

METODI III

METODI

DI DETERMINAZIONE

DELL'UMIDITA',

GRANULOMETRIA, pH e SALINITA'

Metodo III.1

Determinazione dell'umidità

1. Determinazione dell'umidità nei fertilizzanti che non contengono sostanze volatili diverse dall'acqua

1.1. *Oggetto*

Il presente metodo fissa le modalità esecutive per la determinazione del contenuto di acqua.

1.2. *Campo di applicazione*

Il presente metodo è applicabile a tutti fertilizzanti che non contengono sostanze volatili diverse dall'acqua alla temperatura di essiccamento.

1.3. *Principio*

Il presente metodo si basa sul principio dell'evaporazione dell'acqua ad una certa temperatura per un dato tempo. Il campione viene essiccato in stufa a 105°C; la quantità di umidità viene determinata dalla differenza di peso.

1.4. *Apparecchiatura*

1.4.1. Stufa a circolazione naturale d'aria

1.4.2. Pesafiltri Ø 5-6 cm.

1.5. *Preparazione del campione*

Vedere il metodo descritto dal Reg CE 2003/03.

1.6. *Procedimento*

Circa 2 g di campione preparato come al punto 1.5 si pesano in pesafiltro (1.4.2) con l'approssimazione di 0,001 g; si riscalda per 5 ore in stufa (1.4.1) a 105°C fino a peso costante.

1.7. *Espressione dei risultati*

La perdita percentuale in peso alla temperatura di 105°C viene espressa come umidità.

2. Determinazione dell'umidità nei fertilizzanti contenenti sostanze volatili diverse dall'acqua alla temperatura di essiccamento

2.1. *Oggetto*

Il presente metodo fissa le modalità esecutive per la determinazione del contenuto di acqua.

2.2. *Campo di applicazione*

Il presente metodo è applicabile a tutti fertilizzanti che contengono sostanze volatili diverse dall'acqua alla temperatura di essiccamento.

2.3. *Principio*

Il campione viene essiccato sotto vuoto a temperatura ambiente per mezzo di P₂O₅.

2.4. *Apparecchiatura*

2.4.1. Essiccatore a vuoto contenente P₂O₅ anidra.

2.4.2. Pompa da vuoto od altro dispositivo per il vuoto

2.4.3. Vacuometro

2.4.4. Pesafiltri Ø 5-6 cm.

2.5. *Preparazione del campione*

Vedere il metodo descritto dal Reg CE 2003/03.

2.6. *Procedimento*

Circa 2 g di campione preparato come al punto 2.5 si pesano in pesafiltro (2.4.4) con l'approssimazione di 0,001 g e si essicca per 16-18 ore fino a peso costante in essiccatore da vuoto su P₂O₅ anidra (2.4.1). Il vuoto, che non dovrà essere inferiore a 500 mm HG, viene controllato con un vacuometro.

Espressione dei risultati

La perdita percentuale in peso viene espressa come umidità sotto vuoto su P₂O₅.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 5/08/1986 n. 180, DM 24/03/86

Posizione internazionale:

Assente

Metodo III.2

Determinazione della granulometria

1. Oggetto

Il presente metodo fissa le modalità esecutive per la classificazione granulometrica dei fertilizzanti nazionali.

2. Campo di applicazione

Il presente metodo si applica a tutti i fertilizzanti per i quali è richiesta la classificazione granulometrica.

3. Principio

Il campione viene setacciato attraverso setacci con le aperture di maglie previste. La frazione raccolta su ciascun setaccio viene pesata ed espressa come percentuale sul fertilizzante tal quale.

4. Apparecchiatura

- 4.1. Vibratore meccanico con interruttore automatico a tempi variabili fino a 30' in grado di portare in cascata fino a 5 setacci.
- 4.2. Serie di setacci da Ø 20 cm con luci delle maglie corrispondenti alla granulometria prevista per i singoli fertilizzanti.
- 4.3. Scatola di raccolta e coperchio superiore.

5. Procedimento

Si dispongono i setacci delle caratteristiche volute (4.2) in ordine decrescente con la scatola di raccolta (4.3) in basso.

Si bloccano i setacci sulle apposite guide del vibratore (4.1). Si pesano 200 g di prodotto in analisi su bilancia tecnica e si portano sul primo setaccio che si copre con l'apposito coperchio (4.3). Si sottopone l'intera serie a scuotimento per 10 minuti. Si raccolgono poi quantitativamente le varie frazioni rimaste nei setacci e si pesano.

6. Espressione dei risultati

$$F \% = P_f / 2$$

F % = percentuale frazioni raccolte su un setaccio, riferita al tal quale

P_f = peso in grammi della frazione di fertilizzante considerata.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 5/08/1986 n. 180, DM 24/03/86

Posizione internazionale:

Assente

Metodo III.3

Determinazione del pH

1. Oggetto

Il presente documento fissa un metodo per la determinazione del grado di reazione (pH) nei fertilizzanti e negli ammendanti organici.

2. Campo di applicazione

Il metodo è applicabile a tutti i fertilizzanti ed ammendanti organici.

3. Principio

Il pH viene determinato per via potenziometrica, dopo taratura del sistema di misura, su sospensioni di:

- fertilizzante-acqua: il valore ottenuto è indicativo del grado di reazione del sistema
- fertilizzante- CaCl_2 : il valore ottenuto è virtualmente indipendente dal contenuto iniziale in sali presenti nel campione.

4. Reattivi

Nel corso dell'analisi utilizzare acqua distillata o demineralizzata di purezza equivalente e reagenti di qualità analitica riconosciuta.

- 4.1. Soluzioni tampone del commercio pronte all'uso (pH = 4, 7 e 10).
- 4.2. Soluzione di calcio cloruro (0,01 M): sciogliere in H_2O , in un matraccio tarato da 1000 ml, 1,11 g di calcio cloruro (CaCl_2) (o 1,47 g di $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

5. Apparecchiatura

Attrezzatura di laboratorio di uso comune. In particolare:

- 5.1. pH-metro con compensazione della temperatura, elettrodo di vetro con elettrodo di riferimento o elettrodi combinati.
- 5.2. Agitatore magnetico a velocità regolabile.
- 5.3. Beaker in vetro da 100 ml.
- 5.4. Ancorette magnetiche.
- 5.5. Bilancia tecnica elettronica (unità di formato almeno 0,1 g).

6. Procedimento

6.1 Taratura del pH-metro

Tarare il sistema di misura utilizzando le soluzioni tampone di riferimento aventi pH inferiore e superiore a quello del campione.

6.2 Misurazione del pH (in H_2O e CaCl_2)

In un beaker da 100 ml, pesare 3,0 g di campione preventivamente seccato all'aria, accuratamente omogeneizzato, od una quantità equivalente di campione umido. Aggiungere

50 ml di H₂O distillata o 50 ml della soluzione di CaCl₂ 0,01M. Porre in agitazione per 30 minuti a temperatura ambiente. Lasciare sedimentare la sospensione per alcuni minuti. Introdurre il sistema elettrodo del pH-metro nel surnatante e rilevare il valore di pH.

7. Espressione dei risultati

Per il pH determinato in acqua, riportare il risultati come “pH in H₂O”.

Per il pH determinato in soluzione salina, riportare il risultati come “pH in CaCl₂”.

8. Note

I valori di pH determinati in CaCl₂ sono generalmente inferiori di circa 0,5-0,8 unità di pH rispetto a quelli rilevati in H₂O.

Nel caso di matrici organiche particolarmente fibrose (come le torbe da sfagno) è possibile variare il rapporto di estrazione solido:liquido (es. 3 g in 70 ml).

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 19/09/02 n.220, DM 17/06/02, Suppl. n.7

Posizione internazionale:

Assente

Metodo III.4

Determinazione della salinità

1. Oggetto

Il presente documento fissa un metodo per la determinazione della salinità nei fertilizzanti e negli ammendanti organici.

2. Campo di applicazione

Il metodo è applicabile a tutti i fertilizzanti ed ammendanti organici.

3. Principio

Il metodo consiste nella determinazione diretta della conducibilità (o conduttanza) della sospensione in acqua del fertilizzante o dell'ammendante organico. Il contenuto in sali è infatti correlato alla conducibilità elettrica della sospensione acquosa.

4. Reattivi

Nel corso dell'analisi utilizzare acqua bidistillata di purezza equivalente e reagenti di qualità analitica riconosciuta.

4.1. Soluzioni standard di potassio cloruro (0,1 M; 0,02 M; 0,002 M).

4.1.1. Soluzione 0,1 M di KCl: sciogliere in H₂O, in un matraccio tarato da 1000 ml, 7,455 g di potassio cloruro (KCl). Portare a volume con H₂O.

4.1.2. Soluzione 0,02 M di KCl: prelevare, in un matraccio tarato da 1000 ml, 200ml della soluzione di KCl 0,1 M. Portare a volume con H₂O.

4.1.3. Soluzione 0,002 M di KCl: prelevare, in un matraccio tarato da 1000 ml, 20ml della soluzione di KCl 0,1 M. Portare a volume con H₂O.

5. Apparecchiatura

Attrezzatura di laboratorio di uso comune. In particolare:

5.1. Matracci tarati di classe A da 1000 ml.

5.2. Pipette tarate di classe A da 20 ml.

5.3. Cilindri tarati di classe A da 100 ml.

5.4. Agitatore oscillante a 120-140 cicli/minuto.

5.5. Contenitori in plastica da 200 ml con tappo a chiusura ermetica.

5.6. Imbuti in plastica

5.7. Filtri di carta Whatman® n° 42.

5.8. Conduttometro con cella di misura.

5.9. Bilancia tecnica elettronica (unità di formato almeno 0,1 g).

6. Procedimento

- 6.1. Pesare 10,0 g di campione umido e porli nel contenitore in plastica. Aggiungere 100 ml di H₂O bidistillata ed agitare meccanicamente per 30 minuti. Lasciare decantare la sospensione per almeno 30 minuti. Se il liquido surnatante risulta sufficientemente limpido, misurarne direttamente la conducibilità. Se il surnatante si presenta torbido, filtrare su filtro di carta Whatman® asciutto, avendo cura di scartare la prima porzione di filtrato. Se il filtrato risulta ancora torbido, filtrare nuovamente sullo stesso filtro.
- 6.2. *Misurazione della conducibilità*
Utilizzando una apparecchiatura in grado di fornire i valori di conducibilità (conduttività a 25°C), è sufficiente rilevare il valore accertato, espresso in dS×m⁻¹. Nel caso in cui l'apparecchiatura fornisca i valori di conduttanza è necessario, mediante l'utilizzo delle soluzioni standard di KCl preparate, calcolare il fattore di cella (K). Successivamente, è possibile risalire al valore di conducibilità (conduttività a 25°C), introducendo nel calcolo un opportuno fattore di correzione (F).
- 6.3. *Calcolo della costante di cella (K)*
La costante si ricava misurando soluzioni a conduttività nota. Nella Tabella 1 vengono riportate le conducibilità specifiche di soluzioni di KCl a varie temperature (in dS×m⁻¹).

Tabella 1. Conduttività di soluzioni di KCl a diverse concentrazioni ed a differenti temperature. Per valori intermedi di T, i valori di conducibilità specifica si ottengono per interpolazione

Temperatura (T)	0,1 N	0,02 N	0,002 N
15	10,48	2,243	0,239
20	11,67	2,501	0,266
25	12,88	2,765	0,293
30	14,12	3,031	0,321

Per il calcolo della costante di cella si utilizza la seguente espressione:

$$K = \frac{L}{C}$$

dove:

K = costante di cella

L = conduttività delle soluzioni standard di KCl.

C = conduttanza misurata di una delle soluzioni standard di KCl.

- 6.4. *Correzione della lettura (F)*
La conducibilità letta per il campione in esame deve essere corretta per la temperatura. In tabella 2 sono riportati i fattori di conversione (F) in funzione della temperatura.

Tabella 2. Fattori di conversione F

Temperatura	F	Temperatura	F
5	1,613	20	1,112
10	1,411	25	1,000
15	1,247	30	0,907

7. Espressione dei risultati

Per il calcolo della conducibilità si utilizza la seguente espressione:

$$L_x = C \times F \times K$$

dove:

L_x = conduttività a 25°C della sospensione in esame

C = conduttanza misurata (nelle condizioni operative)

K = costante di cella

F = fattore di conversione della temperatura

Calcolare la salinità (in meq \times 100 g) indirettamente, tenendo conto che una conducibilità di 1 dS \times m⁻¹ corrisponde a circa 12,5 meq \times L di sali, mediante la seguente formula:

$$[(V \times 1,25 \times L_x)/P] \times f$$

dove:

V = volume del liquido (espresso in millilitri)

P = la massa del campione umido (espresso in grammi)

L_x = conduttività a 25°C della sospensione in esame

f = fattore analitico per riportare il dato analitico alla sostanza secca { $f = 100/(100 - \text{umidità } \%)$ }

Nel caso specifico, poiché l'estratto acquoso è 10 g/100 ml, la formula diventa:

$$12,5 \times L_x \times f$$

8. Note

I valori di conducibilità vengono spesso espressi in mS \times cm⁻¹. Secondo il nuovo sistema internazionale delle unità di misura (unità SI) è tuttavia necessario riportare tali risultati in dS \times m⁻¹. Non è necessario operare alcuna correzione, dal momento che i valori risultano numericamente uguali (mS \times cm⁻¹ = dS \times m⁻¹).

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 19/09/02 n.220, DM 17/06/02, Suppl. n.7

Posizione internazionale:

Assente