

393L0001

7.5.93

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS OFFICIELLA TIDNING

Nr L 113/17

## KOMMISSIONENS DIREKTIV 93/1/EEG

av den 21 januari 1993

om ändring av direktiv 77/535/EEG om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning  
om provtagnings- och analysmetoder för gödselmedel  
(analysmetoder för spårämnen)

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION  
HAR ANTAGIT DETTA DIREKTIV

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

*Artikel 1*

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska ekonomiska gemenskapen,

Bilagan till detta direktiv skall läggas till bilaga 2 till direktiv 77/535/EEG.

med beaktande av rådets direktiv 76/116/EEG av den 18 december 1975 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om gödselmedel<sup>(1)</sup>, senast ändrat genom direktiv 89/530/EEG<sup>(2)</sup> särskilt artikel 9.2 i detta, och

Metoderna som anges i ovannämnda bilaga 2 i dess lydelse enligt detta direktiv är tillämplbara på EEG-gödselmedel för bestämning av de spårämnen som har en deklarerad halt på 10 % eller mindre.

med beaktande av följande:

*Artikel 2*

I artikel 8a i fördraget fastställs ett område utan inre gränser, där fri rörlighet för varor, personer, tjänster och kapital säkerställs.

1. Medlemsstaterna skall sätta i kraft de lagar och andra författningar som är nödvändiga för att följa detta direktiv senast den 31 december 1993. De skall genast underrätta kommissionen om detta.

Genom direktiv 89/530/EEG kompletteras och ändras direktiv 76/116/EEG i fråga om spårämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink i gödselmedel.

När en medlemsstat antar dessa bestämmelser skall dessa innehålla en hänvisning till detta direktiv eller åtföljas av en sådan hänvisning när de offentliggörs. Närmare föreskrifter om hur hänvisningen skall göras skall varje medlemsstat själv utfärda.

I kommissionens direktiv 77/535/EEG<sup>(3)</sup>, senast ändrad genom direktiv 89/519/EEG<sup>(4)</sup>, föreskrivs officiell kontroll av EEG-gödselmedel i syfte att kontrollera att de uppfyller de krav som gäller enligt gemenskapens bestämmelser om gödselmedels kvalitet och sammansättning. Direktiv 77/535/EEG bör kompletteras så att också de gödselmedel som omfattas av direktiv 89/530/EEG kan kontrolleras.

2. Medlemsstaterna skall till kommissionen överlämna texterna till bestämmelser i nationell lagstiftning som de antar inom det område som omfattas av detta direktiv.

Med tanke på den föreslagna åtgärdens verkan och räckvidd är bestämmelserna i detta direktiv absolut nödvändiga för att uppfylla de fastställda syften. Dessa syften kan inte uppfyllas enskilt av medlemsstaterna. Direktiv 76/116/EEG har redan fastställt att dessa syften skall kunna uppfyllas på gemenskapsnivå.

*Artikel 3*

Detta direktiv riktar sig till medlemsstaterna.

Utfärdat i Bryssel den 21 januari 1993.

Åtgärderna i denna förordning är förenliga med yttrandet från Kommittén för anpassning till teknisk utveckling av direktiven om avskaffandet av tekniska hinder för handel med gödselmedel.

*På kommissionens vägnar*

Martin BANGEMANN

*Ledamot av kommissionen*

<sup>(1)</sup> EGT nr L 24, 30.1.1976, s. 21.

<sup>(2)</sup> EGT nr L 281, 30.9.1989, s. 116.

<sup>(3)</sup> EGT nr L 213, 22.8.1977, s. 1.

<sup>(4)</sup> EGT nr L 265, 12.9.1989, s. 30.

## BILAGA

## "Metod 9

## SPÅRÄMNEN

## Metod 9.1

## EXTRAKTION AV DEN TOTALA HALTEN AV SPÅRÄMNEN

## 1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att extrahera den totala halten av spårämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Man bör sträva efter att utföra så få extraktioner som möjligt och om möjligt använda samma extrakt för att bestämma den totala halten av vart och ett av spårämnena.

## 2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Detta förfarande gäller EEG-gödselmedel som omfattas av rådets direktiv 89/530/EEG<sup>(1)</sup> och som innehåller ett eller flera av spårämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Förfarandet är tillämpligt på de spårämnen som har en deklarerad halt av 10 % eller mindre.

## 3. PRINCIP

Upplösning i kokande utspädd saltsyra.

*Märk:* Extraktionen är empirisk och inte nödvändigtvis kvantitativ beroende på produkten eller gödselmedlets andra beståndsdelar. Särskilt för vissa manganoxider kan den extraherade mängden vara betydligt mindre än den totala mängd mangan som produkten innehåller. Gödselmedelstillverkaren ansvarar för att den deklarerade halten verkligen motsvarar den mängd som extraheras under de förhållanden som metoden anger.

## 4. REAGENS

## 4.1 Utspädd saltsyralösning, ca 6 M

Blanda 1 volymdel saltsyra (HCl,  $\rho = 1,18$  g/ml) med 1 volymdel vatten.

4.2 Koncentrerad ammoniaklösning (NH<sub>4</sub>OH,  $\rho = 0,9$  g/ml)

## 5. UTRUSTNING

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

*Märk:* Om extraktet skall användas för att bestämma halten av bor skall borosilikatglas inte användas. Eftersom det ingår kokning i metoden är teflon eller kvartsglas lämpligt att använda. Skölj utrustningen väl om den har rengjorts med medel som innehåller borater.

## 6. PROVBEREDNING

Se metod 1 (direktiv 77/535/EEG, EGT nr L 213, 22.8.1977, s. 1).

## 7. FÖRFARANDE

## 7.1 Prov

Tag en mängd gödselmedel som väger mellan 2 och 10 g beroende på den deklarerade halten av ämnet i produkten. Följande tabell skall användas för att framställa en slutlig lösning som efter lämplig utspädning ligger inom mätområdet för varje metod. Provet skall vägas in med en noggrannhet på 1 mg.

| Deklarerad halt av spårämne i gödselmedlet (%) | < 0,01 | 0,01 - < 5 | 5-10    |
|------------------------------------------------|--------|------------|---------|
| Provet massa (g)                               | 10     | 5          | 2       |
| Ämnets massa i provet (mg)                     | 1      | 0,5-250    | 100-200 |
| Volymen av extrakt V (ml)                      | 250    | 500        | 500     |
| Koncentration av ämnet i extraktet (mg/l)      | 4      | 1-500      | 200-400 |

Överför provet till en 250 ml-glasbägare.

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

## 7.2 Beredning av lösningen

Fukta provet med lite vatten om det behövs. Tillsätt försiktigt och i små mängder 10 ml utspädd saltsyralösning (4.1) per gram gödselmedel. Tillsätt ca 50 ml vatten. Täck glasbägaren med ett urglas och blanda. Låt blandningen koka upp på kokplattan och låt den koka i 30 minuter. Låt den svalna. Rör om då och då. Överför kvantitativt till en mätkolv på 250 eller 500 ml (se tabell). Fyll till märket med vatten och blanda väl. Filtrera genom ett torrt filter till ett torrt kärl. Kasta den första mängden. Extraktet skall vara helt klart.

Bestämningarna bör göras omedelbart på aliquoter av det klara filtratet. I annat fall bör kärlet täppas till.

*Märk:* Extrakt där halten av bor skall bestämmas: Justera pH-värdet till mellan 4 och 6 med koncentrerad ammoniak (4.2).

## 8. BESTÄMNING

Bestämningen av varje spårämne skall göras på de aliquoter som anges i metoden för varje enskilt spårämne.

Vid behov skall kelaterande eller komplexbildande organiska ämnen tas bort från en aliquot av extraktet med hjälp av metod 9.3. Normalt är detta inte nödvändigt vid bestämning med hjälp av atomabsorptions-spektrometri.

### Metod 9.2

#### EXTRAKTION AV VATTENLÖSLIGA SPÅRÄMNEN

##### 1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att extrahera vattenlösliga former av spårämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Man bör sträva efter att utföra så få extraktioner som möjligt och om möjligt använda samma extrakt för att bestämma halten av vart och ett av spårämnena.

##### 2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Detta förfarande gäller EEG-gödselmedel som omfattas av rådets direktiv 89/530/EEG och som innehåller ett eller flera av spårämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Den är tillämplig på de spårämnena som har en deklarerad halt av 10 % eller mindre.

##### 3. PRINCIP

Spårämnena extraheras genom att gödselmedlet skakas i vatten vid  $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

*Märk:* Extraktionen är empirisk och inte nödvändigtvis kvantitativ.

##### 4. REAGENS

###### 4.1 Utspädd saltsyralösning, ca 6 M

Blanda 1 volymdel saltsyra ( $\text{HCl}$ , = 1,18 g/ml) med 1 volymdel vatten.

##### 5. UTRUSTNING

###### 5.1 Roterande skakapparat (35–40 varv i minuten).

###### 5.2 pH-mätare.

*Märk:* Om extraktet skall användas för att bestämma halten av bor skall borosilikatglas inte användas. Teflon eller kvartsglas är lämpligt att använda för denna extraktion. Skölj utrustningen väl om den har rengjorts med medel som innehåller borater.

##### 6. PROVBEREDNING

Se metod 1 (direktiv 77/535/EEG, EGT nr L 213, 22.8.1977, s. 1).

##### 7. FÖRFARANDE

###### 7.1 Prov

Tag en mängd gödselmedel som väger mellan 2 och 10 g beroende på den deklarerade halten av ämnet i produkten. Följande tabell skall användas för att framställa en slutlig lösning som efter lämplig utspädning ligger inom mätområdet för varje metod. Provet skall vägas in med en noggrannhet på 1 mg.

| Deklarerad halt av spårämne i gödselmedlet (%) | < 0,01 | 0,01 - < 5 | 5-10    |
|------------------------------------------------|--------|------------|---------|
| Provets massa (g)                              | 10     | 5          | 2       |
| Ämnets massa i provet (mg)                     | 1      | 0,5-250    | 100-200 |
| Volymen av extrakt V (ml)                      | 250    | 500        | 500     |
| Koncentration av ämnet i extraktet (mg/l)      | 4      | 1-500      | 200-400 |

Överför provet till en kolv på 250 eller 500 ml (se tabell).

## 7.2 Beredning av lösningen

Tillsätt ca 200 ml vatten i 250 ml-kolven eller 400 ml vatten i 500 ml-kolven.

Tillslut kolven väl med en propp. Skaka den kraftigt för hand för att dispergera provet. Placera därefter kolven i skakapparaten (5.1) och skaka den i 30 minuter.

Fyll med vatten till märket och blanda väl.

## 7.3 Beredning av provlösningen

Filtrera omedelbart till en ren och torr kolv. Tillslut kolven med en propp. Gör bestämningen direkt efter filtreringen.

*Märk:* Om filtratet gradvis blir grumligt, gör en ny extraktion enligt 7.1 och 7.2 i en kolv med volym  $V_e$ . Filtrera till en mätkolv volym  $W$  som torkats och därefter försetts med 5,00 ml saltsyralösning (4.1). Avbryt filtreringen exakt när ytan är i höjd med märket. Blanda väl.

När detta förfarande följs är extraktets volym

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

Detta värde på  $V$  skall användas vid bestämningen av halten av spårämnena.

## 8. BESTÄMNING

Bestämningen av varje spårämne skall göras på de aliquoter som anges i metoden för varje enskilt spårämne.

Vid behov skall kelaterande eller komplexbildande organiska ämnen tas bort från en aliquot av extraktet med hjälp av metod 9.3. Normalt är detta inte nödvändigt vid bestämning med hjälp av atomabsorptions-spektrometri.

### Metod 9.3

## BORTTAGANDE AV ORGANISKA FÖRENINGAR FRÅN EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL

### 1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att ta bort organiska föreningar från extrakt av gödselmedel.

### 2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen ämnen skall deklarerats enligt direktiv 89/530/EEG.

*Märk:* Förekomsten av organiska ämnen i små mängder påverkar normalt inte bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

### 3. PRINCIP

De organiska föreningarna i en aliquot av extraktet oxideras med väteperoxid.

### 4. REAGENS

#### 4.1 Utspädd saltsyralösning, ca 0,5 M:

Blanda 1 volymdel saltsyra (HCl,  $\rho = 1,18$  g/ml) med 20 volymdelar vatten.

#### 4.2 Väteperoxidlösning (30 % $H_2O_2$ , $\rho = 1,11$ g/ml), fri från spårämnen.

## 5. UTRUSTNING

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

## 6. FÖRFARANDE

Häll 25 ml av den lösning som har extraherats med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 i en 100 ml-glasbägare. Om metod 9.2 används, tillsätt 5 ml utspädd saltsyralösning (4.1). Tillsätt sedan 5 ml väteperoxidlösning (4.2). Täck med ett urglas. Låt oxidera i rumstemperatur i ca en timme, låt sedan gradvis koka upp och låt koka i en halvtimme. Tillsätt vid behov ytterligare 5 ml väteperoxid till lösningen när den har svalnat. Koka sedan lösningen för att ta bort överskott av väteperoxid. Låt svalna och överför kvantitativt till en 50 ml-mätkolv och fyll upp till märket. Filtrera vid behov.

Denna utspädning skall beaktas vid uttagningen av aliquoter och beräkningen av spårämnenas procentandel i produkten.

*Metod 9.4*BESTÄMNING AV HALTEN AV SPÅRÄMNINGEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV  
ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI

## (ALLMÄNT FÖRFARANDE)

## 1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av halten av vissa spårämnen i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

## 2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen ämnen skall deklarerar enligt direktiv 89/530/EEG.

Anpassning av förfarandet till respektive spårämne finns beskriven i den särskilda metoden för varje spårämne.

*Märk:* Förekomsten av organiska ämnen i små mängder påverkar normalt inte bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

## 3. PRINCIP

Efter det att extraktet vid behov har behandlats för att minska eller ta bort störande kemiska ämnen, späds det ut så att koncentrationen ligger inom spektrometers optimala mätområde på en väglängd som är lämplig för det spårämne som skall bestämmas.

## 4. REAGENS

## 4.1 Utspädd saltsyralösning, ca 6 M

Blanda 1 volymdel saltsyra (HCl,  $\rho = 1,18$  g/ml) med 1 volymdel vatten.

## 4.2 Utspädd saltsyralösning, ca 0,5 M

Blanda 1 volymdel saltsyra (HCl,  $\rho = 1,18$  g/ml) med 20 volymdelar vatten.

## 4.3 Lantansaltlösningar (10 g La per liter).

Denna reagens används för bestämning av kobolt, järn, mangan och zink. Den kan beredas på följande två sätt:

a) Lantanoxid upplöst i saltsyra. Sätt 11,73 g lantanoxid ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ) till 150 ml vatten i en 1-liters mätkolv och tillsätt 120 ml 6 M saltsyra (4.1). Låt den lösas upp och fyll till märket med 1 liter vatten och blanda väl. Denna lösnings saltsyra-koncentration är ca 0,5 M.

b) Lösningar av lantanklorid, lantansulfat eller lantannitrat. Lös upp 26,7 g lantankloridheptahydrat ( $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) eller 31,2 g lantannitrathexahydrat [ $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ] eller 26,2 g lantansulfat-nonahydrat ( $\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) i 150 ml vatten. Tillsätt 85 ml 6 M saltsyra (4.1). Låt saltet lösas upp och fyll till märket med 1 liter vatten. Blanda väl. Denna lösnings saltsyra-koncentration är ca 0,5 M.

## 4.4 Kalibreringslösningar

För beredningen av dessa, se varje spårämnes respektive bestämningsmetod.

## 5. UTRUSTNING

Atomabsorptionsspektrometer med strålningskällor som ger karakteristisk strålning för de spårämnen som skall bestämmas.

Den som använder utrustningen skall ha god kännedom om den och följa tillverkarens instruktioner. Utrustningen skall tillåta att bakgrundskorrigerings görs så att sådan kan användas vid behov, särskilt för Co och Zn. De gaser som skall användas är luft och acetylen.

## 6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN

### 6.1 Beredning av extraktlösningar av de spårämnen som skall bestämmas.

Se metod 9.1 och 9.2 och vid behov 9.3.

### 6.2 Beredning av provlösningen

Späd en aliquot av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1, 9.2 eller 9.3 med vatten och/eller saltsyra (4.1) eller (4.2) så att den slutliga mätlösningen innehåller en koncentration av de ämnen som skall bestämmas som är lämplig för det mätområde som används (7.2) och en saltsyrakoncentration på minst 0,5 M och inte mer än 2,5 M. Det kan behövas en eller flera ytterligare utspädningar.

Håll i en 100 ml-mätkolv en aliquot av den slutliga lösning som har framställts genom att späda extraktet. Låt (a) vara volymen i ml. För bestämning av halten av kobolt, järn, mangan eller zink, tillsätt 10 ml av lantansaltlösningen (4.3). Fyll till märket med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl. Detta är den slutliga mätlösningen. Låt D vara utspädningsfaktorn.

## 7. FÖRFARANDE

### 7.1 Beredning av blindlösning

Bered en blindlösning enligt samma förfarande från och med extraktionsmomentet bortsett från att provet inte är medtaget.

### 7.2 Beredning av kalibreringslösningar

Från de arbetskalibreringslösningar som har framställts med hjälp av varje spårämnes respektive metod bereds i 100 ml-mätkolvar en serie med minst fem kalibreringslösningar med ökande koncentration inom spektrometers optimala mätområde. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära den utspädda provlösningens koncentration som möjligt (6.2). Vid bestämning av kobolt, järn, mangan och zink, tillsätt 10 ml av samma lantansaltlösning (4.3) som användes i 6.2. Fyll till märket med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl.

### 7.3 Bestämning

Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden enligt metoden för det aktuella spårämnet.

Spruta in kalibreringslösningarna (7.2), provlösningen (6.2) och blindlösningen (7.1) i tur och ordning tre gånger. Anteckna varje resultat och spola instrumentet med destillerat vatten mellan varje insprutning.

Rita kalibreringskurvan med de genomsnittliga absorptionsvärdena för var och en av kalibreringslösningarna (7.2) längs y-axeln och motsvarande spårämneskoncentrationer i µg/ml längs x-axeln.

Avläs ur kurvan koncentrationen av det aktuella spårämnet i provlösningen  $x_s$  (6.2) och i blindlösningen  $x_b$  (7.1). Koncentrationerna uttrycks i µg per ml.

## 8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Gödselmedlet har följande procentuella halt av spårämnet (E):

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

Om metod (9.3) har använts:

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

E = mängden spårämne som skall bestämmas, uttryckt som procent av gödselmedlet

$x_s$  = provlösningens koncentration (6.2) uttryckt i µg/ml

$x_b$  = blindlösningens koncentration (7.1) uttryckt i µg/ml

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D = faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i (6.2)

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D:

Om (a1), (a2), (a3), ., ., ., (ai) och (a) är aliquoterna och (v1), (v2), (v3), ., ., ., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn enligt följande:

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

### Metod 9.5

## SPEKTROFOTOMETRISK BESTÄMNING AV BORHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV AZOMETHIN-H

### 1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av bor i extrakt av gödselmedel.

### 2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen av bor skall deklarerats enligt direktiv 89/530/EEG.

### 3. PRINCIP

Borationer bildar tillsammans med azomethin-H-lösning ett gult komplex. Komplexets koncentration bestäms med hjälp av molekylabsorptionsspektrometri vid 410 nm. Störande joner maskeras med EDTA.

### 4. REAGENS

#### 4.1 EDTA-buffertlösning

Överför följande till en 500 ml-mätkolv som innehåller 300 ml vatten:

— 75 g ammoniumacetat ( $\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$ ).

— 10 g dinatriumsalt av etylendiamintetraättiksyra ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ).

— 40 ml ättiksyra ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\rho = 1,05 \text{ g/ml}$ ).

Fyll till märket med vatten och blanda väl. Lösningens pH-värde, mätt med en glaselektrod, skall vara  $4,8 \pm 0,1$ .

#### 4.2 Azomethin-H-lösning

Överför följande till en 200 ml-mätkolv:

— 10 ml buffertlösning (4.1).

— 400 mg azomethin-H ( $\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{NNaO}_8\text{S}_2$ ).

— 2 g askorbinsyra ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ).

Fyll till märket och blanda väl. Blanda inte till stora mängder av detta reagens eftersom det bara är hållbart några dagar.

#### 4.3 Borkalibreringslösningar

##### 4.3.1 Borstamlösning (100 $\mu\text{g/ml}$ )

Lös 0,5719 g borsyra ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) mätt med en noggrannhet på 0,1 mg, i vatten i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Överför till en plastkolv och förvara i kylskåp.

##### 4.3.2 Borarbetslösning (10 $\mu\text{g/ml}$ )

Överför 50 ml stamlösning (4.3.1) till en 500 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

### 5. UTRUSTNING

Spektrometer utrustad för molekylabsorption, inställd på en våglängd på 410 nm och försedd med kyvett med 10 mm skiktjocklek.

### 6. BEREDNING AV ANALYSLÖSNINGEN

#### 6.1 Beredning av borlösningen

Se metod 9.1 och 9.2 samt vid behov 9.3.

## 6.2 Beredning av provlösningen

Späd en aliquot av extraktet (6.1) så att den borkoncentration som anges i 7.2 erhålles. Det kan krävas två utspädningar i följd. Låt D vara utspädningsfaktorn.

## 6.3 Beredning av korrektionslösningen

Om provlösningen (6.2) är färgad, bered en motsvarande korrektionslösning genom att till en plastkolv föra över 5 ml av provlösningen (6.2), 5 ml EDTA-buffertlösning (4.1) och 5 ml vatten och blanda väl.

## 7. FÖRFARANDE

## 7.1 Beredning av blindlösning

Bered en blindlösning enligt samma förfarande från och med extraktionsmomentet, bortsett från att provet inte är medtaget.

## 7.2 Beredning av kalibreringslösningar

För över 0, 5, 10, 15, 20 och 25 ml av arbetskalibreringslösningen (4.3.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Dessa lösningar innehåller mellan 0 och 2,5 µg/ml bor.

## 7.3 Färgutveckling

För över 5 ml av kalibreringslösningarna (7.2), provlösningarna (6.2) och blindlösningen (7.1) till en serie plastkolvar. Tillsätt 5 ml av EDTA-buffertlösningen (4.1). Tillsätt 5 ml av azomethin-H-lösningen (4.2).

Blanda väl och låt färgen utvecklas i mörker 2,5–3 timmar.

## 7.4 Bestämning

Mät absorbansen hos de lösningar som har framställts enligt 7.3 och vid behov korrektionslösningen (6.3) mot vatten vid en våglängd på 410 nm. Skölj kyvetterna med vatten före varje ny avläsning.

## 8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Rita upp kalibreringskurvan med lösningarnas koncentration (7.2) på x-axeln och den absorbans (7.4) som spektrofotometern anger längs y-axeln.

Avläs ur kalibreringskurvan koncentrationen av bor (B) i blindlösningen (7.1), koncentrationen av bor (B) i provlösningen (6.2) och, om provlösningen är färgad, den korrigerade koncentrationen av lösningen. För att beräkna denna, subtrahera korrektionslösningens absorbans (6.3) från provlösningens absorbans och bestäm den korrigerade koncentrationen av provlösningen. Anteckna provlösningens koncentration (6.2) med eller utan korrigering, ( $x_s$ ) och blindlösningens koncentration ( $x_b$ ).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av bor:

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

Om metod 9.3 har använts:

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

B = mängden bor uttryckt i procent av gödselmedlet

$x_s$  = provlösningens koncentration (µg/ml) i provlösningen (6.2), med eller utan korrigering

$x_b$  = blindlösningens (7.1) koncentration (µg/ml)

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D = faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D

Om (a1) och (a2) är två på varandra följande aliquoter och (v1) och (v2) är de volymer som motsvarar deras respektive utspädningar, beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

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

*Metod 9.6*BESTÄMNING AV KOBOLTHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV  
ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI

## 1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av kobolt i extrakt av gödselmedel.

## 2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen av kobolt skall deklarerats enligt direktiv 89/530/EEG.

## 3. PRINCIP

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms kobolthalten med hjälp av atomabsorptionspektrometri.

## 4. REAGENS

## 4.1 Saltsyralösning, ca 6 M:

Se metod 9.4 (4.1).

## 4.2 Saltsyralösning, ca 0,5 M:

Se metod 9.4 (4.2).

## 4.3 Lantansaltlösningar (10 g La per liter).

Se metod 9.4 (4.3).

## 4.4 Koboltkalibreringslösning

## 4.4.1 Koboltstamlösning (1 000 µg/ml)

Väg in 1 g kobolt med en noggrannhet på 0,1 mg i en 250 ml-glasbägare. Tillsätt 25 ml 6 M saltsyra (4.1) och värm på en värmeplatta tills koboltet är helt upplöst. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

## 4.4.2 Koboltarbetslösning (100 µg/ml)

Överför 10 ml stamlösning (4.4.1) till en 100 ml-mätkolv. Fyll till märket med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl.

## 5. UTRUSTNING

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4, (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för kobolts karakteristiska strålning (240,7 nm). Bakgrundskorrigerings måste kunna göras.

## 6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN

## 6.1 Koboltextraktlösning

Se metod 9.1 och 9.2 och vid behov 9.3.

## 6.2 Beredning av provlösningen

Se metod 9.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (v/v) lantansaltlösning (4.3).

## 7. FÖRFARANDE

## 7.1 Beredning av blindlösning

Se metod 9.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (v/v) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

## 7.2 Beredning av kalibreringslösningar

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0–5 µg/ml kobolt, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2 till varje kolv. Fyll upp till 100 ml med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl. Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 µg/ml kobolt.

## 7.3 Bestämning

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 240,7 nm.

## 8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av kobolt:

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

Om metod (9.3) har använts:

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

Co = mängden kobolt uttryckt i procent av gödselmedlet

$x_s$  = provlösningens koncentration (6.2) uttryckt i  $\mu\text{g/ml}$

$x_b$  = blindlösningens koncentration (7.1) uttryckt i  $\mu\text{g/ml}$

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D = faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D

Om ( $a_1$ ), ( $a_2$ ), ( $a_3$ ), ..., ( $a_i$ ) och ( $a$ ) är alikvoterna och ( $v_1$ ), ( $v_2$ ), ( $v_3$ ), ..., ( $v_i$ ) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

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

*Metod 9.7*

# BESTÄMNING AV KOPPARHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI

## 1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av koppar i extrakt av gödselmedel.

## 2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen av koppar skall deklarerats enligt direktiv 89/530/EEG.

## 3. PRINCIP

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms kopparhalten med hjälp av atomabsorptions-spektrometri.

## 4. REAGENS

## 4.1 Saltsyralösning, ca 6 M:

Se metod 9.4 (4.1).

## 4.2 Saltsyralösning, ca 0,5 M:

Se metod 9.4 (4.2).

4.3 Väteperoxidlösning ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\rho = 1,11 \text{ g/ml}$ ), 30 % fri från spårämnen.

## 4.4 Kopparkalibreringslösning

4.4.1 Kopparstamlösning (1 000  $\mu\text{g/ml}$ )

Väg in 1 g koppar med en noggrannhet på 0,1 mg i en 250 ml-glasbägare. Tillsätt 25 ml 6 M saltsyra (4.1) och 5 ml väteperoxidlösning (4.3) och värm på en värmeplatta tills kopparen är helt upplöst. Överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

## 4.4.2 Koppararbetslösning (100 µg/ml)

Överför 20 ml stamlösning (4.4.1) till en 200 ml-mätkolv. Fyll till märket med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl.

## 5. UTRUSTNING

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för koppars karakteristiska strålning (324,8 nm).

## 6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN

## 6.1 Kopparextraktlösning

Se metod 9.1 och 9.2 och vid behov 9.3.

## 6.2 Beredning av provlösningen

Se metod 9.4 (6.2).

## 7. FÖRFARANDE

## 7.1 Beredning av blindlösning

Se metod 9.4 (7.1).

## 7.2 Beredning av kalibreringslösningar

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0–5 µg/ml koppar, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration (6.2) som möjligt. Fyll upp till 100 ml med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl. Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 µg/ml koppar.

## 7.3 Bestämning

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 324,8 nm.

## 8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av koppar:

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

Om metod (9.3) har använts:

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

Cu = mängden koppar uttryckt i procent av gödselmedlet

$x_s$  = provlösningens koncentration (6.2) uttryckt i µg/ml

$x_b$  = blindlösningens koncentration (7.1) uttryckt i µg/ml

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D = faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D

Om (a1), (a2), (a3), .., (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3), .., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

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

*Metod 9.8*BESTÄMNING AV JÄRNHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV  
ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI

## 1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av järn i extrakt av gödselmedel.

## 2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten och/eller den vattenlösliga delen av järn skall deklarerats enligt direktiv 89/530/EEG.

## 3. PRINCIP

Efter lämplig beredning och utspädning av extraktet bestäms järnhalten med hjälp av atomabsorptionspektrometri.

## 4. REAGENS

## 4.1 Saltsyralösning, ca 6 M

Se metod 9.4 (4.1).

## 4.2 Saltsyralösning, ca 0,5 M

Se metod 9.4 (4.2).

4.3 Väteperoxidlösning ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\rho = 1,11 \text{ g/ml}$ ) 30 % fri från spårämnen

## 4.4 Lantansaltlösningar (10 g La per liter).

Se metod 9.4 (4.3).

## 4.5 Järnkalibreringslösningar

4.5.1 Järnstamlösning (1 000  $\mu\text{g/ml}$ )

Väg in 1 g ren järntråd med en noggrannhet på 0,1 mg i en 500 ml-glasbägare. Tillsätt 200 ml 6 M saltsyra (4.1) och 15 ml väteperoxidlösning (4.3). Värm på en värmeplatta tills järnet är helt upplöst. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.5.2 Järnarbetslösning (100  $\mu\text{g/ml}$ )

Överför 20 ml stamlösning (4.5.1) till en 200 ml-mätkolv. Fyll till märket med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl.

## 5. UTRUSTNING

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för järns karakteristiska strålning (248,3 nm).

## 6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN

## 6.1 Järnextraktlösning

Se metod 9.1 och 9.2 och vid behov 9.3.

## 6.2 Beredning av provlösningen

Se metod 9.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (v/v) lantansaltlösning.

## 7. FÖRFARANDE

## 7.1 Beredning av blindlösning

Se metod 9.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (v/v) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

## 7.2 Beredning av kalibreringslösningar

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0-10 µg/ml järn, överför 0, 2, 4, 6, 8 respektive 10 ml arbetslösning (4.5.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2. Fyll upp till märket med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl. Dessa lösningar innehåller 0, 2, 4, 6, 8 respektive 10 µg/ml järn.

## 7.3 Bestämning

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 248,3 nm.

## 8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av järn:

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

Om metod (9.3) har använts:

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

Fe = mängden järn uttryckt i procent av gödselmedlet

$x_s$  = provlösningens koncentration (6.2) uttryckt i µg/ml

$x_b$  = blindlösningens koncentration (7.1) uttryckt i µg/ml

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D = faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D

Om (a1), (a2), (a3), .., (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3), .., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

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

*Metod 9.9*

## BESTÄMNING AV HALTEN AV MANGAN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI

## 1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av mangan i extrakt av gödselmedel.

## 2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen av mangan skall deklarerats enligt direktiv 89/530/EEG.

## 3. PRINCIP

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms manganhalten med hjälp av atomabsorptionspektrometri.

## 4. REAGENS

## 4.1 Saltsyralösning, ca 6 M

Se metod 9.4 (4.1).

## 4.2 Saltsyralösning, ca 0,5 M

Se metod 9.4 (4.2).

## 4.3 Lantansaltlösningar (10 g La per liter)

Se metod 9.4 (4.3).

## 4.4 Mangankalibreringslösning

## 4.4.1 Manganstamlösning (1 000 µg/ml)

Väg in 1 g mangan med en noggrannhet på 0,1 mg i en 250 ml-glasbägare. Tillsätt 25 ml 6 M saltsyra (4.1) och värme på en värmeplatta tills manganet är helt upplöst. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

## 4.4.2 Manganarbetslösning (100 µg/ml)

Späd ut 20 ml stamlösning (4.4.1) med 0,5 M saltsyralösning (4.2) i en 200 ml-mätkolv. Fyll till märket med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl.

## 5. UTRUSTNING

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för mangans karakteristiska strålning (279,6 nm).

## 6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN

## 6.1 Manganextraktlösning

Se metod 9.1 och 9.2 och vid behov 9.3.

## 6.2 Beredning av provlösningen

Se metod 9.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (v/v) lantansaltlösning (4.3).

## 7. FÖRFARANDE

## 7.1 Beredning av blindlösning

Se metod 9.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (v/v) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

## 7.2 Beredning av kalibreringslösningar

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0 till 5 µg/ml mangan, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2 till varje kolv. Fyll upp till 100 ml med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl. Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 µg/ml mangan.

## 7.3 Bestämning

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 279,6 nm.

## 8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av mangan:

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

Om metod (9.3) har använts:

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

Mn = mängden mangan uttryckt i procent av gödselmedlet

$x_s$  = provlösningens koncentration (6.2) uttryckt i µg/ml

$x_b$  = blindlösningens koncentration (7.1) uttryckt i µg/ml

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D = faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D

Om (a1), (a2), (a3), ., ., ., (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3), ., ., ., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

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

#### Metod 9.10

### BESTÄMNING AV MOLYBDEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV SPEKTROFOTOMETRI AV ETT KOMPLEX MED AMMONIUMTIOCYANAT

#### 1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av molybden i extrakt av gödselmedel.

#### 2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen av molybden skall deklarerats enligt direktiv 89/530/EEG.

#### 3. PRINCIP

Molybden (V) bildar tillsammans med SCN<sup>-</sup>-joner i sur miljö ett komplex  $[MoO(SCN)_5]^{-2}$ . Komplexet extraheras med n-butylacetat. Störande joner, som t. ex. järnjoner blir kvar i vattenfasen. Den orangegula färgen bestäms av molekylabsorptionsspektrometri vid 470 nm.

#### 4. REAGENS

##### 4.1 Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 M

Se metod 9.4 (4.1).

##### 4.2 Kopparlösning (70 mg/l) i 1,5 M saltsyra

Lös 275 mg kopparsulfat ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ), som är uppvägt med en noggrannhet på 0,1 mg, i 250 ml 6 M saltsyralösning (4.1) i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

##### 4.3 Askorbinsyrelösning (50 g/l)

Lös 50 g askorbinsyra ( $C_6H_8O_6$ ) i vatten i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Förvara i kylskåp.

##### 4.4 n-butylacetat

##### 4.5 Ammoniumtiosulfatlösning, 0,2 M

Lös upp 15,224 g  $NH_4SCN$  i vatten i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Förvara i en mörk flaska.

##### 4.6 Tennkloridlösning (50 g/l) i 2 M saltsyra

*Denna lösning måste vara helt klar och beredas direkt före användningen. Tennkloriden måste vara mycket ren, annars blir lösningen grumlig.*

För att bereda 100 ml lösning, lös 5 g ( $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ ) i 35 ml 6 M HCl-lösning (4.1). Tillsätt 10 ml kopparlösning (4.2). Fyll till märket med vatten och blanda väl.

#### 4.7 Molybdenkalibreringslösningar

##### 4.7.1 Molybdenstamlösning (500 µg/ml)

Lös 0,920 g ammoniummolybdat  $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ , som är uppvägt med en noggrannhet på 0,1 mg, i 6 M saltsyra (4.1) i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med saltsyran och blanda väl.

##### 4.7.2 Intermediär molybdenlösning (25 µg/ml)

Överför 25 ml stamlösning (4.7.1) till en 500 ml-mätkolv. Fyll till märket med 6 M saltsyra (4.1) och blanda väl.

##### 4.7.3 Molybdenarbetslösning (2,5 µg/ml)

Överför 10 ml intermediär lösning (4.7.2) till en 100 ml-mätkolv. Fyll till märket med 6 M saltsyra (4.1) och blanda väl.

#### 5. UTRUSTNING

##### 5.1 Molekylabsorptionsspektrometer försedd med kyvetter med 20 mm skiktjocklek. Instrumentet skall vara inställt på en våglängd på 470 nm.

5.2 Separationstrattar på 200 eller 250 ml.

## 6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN

### 6.1 Molybdenextraktlösning

Se metod 9.1 och 9.2 och vid behov 9.3.

### 6.2 Beredning av provlösningen

Späd en aliquot av extraktet (6.1) med 6 M saltsyralösning (4.1) för att få fram en lämplig molybdenkoncentration. Låt D vara utspädningsfaktorn.

Överför en aliquot (a) från extraktlösningen som innehåller 1–12 µg molybden till en separationstratt (5.2). Fyll upp till 50 ml med 6 M saltsyralösning (4.1).

## 7. FÖRFARANDE

### 7.1 Beredning av blindlösning

Bered en blindlösning enligt samma förfarande från extraktionsmomentet, bortsett från att provet inte är medtaget.

### 7.2 Beredning av kalibreringslösningar

Bered en serie med minst sex kalibreringslösningar med ökande koncentration som motsvarar spektrometerns optimala mätområde.

För området 0–12,5 µg molybden, överför 0, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.7.3) till separationstrattarna (5.2). Fyll upp till 50 ml med 6 M saltsyralösning (4.1). Trattarna innehåller 0, 2,5, 5, 7,5, 10 och 12,5 µg molybden.

### 7.3 Framkallning och separation av komplexet

Tillsätt i varje separationstratt (6.2, 7.1 och 7.2) i tur och ordning följande lösningar:

— 10 ml kopparlösning (4.2).

— 20 ml askorbinsyrelösning (4.3).

Blanda väl och vänta i två eller tre minuter. Tillsätt sedan följande:

— 10 ml n-butylacetat (4.4) med hjälp av en precisionspipett.

— 20 ml tiocyanatlösning (4.5).

Skaka i en minut så att komplexet extraheras i den organiska fasen. Låt separera. När de två faserna har separerats, ta bort hela vattenfasen och kasta den. Tvätta den organiska fasen med

— 10 ml tennkloridlösning (4.6).

Skaka i en minut. Låt separera. Ta bort hela vattenfasen. Samla upp den organiska fasen i ett provrör vilket gör det möjligt att samla de suspenderade vattendropparna.

### 7.4 Bestämning

Mät absorbanzen i de lösningar som har framställts enligt 7.3 vid en våglängd på 470 nm. Använd molybdenkalibreringslösningen med 0 µg/ml (7.2) som referens.

## 8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Rita upp kalibreringskurvan med massan av molybden i kalibreringslösningarna (7.2) uttryckt i µg på x-axeln och de absorbanser (7.4) som spektrometern anger längs y-axeln.

Bestäm ur kalibreringskurvan massan av molybden i provlösningen (6.2) och i blindlösningen (7.1). Dessa massor betecknas  $x_s$  respektive  $x_b$ .

Gödselmedlet har följande procentuella halt av molybden:

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

Om metod (9.3) har använts:

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

Mo = mängden molybden uttryckt i procent av gödselmedlet

a = volymen av aliquoten från den sista utspädningslösningen (6.2) uttryckt i ml

$x_s$  = massan av molybden i provlösningen (6.2) uttryckt i µg

$x_b$  = massan av molybden uttryckt i µg i blindlösningen (7.1) vars volym motsvarar volymen (a) av aliquoten av provlösningen (6.2)

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D = faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D

Om (a1), (a2) är alikvoterna och (v1), (v2) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

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

*Metod 9.11*

**BESTÄMNING AV HALTEN AV ZINK I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV  
ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI**

**1. RÄCKVIDD**

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av zink i extrakt av gödselmedel.

**2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen av zink skall deklarerats enligt direktiv 89/530/EEG.

**3. PRINCIP**

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms zinkhalten med hjälp av atomabsorptions-spektrometri.

**4. REAGENS**

**4.1 Saltsyralösning, ca 6 M**

Se metod 9.4 (4.1).

**4.2 Saltsyralösning, ca 0,5 M**

Se metod 9.4 (4.2).

**4.3 Lantansaltlösningar (10 g La per liter).**

Se metod 9.4 (4.3).

**4.4 Zinkkalibreringslösning**

**4.4.1 Zinkstamlösning (1 000 µg/ml)**

Lös 1 g zinkpulver eller zinkflisor, som har vägts med en noggrannhet på 0,1 mg, i 25 ml 6 M saltsyra (4.1) i en 1 000 ml-glasbägare. När zinket är helt upplöst, fyll till märket med vatten och blanda väl.

**4.4.2 Zinkarbetslösning (100 µg/ml)**

Lös upp 20 ml stamlösning (4.4.1) i en 200 ml-mätkolv med 0,5 M saltsyralösning (4.2). Fyll till märket med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl.

**5. UTRUSTNING**

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för zinks karakteristiska strålning (213,8 nm). Bakgrundskorrigerings måste kunna göras.

**6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**

**6.1 Zinkextraktlösning**

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

**6.2 Beredning av provlösningen**

Se metod 9.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (v/v) lantansaltlösning.

**7. FÖRFARANDE**

**7.1 Beredning av blindlösning**

Se metod 9.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (v/v) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

## 7.2 Beredning av kalibreringslösningar

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0–5 µg/ml zink, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2 till varje kolv. Fyll upp till 100 ml med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl.

Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 µg/ml zink.

## 7.3 Bestämning

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 213,8 nm.

## 8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av zink:

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

Om metod (9.3) har använts:

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

Zn = mängden zink uttryckt i procent av gödselmedlet

$x_s$  = provlösningens (6.2) koncentration uttryckt i µg/ml

$x_b$  = blindlösningens (7.1) koncentration uttryckt i µg/ml

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D = faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D

Om (a1), (a2), (a3), ., ., ., (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3), ., ., ., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

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