

31993L0001

1993.5.7.

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA

L 113/17

A BIZOTTSÁG 93/1/EGK IRÁNYELVE**(1993. január 21.)****a műtrágyák mintavételi és vizsgálati módszereire vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről
szóló 77/535/EGK irányelv módosításáról****(Nyomelemek analitikai módszerei)**

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Gazdasági Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel a legutóbb a 89/530/EGK irányelvvel ⁽¹⁾ módosított, a műtrágyákra vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1975. december 18-i 76/116/EGK tanácsi irányelvre ⁽²⁾ és különösen annak 9. cikk (2) bekezdésére,

mivel a Szerződés 8a. cikke létrehoz egy olyan, belső határok nélküli térséget, amelyben biztosított az áruk, a személyek, a szolgáltatások és a tőke szabad mozgása;

mivel a 89/530/EGK irányelv kiegészíti és módosítja a 76/116/EGK irányelvet a műtrágyák bór-, kobalt-, réz-, vas-, mangán-, molibdén- és cinktartalma tekintetében;

mivel a legutóbb a 89/519/EGK irányelvvel ⁽³⁾ módosított 77/535/EGK bizottsági irányelv ⁽⁴⁾ rendelkezik a közösségi műtrágyák hatósági vizsgálatáról annak érdekében, hogy ellenőrizze a műtrágyák minőségére és összetételére vonatkozó közösségi rendelkezések által támasztott követelmények teljesülését; mivel a 77/535/EGK irányelvet ki kell egészíteni úgy, hogy ellenőrizni lehessen azokat a műtrágyákat is, amelyek a 89/530/EGK irányelv hatálya alá tartoznak;

mivel a javasolt intézkedések hatályát és hatásait tekintve azok a közösségi intézkedések, amelyről ez az irányelv rendelkezik, nem csak szükségesek, de elengedhetetlenek is a kitűzött célok eléréséhez; mivel ezeket a célokat a tagállamok nem képesek egyedül megvalósítani, és mivel megvalósításukról közösségi szinten a 76/116/EGK irányelv már rendelkezik;

mivel az ebben az irányelvben meghatározott intézkedések összhangban állnak a műtrágya-kereskedelem technikai akadályainak felszámolására vonatkozó irányelveknek a műszaki fejlődéshez történő hozzáigazításával foglalkozó bizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT AZ IRÁNYELVET:

1. cikk

A 77/535/EGK irányelv II. melléklete ezen irányelv mellékletével egészül ki.

Az említett mellékletben szereplő módszerek a közösségi műtrágyák esetében olyan nyomelemek meghatározására alkalmazandók, amelyeket a műtrágya a megadott összetétel szerint legfeljebb 10 %-ban tartalmaz.

2. cikk

(1) A tagállamok hatályba léptetik azokat a rendelkezéseket, amelyek szükségesek ahhoz, hogy ennek az irányelvnek 1993. december 31-e előtt megfeleljenek. Erről haladéktalanul tájékoztatják a Bizottságot.

Amikor a tagállamok elfogadják ezeket a rendelkezéseket, azokban hivatkozni kell erre az irányelvre, vagy azokhoz hivataltalos kihirdetésük alkalmával ilyen hivatkozást kell fűzni. A hivatkozás módját a tagállamok határozzák meg.

⁽¹⁾ HL L 281., 1989.9.30., 116. o.⁽²⁾ HL L 24., 1976.1.30., 21. o.⁽³⁾ HL L 265., 1989.9.12., 30. o.⁽⁴⁾ HL L 213., 1977.8.22., 1. o.

(2) A tagállamok közlik a Bizottsággal nemzeti joguknak azokat a rendelkezéseit, amelyeket az ezen irányelv által szabályozott területen fogadtak el.

Kelt Brüsszelben, 1993. január 21-én.

3. cikk

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

a Bizottság részéről

Martin BANGEMANN

a Bizottság tagja

MELLÉKLET

„9. módszerek

NYOMELEMEK

9.1. módszer

AZ ÖSSZES NYOMELEM KIVONÁSA

1. CÉL

A módszer a következő nyomelemek kivonására vonatkozóan határozza meg az eljárást: összes bór, összes kobalt, összes réz, összes vas, összes mangán, összes molibdén és összes cink. A célkitűzés az, hogy minél kevesebb kivonatot kelljen előállítani, és amikor csak lehet, ugyanazt a kivonatot használjuk fel valamennyi fent felsorolt nyomelem teljes mennyiségének meghatározására.

2. ALKALMAZÁSI KÖR

Az eljárás azokra az EGK-műtrágyákra vonatkozik, amelyek a 89/530/EGK irányelv⁽¹⁾ hatálya alá tartoznak, és a következő nyomelemek egyikét, vagy közülük többet tartalmaznak: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. Alkalmazható minden olyan nyomelemre, amelynek megadott koncentrációja 10 % vagy annál kevesebb.

3. ALAPELV

Forrásban lévő hígított sósavban való oldás.

Megjegyzés: A kivonás tapasztalati jellegű és ezért a terméktől vagy a műtrágya egyéb összetevőitől függően előfordulhat, hogy nem mindig veszteségmentes. Különösen egyes mangán-oxidok esetében a kivont mangán mennyisége a minta tényleges mangántartalmánál jelentősen kevesebb lehet. A műtrágyagyártók felelőssége annak biztosítása, hogy a megadott érték ténylegesen annak a mennyiségnek feleljen meg, amit a vizsgálat körülményei között ki lehet vonni.

4. REAGENSEK

4.1. Hígított sósavoldat (HCl), kb. 6 M:

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) egy térfogatrész vízzel.

4.2. Tömény ammóniaoldat (NH_4OH , $\rho = 0,9 \text{ g/ml}$),

5. ESZKÖZÖK

Állítható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

Megjegyzés: Ha a kivonat bórartalmát kell meghatározni, ne használjunk boroszilikát üvegeszközt. Mivel a módszer forralást is tartalmaz, teflon vagy kvarcüveg alkalmazása javasolt. Ha a leöblítéshez borátokat tartalmazó mosogatószeret használtunk, akkor az üvegedényt használat előtt gondosan át kell öblíteni.

6. A MINTA KÉSZÍTÉSE

Lásd az 1. módszert (77/535/EGK irányelv, HL L 213., 1977.8.22., 1. o.).

7. ELJÁRÁS

7.1. Mintavétel

Mérjük le a műtrágyából 1 vagy 2 g-ot, attól függően, hogy mennyi a termékben az elem várható koncentrációja. Az alábbi táblázatot kell használni ahhoz, hogy megfelelő hígítás után a végső oldat az egyes módszereknek megfelelő mérési tartományon belül essen. A mintákat 1 mg-os pontossággal kell bemérni.

A nyomelem megadott koncentrációja a műtrágyában (%)	< 0,01	0,01– < 5	> 5–10
A vizsgálati minta tömege (g)	10	5	2
Az adott elem tömege a mintában (mg)	1	0,5–250	100–200
A kivonat térfogata, V (ml)	250	500	500
Az adott elem koncentrációja a kivonatban (mg/l)	4	1–500	200–400

Vigyük át a mintát egy 250 ml-es főzőpohárba.

⁽¹⁾ HL L 281., 1989.9.30., 116. o.

7.2. Az oldat elkészítése

Ha szükséges, nedvesítsük meg a mintát egy kis vízzel, majd óvatosan, kis részletekben adjuk hozzá annyiszor 10 ml hígított sósavat (4.1.), ahány g-ot bemértünk a műtrágyából, és ezután adjunk hozzá kb. 50 ml vizet. Fedjük le a főzőpoharat óraüveggel, és keverjük össze a tartalmát. A főzőlapon forraljuk fel, majd tartsuk forrásban 30 percen keresztül. Időnként megkeverve hagyjuk lehűlni. Vigyük át veszteség nélkül egy 250 vagy 500 ml-es mérőlombikba (lásd a táblázatot). Töltsük a jelig vízzel, és gondosan keverjük össze. Szűrjük át egy száraz szűrőn, száraz edénybe. Öntsük el a szűrlet első részét. A kivonatnak tökéletesen tisztának kell lennie.

Ajánlatos a meghatározásokat késedelem nélkül elvégezni a tiszta szűrlet *aliquot* részein. Ha nem azonnal végezzük a mérést, akkor a kivonatokat tartalmazó lombikokat dugóval zárjuk le.

Megjegyzés: Az olyan kivonatoknál, amelyeknél a bórtartalmat kell meghatározni, a következőképpen járunk el: állítsuk be a pH-értéket koncentrált ammónia oldattal (4.2.) 4 és 6 közé.

8. MEGHATÁROZÁS

Az egyes nyomelemek meghatározását a külön minden nyomelemre előírt módszerben megadott *aliquot* részekben kell elvégezni.

Ha szükséges, a 9.3. módszerrel távolítsuk el a szerves kelát- vagy komplexképző anyagokat a kivonat egy *aliquot* részéből. Ha a meghatározást atomabszorpciós spektrometriával végezzük, akkor erre nincs feltétlenül szükség.

9.2. módszer

A VÍZOLDHATÓ NYOMELEMEK KIVONÁSA

1. CÉL

A módszer eljárást ír le a következő nyomelemek vízzeloldható formáinak meghatározásához: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. A célkitűzés az, hogy minél kevesebb kivonást kelljen elvégezni, és amikor csak lehet, ugyanazt a kivonatot használjuk fel a fent felsorolt nyomelemek koncentrációjának meghatározásához.

2. ALKALMAZÁSI KÖR

Ez az eljárás azokra az EGK-műtrágyákra vonatkozik, amelyek a 89/530/EGK irányelv hatálya alá tartoznak, és a következő nyomelemek egyikét, vagy közülük többet tartalmaznak: bór, kobalt, réz, vas, mangán, molibdén és cink. Alkalmazható minden nyomelemre, amelynek megadott koncentrációja 10 % vagy annál alacsonyabb.

3. ALAPELV

A nyomelemeket úgy vonjuk ki, hogy a műtrágyát $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ hőmérsékleten vízzel rázatjuk.

Megjegyzés: A kivonás tapasztalati jellegű és előfordulhat, hogy nem veszteségmentes.

4. REAGENSEK

4.1. Hígított sósavoldat (HCl), kb. 6 M:

Keverjük össze 1 térfogatrész sósavat ($\rho = 1,18\text{ g/ml}$) 1 térfogatrész vízzel.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Rotációs rázógépet, 35–40 fordulat/perc sebességre állítva.

5.2. pH-mérő.

Megjegyzés: Ha a kivonat bórtartalmát kell meghatározni, ne használjunk boroszilikát üvegedényt. Teflon vagy kvarcüveg alkalmazása javasolt. Ha a leöblítéskor borátokat tartalmazó mosogatószerrel használtak, az üvegedényt használat előtt alaposan át kell öblíteni.

6. A MINTA KÉSZÍTÉSE

Lásd az 1. módszert (77/535/EGK irányelv, [HL L 213., 1977.8.22., 1. o.]).

7. ELJÁRÁS

7.1. Mintavétel

Mérjük le a műtrágyából 1 vagy 2 g-ot, attól függően, hogy mennyi a termékben az elem várható koncentrációja. Az alábbi táblázatot kell használni ahhoz, hogy a végső oldat megfelelő hígítás után az egyes módszereknek megfelelő mérési tartományon belül essen. A mintákat 1 mg-os pontossággal kell bemérni.

A nyomelem megadott koncentrációja a műtrágyában (%)	< 0,01	0,01– < 5	> 5–10
A vizsgálati minta tömege (g)	10	5	2
Az adott elem tömege a mintában (mg)	1	0,5–250	100–200
A kivonat térfogata, V (ml)	250	500	500
Az adott elem koncentrációja a kivonatban (mg/l)	4	1–500	200–400

Vigyünk a mintát egy 250 vagy 500 ml-es lombikba (a táblázat alapján).

7.2. Az oldat elkészítése

Adjunk kb. 200 ml vizet a 250 ml-es lombikba, vagy 400 ml vizet az 500 ml-es lombikba.

Zárjuk le jól a lombikot. Rázzuk meg erősen kézzel, hogy jól eloszlassuk a mintát, azután helyezzük a lombikot a rázógépre, és 30 percig rázassuk.

Vízzel töltjük a jelig, és gondosan keverjük össze.

7.3. A mintaoldat elkészítése

Szűrjük le rögtön száraz, tiszta lombikba. A lombikot zárjuk le dugóval. A meghatározást a szűrést követően azonnal végezzük el.

Megjegyzés: Ha a szűrlet fokozatosan zavarossá válik, végezzünk új kivonást a 7.1. és 7.2. pont szerint, Ve térfogatú lombikot használva. Szűrjük át a kivonatot W térfogatú, előzetesen kiszáritott mérőlombikba, amelybe már töltöttünk 5,00 ml hígított sósavat (4.1.). Állítsuk le a szűrést pontosan abban a pillanatban, amikor a folyadékszint eléri a kalibrációs jelet. Gondosan keverjük össze.

Ilyen körülmények közt az eredmények megadásakor a V értéke:

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

Az eredmények kiszámításakor a hígítás ettől a V értéktől függ.

8. MEGHATÁROZÁS

Az egyes nyomelemek meghatározását a külön minden egyes nyomelemekre előírt módszerben megadott *aliquot* részekben kell elvégezni.

Ha szükséges, a 9.3. módszerrel távolítsuk el a szerves kelát- vagy komplexképző anyagokat a kivonat egy *aliquot* részéből. Ha a meghatározást atomabszorpciós spektrometriával végezzük, akkor erre nincs feltétlenül szükség.

9.3. módszer

SZERVES VEGYÜLETEK ELTÁVOLÍTÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBÓL

1. CÉL

Ez a módszer a szerves vegyületek műtrágyakivonatokból való eltávolítására vonatkozó eljárást írja le.

2. ALKALMAZÁSI KÖR

Az eljárást a 9.1. és 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 89/530/EGK irányelv az összes és/vagy a vízzoldható elemek bejelentését előírja.

Megjegyzés: Kis mennyiségű szerves anyag jelenléte az atomabszorpciós spektrometriával történő meghatározást általában nem zavarja.

3. ALAPELV

Az *aliquot* részben jelen lévő szerves vegyületeket hidrogén-peroxiddal oxidáljuk.

4. REAGENSEK

4.1. Hígított sósavoldat (HCl), kb. 0,5 M:

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) 20 térfogatrész vízzel.

4.2. Hidrogén-peroxid oldat (30 % H_2O_2 , $\rho = 1,11 \text{ g/ml}$), nyomelemtől mentes.

5. ESZKÖZÖK

Szabályozható hőmérsékletű elektromos főzőlap.

6. ELJÁRÁS

Vegyünk 25 ml-t a 9.1. vagy 9.2. módszerrel nyert kivonatból, és vigyük át egy 100 ml-es főzőpohárba. A 9.2. módszerrel nyert kivonat esetében adjunk hozzá 5 ml hígított sósavoldatot (4.1.). Azután adjunk hozzá 5 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.2.). Takarjuk le óraüveggel. Hagyjuk kb. 1 órán keresztül szobahőmérsékleten oxidálódni, majd fokozatosan melegítsük forrásig, és fél óráig forraljuk. Ha szükséges, lehűlés után még egyszer adjunk hozzá 5 ml hidrogén-peroxidot. Végül forraljuk fel a hidrogén-peroxid felesleg eltávolításához. Hagyjuk lehűlni, és vigyük át veszteség nélkül egy 50 ml-es mérőlombikba, majd töltsük a jelig. Szűrjük le, ha szükséges.

Amikor *aliquot* részeket veszünk ki, illetve a termékben a nyomelem százalékos koncentrációját kiszámítjuk, ezt a hígítást figyelembe kell venni.

9.4. módszer

NYOMELEMEK MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN ATOMABSORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL.

(ÁLTALÁNOS ELJÁRÁS)

1. CÉL

A módszer bizonyos nyomelemek műtrágyakivonatokban jelen lévő mennyiségének atomabszorpciós spektrometrias módszerrel történő meghatározásához ír elő általános eljárást.

2. ALKALMAZÁSI KÖR

Az eljárást a 9.1. és 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 89/530/EGK irányelv az összes és/vagy a vízben oldható elemek bejelentését előírja.

Ennek az eljárásnak különböző nyomelemekre történő alkalmazása az egyes elemek esetében meghatározott módszerek leírásában van részletezve.

Megjegyzés: Kis mennyiségű szerves anyag jelenléte a legtöbb esetben nem zavarja az atomabszorpciós spektrometriával történő meghatározást.

3. ALAPELV

Miután a kivonatot szükség szerint kezeltük a zavaró kémiai anyagok mennyiségének csökkentése vagy eltávolítása érdekében, a kivonatot meghígítjuk úgy, hogy a koncentráció a spektrofotométer optimális mérési tartományába essen a nyomelem meghatározásához alkalmas hullámhossznál.

4. REAGENSEK

4.1. Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 6 M:

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) 1 térfogatrész vízzel.

4.2. Hígított sósavoldat (HCl), kb. 0,5 M:

Keverjünk össze 1 térfogatrész sósavat ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) 20 térfogatrész vízzel.

4.3. Lantánsóoldatok (10 g La/l).

Ezt a vegyszert a kobalt, vas, mangán és cink meghatározásához használjuk. Az alábbi módszerek egyikének alkalmazásával készíthető el:

- a) Lantán-oxidot sósavban (4.1.) feloldunk. Tegyük 11,73 g lantán-oxidot (La_2O_3) 150 ml vízzel egy literes mérőlombikba, és adjunk hozzá 120 ml 6 M sósavat (4.1.). Hagyjuk feloldódni, majd vízzel egészítsük ki egy literre, és gondosan keverjük össze. Ez az oldat kb. 0,5 M töménységű, sósavban oldva; vagy
- b) Lantán-klorid, -szulfát vagy -nitrát oldattal. Oldjunk fel 26,7 g lantán-klorid-heptahidrátot ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) vagy 31,2 g lantán-nitrát-hexahidrátot ($\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) vagy 26,2 g lantán-szulfát-nonahidrátot ($\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) 150 ml vízben, azután adjunk hozzá 85 ml 6 M sósavat (4.1.). Hagyjuk feloldódni, majd vízzel egészítsük ki térfogatát 1 literre. Gondosan keverjük össze. Ez az oldat kb. 0,5 M töménységű, sósavban oldva.

4.4. Kalibrációs oldatok

Ezek készítésére vonatkozóan lásd az egyes nyomelemekre megadott egyedi vizsgálati módszereket.

5. ESZKÖZÖK

Atomabszorpciós spektrométer a meghatározandó elemekre jellemző sugárzás kibocsátására alkalmas fényforrásokkal felszerelve.

A vegyésznek követnie kell a műszer gyártójának használati utasítását, és értenie kell a műszer kezeléséhez. A műszer tegye lehetővé a háttérkorrekció alkalmazását, hogy azt szükség esetén (Co és Zn meghatározásokhoz) használni lehessen. A vizsgálatokhoz levegőt és acetilén gázt kell használni.

6. AZ ELEMZENDŐ OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

6.1. A meghatározandó elemeket tartalmazó kivont oldatok készítése.

Lásd a 9.1. és/vagy 9.2., illetve szükség szerint a 9.3. módszert.

6.2. A mintaoldat kezelése

Hígítsuk fel a 9.1., a 9.2. vagy a 9.3. módszerrel kapott kivonat *aliquot* részét vízzel és/vagy sósavval (4.1.) vagy (4.2.) úgy, hogy a végső mérési oldatban a meghatározandó elem koncentrációja megfeleljen az alkalmazott kalibrációs tartománynak (7.2.) és a sósav koncentrációja legyen legalább 0,5 M és legfeljebb 2,5 M. Ehhez egy vagy több egymást követő hígítás elvégzésére van szükség.

A kivonat végső hígításával nyert oldat egy *aliquot* részét vegyük ki, a térfogatát nevezzük (a) ml-nek, és vigyük át egy 100 ml-es mérőlombikba. Ha kobalt-, vas-, mangán- vagy cinktartalmat határozunk meg, akkor adjunk hozzá 10 ml lantánsóoldatot (4.3.). Töltsük fel a jelig a 0,5 M sósavoldattal (4.2.), és gondosan keverjük össze. Ez a végső mérési oldat. A hígítási tényezőt nevezzük D-nek.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vakoldat készítése

Készítsünk vakoldatot úgy, hogy a kivonástól kezdve megismételjük az egész eljárást, de nem adjuk hozzá a bemért műtrágyamintát.

7.2. Kalibrációs oldatok készítése

Az egyes nyomelemekre egyedileg megadott módszerek szerint készített kalibrációs munkaoldatok felhasználásával 100 ml-es mérőlombikokban készítsünk legalább 5 kalibrációs oldatból álló, növekvő koncentrációjú sorozatot a spektrométer optimális méréstartományán belül. Ha szükséges, állítsuk be a sósav koncentrációját úgy, hogy az a hígított mintaoldatok (6.2.) sósav koncentrációjához a lehető legközelebb essen. Kobalt, vas, mangán vagy cink meghatározásakor adjunk az oldatokhoz 10 ml-t ugyanabból a lantánsóoldatból (4.3.), amit a 6.2. pontnál használtunk. Töltsük fel a jelig a 0,5 M sósavoldattal (4.2.), és keverjük alaposan össze.

7.3. Meghatározás

Készítsük elő a spektrofotométert (5.) a mérésekhez, és állítsuk be az egyes nyomelemekhez a módszer által megadott hullámhosszra.

Porlasszuk be háromszor egymást követően a kalibrációs oldatokat (7.2.), a mintaoldatot (6.2.) és a vakoldatot (7.1.), miközben feljegyezzük az egyes eredményeket, és kiöblítjük a készüléket az egyes porlasztások között desztillált vízzel.

Vegyük fel a kalibrációs görbét úgy, hogy minden kalibrációs oldatra (7.2.) nézve a spektrométeren leolvasott értékek átlagát felvesszük az ordinátán, az elem $\mu\text{g/ml}$ -ben kifejezett megfelelő koncentrációit pedig az abszcisszáján.

Ebből a görbéből határozzuk meg az érintett nyomelem koncentrációját a mérőoldatban (x_s), (6.2.) és a vakoldatban (x_b) (7.1.), a koncentrációkat $\mu\text{g/ml}$ -ben kifejezve.

8. AZ EREDMÉNYEK MEGADÁSA

A nyomelem %-os koncentrációja (E) a műtrágyában egyenlő:

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

ha a 9.3. módszert használtuk:

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

ahol:

E a meghatározott nyomelem mennyisége, a műtrágya %-ában kifejezve;

x_s a mintaoldat (6.2.) koncentrációja $\mu\text{g/ml}$ -ben;

x_b a vakoldat (7.1.) koncentrációja $\mu\text{g/ml}$ -ben;

V a 9.1. vagy 9.2. módszerrel nyert kivonat térfogata ml-ben;

D a végrehajtott hígításnak (6.2.) megfelelő tényező;

M a 9.1. vagy 9.2. módszer szerint bemért minta tömege g-ban.

A D hígítási tényező számítása:

Ha a (a_1), (a_2), (a_3), ... (a_i) és (a) az *aliquot* részek, és (v_1), (v_2), (v_3), ... (v_i) és (100) a hígításaiknak rendre megfelelő térfogatok ml-ben kifejezve, akkor a D hígítási tényező:

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

9.5. módszer

BÓR MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN AZOMETIN-H SPEKTROFOTOMETRIÁS MÓDSZERREL

1. CÉL

A módszer a bór műtrágyakivonatokban történő meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI KÖR

Az eljárást a 9.1. és 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 89/530/EGK irányelv az összes és/vagy a vízben oldható bórartalom bejelentését előírja.

3. ALAPELV

A borátionok azometin-H oldatban sárga színű komplexet képeznek, amelynek koncentrációját molekuláris abszorpciós spektrometriával 410 nm-en határozzuk meg. A zavaró ionokat EDTA-val fedjük el.

4. REAGENSEK

4.1. EDTA puffer oldat

300 ml vizet tartalmazó 500 ml-es mérőlombikba tegyünk:

- 75 g ammónium-acetátot ($\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$),
- 10 g dinátrium-etilén-diamin-tetraacetátot (Na_2EDTA),
- 40 ml ecetsavat (CH_3COOH , $\rho = 1,05 \text{ g/ml}$).

Töltsük fel a jelig vízzel, és gondosan keverjük össze. Az oldat pH-ját üvegelektóddal ellenőrizzük, az $4,8 \pm 0,1$ legyen.

4.2. Azometin-H oldat

200 ml-es mérőlombikba tegyünk

- 10 ml pufferoldatot (4.1.),
- 400 mg azometin-H-t ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$),
- 2 g aszkorbinsavat ($C_6H_8O_6$).

Töltsük fel a jelig, és gondosan keverjük össze. Ebből a reagensből ne készítsünk nagy mennyiséget, mert csak pár napig stabil.

4.3. Bór mérőoldatok

4.3.1. Bór törzsoldat (100 µg/ml)

Oldjunk fel 0,5719 g bórsavat (H_3BO_3) vízben, egy 1 000 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a jelig vízzel, és gondosan keverjük össze. Töltsük műanyag edénybe, és tároljuk hűtőszekrényben.

4.3.2. Bór munkaoldat (10 µg/ml)

Tegyünk 50 ml törzsoldatot (4.3.1.) egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel, és gondosan keverjük össze.

5. ESZKÖZÖK

Spektrométer molekuláris abszorpció mérésekhez, 10 mm optikai úthosszú küvettákkal, 410 nm hullámhosszra állítva.

6. AZ ELEMZENDŐ OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

6.1. A bór oldat készítése

Lásd a 9.1. és/vagy a 9.2., illetve értelemszerűen a 9.3. módszert.

6.2. A mintaoldat készítése

A kivonat (6.1.) *aliquot* részét hígítsuk meg úgy, hogy a 7.2. pontban megadott koncentrációt kapjuk. Két egymást követő hígítás lehet szükséges. Nevezzük a hígítási tényezőt D-nek.

6.3. A korrekciós oldat elkészítése

Ha a mintaoldat (6.2.) színes, készítsünk megfelelő korrekciós oldatot oly módon, hogy műanyag küvettába teszünk 5 ml mintaoldatot (6.2.), 5 ml EDTA puffer oldatot (4.1.) és 5 ml vizet, majd jól elkeverjük.

7. ELJÁRÁS

7.1. A vakoldat elkészítése

Készítsünk vakoldatot úgy, hogy az egész eljárást megismételjük a kivonástól kezdve, de nem mérünk be műtrágyamintát.

7.2. A kalibrációs oldatok elkészítése

Tegyünk 0, 5, 10, 15, 20 és 25 ml kalibrációs munkaoldatot (4.3.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Töltsük fel a jelig vízzel, és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok 0 és 2,5 µg/ml között tartalmazzak bórt.

7.3. Színelőhívás

Tegyünk a kalibrációs oldatokból (7.2.), a mintaoldatokból (6.2.) és a vakoldatból (7.1.) 5-5 ml-t műanyag lombikokba. Adjunk hozzájuk 5 ml EDTA puffer oldatot (4.1.). Adjunk hozzájuk 5 ml azometin-H oldatot (4.2.).

Gondosan keverjük össze, és 2 és fél–3 órára sötét helyre állítva hagyjuk a színt kialakulni.

7.4. Mérés

Mérjük meg a 7.3. pont szerint kapott oldatokat, és ha szükség van rá, a korrekciós oldat (6.3.) abszorbanciáját 410 nm-en, vízzel szemben. Minden leolvasás előtt vízzel öblítsük át a lombikokat.

8. AZ EREDMÉNYEK MEGADÁSA

Ábrázoljuk a kalibrációs görbét úgy, hogy a kalibrációs oldatok (7.2.) koncentrációját az abszcisszára, a spektrofotométerről leolvasott abszorbanciát (7.4.) az ordinátára mérjük fel.

Olvassuk le a kalibrációs görbéről a bórkoncentrációt a vakpróbában (7.1.), a bórkoncentrációt a mintaoldatban (6.2.), és ha a mintaoldatunk színes volt, akkor a mintaoldat korrigált koncentrációját is. Az utóbbi kiszámításához vonjuk ki a korrekciós oldat abszorbanciáját a mintaoldat abszorbanciájából (6.2.), és így határozzuk meg a mintaoldat korrigált koncentrációját. Jegyezzük fel a mintaoldat korrigált (6.2.) vagy korrekció nélküli (x_s) koncentrációját és a vakoldat (x_b) koncentrációját.

A műtrágya százalékban kifejezett bórtartalmát az alábbi képlet adja meg:

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

Ha a 9.3. módszert használtuk:

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

ahol:

B a bórtartalom a műtrágya százalékában kifejezve;

x_s a mintaoldat (6.2.) koncentrációja ($\mu\text{g/ml}$), korrekcióval vagy anélkül;

x_b a vakoldat (7.1.) koncentrációja ($\mu\text{g/ml}$);

V a 9.1. vagy 9.2. módszer szerint nyert kivonat térfogata;

D a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője;

M a 9.1. vagy 9.2. módszer szerint bemért minta tömege g-ban.

A D hígítási tényező kiszámítása: ha (a1) és (a2) egymást követő *aliquot* részek és (v1) és (v2) a megfelelő hígítások szerinti térfogatok, a D hígítási tényező a következő:

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

9.6. módszer

KOBALT MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYÁKBAN ATOMABSORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL

1. CÉL

Ez a módszer a kobalt műtrágyakivonatokban történő meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI KÖR

Az eljárást a 9.1. és 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyaminták vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 89/530/EGK irányelv az összes és/vagy a vízben oldható kobalttartalom megadását előírja.

3. ALAPELVE

A kivonatok megfelelő kezelése és hígítása után a kobalttartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. REAGENSEK

4.1. Sósavoldat, kb. 6 M

Lásd a 9.4 módszert (4.1.).

4.2. Sósavoldat, kb. 0,5 M

Lásd a 9.4 módszert (4.2.).

4.3. Lantánsóoldatok (10 g La/l)

Lásd a 9.4 módszert, (4.3.).

4.4. Kobalt kalibrációs oldatok

4.4.1. Kobalt törzsoldat (1 000 µg/ml)

250 ml-es főzőpohárba mérjünk be 1 g kobaltot 0,1 mg-os pontossággal, adjunk hozzá 25 ml 6 M sósavat (4.1.), és melegítsük főzőlapon, amíg a kobalt teljesen fel nem oldódik. Amikor lehűlt, vigyük át veszteség nélkül egy 1 000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel, és gondosan keverjük össze.

4.4.2. Kobalt munkaoldat (100 µg/ml)

Vigyük 10 ml törzsoldatot (4.4.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 0,5 M sósavoldattal (4.2.), és gondosan keverjük össze.

5. ESZKÖZÖK

Atomabszorpciós spektrométer: lásd a 9.4. módszert (5.). A műszernek a kobalthoz megfelelő sugárforrással (240,7 nm) kell rendelkeznie. A spektrométernek alkalmasnak kell lennie háttérkorrekció elvégzésére.

6. AZ ELEMZENDŐ OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

6.1. Kivont kobaltoldat

Lásd a 9.1. és/vagy a 9.2., illetve értelemszerűen a 9.3. módszert.

6.2. A mintaoldat elkészítése

Lásd a 9.4. módszert (6.2.). A mintaoldatnak 10 térfogatszázalék lantánsóoldatot (4.3.) kell tartalmaznia.

7. ELJÁRÁS

7.1. A vakoldat készítése

Lásd a 9.4. módszert (7.1.). A vakoldatnak 10 térfogatszázalék lantánsóoldatot (6.2.) kell tartalmaznia.

7.2. A kalibrációs oldatok elkészítése

Lásd a 9.4. módszert (7.2.).

A kobalt 0–5 µg/ml közötti optimális meghatározási tartományának beállításához öntsünk rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml-t a munkaoldatból (4.4.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Ha szükséges, a sósav koncentrációt állítsuk be úgy, hogy a mintaoldatok sósav-koncentrációjához a lehető legközelebb essen. Adjunk mindegyik mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban alkalmazott lantánsóoldatból. Töltsük fel 100 ml-re 0,5 M sósavoldattal (4.2.), és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 µg/ml kobaltot tartalmaznak.

7.3. Mérés

Lásd a 9.4. módszert (7.3.). Készítsük fel a spektrométert (5.) 240,7 nm-en történő mérésre.

8. AZ EREDMÉNYEK MEGADÁSA

Lásd a 9.4. módszert (8.).

A műtrágya százalékban kifejezett kobalttartalmát az alábbi egyenlet adja meg:

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

Ha a 9.3. módszert használtuk:

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

ahol:

Co a műtrágya százalékban kifejezett kobalttartalma;

x_s a mintaoldat (6.2.) koncentrációja (µg/ml);

x_b a vakoldat (7.1.) koncentrációja (µg/ml);

V a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint nyert kivonat mennyisége (ml);

D a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője;

M a 9.1. módszer vagy a 9.2. módszer szerint bemért minta tömege (g).

A D hígítási tényező kiszámítása: Ha az (a1), (a2), (a3), ... (ai) és (a) az *aliquot* részek, és (v1), (v2), (v3), ... (vi) és 100 a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

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

9.7. módszer

RÉZ MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN ATOMABSORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL

1. CÉL

Ez a módszer a réz műtrágyakivonatokban való meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI KÖR

Az eljárást 9.1. és 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyamintáknak a vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 89/530/EGK irányelv az összes és/vagy a vízben oldható réztartalom megadását előírja.

3. ALAPELV

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a réztartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. REAGENSEK

4.1. Sósavoldat, kb. 6 M

Lásd a 9.4. módszert (4.1.).

4.2. Sósavoldat, kb. 0,5 M

Lásd a 9.4. módszert (4.2.).

4.3. Hidrogén-peroxid oldat (30 % H₂O₂, ρ = 1,11 g/ml), nyomelemektől mentes.

4.4. Réz kalibrációs oldatok

4.4.1. Réz törzsoldat (1 000 µg/ml)

Mérjük be 250 ml-es főzőpohárba 1 g rezet 0,1 mg-os pontossággal, és adjunk hozzá 25 ml 6 M sósavat (4.1.), majd adjunk még hozzá 5 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.3.), végül melegítsük főzőlapon, amíg a réz teljesen fel nem oldódik. Vigyük át veszteség nélkül egy 1 000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel, és gondosan keverjük össze.

4.4.2. Réz munkaoldat (100 µg/ml)

Helyezzünk 20 ml törzsoldatot (4.4.1.) egy 200 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 0,5 M sósavoldattal (4.2.), és gondosan keverjük össze.

5. ESZKÖZÖK

Atomabszorpciós spektrométer: lásd a 9.4. módszert (5.). A műszer legyen felszerelve rézre jellemző sugarak (324,8 nm) kibocsátására alkalmas fényforrással.

6. AZ ELEMZENDŐ OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

6.1. Kivont rézoldat

Lásd a 9.1. és/vagy a 9.2., illetve értelemszerűen a 9.3 módszert.

6.2. A mintaoldat elkészítése

Lásd a 9.4. módszert (6.2.).

7. ELJÁRÁS

7.1. Vakoldat készítése

Lásd a 9.4. módszert (7.1.).

7.2. A kalibrációs oldatok elkészítése

Lásd a 9.4. módszert (7.2.).

A réz 0–5 µg/ml közötti optimális meghatározási tartományának beállításához öntsünk rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml munkaoldatot (4.4.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Ha szükséges, a sósav-koncentrációt állítsuk be úgy, hogy az a mintaoldat (6.2.) sósav-koncentrációjához a lehető legközelebb essen. Töltsük fel 100 ml-re 0,5 M sósavoldattal (4.2.), és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 µg/ml rezet tartalmaznak.

7.3. Meghatározás

Lásd a 9.4. módszert (7.3.). Készítsük fel a spektrométert (5.) 324,8 nm hullámhosszon történő mérésre.

8. AZ EREDMÉNYEK MEGADÁSA

Lásd a 9.4. módszert (8.).

A műtrágya százalékban kifejezett réztartalmát az alábbi egyenlet adja meg:

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

Ha a 9.3. módszert használtuk:

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

ahol:

Cu a műtrágya százalékban kifejezett réztartalma;

x_s a mintaoldat koncentrációja (µg/ml) (6.2);

X_b a vakoldat koncentrációja (µg/ml) (7.1);

V a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint nyert kivonat mennyisége (ml);

D a 6.2. szerint végzett hígítás tényezője;

M a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint bemért minta tömege (g).

A D hígítási tényező kiszámítása: Ha az (a1), (a2), (a3),... (ai) és (a) az *aliquot* részek, és (v1), (v2), (v3),... (vi) és 100 a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

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

9.8. módszer

VAS MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN ATOMABSZORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL

1. CÉL

A módszer a vas műtrágyakivonatokban való meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI KÖR

Az eljárás a 9.1. és 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyamintáknak a vizsgálatára vonatkozik, amelyekre a 89/530/EGK irányelv az összes és/vagy a vízben oldható vastartalom megadását előírja.

3. ALAPELV

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a vastartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. REAGENSEK

4.1. Sósavoldat, kb. 6 M

Lásd a 9.4. módszert (4.1.).

4.2. Sósavoldat, kb. 0,5 M

Lásd a 9.4. módszert (4.2.).

4.3. Hidrogén-peroxid oldat (30 % H₂O₂, ρ = 1,11 g/ml), nyomelemektől mentes.

4.4. Lantánsóoldatok (10 g La literenként)

Lásd a 9.4. módszert (4.3.).

4.5. Vas kalibrációs oldatok

4.5.1. Vas törzsoldat (1 000 µg/ml)

Mérjük be 500 ml-es főzőpohárba 1 g tiszta vashuzalt 0,1 mg-os pontossággal, adjunk hozzá 200 ml 6 M sósavat (4.1.) és 15 ml hidrogén-peroxid oldatot (4.3.). Melegítsük főzőlapon, amíg a vas teljesen fel nem oldódik. Amikor lehűlt, vigyük át veszteség nélkül egy 1 000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel, és gondosan keverjük össze.

4.5.2. Vas munkaoldat (100 µg/ml)

Helyezzünk 20 ml törzsoldatot (4.5.1.) egy 200 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 0,5 M sósavoldattal (4.2.), és gondosan keverjük össze.

5. ESZKÖZÖK

Atomabszorpciós spektrométer: lásd a 9.4. módszert (5.). A műszer legyen felszerelve vasra jellemző sugarak (248,3 nm) kibocsátására alkalmas fényforrással.

6. AZ ELEMZENDŐ OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

6.1. Kivont vasoldat

Lásd a 9.1. és/vagy a 9.2., illetve értelemszerűen a 9.3. módszert.

6.2. A mintaoldat elkészítése

Lásd a 9.4. módszert (6.2.). A mintaoldatnak 10 térfogatszázalék lantánsóoldatot kell tartalmaznia.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vakoldat készítése

Lásd a 9.4. módszert (7.1.). A mintaoldatnak 10 térfogatszázalék, a 6.2. pontban használt lantánsóoldatot kell tartalmaznia.

7.2. A kalibrációs oldatok elkészítése

Lásd a 9.4. módszert (7.2.).

A vas 0–10 µg/ml közötti optimális meghatározási tartományának beállításához tegyünk rendre 0, 2, 4, 6, 8 és 10 ml munkaoldatot (4.5.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Ha szükséges, a sósav-koncentrációt állítsuk be úgy, hogy az a mintaoldat sósav-koncentrációjához a lehető legközelebb essen. Tegyük mindegyik mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban használt lantánsóoldatból. Töltsük fel 0,5 M sósavoldattal (4.2.), és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 2, 4, 6, 8 és 10 µg/ml vasat tartalmaznak.

7.3. Meghatározás

Lásd a 9.4. módszert (7.3.). Készítsük fel a spektrofotométert (5.) 248,3 nm hullámhosszon történő mérésre.

8. AZ EREDMÉNYEK MEGADÁSA

Lásd a 9.4. módszert (8.).

A műtrágya százalékos vastartalmát a következő egyenlettel lehet kiszámítani:

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

Ha a 9.3 módszert használtuk:

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

ahol:

Fe a műtrágya százalékbán kifejezett vastartalma;

x_s a mintaoldat koncentrációja (µg/ml) (6.2.);

x_b a vakoldat koncentrációja (µg/ml) (7.1.);

V a 9.1. vagy 9.2. módszer szerint nyert kivonat térfogata (ml);

D a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője;

M a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint bemért vizsgálati minta tömege (g).

A D hígítási tényező kiszámítása: ha az (a1), (a2), (a3), ... (ai) és (a) az *aliquot* részek, és (v1), (v2), (v3), ... (vi) és (100) a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

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

9.9. módszer

MANGÁN MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN ATOMABSZORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL

1. CÉL

A módszer a mangán műtrágyakivonatokban való meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI KÖR

Az eljárást a 9.1. és 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyamintáknak a vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 89/530/EGK irányelv az összes és/vagy a vízben oldható mangántartalom bejelentését előírja.

3. ALAPELV

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a mangántartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. REAGENSEK

4.1. Sósavoldat, kb. 6 M

Lásd a 9.4. módszert (4.1.).

4.2. Sósav oldat, kb. 0,5 M

Lásd a 9.4. módszert (4.2.).

4.3. Lantánsó oldatok (10 g La/liter)

Lásd a 9.4. módszert (4.3.).

4.4. Mangán kalibrációs oldatok

4.4.1. Mangán törzsoldat (1 000 µg/ml)

Mérjünk be 250 ml-es főzőpohárba 1 g mangánt 0,1 mg-os pontossággal, adjunk hozzá 25 ml 6 M sósavoldatot (4.3.). Melegítsük főzőlapon, amíg a mangán teljesen fel nem oldódik. Amikor lehűlt, vigyük át veszteség nélkül egy 1 000 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig vízzel, és gondosan keverjük össze.

4.4.2. Mangán munkaoldat (100 µg/ml)

Hígítsunk fel 20 ml törzsoldatot (4.4.1.) 0,5 M sósavban (4.2.) egy 200 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a 0,5 M sósavoldattal (4.2.), és gondosan keverjük össze.

5. ESZKÖZÖK

Atomabszorpciós spektrométer: lásd a 9.4. módszert (5.). A műszer legyen felszerelve mangánnak megfelelő sugarak (279,6 nm) kibocsátására alkalmas fényforrással.

6. AZ ELEMZENDŐ OLDAT KÉSZÍTÉSE

6.1. Kivont mangánoldat

Lásd a 9.1. és/vagy 9.2. módszert, illetve értelemszerűen a 9.3 módszert.

6.2. A mintaoldat elkészítése

Lásd a 9.4. módszert (6.2.). A mintaoldat 10 térfogatszázalék lantánsóoldatot tartalmazzon (4.3.).

7. ELJÁRÁS

7.1. Vakoldat készítése

Lásd a 9.4. módszert (7.1.). A vakoldat 10 térfogatszázalék, a 6.2-ben alkalmazott lantánsót tartalmazzon.

7.2. A kalibrációs oldatok elkészítése

Lásd a 9.4. módszert (7.2.).

A mangán 0–5 µg/ml közötti optimális meghatározási tartományának beállításához tegyünk rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml munkaoldatot (4.4.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Ha szükséges, akkor a sósav koncentrációt állítsuk be úgy, hogy a mintaoldatok sósav-koncentrációjához a lehető legközelebb essen. Adjunk mindegyik mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban használt lantánsóoldatból. Töltsük fel 100 ml-re a 0,5 M sósavoldattal (4.2.), és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 µg/ml mangánt tartalmaznak.

7.3. Meghatározás

Lásd a 9.4. módszert (7.3). Készítsük fel a spektrométert (5.) 279,6 nm-en történő mérésre.

8. AZ EREDMÉNYEK MEGADÁSA

Lásd a 9.4. módszert (8.).

A műtrágya százalékban kifejezett mangántartalmát az alábbi egyenlet adja meg:

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

Ha a 9.3. módszert használtuk:

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

ahol:

Mn a műtrágya százalékban kifejezett mangántartalma;

x_s a mintaoldat koncentrációja (µg/ml) (6.2);

x_b a vakoldat koncentrációja (µg/ml) (7.1);

V a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint nyert kivonat térfogata (ml);

D a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője;

M a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint bemért minta tömege (g).

A D hígítási tényező kiszámítása: Ha az (a1), (a2), (a3),... (ai) és (a) az *aliquot* részek, és (v1), (v2), (v3),... (vi) és 100 a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

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

9.10. módszer

MOLIBDÉN MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN AMMÓNIUM-TIOCIANÁTTAL KÉPZETT KOMPLEXÉNEK SPEKTROFOTOMETRIÁS MÉRÉSÉVEL

1. CÉL

A módszer a molibdén műtrágyakivonatokban való meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI KÖR

Az eljárást a 9.1. és 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyamintáknak a vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 89/530/EGK irányelv az összes és/vagy a vízben oldható molibdéntartalom megadását előírja.

3. ALAPELV

A molibdén (V) savas közegben SCN-ionokkal $[\text{MoO}(\text{SCN})_5]$ -komplexet képez.

A komplexet n-butyl-acetáttal vonjuk ki. A zavaró ionok, így a vas-ionok a vizes fázisban maradnak. A sárga-narancs színt molekuláris abszorpciósspektrometriával 470 nm-en mérjük.

4. REAGENSEK

4.1. Hígított sósav (HCl) oldat, kb. 6 M

Lásd a 9.4. módszert (4.1.).

4.2. Réz oldat (70 mg/l) 1,5 M sósavoldatban

Mérjünk be 275 mg rézszulfátot ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 0,1 mg pontossággal, és oldjuk fel 250 ml 6 M sósavoldatban (4.1.) egy 1 000 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a jelig vízzel, és gondosan rázzuk össze.

4.3. Aszkorbinsavoldat (50 g/l)

Oldjunk fel 50 g aszkorbinsavat ($C_6H_8O_6$) vízben egy 1 000 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a jelig vízzel, rázzuk össze gondosan, és tartsuk hűtőszekrényben.

4.4. n-butil-acetát

4.5. Ammónium-tiocianát oldat, 0,2 M

Oldjunk fel 15,224 g NH_4SCN -ot vízben egy 1 000 ml-es mérőlombikban. Töltsük fel a jelig vízzel, gondosan rázzuk össze, és tartsuk sötét üvegben.

4.6. Ón-klorid oldat (50 g/l) 2 M sósavban

Ennek az oldatnak tökéletesen tisztának kell lennie, és közvetlenül a felhasználás előtt kell elkészíteni. Használjunk nagyon tiszta ón-kloridot, másképpen az oldat nem lesz tiszta.

100 ml oldat készítéséhez oldjunk fel 5 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ -ot 35 ml 6 M sósavban (4.1.). Adjunk hozzá 10 ml-t a rézoldatból (4.2.). Vízzel töltsük fel a jelig, és gondosan keverjük össze.

4.7. Molibdén kalibrációs oldatok

4.7.1. Molibdén törzsoldat (500 µg/ml)

Tegyünk 0,1 mg pontossággal bemért 0,920 g ammónium-molibdenátot $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ egy 1 000 ml-es mérőlombikba, és oldjuk fel 6 M sósavban (4.1.). Ugyanezzel az oldattal töltsük fel a jelig, és gondosan keverjük össze.

4.7.2. Molibdén közbenső oldat (25 µg/ml).

A törzsoldat (4.7.1.) 25 ml-ét tegyük egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 6 M sósavval (4.1.), és gondosan keverjük össze.

4.7.3. Molibdén munkaoldat (2,5 µg/ml)

Vigyük át a közbenső oldat (4.7.2.) 10 ml-ét egy 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel a jelig 6 M sósavoldattal, és gondosan keverjük össze.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Molekuláris abszorpció mérésére alkalmas spektrométer 20 mm optikai úthosszú küvettákkal ellátva, 470 nm hullámhosszon való mérésre beállítva.

5.2. 200 ml-es vagy 250 ml-es választótölcsérek.

6. AZ ELEMZENDŐ OLDAT ELKÉSZÍTÉSE

6.1. Kivont molibdén-oldat

Lásd a 9.1. és/vagy a 9.2., illetve értelemszerűen a 9.3. módszert.

6.2. A mintaoldat elkészítése

A kivonat (6.1.) *aliquot* részét hígítsuk meg 6 M sósavoldattal (4.1.), hogy megfelelő molibdén koncentrációt kapjunk. Nevezzük a hígítási tényezőt D-nek.

Vegyünk ki egy *aliquot* részt az (a) kivonatból, ami 1–12 µg közötti mennyiségű molibdént tartalmaz, és tegyük a választótölcsérbe (5.2.). Töltsük fel 50 ml-re a 6 M sósavoldattal (4.1.).

7. ELJÁRÁS

7.1. A vakoldat készítése

Készítsünk vakoldatot úgy, hogy a kivonástól kezdve az egész eljárást megismételjük, a műtrágyaminta bemérése nélkül.

7.2. Kalibrációs sorozat készítése

Legalább hat, növekvő koncentrációjú kalibrációs oldatot készítsünk a spektrométer optimális érzékenységi tartományának megfelelő koncentráció-tartományban.

A 0–12,5 µg molibdén tartományhoz tegyünk rendre 0, 1, 2, 3, 4, és 5 ml munkaoldatot (4.7.3.) a választótölcsérbe (5.2.). Egészítsük ki a térfogatukat 50 ml-re 6 M sósavval (4.1.). Így a tölcserék rendre 0, 2,5, 5, 7,5, 10 és 12,5 µg molibdént tartalmaznak.

7.3. A komplex kialakítása és elválasztása

Minden egyes választótöltésbe (6.2., 7.1. és 7.2.) tegyünk az alábbi sorrendben:

- 10 ml réz oldatot (4.2.),
- 20 ml aszkorbinsav-oldatot (4.3.),

gondosan keverjük össze, várjunk két-három percet, azután adjunk hozzá:

- 10 ml n-butil-acetátot (4.4.), precíziós pipettát használva,
- 20 ml tiocianátoldatot (4.5.).

Rázzuk egy percig, hogy a komplex átmenjen a szerves fázisba; hagyjuk szétválni a fázisokat; ha a két fázis szétvált, az egész vizes fázist vonjuk ki és öntsük el; majd a szerves fázist mossuk:

- 10 ml ón-klorid oldattal (4.6.).

Rázzuk egy percig. Hagyjuk szétválni, és a teljes vizes fázist engedjük le. Gyűjtsük a szerves fázist kémcsőbe, ezáltal lehetővé válik, hogy a szuszpendált vízcseppeket is összegyűjtsük.

7.4. Meghatározás

Mérjük le a 7.3. szerint kapott oldatok abszorbanciáját 470 nm hullámhosszon, a 0 µg/ml molibdén kalibrációs oldattal (7.2.) szemben.

8. AZ EREDMÉNYEK MEGADÁSA

Készítsük el a kalibrációs görbét úgy, hogy a kalibrációs oldatokban (7.2.) lévő molibdén µg-ban kifejezett mennyiségét az abszcisszán, a spektrométerről leolvasott megfelelő abszorbancia értékeket (7.4.) pedig az ordinátán ábrázoljuk.

A görbe segítségével határozzuk meg a molibdén tömegét a mintaoldatban (6.2.) és a vakoldatban (7.1.). Ezeket a tömegeket nevezzük rendre x_s -nek és x_b -nek.

A műtrágya százalékban kifejezett molibdéntartalma:

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

Ha a 9.3. módszert használtuk:

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

ahol:

Mo a műtrágya százalékos molibdéntartalma;

a az utolsó hígításból (6.2.) kivett *aliquot* térfogata, (ml);

x_s a Mo tömege a mintaoldatban (6.2.), (mg);

x_b a Mo tömege a vakoldatban (7.1.), amelynek térfogata a mintaoldat (6.2.) *aliquot* része térfogatának felel meg;

V a 9.1. vagy 9.2. módszerrel nyert kivonat térfogata, (ml);

D a 6.2. szerinti hígítás tényezője;

M a 9.1. vagy 9.2. módszer szerint bemért minta tömege, (g).

A D hígítási tényező számítása: ha (a1), (a2) egymást követő *aliquot* részek, és (v1), (v2) a megfelelő hígításaik térfogata, a hígítási tényező a következő:

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

9.11. módszer

CINK MEGHATÁROZÁSA MŰTRÁGYAKIVONATOKBAN ATOMABSORPCIÓS SPEKTROMETRIÁVAL

1. CÉL

A módszer a cink műtrágyakivonatokban való meghatározásának eljárását írja le.

2. ALKALMAZÁSI KÖR

Az eljárást a 9.1. és 9.2. módszerrel kivont olyan műtrágyamintáknak a vizsgálatára lehet alkalmazni, amelyekre a 89/530/EGK irányelv az összes és/vagy a vízben oldható cinktartalom megadását előírja.

3. ALAPELV

A kivonatok megfelelő kezelését és hígítását követően a cinktartalmat atomabszorpciós spektrometriával határozzuk meg.

4. REAGENSEK

4.1. Sósavoldat, kb. 6 M

Lásd a 9.4. módszert (4.1.).

4.2. Sósavoldat, kb. 0,5 M

Lásd a 9.4. módszert (4.2.).

4.3. Lantánsóoldatok (10 g La/liter)

Lásd a 9.4. módszert (4.3.).

4.4. Cink kalibrációs oldatok

4.4.1. Cink törzsoldat (1 000 µg/ml)

1 000 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 1 g cinkport vagy -lemezt 0,1 mg pontossággal bemérve, 25 ml 6 M sósavban (4.1.). Miután teljesen feloldódott, töltsük fel a jelig vízzel, és gondosan keverjük össze.

4.4.2. Cink munkaoldat (100 µg/ml)

Egy 200 ml-es mérőlombikban hígítsunk fel 20 ml törzsoldatot (4.4.1.) 0,5 M sósavoldatban (4.2.). Töltsük fel a jelig 0,5 M sósavoldattal, és gondosan keverjük össze.

5. ESZKÖZÖK

Atomabszorpciós spektrométer: lásd a 9.4. módszert (5.). A műszer legyen felszerelve cinkre jellemző sugarak (213,8 nm) kibocsátására alkalmas fényforrással. A spektrométernek alkalmasnak kell lennie háttérkorrekció elvégzésére.

6. A MINTAOLDAT KÉSZÍTÉSE

6.1. Kivont cinkoldat

Lásd a 9.1. és/vagy a 9.2., illetve értelemszerűen a 9.3 módszert.

6.2. A mintaoldat elkészítése

Lásd a 9.4. módszert (6.2.). A mintaoldat 10 térfogatszázalék lantánsóoldatot tartalmazzon.

7. ELJÁRÁS

7.1. Vakoldat készítése

Lásd a 9.4. módszert (7.1.). A vakoldat 10 térfogatszázalék, a 6.2. pontban alkalmazott lantánsóoldatot tartalmazzon.

7.2. A kalibrációs oldatok elkészítése

Lásd a 9.4. módszert (7.2.).

A cink 0-5 µg/ml közötti optimális meghatározási tartományának beállításához öntsünk rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 ml munkaoldatot (4.4.2.) 100 ml-es mérőlombikokba. Ha szükséges, a sósav-koncentrációt állítsuk be úgy, hogy az a mintaoldatok sósav-koncentrációjához a lehető legközelebb essen. Adjunk mindegyik mérőlombikba 10 ml-t a 6.2. pontban használt lantánsóoldatból. Töltsük fel 100 ml-re 0,5 M sósavoldattal (4.2.), és gondosan keverjük össze. Ezek az oldatok rendre 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 és 5 µg/ml kobaltot tartalmaznak.

7.3. Meghatározás

Lásd a 9.4. módszert (7.3.). Készítsük fel a spektrométert 213,8 nm hullámhosszon történő mérésre.

8. AZ EREDMÉNYEK MEGADÁSA

Lásd a 9.4. módszert (8.).

A műtrágya százalékban kifejezett cinktartalmát az alábbi egyenlet adja meg:

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

Ha a 9.3. módszert használtuk:

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

ahol:

Zn a műtrágya százalékban kifejezett cinktartalma;

x_s a (6.2.) mintaoldat koncentrációja ($\mu\text{g/ml}$);

x_b a (7.1.) vakoldat koncentrációja ($\mu\text{g/ml}$);

V a 9.1. vagy 9.2. módszer szerint nyert kivonat térfogata (ml);

D a 6.2. pont szerint végzett hígítás tényezője;

M a 9.1. vagy a 9.2. módszer szerint bemért minta tömege (g).

A D hígítási tényező kiszámítása: Ha az (a_1), (a_2), (a_3), ... (a_i) és (a) az *aliquot* részek, és (v_1), (v_2), (v_3), ... (v_i) és 100 a hígításoknak rendre megfelelő térfogatok, akkor a D hígítási tényező:

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