

## DIRECTIVA DE LA COMISIÓN

de 1 de agosto de 1989

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

(89/519/CEE)

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Vista la Directiva 76/116/CEE del Consejo, de 18 de diciembre de 1975, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre abonos<sup>(1)</sup>, modificada en último lugar por la Directiva 89/284/CEE<sup>(2)</sup>, y, en particular, el apartado 2 de su artículo 9,

Considerando que la Directiva 89/284/CEE completa y modifica la Directiva 76/116/CEE en lo referente al calcio, magnesio, sodio y azufre presentes en los abonos;

Considerando que la Directiva 77/535/CEE de la Comisión<sup>(3)</sup>, modificada en último lugar por la Directiva 87/566/CEE<sup>(4)</sup>, prevé controles oficiales de los abonos de la Comunidad para comprobar que se cumplen las condiciones que exigen las disposiciones comunitarias sobre la calidad y composición de los abonos; que conviene completar dicha Directiva para que los abonos regulados por la Directiva 89/284/CEE del Consejo también puedan someterse a dichos controles; que también resulta necesario sustituir los métodos 5.1, 5.2, 5.3 y 5.4; que determinadas disposiciones generales relativas a los métodos de análisis de los abonos, aplicables a todos los métodos, deben añadirse a las observaciones generales del Anexo II;

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

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

## Artículo 1

1. Las disposiciones generales relativas a los métodos de análisis de los abonos que figuran en el Anexo I de la presente

Directiva se añadirán a las observaciones generales del Anexo II de la Directiva 77/535/CEE.

2. Los métodos 8.1 a 8.10 recogidos en el Anexo II de la presente Directiva se incluirán en el Anexo II de la Directiva 77/535/CEE.

3. Se suprimirán los métodos 5.1 a 5.4 que figuran en el Anexo II de la Directiva 77/535/CEE.

## Artículo 2

1. Los Estados miembros adoptarán las medidas necesarias para cumplir la presente Directiva, a más tardar, el 1 de septiembre de 1990. Informarán inmediatamente de ello a la Comisión.

Las disposiciones adoptadas en virtud del párrafo primero se referirán explícitamente a la presente Directiva.

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

## Artículo 3

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

Hecho en Bruselas, el 1 de agosto de 1989.

Por la Comisión  
Martin BANGEMANN  
Vicepresidente

(1) DO n° L 24 de 30. 1. 1976, p. 21.

(2) DO n° L 111 de 22. 4. 1989, p. 34.

(3) DO n° L 213 de 22. 8. 1977, p. 1.

(4) DO n° L 342 de 4. 12. 1987, p. 32.

## ANEXO I

**-DISPOSICIONES GENERALES ACERCA DE LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS DE LOS ABONOS****1. Reactivos**

Salvo disposiciones contrarias especificadas en el método de análisis, todos los reactivos deberán poseer un grado de pureza analítica (p.a.). Para analizar los oligoelementos, se deberá controlar la pureza de los reactivos mediante una prueba en blanco. Según el resultado que se obtenga, habrá que realizar una purificación suplementaria.

**2. Agua**

Independientemente del tipo de disolvente o de diluyente, en las operaciones de disolución, dilución, aclarado o lavado mencionadas en los métodos de análisis se emplea agua. Por regla general, el agua se deberá demineralizar o destilar. En determinadas casos indicados en los métodos de análisis, dicha agua deberá someterse a procedimientos específicos de purificación.

**3. Material de laboratorio**

Al margen del equipo habitual de los laboratorios de control, el material descrito en los métodos de análisis se limita a los instrumentos y aparatos especiales o que tienen requisitos específicos. Dicho material deberá estar completamente limpio, sobre todo para determinar pequeñas cantidades. En el caso de los objetos de cristal graduado, el laboratorio habrá de verificar su precisión, siguiendo las normas establecidas.-.

## ANEXO II

## Métodos 8

## ELEMENTOS SECUNDARIOS

## Método 8.1

## EXTRACCIÓN DEL CALCIO TOTAL, DEL MAGNESIO TOTAL, DEL SODIO TOTAL Y DEL AZUFRE TOTAL EN FORMA DE SULFATO

## 1. OBJETO

En el presente documento se establece un método de extracción del calcio total, del magnesio total, del sodio total y del azufre total en forma de sulfato, para efectuar, en la medida de lo posible, una única extracción a partir de la cual poder determinar cada uno de estos elementos.

## 2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los abonos CEE en los que, según lo dispuesto por la Directiva 89/284/CEE del Consejo (1) hay que declarar el calcio total, el magnesio total, el sodio total y el azufre total en forma de sulfato.

## 3. PRINCIPIO

Disolución en ácido clorhídrico diluido mediante ebullición.

## 4. REACTIVOS

## 4.1. Ácido clorhídrico diluido (1 : 1).

Un volumen de ácido clorhídrico (densidad: 1,18) por un volumen de agua.

## 5. MATERIAL Y APARATOS

Placa calefactora eléctrica de temperatura regulable.

## 6. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Véase método n° 1.

## 7. PROCEDIMIENTO

## 7.1. Toma de muestra

El calcio, el magnesio, el sodio y el azufre de los sulfatos se determinarán a partir de una muestra de 5 g que se habrá pesado con una precisión de 1 mg.

No obstante, cuando el contenido en azufre (S) del abono sea superior al 15 %, esto es, un 37,5 % de  $SO_4$ , y el contenido en calcio (Ca) sea superior al 18,8 %, esto es, un 26,3 % de  $CaO$ , el calcio y el azufre se determinarán a partir de una muestra de 1 g que se habrá pesado con una precisión de 1 mg.

Las muestras se introducirán en vasos de precipitado de 600 ml.

## 7.2. Disolución

Añadir aproximadamente 400 ml de agua y 50 ml de ácido clorhídrico diluido (4.1) en pequeñas porciones y con precaución si el producto contiene una cantidad importante de carbonatos. Hervir y mantener en ebullición durante 30 minutos. Dejar enfriar agitando de vez en cuando. Tras-

(1) DO n° L 111 de 22. 4. 1989, p. 34.

vasar cuantitativamente a un matraz aforado de 500 ml. Añadir agua hasta alcanzar este volumen. Homogeneizar por agitación. Filtrar a través de un filtro seco en un recipiente seco. Desochar las primeras porciones. El extracto ha de estar perfectamente limpio. Tapar si el filtrado no va a utilizarse inmediatamente.

### Método 8.2

## EXTRACCIÓN DEL AZUFRE TOTAL PRESENTE EN DIVERSAS FORMAS

### 1. OBJETO

En el presente documento se establece un método de extracción del azufre total presente en los abonos en forma elemental y/o en diversas formas.

### 2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los abonos CEE en los que, según lo dispuesto en la Directiva 89/284/CEE, hay que declarar el azufre total presente en diversas formas (elemental, tiosulfato, sulfato, sulfano).

### 3. PRINCIPIO

Transformación en medio fuertemente alcalino del azufre elemental en polisulfuros y tiosulfatos, y oxidación de éstos y de los sulfuros eventualmente presentes con peróxido de hidrógeno. Las diversas formas de azufre se transforman así en sulfato que se cuantifica en forma de sulfato de bario precipitado (método 8.9).

### 4. REACTIVOS

#### 4.1. Ácido clorhídrico diluido (1 : 1).

Un volumen de ácido clorhídrico (densidad: 1,18) por un volumen de agua.

#### 4.2. Solución de hidróxido de sodio al 30 % de NaOH como mínimo (densidad: 1,33).

#### 4.3. Solución de peróxido de hidrógeno al 30 % en masa.

#### 4.4. Cloruro de bario $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , solución acuosa de 122 g/l.

### 5. MATERIAL Y APARATOS

Placa calefactora eléctrica de temperatura regulable.

### 6. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Véase método nº 1.

### 7. PROCEDIMIENTO

#### 7.1. Toma de muestra

Pesar, con precisión de 1 mg, una cantidad de abono que contenga entre 80 y 350 mg de azufre (S), esto es, de 200 a 875 mg de  $\text{SO}_2$ .

En la mayoría de los casos ( $\text{S} < 15\%$ ), se pesarán 2,5 g.

Introducir la muestra en un vaso de precipitado de 400 ml.

#### 7.2. Oxidación

Añadir 20 ml de solución de hidróxido de sodio (4.2) y 20 ml de agua. Tapar con un vidrio de reloj. Hervir durante 5 minutos sobre la placa calefactora (5.1). Retirar de la placa. Arrastrar el azufre adherido a las paredes del vaso de precipitado con un chorro de agua hirviendo. Hervir y mantener en ebullición durante 20 minutos. Dejar enfriar.

Añadir el peróxido de hidrógeno (4.3) en dosis de 2 ml hasta que desaparezca la reacción. Normalmente son necesarios de 6 a 8 ml de peróxido de hidrógeno. Dejar que prosiga la oxidación en frío durante una hora, luego hervir durante media hora. Dejar enfriar.

### 7.3. Preparación de la solución problema

Añadir aproximadamente 50 ml de agua y 50 ml de la solución de ácido clorhídrico (4.1).

— Si el contenido en azufre (S) es inferior al 5%:

Filtrar la solución en un vaso de precipitado de 600 ml. Lavar repetidas veces con agua fría el residuo del filtro. Al terminar el lavado, comprobar que no queden sulfatos en las últimas gotas del filtrado con ayuda de una solución de cloruro de bario (4.4). El filtrado debe estar perfectamente limpio. La determinación cuantitativa de los sulfatos se efectuará en la totalidad del filtrado siguiendo el método 8.9.

— Si el contenido en azufre (S) es del 5% o más:

Trasvasar cuantitativamente el contenido del vaso de precipitado a un matrás aforado de 250 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar por agitación. Filtrar a través de un filtro seco en un recipiente seco. El filtrado debe estar perfectamente limpio. Tapar el recipiente si la solución no va a utilizarse inmediatamente. La determinación cuantitativa de los sulfatos se efectuará en una alícuota de esta solución por precipitación en forma de sulfato de bario siguiendo el método 8.9.

### Método 8.3

## EXTRACCIÓN DE LAS FORMAS SOLUBLES EN AGUA DEL CALCIO, DEL MAGNESIO, DEL SODIO Y DEL AZUFRE PRESENTE EN FORMA DE SULFATO

### 1. OBJETO

En el presente documento se establece un método de extracción de la fracción soluble en agua del calcio, del magnesio, del sodio y del azufre en forma de sulfato, para efectuar una única extracción a partir de la cual poder determinar la cantidad de cada uno de estos elementos contenida en los abonos.

### 2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los abonos en los que, según lo dispuesto en la Directiva 89/284/CEE, hay que declarar el calcio, el magnesio, el sodio y el azufre en forma de sulfato, solubles en agua.

### 3. PRINCIPIO

Disolución de los elementos en agua hirviendo.

### 4. REACTIVO

Agua destilada o demineralizada de calidad equivalente.

### 5. MATERIAL Y APARATOS

5.1. Placa calefactora eléctrica de temperatura regulable.

### 6. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Véase método nº 1.

### 7. PROCEDIMIENTO

#### 7.1. Toma de muestra

a) Abono sin azufre o que contenga simultáneamente, y a lo sumo, un 3% de azufre (S) (= 7,5%  $\text{SO}_2$ ) y un 4% de calcio (Ca) (= 5,6%  $\text{CaO}$ ):

pesar 5 g de abono con precisión de 1 mg.

b) Abono que contenga más de un 3% de azufre (S) y de un 4% de calcio (Ca):

pesar 1 g de abono con precisión de 1 mg.

Introducir la muestra en un vaso de precipitado de 600 ml.

#### 7.2. Disolución

Añadir aproximadamente 400 ml de agua. Hervir durante 30 minutos. Dejar enfriar agitando de vez en cuando.

Transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 500 ml. Envasar con agua. Homogeneizar por agitación.

Filtrar a través de un filtro seco en un recipiente seco. Deschar las primeras porciones del filtrado. El filtrado ha de estar perfectamente limpio.

Tapar el recipiente si la solución no va a utilizarse inmediatamente.

### Método 8.4

## EXTRACCIÓN DEL AZUFRE SOLUBLE EN AGUA PRESENTE EN DIVERSAS FORMAS

### 1. OBJETO

En el presente documento se establece un método de extracción del azufre soluble en agua presente en los abonos en diversas formas.

### 2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los abonos en los que, según lo dispuesto en la Directiva 89/284/CEE, hay que declarar el azufre soluble en agua presente en diversas formas (sulfato, sulfato, sulfato).

### 3. PRINCIPIO

Disolución en agua fría del azufre y transformación en sulfato por oxidación con pérdida de hidrógeno en un medio alcalino.

### 4. REACTIVOS

#### 4.1. Ácido clorhídrico diluido (1 : 1).

Un volumen de ácido clorhídrico (densidad: 1,18) por un volumen de agua.

#### 4.2. Solución de hidruro de sodio al 30% de NaOH como mínimo (densidad: 1,33).

#### 4.3. Solución de peróxido de hidrógeno al 30% en masa.

### 5. MATERIAL Y APARATOS

#### 5.1. Matraz aforado de 500 ml (Stobmann).

#### 5.2. Agitador rotativo regulado a 30/40 revoluciones por minuto.

#### 5.3. Placa calefactora eléctrica de temperatura regulable.

### 6. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Véase método n° 1.

### 7. PROCEDIMIENTO

#### 7.1. Toma de muestra

a) Abono que contenga simultáneamente, y a lo sumo, un 3% de azufre (S) (= 7,5% SO<sub>2</sub>) y un 4% de calcio (Ca) (= 5,6% de CaO):

pesar 5 g de abono con precisión de 1 mg.

b) Abono que contenga simultáneamente más de un 3% de azufre (S) y de un 4% de calcio (Ca):

pesar 1 g de abono con precisión de 1 mg.

Introducir la muestra en un matraz de 500 ml (5.1).

7.2.

#### Disolución

Añadir aproximadamente 400 ml de agua. Tapar. Agitar (5.2) durante 30 minutos. Enrasar con agua. Homogeneizar por agitación.

Filtrar a través de un filtro seco en un recipiente seco. Tapar si la solución no va a utilizarse inmediatamente.

7.3.

#### Oxidación de la alícuota que va a analizarse

Tomar una alícuota de la solución de extracción que no sea superior a 50 ml y contenga entre 20 y 100 mg de azufre (S). Introducirla en un vaso de precipitado de capacidad adecuada. En caso necesario, llevar el volumen a unos 50 ml con agua. Añadir 3 ml de solución de hidróxido de sodio (4.2) y 2 ml de solución de peróxido de hidrógeno (4.3).

Tapar con un vidrio de reloj y dejar hervir moderadamente durante una hora sobre la placa calefactora (5.3). Añadir, en dosis de 1 ml, solución de peróxido de hidrógeno hasta que cese la reacción (a lo sumo, 5 ml).

Dejar enfriar y retirar y lavar el vidrio de reloj del vaso de precipitado. Acidificar con aproximadamente 20 ml de ácido clorhídrico diluído (4.1). Añadir agua hasta completar 300 ml. Efectuar la determinación cuantitativa de los sulfatos de toda la solución oxidada siguiendo el método 8.9.

### Método 8.5

## EXTRACCIÓN Y DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL AZUFRE ELEMENTAL

### ADVERTENCIA

En este método de análisis se utiliza sulfuro de carbono ( $CS_2$ ). Ello obliga a tomar disposiciones de seguridad especiales, en particular:

- almacenamiento de  $CS_2$ ,
- equipo de protección del personal,
- higiene en el trabajo,
- protección contra incendios y explosiones,
- eliminación del reactivo.

Para llevar a cabo este método se requiere un personal altamente cualificado y el equipo de laboratorio adecuado.

#### 1. OBJETO

En el presente documento se establece un método de extracción y determinación cuantitativa del azufre elemental contenido en los abonos.

#### 2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los abonos CEE en los que, según la Directiva 89/284/CEE, hay que declarar el azufre total en forma elemental.

#### 3. PRINCIPIO

Extracción del azufre elemental con sulfuro de carbono previa eliminación de los compuestos solubles. Gravimetría del azufre extraído.

#### 4. REACTIVOS

Sulfuro de carbono.

#### 5. MATERIAL Y APARATOS

5.1. Matraz de extracción de 100 ml de cuello esmerilado.

5.2. Aparato de Soxhlet, con sus correspondientes cartuchos filtrantes.

- 5.3. Evaporador rotativo de vacío.
- 5.4. Estufa eléctrica con ventilación, regulada a  $90 \pm 2^\circ \text{C}$ .
- 5.5. Cápsulas de Petri de porcelana, con un diámetro de 5 a 7 cm y una altura no superior a 5 cm.
- 5.6. Placa calefactora eléctrica de temperatura regulable.

## 6. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Véase método n° 1.

## 7. PROCEDIMIENTO

### 7.1. Toma de muestra

Introducir de 5 a 10 g de muestra pesados con precisión de 1 mg en un cartucho del aparato de Soxhlet (5.2).

### 7.2. Extracción del azufre

Lavar a fondo con agua caliente el contenido del cartucho para eliminar todos los compuestos solubles. Secar en estufa a  $90^\circ \text{C}$  (5.4) durante, al menos, 1 hora.

Introducir el cartucho en el aparato de Soxhlet (5.2). Después de introducir en el matraz (5.1) unas cuantas perlas de vidrio, se tara ( $P_0$ ) y se introduce 50 ml de sulfuro de carbono (4.1). Conectar el aparato y extraer el azufre elemental durante 6 horas. Suprimir el calentamiento, dejar enfriar y desconectar el matraz del aparato. Poner el matraz en el evaporador rotativo (5.3) hasta que el contenido del matraz se solidifique en una masa esponjosa.

Secar el matraz en la estufa a  $90^\circ \text{C}$  (5.4) hasta obtener un peso constante ( $P_1$ ). Suele bastar con 1 hora.

### 7.3. Determinación de la pureza del azufre extraído

Es posible que se extraigan otras sustancias a la vez que el azufre elemental con el sulfuro de carbono. Para determinar su proporción, se procederá de la siguiente forma:

Después de homogeneizar lo mejor posible el contenido del matraz, tomar de 2 a 3 g de sustancia y pesar con una precisión de 1 mg ( $n$ ). Introducirlos en una cápsula de Petri (5.5) y pesarlo todo ( $P_2$ ). Ponerlo luego sobre la placa calefactora (5.6) regulada de tal forma que no supere los  $220^\circ \text{C}$  para no provocar una combustión del azufre. Continuar la sublimación entre 3 y 4 horas hasta alcanzar un peso constante ( $P_3$ ).

Nota: Para algunos abonos no hará falta conocer el estado de pureza del azufre, en cuyo caso el procedimiento concluirá al final del punto 7.2.

## 8. CÁLCULOS

El porcentaje de azufre elemental ( $S_0$ ) del abono es igual a:

$$\% \text{ de } S_0 \text{ impuro del abono} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

$$\% \text{ pureza del azufre extraído} = \frac{P_2 - P_3}{n} \times 100$$

$$\% \text{ de } S_0 \text{ puro del abono} = \frac{(P_1 - P_0)(P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100$$

siendo:

$m$  = la masa de la muestra de abono en g.

$P_0$  = la masa del matraz de Soxhlet en g.

$P_1$  = la masa del matraz de Soxhlet y del azufre impuro, una vez seco, en g.

$n$  = la masa del azufre impuro utilizado para la purificación, en g.

$P_2$  = la masa de la cápsula de Petri + la toma de muestra utilizada en el punto 7.3, en g.

$P_3$  = la masa de la cápsula de Petri después de la sublimación del azufre, en g.



*Método 8.6***DETERMINACIÓN MANGANIMÉTRICA DEL CALCIO EXTRAÍDO POR PRECIPITACIÓN EN FORMA DE OXALATO****1. OBJETO**

En el presente documento se establece un método para determinar el calcio presente en los extractos de abonos.

**2. CAMPO DE APLICACIÓN**

El presente método se aplica a los abonos CEE en los que, según lo dispuesto por la Directiva 89/284/CEE, hay que declarar el calcio total y/o soluble en agua.

**3. PRINCIPIO**

Precipitación del calcio presente en una alícuota de la solución de extracción en forma de oxalato. Una vez separado y disuelto, valorar el ácido oxálico con permanganato potásico.

**4. REACTIVOS****4.1. Ácido clorhídrico diluido (1 : 1).**

Un volumen de ácido clorhídrico (densidad: 1,18) por un volumen de agua.

**4.2. Ácido sulfúrico diluido (1 : 10).**

Un volumen de ácido sulfúrico (densidad: 1,84) por diez volúmenes de agua.

**4.3. Solución de amoníaco (1 : 1).**

Un volumen de amoníaco (densidad: 0,88) diluido en un volumen de agua.

**4.4. Solución saturada de oxalato de amonio [(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O] a temperatura ambiente (40 g/l aproximadamente).****4.5. Solución de ácido cítrico al 30 % (m/v).****4.6. Solución de cloruro de amonio al 5 % (m/v).****4.7. Solución de azul de bromotimol al 0,1 % (m/v) en etanol de 95 %.****4.8. Solución de verde de bromocresol al 0,04 % (m/v) en etanol de 95 %.****4.9. Solución titulada de permanganato potásico 0,02 M.****5. MATERIAL Y APARATOS****5.1. Crisol filtrante de vidrio sinterizado con una porosidad de 5 a 20 µ.****5.2. Baño maría.****6. PREPARACIÓN DE LA ALÍCUOTA QUE VA A ANALIZARSE**

Con una pipeta de precisión, tomar una alícuota de la solución de extracción obtenida por el método 8.1 a 8.3, que contenga de 15 a 50 mg de Ca (= 21 a 70 mg de CaO). Siendo  $v_2$  el volumen de esta alícuota. Introducirla en un vaso de precipitado de 400 ml. Neutralizar, si fuera necesario, con unas gotas de la solución de amoníaco (4.3) (viraje del indicador 4.7 de amarillo a azul).

Añadir 1 ml de la solución de ácido cítrico (4.5) y 5 ml de la solución de cloruro de amonio (4.6).

**7. PRECIPITACIÓN DEL OXALATO CÁLCICO**

Añadir aproximadamente 100 ml de agua. Hervir y añadir de 8 a 10 gotas de solución del indicador (4.8) y, gota a gota, 50 ml de solución caliente de oxalato de amonio (4.4). Si se forma un precipitado, disolverlo añadiendo unas gotas de ácidos clorhídrico (4.1). Neutralizar muy

lentamente con la solución de amoníaco (4.3), agitando continuamente hasta alcanzar un pH de 4,4 a 4,6 (viraje del indicador 4.8 de verde a azul). Poner el vaso de precipitado al baño maría (5.2) y mantenerlo hirviendo durante 30 minutos. Sacar el vaso de precipitado del baño maría, dejarlo en reposo durante una hora y filtrar sobre el crisol (5.1).

#### 8 VALORACIÓN DEL OXALATO PRECIPITADO

Lavar el vaso de precipitado y el crisol hasta eliminar por completo el exceso de oxalato de amonio (lo que se podrá verificar comprobando la ausencia de cloruro en el agua de lavado). Introducir el crisol en el vaso de precipitado de 400 ml y disolver el precipitado con 50 ml de ácido sulfúrico caliente (4.2). Añadir agua al vaso de precipitado hasta 100 ml aproximadamente.

Calentar hasta alcanzar una temperatura de 70 a 90° C y valorar, gota a gota con la solución de permanganato (4.9) hasta que el color rosa se mantenga durante un minuto.

Siendo a este volumen.

#### 9 CÁLCULOS

El contenido en calcio (Ca) del abono es igual a:

$$\text{Ca (\%)} = n \cdot 0,2004 \times \frac{t}{0,02} \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

siendo:

n = los ml de permanganato utilizados.

m = la masa de la muestra en g.

v<sub>2</sub> = el volumen de la alícuota en ml.

v<sub>1</sub> = el volumen de la solución de valoración en ml.

t = la molaridad de la solución de permanganato en moles por litro.

$$\text{CaO (\%)} = \text{Ca (\%)} \times 1,400.$$

#### Método 8.7

### DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL MAGNESIO POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

#### 1. OBJETO

En el presente documento se establece un método para determinar el magnesio presente en extractos de abonos.

#### 2. CAMPO DE APLICACIÓN

El presente método se aplica a los extractos de abonos CEE obtenidos con los métodos 8.1 y 8.3, en los que hay que declarar el magnesio total y/o el magnesio soluble en agua, exceptuando los abonos del Anexo de la Directiva (89/284/CEE) sobre elementos secundarios: tipo 4 (kieserita), tipo 5 (sulfato de magnesio) y tipo 7 (kieserita con sulfato de potasio), a los que se aplicará el método 8.8.

El presente método se aplica a todos los extractos de abonos que contengan elementos en cantidad tal que puedan interferir en la determinación colorimétrica del magnesio.

#### 3. PRINCIPIO

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

#### 4. REACTIVOS

4.1. Ácido clorhídrico diluido aproximadamente 1 M.

4.2. Ácido clorhídrico diluido aproximadamente 0,5 M.

4.3. Solución patrón de magnesio de 1,00 mg por ml.

4.3.1. Disolver 1,013 g de sulfato de magnesio (MgSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O) en la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2) y seguir añadiendo este ácido hasta alcanzar 100 ml.

4.3.2. *Alternativa 1:* pesar 1,658 g de óxido de magnesio (MgO) previamente calcinado para eliminar las trazas de recarbonatación. Introducirlo en un vaso de precipitado con 100 ml de agua y 120 ml de ácido clorhídrico 1 M (4.1). Una vez disueltos, trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml, enrasar con agua y homogeneizar por agitación.

4.3.3. *Alternativa 2:* Solución patrón comercial

El laboratorio es responsable del control de estas soluciones patrón.

4.4. Solución de cloruro de estroncio

Disolver 75 g de cloruro de estroncio ( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) en una solución de ácido clorhídrico diluido (4.2) y llevar a 500 ml con este mismo ácido.

## 5. MATERIAL Y APARATOS

Espectrómetro de absorción atómica provisto de una lámpara de magnesio y regulado a 285,2 nm. Llama de acetileno y aire.

## 6. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

Véanse métodos 8.1 y 8.3.

## 7. PROCEDIMIENTO

7.1. Si el contenido declarado en magnesio (Mg) del abono es superior al 6% (= 10% de MgO), tomar 25 ml ( $V_1$ ) de la solución de extracción (6) e introducirla en un matraz aforado de 100 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar. El factor de dilución será  $D_1 = 100/V_1$ .

7.2. Con una pipeta, tomar 10 ml de la solución de extracción (6) o de la solución (7.1); introducirla en un matraz aforado de 200 ml. Enrasar con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2). Homogeneizar. Factor de dilución: 200/10.

7.3. Diluir esta solución (7.2) con la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.2), hasta obtener una concentración correspondiente al rango óptimo de medidas del espectrómetro (5.1). Siendo  $V_2$  el volumen de la extracción en 100 ml. El factor de dilución será  $D_2 = 100/V_2$ .

La solución final deberá contener un 10% v/v de la solución de cloruro de estroncio (4.4).

7.4. Preparación de la solución en blanco

Preparar una solución en blanco siguiendo todo el procedimiento desde la extracción (métodos de extracción 8.1 a 8.3) y omitiendo únicamente la toma de muestra de abono.

7.5. Preparación de las soluciones para trazar la curva patrón

Diluir la solución patrón (4.3) con ácido clorhídrico 0,5 M; preparar, como mínimo, 5 soluciones patrón de concentración creciente que correspondan al rango óptimo de medidas del aparato (5.1).

Estas soluciones deberán contener un 10% v/v de la solución de cloruro de estroncio (4.4).

7.6. Mediciones

Preparar el espectrómetro (5.1) para medir a 285,2 nm.

Pulverizar sucesivamente las soluciones patrón (7.5), la solución del problema (7.3) y la solución en blanco (7.4) lavando el instrumento con la solución que vaya a medirse a continuación. Repetir esta operación 3 veces.

Representar la curva patrón poniendo en ordenadas el valor de cada una de las soluciones patrón (7.5) en el espectrómetro y, en abscisas, las concentraciones en magnesio correspondientes expresadas en  $\mu\text{g/ml}$ . Partiendo de esta curva, determinar la concentración en magnesio de la muestra (7.3), esto es  $x_p$ , y la concentración de la solución en blanco (7.4), esto es  $x_b$ .

**CALCULOS**

Calcular la cantidad de magnesio (Mg) o de óxido de magnesio (MgO) de la muestra partiendo de las soluciones patrón y teniendo en cuenta el ensayo en blanco. El contenido en magnesio (Mg) del abono en porcentaje, es igual a:

$$\text{Mg (\%)} = \frac{(x_1 - x_0) \cdot D_1 \cdot (200/10) \cdot D_2 \cdot 500/100}{1\ 000 \cdot 1\ 000 \cdot M}$$

siendo:

$x_1$  = la concentración de la solución problema dada en la curva patrón, en µg/ml.

$x_0$  = la concentración de la solución en blanco dada en la curva patrón, en µg/ml.

$D_1$  = el factor de dilución después de la dilución especificada en el punto 7.1. Éste será igual a 4 cuando se extraigan 25 ml, y a 1 cuando no se haga la dilución.

$D_2$  = el factor de dilución del punto 7.3.

$M$  = la masa de la muestra en el momento de la extracción, en g.

$$\text{MgO (\%)} = \text{Mg (\%)} / 0,6.$$

*Método 8.8*

**DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL MAGNESIO POR COMPLEXOMETRÍA**

**1. OBJETO**

El presente documento establece un procedimiento para la determinación del magnesio en los extractos de abonos.

**2. CAMPO DE APLICACIÓN**

El presente método se aplica a los extractos de abonos CEE siguientes, para los que se establece la determinación cuantitativa del magnesio total y/o del magnesio soluble en agua:

- abonos de la Directiva 76/116/CEE: abonos simples nitrogenados de tipo 1 b (nitrato de calcio y de magnesio), tipo 7 (sulfonitrato de magnesio), tipo 8 (abono nitrogenado con magnesio) y abonos simples potásicos del tipo 2 (sal bruta de potasa enriquecida), tipo 4 (cloruro de potasio con magnesio) y tipo 6 (sulfato de potasio con sal de magnesio);
- abonos que figuran en el Anexo de la Directiva (89/284/CEE) sobre elementos secundarios.

**3. PRINCIPIO**

Disolución del magnesio por uno de los métodos 8.1 y/o 8.3. Primera valoración con EDTA de  $\text{Ca} + \text{Mg}$ , en presencia de negro de eriocromo T. Segunda valoración con EDTA de Ca, en presencia de calceína o de ácido calconcarbónico. Determinación del magnesio por diferencia.

**4. REACTIVOS**

4.1. Solución patrón de magnesio 0,05 molar:

4.1.1. disolver 1,232 g de sulfato de magnesio ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) en la solución de ácido clorhídrico 0,5 M (4.11) y llevar a 100 ml con este mismo ácido,

o:

4.1.2. pesar 2,016 g de óxido de magnesio previamente calcinado para eliminar cualquier recarbonatación. Introducirlos en un vaso de precipitado con 100 ml de agua. Añadir, mientras se agita, unos 120 ml de ácido clorhídrico aproximadamente 1 M (4.12). Conseguida la disolución, trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml, enrasar y homogeneizar. Un ml de dichas soluciones deberá contener 1,216 mg de Mg (= 2,016 mg de MgO).

El laboratorio ha de controlar el título de esta solución patrón.

4.2. Solución 0,05 molar de EDTA

Pesar 18,61 g de sal disódica dihidratada de ácido etilendiaminotetraacético ( $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), introducirlos en un vaso de precipitado de 1 000 ml y disolver en

unos 600 a 800 ml de agua. Trasvasar la solución cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml. Enrasar y homogeneizar. Controlar esta solución con la solución (4.1), extrayendo 20 ml de esta última y valorando según la técnica analítica descrita en el punto (7.2).

Un ml de la solución de EDTA deberá corresponder a 1,216 mg de Mg (= 2,016 mg de MgO) y a 2,004 mg de Ca (= 2,804 mg de CaO) (véanse las observaciones de los puntos 10.1 y 10.6).

#### Soluciones patrón de calcio 0,05 molar

Pesar 5,004 g de carbonato de calcio para análisis en seco e introducirlos en un vaso de precipitado con 100 ml de agua. Añadir progresivamente, mientras se agita, 120 ml de ácido clorhídrico aproximadamente normal (4.12). Hervir para expulsar el anhídrido carbónico, enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1 l. Completar el volumen con agua y homogeneizar. Controlar la correspondencia de esta solución con la solución (4.2) según la técnica analítica (7.3).

Un ml de esta solución deberá contener 2,004 mg de Ca (= 2,804 mg de CaO) y corresponder a 1 ml de la solución de EDTA 0,05 molar (4.2).

#### 4.4. Indicador calcéina

Mezclar cuidadosamente en un mortero 1 g de calcéina con 100 g de cloruro de sodio. Utilizar 0,010 g de esta mezcla. El indicador cambiará de verde a naranja. Se deberá valorar hasta que se obtenga un naranja sin reflejos verdes.

#### 4.5. Indicador ácido calconcarbónico

Disolver 0,40 g de ácido calconcarbónico en 100 ml de metanol. Utilizar 3 gotas de dicha solución. Esta solución se conserva estable durante 4 semanas aproximadamente. El indicador cambiará de rojo a azul. Se deberá valorar hasta obtener un azul sin reflejos rojos.

#### 4.6. Indicador negro de eriocromo T

Disolver 0,30 g de negro de eriocromo T en una mezcla de 25 ml de propanol-1 y de 15 ml de tricloroetileno. Esta solución se conserva estable durante 4 semanas aproximadamente. Utilizar 3 gotas de esta solución. Este indicador cambiará de rojo a azul y deberá valorarse hasta que se obtenga un azul sin reflejos rojos. Sólo cambiará en presencia de magnesio. Si fuera necesario, añadir 1 ml de la solución patrón (4.1).

En presencia simultánea de calcio y de magnesio, el calcio se combinará primero con el EDTA y, a continuación, con el magnesio. En tal caso, se valorarán conjuntamente ambos elementos.

#### 4.7. Solución de cianuro de potasio

Solución acuosa de KCN al 2% (no se puede pipetear con la boca. Véase 10.7).

#### 4.8. Solución de hidróxido de potasio y de cianuro de potasio

Disolver 280 g de KOH y 66 g de KCN en agua, completar el volumen hasta un litro y homogeneizar.

#### 4.9. Solución tampón pH 10,5

En un matraz aforado de 500 ml, disolver 33 g de cloruro de amonio en 200 ml de agua, añadir 250 ml de amoníaco (densidad = 0,91), enrasar con agua y homogeneizar. Comprobar con regularidad el pH de esta solución.

#### 4.10. Ácido clorhídrico diluido 1 : 1

Un volumen de ácido clorhídrico (densidad 1,18) por un volumen de agua.

#### 4.11. Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 0,5 M.

#### 4.12. Solución 1: ácido clorhídrico, aproximadamente 1 M.

#### 4.13. Solución de hidróxido de sodio 5 M.

### 5. MATERIAL Y APARATOS

#### 5.1. Agitador magnético o mecánico.

#### 5.2. Medidor de pH (pHmetro).

## 6. PRUEBA DE CONTROL

Efectuar una determinación en alícuotas de las soluciones 4.1 y 4.3, de tal forma que se tenga una relación Ca/Mg aproximadamente igual a la de la solución problema. A tal efecto, extraer (a) de la solución patrón (4.3) y (b-a) de la solución patrón (4.1), siendo (a) y (b) los ml de solución de EDTA utilizados en las dos valoraciones efectuadas con la solución problema. Este procedimiento sólo es correcto si las soluciones de EDTA, de calcio y de magnesio son exactamente equivalentes. En caso contrario, deberán efectuarse las correcciones pertinentes.

## 7. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN PROBLEMA

Véanse métodos 8.1 y 8.3.

## 8. DETERMINACIÓN CUANTITATIVA

## 8.1. Alícuotas que han de extraerse

Dentro de lo posible, la alícuota deberá contener entre 9 y 18 mg de magnesio (= 15 y 30 mg de MgO).

## 8.2. Valoración en presencia de negro de eriocromo T

Extraer con la pipeta una alícuota (7.1) de la solución problema e introducirla en un vaso de precipitado de 400 ml. Neutralizar, utilizando el pHmetro, el exceso de ácido con la solución de hidróxido de sodio 5 M (4.13). Diluir con agua hasta unos 100 ml. Añadir 5 ml de solución tampón (4.9). El pH medido con el pHmetro deberá ser de  $10,5 \pm 0,1$ . Añadir 2 ml de solución de cianuro de potasio (4.7) y 3 gotas de indicador negro de eriocromo (4.6). Valorar con una solución de EDTA (4.2) mientras se agita con moderación en el agitador (5.1). (Véanse los puntos 10.2, 10.3 y 10.4). Siendo «b» el número de ml de solución de EDTA 0,05 molar.

## 8.3. Valoración en presencia de calceína o de ácido calconcarbónico

Extraer con la pipeta una alícuota de la solución problema, igual a la utilizada para la valoración anterior, e introducirla en un vaso de precipitado de 400 ml. Neutralizar, utilizando el pHmetro, el exceso de ácido con la solución de hidróxido de sodio 5 M (4.13). Diluir con agua hasta unos 100 ml. Añadir 10 ml de la solución de ZOH-KCN (4.8) y el indicador 4.4 ó 4.5. Valorar con una solución de EDTA (4.2) mientras se agita con moderación en el agitador (5.1). (Véanse los puntos 10.2, 10.3 y 10.4). Siendo «a» el número de ml de solución EDTA 0,05 molar.

## 9. CÁLCULOS

Para los abonos CEE a los que se aplica el presente método (5 g de abono por 500 ml de extracto), el contenido del abono es igual a:

$$\text{MgO (\%)} \text{ en el abono} = \frac{(b-a) \times T}{M}$$

$$\text{Mg (\%)} \text{ en el abono} = \frac{(b-a) \times T'}{M}$$

siendo:

a = los ml de EDTA-0,05 molar utilizados para la valoración en presencia de calceína o de ácido calconcarbónico.

b = los ml de EDTA-0,05 molar utilizados para la valoración en presencia de negro de eriocromo T.

M = la masa de la muestra, expresada en gramos, presente en la alícuota extraída.

T =  $0,2016 \times$  molaridad de la solución de EDTA/0,05 (véase 4.2).

T' =  $0,1216 \times$  molaridad de la solución de EDTA/0,05 (véase 4.2).

## 10. OBSERVACIONES

10.1. La relación estequiométrica EDTA/metal en los análisis por complexometría siempre es de 1:1, sea cual sea la valencia del metal y aunque el EDTA sea tetravalente. Por lo tanto, la solución de valoración de EDTA y las soluciones patrón serán molares y no normales.

- 10.4 Los indicadores complexométricos suelen ser sensibles al aire. La solución puede perder color durante la valoración. Deberá añadirse entonces una o dos gotas de indicador. Esto ocurre sobre todo con el negro de eriocromo y el ácido calconcarbónico.
- 10.5 Los complejos metal-indicador son a veces relativamente estables y pueden tardar en virar. Por ello se deberán añadir lentamente las últimas gotas de EDTA y comprobar que no se ha superado el viraje añadiendo una gota de la solución 0,05 molar de magnesio (4.1) o de calcio (4.3), especialmente para el complejo eriocromo-magnesio.
- 10.6 El viraje del indicador no deberá observarse de arriba abajo, sino horizontalmente a través de la solución, y el vaso de precipitado deberá colocarse sobre un fondo blanco en una posición adecuada con relación a la luz. El viraje también puede observarse fácilmente colocando el vaso de precipitado sobre un vidrio esmerilado, alumbrado por debajo con una luz moderada (lámpara de 25 W).
- 10.7 Este análisis requiere cierta experiencia y conviene ejercitarse, por ejemplo, observando los virajes de las soluciones patrón 4.1 y 4.3. Es preferible que sea el mismo analista del laboratorio quien efectúe las determinaciones.
- 10.8 Para facilitar el control de la equivalencia entre las soluciones patrón 4.1, 4.2 y 4.3 se puede utilizar una solución de EDTA de título garantizado (Trixinol o Normex, por ejemplo).
- 10.9 No deben vertirse a la red de alcantarillado las soluciones que contengan cianuro de potasio sin haber transformado previamente el cianuro en un compuesto inocuo, por ejemplo, por oxidación con hipoclorito sódico, después de alcalinizarlo.

*Método 8.9*

**DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE LOS SULFATOS**

**1. OBJETO**

En el presente documento se establece un método para determinar el azufre en forma de sulfato presente en extractos de abonos.

**2. CAMPO DE APLICACIÓN**

El presente método se aplica a la determinación cuantitativa de los sulfatos presentes en las extracciones efectuadas según los métodos 8.1, 8.2, 8.3 y 8.4.

**3. PRINCIPIO**

Determinación gravimétrica de los sulfatos por precipitación en forma de sulfato de bario.

**4. REACTIVOS**

**4.1. Ácido clorhídrico diluido (1:1)**

Un volumen de ácido clorhídrico (densidad 1,18) por un volumen de agua.

**4.2. Cloruro de bario BaCl<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O solución acuosa de 122 g/l.**

**4.3. Nitrato de plata, solución acuosa de 5 g/l.**

**5. MATERIAL Y APARATOS**

**5.1. Cápsulas de porcelana para incineración.**

**5.2. Baño maría.**

**5.3. Estufa de secado regulada a 105 °C ± 1 °C.**

**5.4. Horno eléctrico, con circulación de aire, regulado a 800 °C ± 50 °C.**

**6. PROCEDIMIENTO****6.1. Preparación de la solución**

Con una pipeta tomar una alícuota de una de las soluciones de extracción mencionadas en el punto 2 que contenga entre 20 y 100 mg de S, es decir, entre 50 y 250 mg de SO<sub>2</sub>.

Introducir esta alícuota en un vaso de precipitado de capacidad adecuada. Añadir 20 ml de ácido clorhídrico diluido (4.1). Añadir agua hasta 300 ml.

**6.2. Obtención del precipitado**

Hervir la solución, añadiendo, gota a gota, aproximadamente 20 ml de la solución de cloruro de bario (4.2) agitando empíricamente la solución en el vaso de precipitados. Continuar la ebullición durante unas minutos.

Poner al baño maría hirviendo (5.2) el vaso de precipitado cubierto con un vidrio de reloj durante 1 hora. A continuación, dejar en reposo y en caliente (aproximadamente 60 °C) hasta que el líquido sobrenadante quede claro. Retirar del baño maría y dejar enfriar.

Decantar la solución clara a través de un filtro sin cenizas de filtración lenta. Lavar el precipitado varias veces por decantación con un volumen adecuado de agua caliente. Seguir lavando el precipitado en el filtro hasta la eliminación de los cloruros, lo cual se comprobará con la solución de nitrato de plata (4.3).

**6.3. Calcinación y pesaje del precipitado**

Introducir el filtro con el precipitado en una cápsula de porcelana (5.1), previamente tasada con precisión de 0,1 mg. Secar en la estufa (5.3) y calcinar a 800 °C (5.4) aproximadamente, durante media hora. Dejar enfriar en un desecador y pesar con precisión de 0,1 mg.

**7. CÁLCULOS**

Un mg de sulfato de bario corresponde a 0,137 mg de S o a 0,343 mg de SO<sub>2</sub>.

El contenido del abono en % de S es igual a:

$$S (\%) = w \cdot 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_2 (\%) = S (\%) \times 2,5$$

Siendo:

w = el peso del precipitado de sulfato de bario, en mg.

v<sub>1</sub> = el volumen de la solución de extracción, en ml.

v<sub>2</sub> = el volumen de la alícuota, en ml.

m = la masa de la muestra, en g.

**Método 8.10****DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL SODIO EXTRAÍDO****1. OBJETO**

En el presente documento se establece un método de determinación cuantitativa del sodio presente en los extractos de abonos.

**2. CAMPO DE APLICACIÓN**

El presente método se aplica a los abonos CEE en los que, según lo dispuesto en la Directiva 89/284/CEE, hay que declarar el sodio.

**3. PRINCIPIO**

Tras haber diluido convenientemente el extracto obtenido con los métodos 8.1 y/o 8.3, se determinará por espectrometría de emisión de llama el contenido en sodio de la solución.



## 4. REACTIVOS

## 4.1. Ácido clorhídrico diluido (1:1)

Un volumen de ácido clorhídrico (densidad: 1,18) por un volumen de agua.

4.2. Nitrato de aluminio,  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ .4.3. Cloruro de cesio,  $CsCl$ .4.4. Cloruro de sodio anhidro,  $NaCl$ .

## 4.5. Solución de cloruro de cesio y de nitrato de aluminio

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver en agua 50 g de cloruro de cesio (4.3) y 250 g de nitrato de aluminio (4.2). Enrasar con agua y homogeneizar por agitación.

## 4.6. Solución patrón de sodio de 1 mg/ml de Na

En un matraz aforado de 1 000 ml, disolver en agua 2,542 g de cloruro de sodio (4.4). Añadir 10 ml de ácido clorhídrico (4.1). Enrasar con agua. Homogeneizar por agitación.

## 5. MATERIAL Y APARATOS

Espectrómetro de emisión de llama regulado a 589,3 nm.

## 6. SOLUCIONES PATRÓN

## 6.1. Introducir 10 ml de solución patrón (4.6) en un matraz aforado de 250 ml. Enrasar con agua. Homogeneizar por agitación.

Concentración de la solución: 40 µg/ml de Na.

## 6.2. En matraces aforados de 100 ml introducir 0, 5, 10, 15, 20 y 25 ml de la solución intermedia (6.1). Añadir 10 ml de la solución (4.5). Enrasar con agua. Homogeneizar por agitación.

Concentración de las soluciones: 0, 2, 4, 6, 8 y 10 µg/ml de Na.

## 7. PREPARACIÓN DE LAS SOLUCIONES PROBLEMA

Dependiendo del contenido en sodio previsible de la solución de extracción (5g de abono en 500 ml) obtenida siguiendo el método 8.1 o el método 9.3, efectuar las diluciones según el siguiente cuadro:

(% $Na_2O$ )	(% Na)	Dilución intermedia		Dilución final		Factor de dilución
		Alicuota (ml) ( $v_1$ )	Dilución en ml ( $v_2$ )	Alicuota (ml) ( $v_1$ )	Dilución en ml	
3—5	2,2—3,7	10	50	10	100	50
5—10	3,7—7,4	10	100	10	100	100
10—20	7,4—15	10	100	5	100	200
20—38	15—28	5	100	5	100	400

La dilución intermedia se hará con agua. Para la dilución final, se añadirán 10 ml de la solución (4.5) en el matraz aforado de 100 ml.

Para una muestra de 1 g, multiplíquese por 5 la alícuota de la dilución final ( $v_1$ ).

## 8. MEDICIONES

Preparar el espectrómetro (5.1) para efectuar mediciones de 589,3 nm. Calibrar el aparato midiendo la respuesta de las soluciones patrón (6.2). Regular después la sensibilidad del aparato de forma que se utilice totalmente su escala cuando se emplee la solución patrón más concentrada. A continuación, medir la respuesta de la solución de la muestra que vaya a analizarse (7). Repetir la operación 3 veces.

## 9. CÁLCULOS

Representar la curva patrón poniendo en ordenadas las medias de las respuestas de cada una de las soluciones patrón  $y$ , en abscisas, la concentraciones correspondientes expresadas en  $\mu\text{g/ml}$ . A partir de ésta, calcular la concentración en sodio de la solución de la muestra. Calcular la cantidad de sodio a partir de las soluciones patrón teniendo en cuenta las diluciones. Expresar los resultados en porcentajes de la muestra.

El porcentaje en sodio (Na) del abono es igual a:

$$\begin{aligned}(\%) \text{Na} &= x \frac{v_2}{v_0} \frac{v_1}{v_2} \frac{10^{-2}}{m} \\(\%) \text{Na}_2\text{O} &= (\%) \text{Na} \times 1,348\end{aligned}$$

Siendo:

- $x$  = la concentración de la solución introducida en el espectrómetro, en  $\mu\text{g/ml}$ .
- $v_1$  = el volumen de la solución de extracción, en ml.
- $v_2$  = el volumen de la alícuota en la disolución intermedia, en ml.
- $v_1$  = el volumen de la dilución intermedia, en ml.
- $v_0$  = el volumen de la alícuota en ml en la dilución final (en 100 ml).
- $m$  = la masa de la muestra, en g.-.