manganeso (Mn), expresada en porcentaje del abono

X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2), en µg/ml

X_b la concentración de la solución de ensayo en blanco (7.1), en µg/ml

V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en (6.2)

M la masa de la toma de muestra obtenida con el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D : si (a_1) , (a_2) , (a_3) ... (a_i) y (a) son las alícuotas y (v_1) , (v_2) , (v_3) ... (v_i) y (100) los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a :

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

Método 9.10

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL MOLIBDENO EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE UN COMPLEJO CON TIOCIANATO AMÓNICO

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (molibdeno) y/o del elemento soluble en agua (molibdeno).

3. PRINCIPIO

En medio ácido, el molibdeno (Mo) forma, con los iones SCN, un complejo $[\text{MoO}(\text{SCN})_5]^{-2}$. El complejo molibdico se extrae por medio del acetato de n-butilo. Los iones que interfieren, como el hierro, se eliminan en fase acuosa. La coloración amarillo-anaranjada se determina mediante espectrometría de absorción molecular a 470 nm.

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M

Véase punto 4.1 del método 9.4.

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

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver 275 mg de sulfato de cobre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), pesado con una precisión de 0,1 mg, con 250 ml de la solución de ácido clorhídrico 6 M (4.1). Enrasar con agua y homogeneizar.

4.3. Solución de ácido ascórbico de 50 g/l :

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver en agua 50 g de ácido ascórbico ($C_6H_8O_6$). Enrasar con agua, homogeneizar y conservar en el frigorífico.

4.4. Acetato de n-butilo

4.5. Solución de tiocianato de amonio 0,2 M

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver en agua 15,224 g de NH_4SCN . Enrasar con agua, homogeneizar y conservar en un matraz tapado.

4.6. Solución de cloruro estannoso de 50 g/l en medio clorhídrico 2 M :

Debe prepararse en el acto y estar perfectamente clara. Utilizar cloruro estannoso muy puro, de lo contrario la solución no estará límpida.

Para la preparación de 100 ml de solución, disolver 5 g de cloruro estannoso ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$) en 35 ml de la solución de ácido clorhídrico 6 M (4.1). Añadir 10 ml de la solución de cobre (4.2). Completar hasta 100 ml con agua y homogeneizar.

4.7. Soluciones patrón de molibdeno (Mo)

4.7.1. Solución madre de molibdeno (Mo) de 500 µg/ml

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver 0,920 g de molibdato amónico $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ pesado con una precisión de 0,1 mg, con el ácido clorhídrico 6 M (4.1). Enrasar con esta misma solución y homogeneizar.

4.7.2. Solución intermedia de molibdeno (Mo) de 25 µg/ml

En un matraz de 500 ml, introducir 25 ml de la solución madre (4.7.1). Enrasar con ácido clorhídrico 6 M (4.1) y homogeneizar.

4.7.3. Solución de trabajo de molibdeno (Mo) de 2,5 µg/ml

Introducir 10 ml de solución patrón intermedia (4.7.2) en un matraz aforado de 100 ml. Enrasar con ácido clorhídrico 6 M (4.1) y homogeneizar.

5. APARATOS

5.1. Espectrómetro de absorción molecular, regulado a 470 nm y provisto de cubetas de recorrido óptico de 20 mm.

5.2. Embudo de decantación de 200 o 250 ml.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del molibdeno

Véase el método 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Diluir una alícuota del extracto (6.1) con la solución de ácido clorhídrico 6 M (4.1) para obtener una concentración adecuada de molibdeno (Mo). Se llamará D al factor de dilución.

Tomar una alícuota (a) de la última solución de dilución, que contenga entre 1 y 12 µg de molibdeno (Mo) e introducirla en el embudo de decantación (5.2). Completar hasta 50 ml con la solución de ácido clorhídrico 6 M (4.1).

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Preparar una solución en blanco siguiendo todo el proceso desde la extracción y omitiendo únicamente la toma de muestra de abono.

7.2. Preparación de las soluciones de la serie patrón

Preparar, como mínimo, una serie de 6 soluciones de contenido creciente que correspondan a la zona óptima de respuesta del aparato.

En el intervalo comprendido entre 0 y 12,5 µg de molibdeno (Mo), introducir, respectivamente, 0, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo (4.7.3) en los embudos de decantación (5.2). Completar hasta 50 ml con el ácido clorhídrico 6 M (4.1). Los embudos contienen, respectivamente, 0, 2,5, 5,0, 7,5, 10 y 12,5 µg de molibdeno (Mo).

7.3. Desarrollo y separación del complejo

En cada embudo (6.2) (7.1) y (7.2) añadir en orden sucesivo :

- 10 ml de la solución de cobre (4.2),
- 20 ml de la solución de ácido ascórbico (4.3).

Homogeneizar y esperar 2 o 3 minutos. Añadir :

- 10 ml de acetato de n-butilo (4.4), con la pipeta de precisión,
- 20 ml de la solución de tiocianato (4.5).

Agitar durante 1 minuto para extraer el complejo en la fase orgánica ; dejar decantar ; tras la separación de las dos fases, trasvasar totalmente la fase acuosa y desecharla. Lavar a continuación la fase orgánica con :

- 10 ml de la solución de cloruro estannoso (4.6).

Agitar durante 1 minuto. Dejar decantar y eliminar por completo la fase acuosa. Recoger la fase orgánica en un tubo de ensayo, lo que permite reunir las gotas de agua en suspensión.

7.4. Mediciones

Regular la longitud de onda a 470 nm y utilizar la solución de la gama patrón de 0 µg/ml de molibdeno (Mo) como referencia. Medir y anotar la absorbancia de las soluciones patrón (7.2), de ensayo en blanco (7.1) y de ensayo (6.2).

8. CÁLCULOS

Representar la curva patrón poniendo en abscisas las masas correspondientes de molibdeno (Mo) de las soluciones patrón (7.2), expresadas en µg, y en ordenadas los valores correspondientes de las absorbancias (7.4), dados por el espectrofotómetro.

Partiendo de esta curva patrón, determinar la masa de molibdeno (Mo) en la solución de ensayo (6.2) y en la de ensayo en blanco (7.1). Dichas masas se llamarán, respectivamente, (X_s) y (X_b)

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

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

Si se ha seguido el método 9.3 :

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

siendo :

Mo la cantidad de molibdeno (Mo) expresada en porcentaje del abono

a el volumen de alícuota tomada de la última solución de dilución (6.2), en ml

X_s la masa de molibdeno (Mo) en la solución de ensayo (6.2), en µg

X_b la masa de molibdeno (Mo) en el ensayo en blanco (7.1), correspondiente al mismo volumen (a) que la alícuota de ensayo (6.2), en µg

V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en (6.2)

M la masa de la toma de muestra obtenida con el método 9.1 o 9.2, en gramos

Cálculo del factor de dilución D : si (a_1) y (a_2) son las alícuotas sucesivas y (v_1) y (v_2) los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a :

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2).$$

*Método 9.11*DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL ZINC EN LOS EXTRACTOS DE ABONOS
POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

1. OBJETO

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

2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos abonos obtenidos por los métodos 9.1 y 9.2 para los cuales se establece en la Directiva 89/530/CEE una determinación cuantitativa del elemento total (zinc) y/o del elemento soluble en agua (zinc).

3. PRINCIPIO

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

4. REACTIVOS

4.1. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 6 M

Véase el punto 4.1 del método 9.4.

4.2. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 M

Véase el punto 4.2 del método 9.4.

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

Véase el punto 4.3 del método 9.4.

4.4. Soluciones patrón de zinc.

4.4.1. Solución madre de zinc de 1 000 µg/ml

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver 1 g de zinc en polvo o en placas, pesado con una precisión de 0,1 mg, en 25 ml de ácido clorhídrico 6 M (4.1) después de la disolución completa, enrasar a 1 000 ml con agua. Homogeneizar.

4.4.2. Solución de trabajo de zinc de 100 µg/ml

En un matraz aforado de 200 ml, diluir 20 ml de la solución (4.4.1) con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar.

5. APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica: véase el punto 5 del método 9.4. El aparato debe estar provisto de una fuente de líneas características del zinc (213,8 nm). El apartado deberá estar provisto de un corrector de fondo de llama.

6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

6.1. Disolución del zinc

Véase el método 9.1 y/o 9.2 y, si procede, el método 9.3.

6.2. Preparación de la solución de ensayo

Véase el punto 6.2 del método 9.4. La solución de ensayo debe contener un 10 % (v/v) de una solución de sal de lantano.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Preparación del ensayo en blanco

Véase el punto 7.1. del método 9.4. La solución de ensayo en blanco debe contener un 10 % (v/v) de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2.

7.2. Preparación de las soluciones patrón

Véase el punto 7.2 del método 9.4.

En el intervalo óptimo de determinación comprendido entre 0 y 5 µg/ml de zinc (Zn), introducir, respectivamente, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml de la solución de trabajo (4.4.2) en matraces aforados de 100 ml. Si es necesario, ajustar la concentración de ácido clorhídrico para que se aproxime lo más posible a la de la solución de ensayo. Añadir en cada matraz 10 ml de la solución de sal de lantano utilizada en 6.2. Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar.

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

7.3. Mediciones

Véase el punto 7.3 del método 9.4. Preparar el espectrómetro (5) para realizar las mediciones con una longitud de onda de 213,8 nm.

8. CÁLCULOS

Véase el punto 8 del método 9.4.

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

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

Si se ha seguido el método 9.3 :

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

siendo

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

X_s la concentración de la solución de ensayo (6.2) en $\mu\text{g/ml}$

X_b la concentración de la solución de ensayo en blanco (7.1), en $\mu\text{g/ml}$

V el volumen del extracto obtenido con el método 9.1 o 9.2, en ml

D el factor correspondiente a la dilución efectuada en 6.2

M la masa de la toma de muestra obtenida con el método 9.1 o 9.2, en gramos.

Cálculo del factor de dilución D : si (a_1) , (a_2) , $(a_3) \dots (a_i)$ y (a) son las alícuotas y (v_1) , (v_2) , $(v_3) \dots (v_i)$ y (100) los volúmenes correspondientes a las diluciones respectivas, el factor de dilución D será igual a :

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