

31995L0008

20.4.1995.

EIROPAS KOPIENU OFICIĀLAIS VĒSTNESIS

L 86/41

KOMISIJAS DIREKTĪVA 95/8/EK**(1995. gada 10. aprīlis),****ar ko groza Direktīvu 77/535/EEK par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz mēslošanas līdzekļu paraugu ņemšanas un analīzes metodēm****(analīzes metodes mikroelementu noteikšanai koncentrācijās, kas lielākas par 10 %)**

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

IR PIEŅĒMUSI ŠO DIREKTĪVU.

ņemot vērā Eiropas Kopienas dibināšanas līgumu,

1. pants

ņemot vērā Padomes 1975. gada 18. decembra direktīvu 76/116/EEK par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz mēslošanas līdzekļiem ⁽¹⁾, ar jaunākajiem grozījumiem, kas izdarīti ar Padomes direktīvu 89/530/EEK ⁽²⁾ un īpaši tās 9. panta 2. punktu,

Šīs Direktīvas pielikumā izklāstīto teksto ar šo pievieno Direktīvas 77/535/EEK II pielikumam.

Šīs metodes Kopienā ir pielietojamas mēslošanas līdzekļiem katrā tāda mikroelementa noteikšanai, kura deklarētais daudzums ir lielāks par 10 %.

tā kā Līguma 8.a pants izveido telpu bez iekšējām robežām, kurā ir nodrošināta brīva preču, personu, pakalpojumu un kapitāla aprīte;

2. pants

tā kā direktīva 89/530/EEK papildina un groza direktīvu 76/116/EEK par mikroelementiem boru, kobaltu, varu, dzelzi, mangānu, molibdēnu un cinku mēslošanas līdzekļos;

1. Dalībvalstīs vēlākais līdz 1995. gada 31. decembrim stājas spēkā normatīvie un administratīvie akti, kas vajadzīgi, lai izpildītu šīs direktīvas prasības. Dalībvalstis par to tūlīt informē Komisiju.

Kad dalībvalstis paredz šos pasākumus, tajos ietver atsauci uz šo Direktīvu vai arī šādu atsauci pievieno to oficiālajai publikācijai. Dalībvalstis nosaka metodes, kā veikt šādas atsauces.

tā kā Komisijas direktīva 77/535/EEK ⁽³⁾, kas pēdējo reizi grozīta ar direktīvu 93/1/EEK ⁽⁴⁾ paredz Kopienas mēslošanas līdzekļu oficiālu kontroli, lai pārbaudītu atbilstību Kopienas noteiktajām prasībām attiecībā uz mēslošanas līdzekļu kvalitāti un sastāvu, tā kā Direktīva 77/535/EEK būtu jāpapildina tā, lai varētu pārbaudīt arī mēslošanas līdzekļus, uz kuriem attiecas Padomes Direktīva 89/530/EEK;

2. Dalībvalstis dara zināmus Komisijai galvenos savu tiesību aktu noteikumus, ko tās pieņem jomā, ko regulē šī Direktīva.

3. pants

tā kā, ievērojot ierosinātās rīcības darbības jomu un ietekmi, Kopienas pasākumi, ko paredz šī Direktīva, ir ne vien vajadzīgi, bet arī obligāti izvirzīto mērķu sasniegšanai, tā kā šos mērķus dalībvalstis individuāli sasniegt nevar un to sasniegšanu Kopienas līmenī faktiski jau paredz Direktīva 76/116/EEK;

Šī direktīva stājas spēkā trešajā dienā pēc tās publicēšanas *Eiropas Kopienų Oficiālajā Vēstnesī*.

Briselē, 1995. gada 10. aprīlī

tā kā šajā Direktīvā noteiktie pasākumi saskan ar Mēslošanas līdzekļu tirdzniecības tehnisko šķēršļu novēršanas un tehnikas modernizēšanas direktīvu komitejas atzinumu,

Komisijas vārdā —

Komisijas loceklis

Martin BANGEMANN

⁽¹⁾ OV L 24, 30.1.1976., 21. lpp.⁽²⁾ OV L 281, 30.9.1989., 116. lpp.⁽³⁾ OV L 213, 22.8.1977., 1. lpp.⁽⁴⁾ OV L 113, 7.5.1993., 17. lpp.

PIELIKUMS

"10. metode

MIKROELEMENTI KONCENTRĀCIJĀS, KAS LIELĀKAS PAR 10 %

10.1. metode

KOPĒJO MIKROELEMENTU EKSTRAHĒŠANA

1. SATURS

Šī metode izklāsta ekstrahēšanas procedūru sekojošiem mikroelementiem: kopējam boram, kopējam kobaltam, kopējam varam, kopējai dzelzij, kopējam mangānam, kopējam molibdēnam un kopējam cinkam. Mērķis ir izdarīt minimālu ekstrakciju skaitu, kur iespējams, izmantojot vienu un to pašu ekstraktu, lai noteiktu katra augstāk minētā mikroelementa kopējo līmeni.

2. IZMANTOŠANAS JOMA

Šī procedūra ietver Kopienas mēslošanas līdzekļus, uz ko attiecas Kopienas direktīva 89/530/EEK un kuri satur vienu vai vairākus sekojošos mikroelementus: boru, kobaltu, dzelzi, mangānu, molibdēnu un cinku. Tā ir pielietojama ikvienam mikroelementam, kura deklarētā koncentrācija ir lielāka par 10 %.

3. PRINCIPS

Izšķīdināšana vārošā atšķaidītā sālsskābē.

Piezīme: Ekstrakcija ir empiriska un atkarībā no produkta vai citām mēslošanas līdzekļa sastāvdaļām var nebūt kvantitatīva. Īpaši dažu mangāna oksīdu gadījumā ekstrahētais daudzums var izrādīties būtiski mazāks par kopējo mangāna daudzumu, ko produkts satur. Mēslošanas līdzekļu ražotāja atbildība ir nodrošināt, lai deklarētais saturs patiešām atbilstu tam, kas metodei atbilstošos apstākļos ekstrahēts.

4. REAĢENTI

4.1. Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, aptuveni 6 M

Sajauc 1 tilpumu sālsskābes ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) ar 1 tilpumu ūdens.

4.2. Koncentrēts amonija hidroksīda šķīdums (NH_4OH , $\rho = 0,9 \text{ g/ml}$)

5. APARATŪRA

5.1. Elektriskā plītiņa ar maināmu temperatūru.

5.2. pH metrs

Piezīme: Ja ekstraktā jānosaka bora saturs, nelieto borsilikāta stikla traukus. Tā kā metode ir saistīta ar sildīšanu, vēlams lietot teflona vai kvarca traukus. Ja trauki ir mazgāti ar boru saturošiem mazgāšanas līdzekļiem, tos rūpīgi izskalo.

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Sk. 1. metodi (Direktīva 77/535/EEK)

7. PROCEDŪRA

7.1. Pārbaudāmais paraugs

Atkarībā no elementa deklarētā satura ražojumā ņem 1 vai 2 g mēslošanas līdzekļa. Lai iegūtu gala šķīdumu, kas pēc atbilstošas atšķaidīšanas atbilst katras metodes mērīšanas diapazonam, izmanto zemāk doto tabulu. Paraugi ir jāsver ar precizitāti līdz 1 mg.

Mikroelementa deklarētais daudzums mēslošanas līdzeklī (%)	> 10 < 25	≥ 25
Analizējamā parauga masa (g)	2	1
Elementa masa paraugā (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Ekstrakta tilpums (ml)	500	500
Elementa koncentrācija ekstraktā (mg/l)	> 400 < 1000	≥ 500

Paraugu ievieto 250 ml vārglāzē.

7.2. Šķīduma pagatavošana

Ja vajadzīgs, paraugu samitrina ar neredzamu ūdeni, uz 1 g mēslošanas līdzekļa uzmanīgi nelielās porcijās pielej 10 ml atšķaidītas sālsskābes (4.1.), pēc tam pielej aptuveni 50 ml ūdeni. Apsedz vārglāzi ar pulksteņstiklu un sajauc. Uz elektriskās plītnes uzsilda līdz vārīšanās temperatūrai un vāra 30 minūtes. Šādā veidā pamaisot, ļauj atdzist. Kvantitatīvi pārnes 500 ml mērkolbā. Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei un rūpīgi sajauc. Caur sausu filtru nofiltrē sausā traukā. Pirmo porciju izlej. Šķīdumam jābūt pilnīgi dzidram.

Dzidrā filtrāta alikvotai daļai noteikšanu ieteicams veikt nekavējoties, pretējā gadījumā trauku aizkorķē.

Piezīme: Ekstraktiem, kuros jānosaka bora saturs.

Ar koncentrētu amonija hidroksīda šķīdumu (4.2.) noregulē pH starp 4 un 6.

8. NOTEIKŠANA

Katra mikroelementa noteikšanu izdara alikvotās daļās, kas norādītas metodē katram atsevišķam mikroelementam.

10.5., 10.6., 10.7., 10.9., un 10.10. metodi nevar izmantot helātu vai kompleksu formā esošu mikroelementu noteikšanai. Tādos gadījumos pirms noteikšanas ir jāpielieto 10.3. metode.

Nosakot ar AAS (10.8. un 10.11. metode) tāda apstrāde nav vajadzīga.

10.2. metode

ŪDENĪ ŠĶĪSTOŠO MIKROELEMENTU EKSTRAHĒŠANA

1. SATURS

Šī metode izklāsta ūdenī šķīstošo formu ekstrahēšanas procedūru šādiem mikroelementiem: boram, kobaltam, varam, dzelzij, mangānam, molibdēnam un cinkam. Mērķis ir izdarīt minimālu ekstrakciju skaitu, kur iespējams, izmantojot vienu un to pašu ekstraktu, lai noteiktu katra augstāk minētā mikroelementa līmeni.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Šī procedūra ietver Kopienas mēslošanas līdzekļus, uz ko attiecas Kopienas direktīva 89/530/EEK un kuri satur vienu vai vairākus šādus mikroelementus: boru, kobaltu, dzelzi, mangānu, molibdēnu un cinku. Tā ir pielietojama ikvienam mikroelementam, kura deklarētā koncentrācija ir lielāka par 10 %.

3. PRINCIPS

Mikroelementus ekstrahē, kratot mēslošanas līdzekļus ūdenī pie 20 ± 2 °C.

Piezīme: Ekstrakcija ir empīriskā un var nebūt kvantitatīva.

4. REAĢENTI

4.1. Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, aptuveni 6 M

Sajauc 1 tilpumu sālsskābes ($\rho = 1,18$ g/ml) ar 1 tilpumu ūdeni.

5. APARATŪRA

5.1. Rotācijas kratītājs, noregulēts uz 35 līdz 40 apgriezieniem minūtē.

Piezīme: Ja ekstraktā jānosaka bora saturs, nelieto borsilikāta stikla traukus. Tā kā metode ir saistīta ar sildīšanu, vēlams lietot teflona vai kvarca traukus. Ja trauki ir mazgāti ar boru saturošiem mazgāšanas līdzekļiem, tos rūpīgi izskalo.

6. PARAugA SAGATAVOŠANA

Sk. 1. metodi (Direktīva 77/535/EEK)

7. PROCEDŪRA

7.1. Pārbaudāmais paraugs

Atkarībā no elementa deklarētā satura ražojumā ņem 1 vai 2 g mēslošanas līdzekļa. Lai iegūtu gala šķīdumu, kas pēc atbilstošas atšķaidīšanas atbilst katras metodes mērījumu diapazonam, izmanto tālāk doto tabulu. Paraugi ir jāsvēr ar precizitāti līdz 1 mg.

Mikroelementa deklarētais daudzums mēslošanas līdzeklī (%)	> 10 < 25	≥ 25
Analizējamā parauga masa (g)	2	1
Elementa masa analizējamā paraugā (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Ekstrakta tilpums (ml)	500	500
Elementa koncentrācija ekstraktā (mg/l)	> 400 < 1000	≥ 500

Paraugu ievieto 500 ml vārglāzē.

7.2. Šķīduma sagatavošana

Pielej apmēram 400 ml ūdens.

Kolbu labi aizkorķē. Enerģiski krata ar roku, lai disperģētu paraugu, pēc tam ievieto kolbu kratītājā un krata 30 minūtes.

Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei un rūpīgi sajauc.

7.3. Analizējamā šķīduma sagatavošana

Nekavējoši filtrē tīrā sausā kolbā, un kolbu aizkorķē. Noteikšanu veic tūlīt pēc filtrēšanas.

Piezīme: Ja filtrātā parādās duļķes, atbilstoši 7.1. un 7.2. izdara vēl vienu ekstrakciju kolbā ar tilpumu V_e . Filtrē iepriekš izžāvētā mērkolbā ar tilpumu W, kurā ir 5 ml atšķaidītas sālsskābes (4.1.). Filtrēšanu pārtrauc tieši tajā momentā, kad ir sasniegta kalibrēšanas zīme. Rūpīgi sajauc.

Šajos apstākļos V vērtība rezultātu izteiksmē ir:

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

Atšķaidījums rezultātu izteiksmē ir atkarīgs no šīs V vērtības.

8. NOTEIKŠANA

Katra mikroelementa noteikšanu izdara alikvotām daļām, kas norādītas metodē katram atsevišķam mikroelementam.

10.5., 10.6., 10.7., 10.9., un 10.10. metodi nevar izmantot helātu vai kompleksu formā esošu mikroelementu noteikšanai. Tādos gadījumos pirms noteikšanas ir jāpielieto 10.3. metode.

Nosakot ar AAS (10.8. un 10.11. metode) tāda apstrāde nav vajadzīga.

10.3. metode

ORGANISKO VIELU IZVADĪŠANA NO MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTIEM

1. SATURS

Šī metode izklāsta procedūru organisko vielu izvadīšanai no mēslošanas līdzekļu ekstraktiem.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Šī procedūra ir pielietojama, analizējot mēslošanas līdzekļu paraugus, kas ekstrahēti atbilstoši 10.1. un 10.2. metodēm un kuriem direktīva 89/530/EK prasa uzrādīt kopējo un/vai ūdenī šķīstošo elementu saturu.

Piezīme: Mazu organisko vielu daudzumu klātie neietekmē noteikšanu ar atomu absorbcijas spektrometriju.

3. PRINCIPS

Organiskās vielas ekstrakta alikvotā daļā oksidē ar ūdeņraža peroksīdu.

4. REAĢENTI

4.1. Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, aptuveni 0,5 M

Sajauc 1 tilpumu sālsskābes ($\rho = 1,18$ g/ml) ar 20 tilpumiem ūdens.

4.2. Ūdeņraža peroksīda šķīdums (30 % H_2O_2 , $\rho = 1,11$ g/ml), mikroelementus nesaturošs.

5. APARATŪRA

Elektriskā plītiņa ar maināmu temperatūru.

6. PROCEDŪRA

25 ml ekstrakta šķīduma, kas iegūts ar 10.1. vai 10.2. metodi, ielej 100 ml vārglāzē. Ja lieto 10.2. metodi, pievieno 5 ml atšķaidītas sālsskābes (4.1.). Pēc tam pielej 5 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma (4.2.). Aplāj ar pulksteņstiklu. Ļauj istabas temperatūrā vienu stundu notikt oksidācijai, pēc tam pakāpeniski uzsilda līdz vārīšanās temperatūrai un pusstundu vāra. Ja vajadzīgs, atdzisušam šķīdumam vēlreiz pielej 5 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma. Pēc tam vāra, lai atbrīvotos no ūdeņraža peroksīda pārākuma. Ļauj atdzist, kvantitatīvi pārnes 50 ml mērkolbā un uzpilda līdz zīmei. Ja vajadzīgs, nofiltrē.

Šis atšķaidījums jāņem vērā, ņemot alikvotu daļu un aprēķinot mikroelementu procentuālo daudzumu ražojumā.

10.4. metode

MIKROELEMENTU NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR ATOMU ABSORBCIJAS SPEKTROMETRIJU

(VISPĀRĒJĀ PROCEDŪRA)

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta vispārējā procedūra dzelzs un cinka līmeņu noteikšanai mēslošanas līdzekļu ekstraktos ar atomu absorbcijas spektrometriju.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Šī procedūra ir pielietojama, analizējot mēslošanas līdzekļu paraugus, kas ekstrahēti atbilstoši 10.1. un 10.2. metodēm un kuriem direktīva 89/530/EEK prasa uzraudzīt kopējās un/vai ūdenī šķīstošās dzelzs un cinka saturu. Šīs procedūras pieskaņošana dažādiem mikroelementiem ir detalizēti apskatīta katram elementam specifisko metožu izklāstā.

Piezīme: Mazu organisko vielu daudzumu klātiešana vairumā gadījumu neietekmē noteikšanu ar atomu absorbcijas spektrometriju.

3. PRINCIPS

Kad ekstrakts, ja vajadzīgs, ir apstrādāts, lai samazinātu vai izvadītu traucējošās ķīmiskās vielas, ekstraktu atšķaida, lai tā koncentrācija būtu spektrometra optimālajā diapazonā pie viļņa garuma, kas piemērots nosakāmajam mikroelementam.

4. REAĢENTI

4.1. Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, aptuveni 6 M

Sajauc 1 tilpumu sālsskābes ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) ar 1 tilpumu ūdens.

4.2. Atšķaidīts sālsskābes (HCl) šķīdums, aptuveni 0,5 M

Sajauc 1 tilpumu sālsskābes ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) ar 20 tilpumiem ūdens.

4.3. Lantāna sāls šķīdums (10 g La litrā)

Šo reaģentu izmanto dzelzs un cinka noteikšanā. To var sagatavot ar vienu no paņēmieniem:

a) lantāna oksīdu izšķīdinot sālsskābē (4.1.). Ievieto 11,73 g lantāna oksīda (La_2O_3) 1 litra mērkolbā 150 mililitros ūdens un pievieno 120 ml 6 M sālsskābes (4.1.). Ļauj izšķīst, pēc tam uzpilda ar ūdeni līdz vienam litram un rūpīgi sajauc. Šis šķīdums ir aptuveni 0,5 M šķīdums sālsskābē;

b) ar lantāna hlorīda, sulfāta vai nitrāta šķīdumu.

Izšķīdina 26,7 g lantāna hlorīda heptahidrāta ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) vai 31,2 g lantāna nitrāta heksahidrāta ($\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) vai 26,2 g lantāna sulfāta nonahidrāta ($\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9(\text{H}_2\text{O})$) 150 mililitros ūdens, pēc tam pieliek 85 ml 6 M sālsskābes (4.1.). Ļauj izšķīst, pēc tam uzpilda ar ūdeni līdz zīmei. Rūpīgi sajauc. Šis šķīdums ir aptuveni 0,5 M šķīdums sālsskābē.

4.4. Kalibrēšanas šķīdumi

Lai tos pagatavotu, sk. Katra mikroelementa individuālās noteikšanas metodi.

5. APARATŪRA

Atomu absorbcijas spektrometrs, aprīkots ar starojuma avotiem, kas izstaro nosakāmajiem mikroelementiem raksturīgo starojumu.

Analītiķim ir jāievēro ražotāja instrukcijas un jāprot rīkoties ar aparātu. Jābūt iespējai ar aparātu izdarīt fona korekciju, lai vajadzības gadījumā korekciju varētu lietot (piem., Zn). Izmantojamās gāzes ir gaiss un acetilēns.

6 ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1. Nosakāmos elementus saturošā ekstrakta šķīduma pagatavošana

Sk. 10.1. un/vai 10.2. metodi un, ja tas ir piemēroti, 10.3. metodi.

6.2. Analizējamā šķīduma apstrāde

Ar 10.1., 10.2. vai 10.3. metodi iegūtā ekstrakta alikvotu daļu atšķaida ar ūdeni un/vai sālsskābi (4.1.) vai (4.2.), lai mērījumiem izmantojamā gala šķīdumā iegūtu tādu nosakāmā elementa koncentrāciju, kas ir piemērota lietotajam kalibrācijas diapazonam (7.2.), un lai sālsskābes koncentrācija būtu ne mazāka par 0,5 M un ne lielāka par 2,5 M. Šai operācijai var būt vajadzīgas viena vai vairākas secīgas atšķaidīšanas.

Gala šķīdumu iegūst, ielejot atšķaidītā ekstrakta alikvotu daļu 100 ml mērkolbā. Alikvotās daļas tilpums ir (a) ml. Pieliek 10 ml lantāna sāls šķīduma (4.3.), uzpilda līdz zīmei ar 0,5 M sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi sajauc. Atšķaidīšanas koeficients ir D.

7. PROCEDŪRA

7.1. Tukšā šķīduma pagatavošana

Tukšo šķīdumu pagatavo, atkārtojot visu procedūru, sākot ar ekstrahēšanas posmu, tikai bez mēslošanas līdzekļa analizējamā parauga.

7.2. Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana

No kalibrēšanas darba šķīduma, kas ir pagatavots ar katram individuālam mikroelementam doto metodi, 100 ml mērkolbās pagatavo vismaz piecus pieaugošas koncentrācijas kalibrēšanas šķīdumus spektrometra optimālā mērīšanas diapazonā. Ja vajadzīgs, pier Regulē sālsskābes koncentrāciju, lai tā būtu iespējami tuvu skābes koncentrācijai atšķaidītā pārbaudāmā šķīdumā (6.2.). Nosakot dzelzi vai cinku, pievieno 10 ml tā paša lantāna sāls šķīduma (4.3.), kas lietots (6.2.). Ar 0,5 M sālsskābes šķīdumu (4.2.) uzpilda līdz zīmei un rūpīgi sajauc.

7.3. Noteikšana

Sagatavo noteikšanai spektrometru (5.) un noregulē to uz viļņa garumu, kas metodē norādīts attiecīgajam individuālajam mikroelementam.

Trīs reizes pēc kārtas izsmidzina kalibrācijas šķīdumus (7.2.), pārbaudāmo šķīdumu (6.2.) un tukšo šķīdumu (7.1.), atzīmē katru rezultātu un starp atsevišķām izsmidzināšanām skalo aparātu ar destilēta ūdens strūklu.

Uzzīmē kalibrēšanas līkni, atliekot uz ordinātas katra kalibrēšanas šķīduma (7.2.) vidējo spektrometra nolasījumu un atliekot uz abscisas attiecīgo elementa koncentrāciju, kas izteikta µg/ml.

No līknes nolasā attiecīgā mikroelementa koncentrāciju X_s pārbaudāmajā šķīdumā (6.2.) un koncentrāciju X_b tukšajā šķīdumā (7.1.), izsakot koncentrāciju µg/ml.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Mikroelementa procentus mēslošanas līdzeklī aprēķina pēc formulas:

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

Ja ir lietota 10.3. metode:

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

kur:

E noteiktais mikroelementa daudzums, izteikts procentos mēslošanas līdzeklī;

X_s analizējamā šķīduma (6.2.) koncentrācija µg/ml;

X_b tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija µg/ml;

V ar 10.1. vai 10.2. metodi iegūtā ekstrakta tilpums ml;

D koeficients, kas atbilst atšķaidīšanai, kas izdarīta (6.2.);

M pārbaudāmā parauga, kas ņemts atbilstoši 10.1. vai 10.2. metodei, masa gramos.

Atšķaidīšanas koeficienta D aprēķins:

Ja (a_1), (a_2), (a_3), ..., (a_i) un (a) ir secīgas alikvota daļas un (v_1), (v_2), (v_3), ..., (v_i) un (100) ir tilpumi, kas atbilst to attiecīgajam atšķaidījumam, tad atšķaidīšanas koeficients D ir:

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

10.5. metode

BORA NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR ACIDIMETRISKO TITRĒŠANU

1. SATURS

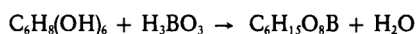
Šajā dokumentā izklāstīta bora noteikšanas procedūra mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. DARBĪBAS JOMA

Šī procedūra ir pielietojama, analizējot mēslošanas līdzekļu paraugus, kas ekstrahēti atbilstoši 10.1. un 10.2. metodēm un kuriem direktīva 89/530/EEK prasa uzrādīt kopējo un/vai ūdenī šķīstošā bora saturu.

3. PRINCIPS

Sekojošā borāta un mannozes reakcijā veidojas mannozes-bora komplekss:



Kompleksu ar nātrija hidroksīda šķīdumu titrē līdz pH 6,3.

4. REAĢENTI

4.1. Metilsarkanā indikatora šķīdums

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$) 50 ml etanola (95 %) 100 ml mērkolbā. Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei. Rūpīgi sajauc.

4.2. Atšķaidīts sālsskābes šķīdums, aptuveni 0,5 M

Vienu tilpumu sālsskābes ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) atšķaida 20 tilpumos ūdens.

4.3. Nātrija hidroksīda šķīdums, aptuveni 0,5 M

Nedrīkst saturēt oglekļa dioksīdu. Izšķīdina 20 g nātrija hidroksīda (NaOH) lodīšu 1 litra mērkolbā, kurā ir aptuveni 800 ml ūdens. Kad šķīdums ir atdzisis, ar vārītu ūdeni uzpilda līdz zīmei un rūpīgi sajauc.

4.4. Nātrija hidroksīda standartšķīdums, aptuveni 0,025 M

Nedrīkst saturēt oglekļa dioksīdu. Atšķaida 0,5 M nātrija hidroksīda šķīdumu (4.3.) 20 reizi ar vārītu ūdeni un rūpīgi sajauc. Ir jānosaka šķīduma vērtība, izsakot kā boru (B) (sk. 9. punktu).

4.5. Bora kalibrēšanas šķīdums (100 $\mu\text{g/ml}$ B)

Izšķīdina ūdenī 1 000 ml mērkolbā 0,5719 g borskābes (H_3BO_3), kas nosvērta ar precizitāti līdz tuvākajam 0,1 mg. Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei un rūpīgi sajauc. Pārlej plastmasas pudelē glabāšanai ledusskapī.

4.6. D-mannozes pulveris ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6$)

4.7. Nātrija hlorīds (NaCl)

5. APARATŪRA

5.1. pH metrs ar stikla elektrodu

5.2. Magnētiskais maisītājs

5.3. 400 ml vārglāze ar teflona spieķīti

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1. Bora šķīduma sagatavošana

Sk. 10.1., 10.2. un, ja tas ir piemēroti, 10.3. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. Analīze

Ielej 400 ml vārglāzē (5.3.) ekstrakta (6.1.) alikvotu daļu (a), kas satur 2 līdz 4 mg bora. Pielej 150 ml ūdens.

Piepilina dažus pilienus metilsarkanā indikatora šķīduma (4.1.).

Ekstrahējot pēc 10.2. metodes, paskābina, pieliekot 0,5 M sāļsskābi (4.2.) līdz indikatora šķīduma krāsas maiņas punktam, pēc tam pieliek vēl 0,5 ml 0,5 M sāļsskābes (4.2.).

Kad pielikti 3 g nātrija hlorīda (4.7.), uzkaršē līdz vārīšanās temperatūrai, lai izvadītu oglekļa dioksīdu. Ļauj atdzist. Novieto vārglāzi uz magnētiskā maisītāja (5.2.) un ieliek iepriekš kalibrētus pH metra elektrodus (5.1.).

Vispirms ar 0,5 M nātrija hidroksīda šķīdumu (4.3.), pēc tam ar 0,025 M nātrija hidroksīda šķīdumu (4.4.) noregulē pH precīzi uz 6,3.

Pieliek 20 g D-mannozes (4.6.), pilnīgi izšķīdina un rūpīgi sajauc. Titrē ar 0,025 M nātrija hidroksīda šķīdumu (4.4.) līdz pH 6,3 (stabils vismaz 1 minūti). Titrēšanai vajadzīgo tilpumu apzīmē ar X_1 .

8. TUKŠAIS MĒGINĀJUMS

Tukšo šķīdumu sagatavo, atkārtotot visu procedūru no šķīduma pagatavošanas posma, tikai atmetot mēslošanas līdzekli. Titrēšanai vajadzīgo tilpumu apzīmē ar X_0 .

9. NĀTRIJA HIDROKSĪDA ŠĶĪDUMA (4.4.) BORA (B) VĒRTĪBA

Ar pipeti pārnes 20 ml (2,0 mg B) kalibrēšanas šķīduma (4.5.) 400 ml vārglāzē un piepilina dažus pilienus metilsarkanā indikatora šķīduma (4.1.). Pieliek 3 g nātrija hlorīda (4.7.) un sāļsskābes šķīdumu (4.2.) līdz indikatora šķīduma (4.1.) krāsas maiņas punktam.

Tilpumu palielina līdz aptuveni 150 ml un pakāpeniski uzsilda līdz vārīšanās temperatūrai, lai izvadītu oglekļa dioksīdu. Ļauj atdzist. Novieto vārglāzi uz magnētiskā maisītāja (5.2.) un ieliek iepriekš kalibrētus pH metra elektrodus (5.1.). Vispirms ar 0,5 M nātrija hidroksīda šķīdumu (4.3.), pēc tam ar 0,025 M nātrija hidroksīda šķīdumu (4.4.) noregulē pH precīzi uz 6,3.

Pieliek 20 g D-mannozes (4.6.), pilnīgi izšķīdina un rūpīgi sajauc. Titrē ar 0,025 M nātrija hidroksīda šķīdumu (4.4.) līdz pH 6,3 (stabils vismaz 1 minūti). Titrēšanai vajadzīgo tilpumu apzīmē ar V_1 .

Tādā pašā veidā sagatavo tukšo šķīdumu, aizvietojot kalibrācijas šķīdumu ar 20 ml ūdens. Titrēšanai vajadzīgo tilpumu apzīmē ar V_0 .

NaOH standartšķīduma (4.4.) bora vērtība (F) mg/ml ir sekojoša:

$$F \text{ (mg / ml)} = 2 / (V_1 - V_0)$$

1ml precīzi 0,025 M nātrija hidroksīda šķīduma atbilst 0,27025 mg B.

10. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Bora procentus mēslošanas līdzekli aprēķina pēc formulas:

$$B(\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

kur:

B(%) ir bora procenti mēslošanas līdzeklī;

X_1 ir 0,025 M nātrija hidroksīda šķīduma (4.4.) tilpums ml;

X_0 ir 0,025 M nātrija hidroksīda šķīduma (4.4.) tilpums ml;

F ir 0,025 M nātrija hidroksīda šķīduma (4.4.) bora (B) vērtība mg/ml;

V ir pēc 10.1. vai 10.2. metodes iegūtā ekstrakta šķīduma tilpums ml;

a ir no ekstrakta šķīduma (6.1.) ņemtās alikvota daļas (7.1.) tilpums ml;

M ir pārbaudāmā parauga, kas ņemts pēc 10.1. vai 10.2. metodes, masa gramos.

10.6. metode

KOBALTA NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR 1-NITROZO-2-NAFTOLU, IZMANTOJOT GRAVIMETRISKO METODI

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta kobalta noteikšanas procedūra mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Šī procedūra ir pielietojama ekstraktiem, kas no mēslošanas līdzekļu paraugiem iegūti ar 10.1. vai 10.2. metodi un kuriem direktīva 89/530/EEK prasa uzrādīt kobalta saturu.

3. PRINCIPS

Trīsvērtīgais kobalts ar 1-nitrozo-2-naftolu veido sarkanas nogulsnes $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Pēc tam, kad ekstraktā esošais kobalts ir pārvērstis trīsvērtīgajā kobaltā, kobaltu etiķskābā vidē nogulsnē ar 1-nitrozo-2-naftola šķīdumu. Pēc nofiltrēšanas nogulsnes mazgā un žāvē līdz nemainīgam svaram, pēc tam nosver kā $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

4. REAĢENTI

4.1. Ūdeņraža peroksīda šķīdums (H_2O_2 $\rho = 1,11$ g/ml) 30 %

4.2. Nātrija hidroksīda šķīdums, aptuveni 2 M

Izšķīdina 8 g nātrija hidroksīda lodīšu 100 ml ūdens.

4.3. Atšķaidīts sālsskābes šķīdums, aptuveni 6 M

Sajauc vienu tilpumu sālsskābes ($\rho = 1,18$ g/ml) ar vienu tilpumu ūdens.

4.4. Etiķskābe (99,7 % CH_3COOH) ($\rho = 1,05$ g/ml)

4.5. Etiķskābes šķīdums (1:2) aptuveni 6 M

Vienu tilpumu etiķskābes (4.4.) sajauc ar 2 tilpumiem ūdens.

4.6. 1-nitrozo-2-naftola šķīdums 100 ml etiķskābes (4.4.). Pielej 100 ml remdena ūdens. Rūpīgi sajauc. Tūlīt filtrē. Iegūtais šķīdums jālieto nekavējoties.

5. APARATŪRA

5.1. Filtrtģelis P 16/ISO 4793, porainība 4, ietilpība 30 vai 50 ml

5.2. Žāvējamais skapis pie 130 ± 2 °C

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1. Kobalta šķīduma sagatavošana

Sk. 10.1. un 10.2. metodi.

6.2. Analizējamā šķīduma sagatavošana

Ekstrakta alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 20 mg Co, pārnes 400 ml vārglāzē. Ja ekstrakts ir iegūts ar 10.2. metodi, paskābina ar pieciem pilieniem sālsskābes (4.3.). Pielej aptuveni 10 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma (4.1.). Oksidētājam ļauj darboties 15 minūtes nesildot, pēc tam tilpumu ar ūdeni uzpilda līdz aptuveni 100 ml. Apklāj vārglāzi ar pulksteņstiklu. Uzsilda šķīdumu līdz vārīšanās temperatūrai un vāra apmēram 10 minūtes. Atdziest. Ar nātrija hidroksīda šķīdumu (4.2.), pieliekot pa pilienam, padara bāzisku, līdz sāk izgulsnēties melns kobalta hidroksīds.

7. PROCEDŪRA

Pielej 10 ml etiķskābi (4.4.) un ar ūdeni uzpilda līdz aptuveni 200 ml. Uzsilda līdz vārīšanās temperatūrai. Visu laiku maisot, ar bīreti pa pilienam pieliek 20 ml 1-nitrozo-2-naftola šķīduma (4.6.). Beigās enerģiski maisa, lai nogulsnes koagulētu.

Caur iepriekš nosvērtu filtrtģeli (5.1.) nofiltrē, uzmanoties, lai neaizsprostotu filtrtģeļa poras. Šim nolūkam nodrošina, lai virs nogulsnēm visā filtrēšanas procesā būtu šķidrums.

Lai no vārglāzes aizvāktu visas nogulsnes, vārglāzi mazgā ar atšķaidītu etiķskābi (4.5.), nogulsnes uz filtra mazgā ar atšķaidītu etiķskābi (4.5.) un pēc tam trīs reizes ar karstu ūdeni.

Žāvē žāvējamā skapī (5.2.) pie 130 ± 2 °C līdz nemainīgam svaram.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

1 mg Co (C₁₀H₆ONO)₃ 2H₂O nogulšņu atbilst 0,096381 mg Co.

Kobalta (Co) procentus mēslošanas līdzeklī aprēķina pēc formulas:

$$\text{Co(\%)} = X \times 0,0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

kur:

- X ir nogulšņu masa mg;
 V ir pēc 10.1. vai 10.2. metodes iegūtā ekstrakta šķiduma tilpums ml;
 a ir no pēdējā atšķaidījuma ņemtās alikvotas daļas tilpums ml;
 D ir šīs alikvotās daļas atšķaidīšanas koeficients;
 M ir analizējamā parauga masa gramos.

10.7. metode

VARA NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR TITRIMETRIJAS METODI

1. SATURS

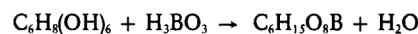
Šajā dokumentā izklāstīta vara noteikšanas procedūra mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

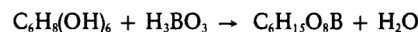
Šī procedūra ir pielietojama ekstraktiem, kas no mēslošanas līdzekļu paraugiem iegūti ar 10.1. vai 10.2. metodi un kuriem direktīva 89/530/EEK prasa uzrādīt vara saturu.

3. PRINCIPS

Vara jonu skābā vidē reducē ar kālija jodīdu:



Šādā veidā izdalījušos jodu titrē ar nātrija tiosulfāta standartšķidrumu cietes kā indikatora klātienē atbilstoši vienādojumam:



4. REAĢENTI

- 4.1. Slāpekļskābe (HNO₃ ρ = 1,40 g/ml)
 4.2. Urīnviela (NH₂)₂C = O
 4.3. Amonija bifluorīda (NH₄HF₂) šķīdums 10 % svars/tilpums
 Šķīdums jāglabā plastmasas traukā.
 4.4. Amonija hidroksīda šķīdums (1:1)
 Vienu tilpumu amonija hidroksīda (NH₄OH, ρ = 0,9 g/ml) sajauc ar 1 tilpumu ūdens.
 4.5. Nātrija tiosulfāta pentahidrāta standartšķīdums
 7,812 g nātrija tiosulfāta pentahidrāta (Na₂S₂O₃ 5H₂O) 1 litra mērkolbā izšķīdina ūdenī. Šis šķīdums jāpagatavo tā, lai 1 ml = 2 mg Cu. Stabilizēšanai pieliek dažus pilienus hloroforma. Šķīdums jāglabā stikla traukā un jāsarģa no tiešas gaismas iedarbības.
 4.6. Kālija jodīds (KJ)
 4.7. Kālija tiocianāta (KSCN) šķīdums (25 % svars/tilpums)
 Šis šķīdums jāglabā plastmasas pudelē.
 4.8. Cietes šķīdums (apm. 0,5 %)
 600 ml vārglāzē ieber 2,5 g cietes. Pielej aptuveni 500 ml ūdens. Maisot uzvāra. Atdzesē līdz istabas temperatūrai. Šķīdumam ir īss glabāšanas laiks. Tā glabāšanas laiku var paildzināt, ja pieliek 10 mg divvērtīgā dzīvsudraba jodīda.

5. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

Vara šķīduma sagatavošana

Sk. 10.1. un 10.2. metodi.

6. PROCEDŪRA

6.1. Šķīduma sagatavošana titrēšanai

500 ml Erlenmeijera kolbā ielej šķīduma alikvotu daļu, kas satur ne mazāk par 20-40 mg Cu.

Ātri uzvārot, izvada no šķīduma klātesošo lieko skābekli. Tilpumu ar ūdeni palielina līdz aptuveni 100 ml. Pielej 5 ml slāpekļskābes (4.1.), uzkaršē līdz vārīšanās temperatūrai un ļauj aptuveni pusminūti vārīties,

Noņem Erlenmeijera kolbu no sildītāja, pievieno aptuveni 3 g urīnvielas (4.2.) un uz pusminūti atjauno vārīšanos.

Noņem no sildītāja un pievieno 200 ml auksta ūdens. Ja vajadzīgs, atdzesē Erlenmeijera kolbas saturu līdz istabas temperatūrai.

Pakāpeniski pieliek amonija hidroksīda šķīdumu (4.4.), līdz šķīdums kļūst zils, pēc tam pielej 1 ml pārākumam.

Pievieno 50 ml amonija bifluorīda šķīduma (4.3.) un samaisa.

Pievieno 10 g kālija jodīda (4.6.) un izšķīdina.

6.2. Šķīduma titrēšana

Novieto Erlenmeijera kolbu uz magnētiskā maisītāja. Stienīti ieliek Erlenmeijera kolbā un noregulē maisītāju uz vēlamo ātrumu.

No biretes pievieno nātrija tiosulfāta šķīdumu (4.5.), līdz brūnā krāsa, ko dod no šķīduma izdalītais jods, kļūst mazāk intensīva.

Pievieno 10 ml cietes šķīduma (4.8.).

Turpina titrēt ar nātrija tiosulfāta šķīdumu (4.5.), līdz purpura krāsa ir gandrīz pazudusi.

Pievieno 20 ml kālija tiocianāta šķīduma (4.7.) un turpina titrēt, līdz violeti zilā krāsa ir pilnīgi pazudusi.

Atzīmē izlietotā tiosulfāta šķīduma tilpumu.

7. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

1 ml tiosulfāta standartšķīduma (4.5.) atbilst 2 mg Cu.

Vara procentus mēslošanas līdzeklī izrēķina no formulas:

$$\text{Cu (\%)} = X \frac{V}{a \times M \times 5}$$

kur:

X ir izlietotā nātrija tiosulfāta šķīduma tilpums ml;

V ir ekstrakta šķīduma ml atbilstoši 10.1. un 10.2. metodei;

a ir alikvotas daļas tilpums ml;

M ir atbilstoši 10.1. un 10.2. metodei apstrādātā analizējamā parauga masa g.

10.8. metode

DZELZS NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR ATOMU ABSORBCIJAS SPEKTROMETRIJU

1. SATURS

Šajā metodē aprakstīta dzelzs noteikšanas procedūra mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Šī procedūra ir pielietojama ar 10.1. un 10.2. metodi iegūtajiem mēslošanas līdzekļu paraugu ekstraktiem, kuriem direktīvā 89/530/EEK ir prasīts deklarēt kopējo un/vai ūdenī šķīstošās dzelzs saturu.

3. PRINCIPS

Pēc atbilstošas ekstrakta apstrādes un atšķaidīšanas dzelzs saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometriju.

4. REAĢENTI

4.1. Sālsskābes šķīdums, aptuveni 6 M

Sk. 10.4. metodi, (4.1.).

4.2. Sālsskābes šķīdums, aptuveni 0,5 M

Sk. 10.4. metodi, (4.2.).

4.3. Ūdeņraža peroksīda šķīdums (30 % H₂O₂, d = 1,11 g/ml), mikroelementus nesaturošs

4.4. Lantāna sāļa šķīdums (10 g La litrā)

Sk. 10.4. metodi, (4.3.).

4.5. Dzelzs kalibrēšanas šķīdums

4.5.1. Dzelzs izejas šķīdums (1 000 µg/ml)

Ar precizitāti līdz tuvākajam 0,1 mg nosver 1 g tīras dzelzs stieples, ieliek to 500 ml vārglāzē, pievieno 200 ml 6 M sālskābes (4.1.) un 15 ml ūdeņraža peroksīda šķīduma (4.3.). Silda uz elektriskās plītiņas līdz dzelzs pilnīgi izšķīst. Pēc atdzišanas kvantitatīvi pārnes 1 000 ml mērkolbā. Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei un rūpīgi samaisa.

4.5.2. Dzelzs darba šķīdums (100 µg/ml)

20 ml izejas šķīduma (4.5.1.) ielej 200 ml mērkolbā. Uzpilda ar 0,5 M sālskābes šķīdumu (4.2.) līdz zīmei un rūpīgi sajauc.

5. APARATŪRA

Atomu absorbcijas spektrometrs: sk. 10.4. metodi (5). Instrumentam jābūt aprīkotam ar dzelzij raksturīgā starojuma avotu (248,3 nm).

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1. Dzelzs ekstrakta šķīdums

Sk. 10.1. un/vai 10.2. metodi un, ja tas attiecas, 10.3. metodi.

6.2. Analizējamā šķīduma sagatavošana

Sk. 10.4. metodi, (6.2.). Analizējamam šķīdumam jāsaturs 10 % (tilpums/tilpums) lantāna sāļa šķīduma.

7. PROCEDŪRA

7.1. Tukšā šķīduma pagatavošana

Sk. 10.4. metodi, (7.1.). Tukšajam šķīdumam jāsaturs 10 % (tilpums/tilpums) lantāna sāļa šķīduma, ko lieto 6.2. punktā.

7.2. Kalibrēšanas šķīdumu pagatavošana

Sk. 10.4. metodi, (7.2.).

Optimālajam noteikšanas diapazonam (no 0 līdz 10 µg/ml dzelzs) rindā 100 ml mērkolbu ielej attiecīgi 0, 2, 4, 6, 8 un 10 ml darba šķīduma (4.5.2.). Ja vajadzīgs, neregulē sālskābes koncentrāciju iespējami tuvu sālskābes koncentrācijai analizējamā šķīdumā. Pievieno 10 ml lantāna sāļa šķīduma, ko lieto 6.2. punktā. Ar 0,5 M sālskābes šķīdumu (4.2.) uzpilda līdz zīmei un rūpīgi samaisa. Šie šķīdumi attiecīgi satur 0, 2, 4, 6, 8 un 10 µg/ml dzelzs.

7.3. Noteikšana

Sk. 10.4. metodi, (7.3.). Sagatavo spektrometru (5.) mērījumiem pie viļņa garuma 248,3 nm.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Sk. 10.4. metodi, (8.).

Dzelzs saturu procentos mēslošanas līdzekli aprēķina pēc formulas:

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

Ja izmanto 10.3. metodi:

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

kur:

Fe ir dzelzs daudzums procentos mēslošanas līdzeklī;

X_s ir pārbaudāmā šķīduma (6.2.) koncentrācija µg/ml;

X_b ir tukšā šķīduma (7.1.) koncentrācija µg/ml;

V ir ekstrakta, kas iegūts atbilstoši 10.1. vai 10.2. metodei, tilpums ml;

D ir 6.2. punktā izdarītās atšķaidīšanas koeficients;

M ir pārbaudāmā parauga, kas ņemts atbilstoši 10.1. vai 10.2. metodei, masa gramos.

Atšķaidīšanas koeficienta D aprēķins: ja (a_1), (a_2), (a_3),...(a_i) un (a) ir alikvotas daļas un (v_1), (v_2), (v_3),...(v_i) un (100) ir tilpumi mililitros, kas atbilst to attiecīgajiem atšķaidījumiem, tad atšķaidīšanas koeficientu izrēķina pēc formulas:

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

10.9. metode

MANGĀNA TITRIMETRISKA NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS

1. SATURS

Šajā metodē aprakstīta mangāna noteikšanas procedūra mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Šī procedūra pielietojama mēslošanas līdzekļu ekstraktiem, kas iegūti ar 10.1. un 10.2. metodi un kuriem direktīvā 89/530/EEK ir prasīts norādīt mangāna saturu.

3. PRINCIPS

Ja ekstraktā ir klāt hlorīda joni, tos izvada, vārot ekstraktu ar sērskābi. Mangānu slāpekļskābes vidē oksidē ar nātrija bismutātu. Radušos permanganātu reducē ar divvērtīgās dzelzs sulfāta pārākumu. Šo pārākumu attitrē ar kālija permanganāta šķīdumu.

4. REAĢENTI

4.1. Koncentrēta sērskābe (H_2SO_4 , $\rho = 1,84$ g/ml)

4.2. Sērskābe, aptuveni 9 M

Uzmanīgi samaisa 1 tilpumu koncentrētas sērskābes (4.1.) ar 1 tilpumu ūdens.

4.3. Slāpekļskābe, 6 M

Uzmanīgi sajauc 3 tilpumus slāpekļskābes (HNO_3 , $\rho = 1,40$ g/ml) ar 4 tilpumiem ūdens.

4.4. Slāpekļskābe, 0,3 M

Uzmanīgi sajauc 1 tilpumu 6 M slāpekļskābes ar 19 tilpumiem ūdens.

4.5. Nātrija bismutāts ($NaBiO_3$) (85 %)

4.6. Diatomīts

4.7. Ortofosforskābe, 15 M (H_3PO_4 , $\rho = 1,71$ g/ml)

4.8. Divvērtīgās dzelzs sulfāta šķīdums, 0,15 M

Viena litra mērķkolbā izšķīdina 41,6 g divvērtīgās dzelzs sulfāta heptahidrāta ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$).

Pievieno 25 ml koncentrētas sērskābes (4.1.1.) un 25 ml fosforskābes (4.7.). Uzpilda līdz 1 000 ml. Samaisa.

4.9. Kālija permanganāta šķīdums, 0,020 M

Nosver 3,160 g kālija permanganāta ($KMnO_4$) ar precizitāti līdz 0,1 mg. Izšķīdina un uzpilda ar ūdeni līdz 1 000 ml.

4.10. Sudraba nitrāta šķīdums, 0,1 M

Izšķīdina 1,7 g sudraba nitrāta ($AgNO_3$) ūdenī un uzpilda līdz 100 ml.

5. APARATŪRA

5.1. Filtrtīģelis P16/ISO 4793, porainība 4, ietilpība 50 ml, uzmontēts uz 500 ml sūcpudeles.

5.2. Magnētiskais maisītājs.

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1. Mangāna ekstrakta šķīdums

Sk. 10.1. un 10.2. metodi. Ja nav zināms, vai hlorīda joni ir klāt, šķīdumu pārbauda ar vienu pilienu sudraba nitrāta šķīduma (4.10.).

6.2. Ja hlorīda jonu nav klāt, ekstrakta alikvotu daļu, kas satur 10 līdz 20 mg mangāna, ielej augstā 400 ml vārglāzē. Ietvaicējot vai pielejot ūdeni, kopējo tilpumu noved līdz aptuveni 25 ml. Pievieno 2 ml koncentrētas sērskābes (4.1.).

6.3. Ja hlorīda joni ir klāt, no tiem ir jāatbrīvojas šādi:

Ekstrakta alikvotu daļu, kas satur 10 līdz 20 mg mangāna, ielej augstā 400 ml vārglāzē. Pielej 5 ml 9 M sērskābes (4.2.). Velkmes skapī vārglāzi uz elektriskās plītiņas uzkarsē līdz vārīšanās temperatūrai un ļauj vārīties, līdz izdalās biezi balti dūmi. Turpina sildīt, līdz tilpums ir samazinājies aptuveni līdz 2 ml (vārglāzes dibenā ir plāna sīrupveida šķidrums kārtiņa). Ļauj atdzist līdz istabas temperatūrai.

Uzmanīgi pievieno 25 ml ūdens un ar vienu sudraba nitrāta (4.10.) pilienu vēlreiz pārbauda, vai klāt nav hlorīda jonu. Ja hlorīdi vēl ir klāt, vēlreiz pielej 5 ml 9 M sērskābes (4.2.) un operāciju atkārto.

7. PROCEDŪRA

400 ml vārglāzē, kurā ir analizējamais šķīdums, pielej 25 ml 6 M slāpekļskābes (4.3.) un 2,5 g nātrija bismutāta (4.5.). Trīs minūtes enerģiski maisa ar magnētisko maisītāju (5.2.).

Pielej 50 ml 0,3 M slāpekļskābes (4.4.) un pamaisa vēlreiz. Nofiltrē vakuumā caur filtrtīģeli (5.1.), kura dibens ir noseģts ar diatonītu (4.6.). Filtrtīģeli vairākas reizes mazgā ar 0,3 M slāpekļskābi (4.4.), līdz iegūst bezkrāsainu filtrātu.

Filtrātu un mazgāšanas šķīdumu pārnes 500 ml vārglāzē. Samaisa un pievieno 25 ml 0,15 M divvērtīgās dzelzs sulfāta šķīduma (4.8.). Ja filtrāts pēc dzelzs sulfāta pielikšanas kļūst dzeltens, pieliek 3 ml 15 M ortofosforskābi (4.7.).

Izmantojot bireti, attitrē divvērtīgās dzelzs sulfāta pārākumu ar 0,02 M kālija permanganāta šķīdumu (4.9.), līdz maisījums kļūst gaiši sārts un krāsa saglabājas vienu minūti. Tādos pašos apstākļos, tikai bez analizējamā parauga izdara tukšo mēģinājumu.

Piezīme: Oksidētais šķīdums nedrīkst saskarties ar gumiju.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

1 ml 0,02 M kālija permanganāta šķīduma atbilst 1,099 mg mangāna (Mn). Mangāna procentus mēslošanas līdzeklī aprēķina pēc formulas:

$$\text{Mn (\%)} = \{X_b - X_s\} \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

kur:

X_b ir tukšajā mēģinājumā izlietotā permanganāta tilpums mililitros;

X_s ir parauga titrēšanā izmantotā permanganāta tilpums mililitros;

Vir ekstrakta šķīduma tilpums atbilstoši 10.1. un 10.2. metodei;

a ir no ekstrakta ņemtās alikvotās daļas tilpums;

M ir analizējamā parauga masa gramos.

10.10. metode

MOLIBDĒNA GRAVIMETRISKĀ NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR 8-HIDROKSI HINOLĪNU

1. SATURS

Šajā dokumentā aprakstīta molibdēna noteikšanas procedūra mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Šī procedūra ir pielietojama mēslošanas līdzekļu paraugu ekstraktiem, kas iegūti ar 10.1. un 10.2. metodi, kuriem direktīvā 89/530/EEK ir prasīts uzrādīt molibdēnu.

3. PRINCIPS

Molibdēna līmeni nosaka, nogulsnējot specifiskos apstākļos molibdenīloksināta veidā.

4. REAĢENTI

4.1. Sērskābes šķīdums, aptuveni 1 M

Uzmanīgi ielej 55 ml sērskābes (H₂SO₄, ρ = 1,84 g/ml) 1 litra mērkolbā, kurā ir 800 ml ūdens. Pēc atdzesēšanas uzpilda līdz zīmei. Samaisa.

4.2. Atšķaidīts amonija hidroksīda šķīdums (1:3)

Samaisa 1 tilpumu koncentrēta amonija hidroksīda šķīduma (NH₄OH, ρ = 0,9 g/ml) ar 3 tilpumiem ūdens.

4.3. Atšķaidīts etiķskābes šķīdums (1:3)

Samaisa 1 tilpumu koncentrētas etiķskābes (99,7 % CH₃COOH, ρ = 1,049 g/ml) ar 3 tilpumiem ūdens.

4.4. Etilendiamīntetraetiķskābes dinātrija sāļa (EDTA) šķīdums

Izšķīdina 5 g Na₂EDTA ūdenī 100 ml mērkolbā. Uzpilda līdz zīmei un samaisa.

4.5. Bufersšķīdums

Izšķīdina ūdenī 100 ml mērkolbā 15 ml koncentrētas etiķskābes un 30 g amonija acetāta. Uzpilda līdz 100 ml.

4.6. 8-Hidroksihinolīna šķīdums

Izšķīdina 100 ml mērkolbā 3 g 8-hidroksihinolīna 5 mililitros koncentrētas etiķskābes. Pielej 80 ml ūdens. Pa pilienam pievieno amonija hidroksīda šķīdumu (4.2.), līdz šķīdums kļūst duļķains, un pēc tam pieliek etiķskābi (4.3.), līdz šķīdums vēlreiz kļūst dzidrs.

Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei.

5. APARATŪRA

- 5.1. Filtrtīģelis P16/ISO4793, porainība 4, ietilpība 30 ml.
- 5.2. pH metrs ar stikla elektrodu.
- 5.3. Žāvējamais skapis pie 130 līdz 135 °C.

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

- 6.1. Molibdēna šķīduma sagatavošana. Sk. 10.1. un 10.2. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. Analizējamā šķīduma sagatavošana

Alikvotu daļu, kas satur 25 līdz 100 mg Mo, ielej 250 ml vārglāzē. Tilpumu ar ūdeni palielina līdz 50 ml.

Pa pilienam pieliekot sērskābes šķīdumu (4.1.), noregulē pH uz 5. Pievieno 15 ml EDTA šķīduma (4.4.) un pēc tam 5 ml buferšķīduma (4.5.). Tilpumu ar ūdeni palielina aptuveni līdz 80 ml.

7.2. Nogulšņu iegūšana un mazgāšana

Nogulšņu iegūšana

Viegli pasilda šķīdumu. Visu laiku maisot, pieliek oksīna šķīdumu (4.6.). Turpina izgulsnēšanu, līdz nav vairs novērojama nogulšņu veidošanās. Reagentu pieliek vēl, līdz supernatanta šķīdums kļūst viegli dzeltens. Parasti pietiek ar 20 ml. Divas vai trīs minūtes turpina sildīt nogulsnes.

Filtrēšana un mazgāšana

Nofiltrē caur filtrtīģeli (5.1.). Vairākas reizes skalo ar 20 ml karsta ūdens. Skalojamam ūdenim pakāpeniski jākļūst bezkrāsainam, kas norāda, ka oksīna tajā vairs nav.

7.3. Nogulšņu svēršana

Nogulsnes izžāvē 130 līdz 135 °C temperatūrā līdz konstantam svaram (vismaz vienu stundu).

Ļauj eksikatorā atdzist un pēc tam nosver.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

1 mg molibdeniloksināta $\text{MoO}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$ atbilst 0,2305 mg Mo.

Molibdēna procentus mēslošanas līdzeklī aprēķina no formulas:

$$\text{Mo (\%)} = X \times 0,02305 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

kur:

- X ir molibdeniloksināta nogulšņu masa mg;
- V ir ekstrakta šķīduma tilpums ml atbilstoši 10.1. vai 10.2. metodei;
- a ir pēc pēdējās atšķaidīšanas ņemtā alikvota tilpums ml;
- D ir alikvota atšķaidīšanas koeficients;
- M ir analizējamā parauga masa g.

10.11. metode

CINKA NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU EKSTRAKTOS AR ATOMU ABSORBCIJAS SPEKTROMETRIJU

1. SATURS

Šajā metodē aprakstīta cinka noteikšanas procedūra mēslošanas līdzekļu ekstraktos.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Šī procedūra ir pielietojama mēslošanas līdzekļu ekstraktiem, kas iegūti ar 10.1. un 10.2. metodi un kuriem direktīvā 89/530/EEK ir prasīts uzrādīt cinka saturu.

3. PRINCIPS

Pēc atbilstošas ekstraktu apstrādes un atšķaidīšanas cinka saturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrometru.

4. REAĢENTI

4.1. Sālsskābes šķīdums, aptuveni 6 M

Sk. 10.4. metodes (4.1.) punktu.

4.2. Sālsskābes šķīdums, aptuveni 0,5 M

Sk. 10.4. metodes (4.2.) punktu.

4.3. Lantāna sāļa šķīdums (10 g La litrā)

Sk. 10.4. metodes (4.3.) punktu.

4.4. Cinka kalibrēšanas šķīdumi

4.4.1. Cinka izejas šķīdums (1 000 µg/ml)

1 g cinka pulvera vai skaidiņu, kas nosvērtas ar precizitāti līdz 0,1 mg, izšķīdina 1 000 ml mērkolbā 25 mililitros 6 M sālsskābes (4.1.). Pēc pilnīgas izšķīšanas uzpilda ar ūdeni līdz zīmei un rūpīgi samaisa.

4.4.2. Cinka darba šķīdums (100 µg/ml)

200 ml mērkolbā atšķaida 20 ml izejas šķīduma (4.4.1.) 0,5 M sālsskābes šķīdumā (4.2.). Ar 0,5 M sālsskābi uzpilda līdz zīmei un rūpīgi samaisa.

5. APARATŪRA

Atomu absorbcijas spektrometrs

Sk. 10.4. metodes (5.) punktu. Aparātam jābūt aprīkotam ar cinkam raksturīgās starojuma līnijas avotu (213,8 nm). Ar spektrometram jāpieļauj fona korekcija.

6. ANALIZĒJAMĀ ŠĶĪDUMA SAGATAVOŠANA

6.1. Cinka ekstrakta šķīdums

Sk. 10.1. un/vai 10.2. metodi.

6.2. Analizējamā šķīduma sagatavošana

Sk. 10.4. metodi, (6.2.). Analizējamam šķīdumam jā satur 10 tilpuma % lantāna sāļa šķīduma (4.3.).

7. PROCEDŪRA

7.1. Tukšā šķīduma pagatavošana

Sk. 10.4. metodi, (7.1.). Tukšajam šķīdumam jā satur 10 tilpuma % lantāna sāls šķīduma, ko lieto 6.2. punktā.

7.2. Kalibrēšanas šķīdumu sagatavošana

Sk. 10.4. metodi, (7.2.). Optimālajam intervālam 0 līdz 5 µg/ml cinka 100 ml mērkolbās ielej attiecīgi 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 ml darba šķīduma (4.4.2.). Ja vajadzīgs, noregulē sālsskābes koncentrāciju, lai tā būtu iespējami tuva pārbaudāmā parauga sālsskābes koncentrācijai. Katrā mērkolbā pievieno 10 ml lantāna sāļa šķīduma, ko lieto (6.2.). Uzpilda līdz 100 ml ar 0,5 M sālsskābes šķīdumu (4.2.) un rūpīgi sajauc.

Šķīdumi attiecīgi satur 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 un 5 µg/ml cinka.

7.3. Noteikšana

Sk. 10.4. metodi, (7.3.). Sagatavo spektrometru mērījumiem pie viļņa garuma 213,8 nm.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Sk. 10.4. metodi, (8.).

Cinka procentuālo daudzumu mēslošanas līdzeklī aprēķina pēc formulas:

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

Ja ir izmantota 10.3. metode:

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

kur:

Zn ir cinka daudzums mēšlošanas līdzeklī procentos;

X_s ir pārbaudāmā šķīduma koncentrācija $\mu\text{g/ml}$;

X_b ir tukšā šķīduma koncentrācija $\mu\text{g/ml}$;

V ir ekstrakta šķīduma, kas iegūts atbilstoši 10.1. vai 10.2. metodei, tilpums ml;

D ir koeficients, kas atbilst (6.2.) punktā veiktajai atšķaidīšanai;

M ir pārbaudāmā parauga, kas ņemts atbilstoši 10.1. vai 10.2. metodei, masa gramos.

Atšķaidīšanas koeficienta aprēķins: ja (a_1) , (a_2) , (a_3) , ..., (a_i) un (a) ir secīgas alikvota daļas un (v_1) , (v_2) , (v_3) , ..., (v_i) un (100) ir tilpumi, kas atbilst to attiecīgajam atšķaidījumam, tad atšķaidīšanas koeficients D ir:

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