

METODI I

METODI

DI CAMPIONAMENTO E PREPARAZIONE

DEL CAMPIONE PER L'ANALISI

Metodo I.1

Metodo di campionamento per il controllo dei fertilizzanti

(concimi, ammendanti e correttivi allo stato solido e fluido)

Introduzione

Un corretto campionamento è un'operazione difficile che richiede la massima cura. Non si potrà dunque mai ribadire abbastanza la necessità di ottenere un campione sufficientemente rappresentativo per i controlli ufficiali dei concimi.

Il metodo di campionamento descritto deve essere applicato strettamente e con la massima accuratezza da personale specializzato esperto nelle procedure convenzionali di campionamento.

1. Scopo e campo di applicazione

I campioni destinati ai controlli ufficiali dei concimi al fine di verificarne qualità e composizione vengono prelevati conformemente alle modalità sotto indicate. Tali campioni sono da considerarsi rappresentativi delle partite campionate.

2. Agenti incaricati del prelievo

I campioni vengono prelevati da agenti specializzati appositamente designati dagli Stati membri.

3. Definizioni

Partita da campionare: quantità di prodotto costituente un'unità e avente caratteristiche presunte uniformi.

Campione elementare: quantità prelevata da un punto della partita campionata.

Campione globale: insieme di campioni elementari prelevati da una stessa partita.

Campione ridotto: parte rappresentativa del campione globale, ottenuta per riduzione di quest'ultimo.

Campione finale: parte rappresentativa del campione ridotto.

4. Apparecchiatura

4.1. Gli strumenti utilizzati per il campionamento devono essere costruiti con materiali tali da non influenzare le caratteristiche dei prodotti da campionare. Essi possono essere ufficialmente approvati dagli Stati membri.

4.2. *Strumenti raccomandati per il campionamento dei concimi solidi*:

4.2.1. Campionamento manuale

4.2.1.1. Pala a fondo piatto ed a bordi laterali verticali.

4.2.1.2. Sonda a lungo setto od a partizioni (vedere *). Le dimensioni della sonda devono risultare adeguate alle caratteristiche della partita da campionare (profondità del recipiente, misure del sacco ecc.) ed alla granulometria del concime.

4.2.2. Campionamento meccanico

Per il campionamento di concimi in movimento è consentito impiegare dispositivi meccanici autorizzati.

4.2.3. Divisore

Per i prelevamenti elementari nonché per la preparazione dei campioni ridotti e dei campio-

ni finali possono esser impiegati attrezzi progettati per dividere il campione in parti uguali.

4.3. *Strumenti raccomandati per il campionamento dei concimi solidi:*

4.3.1. Campionamento manuale

Pipetta, cilindro, bottiglia od altro attrezzo idoneo al prelevamento di campioni in un punto della partita scelto a caso.

4.3.2. Campionamento meccanica

Per il campionamento di concimi fluidi in movimento è consentito impiegare dispositivi meccanici autorizzati.

5. **Prescrizioni quantitative**

5.1. *Partita da campionare*

L'entità della partita da campionare dev'essere tale da consentire il prelievo di campioni in ogni sua parte.

5.2. *Campioni elementari*

5.2.1. Concimi solidi alla rinfusa o concimi fluidi in contenitori di contenuto superiore a 100 kg

5.2.1.1. Partite di peso non superiore a 2,5 t

Numero minimo di campioni elementari: 7.

5.2.1.2. Partite di peso superiore a 2,5 t e fino ad 80 t:

Numero minimo di campioni elementari: $\sqrt{20 \text{ volte il numero di tonnellate della partita da campionare}}$ ¹

5.2.1.3. Partite di peso superiore ad 80 tonnellate:

Numero minimo di campioni elementari: 40.

5.2.2. Concimi solidi imballati o concimi fluidi in contenitori (= imballaggi) di peso non superiore ai 100 kg ciascuno

5.2.2.1. Imballaggi di contenuto superiore a 1 kg

5.2.2.1.1. Partite inferiori a cinque imballaggi

Numero minimo d'imballaggi da campionare²: tutti gli imballaggi.

5.2.2.1.2. Partite da 5 a 16 imballaggi

Numero minimo d'imballaggi da campionare³: 4.

5.2.2.1.3. Partite da 17 a 400 imballaggi

Numero minimo d'imballaggi da campionare⁴: $\sqrt{\frac{\text{numero d'imballaggi costituenti}}{\text{la partita da campionare}}}$ ⁵

5.2.2.1.4. Partite superiori a 400 imballaggi

Numero minimo d'imballaggi da campionare⁶: 20.

5.2.2.2. Imballaggi di contenuto pari od inferiore a 1 kg

Numero minimo d'imballaggi da campionare⁷: 4.

1 Se il risultato è un numero decimale va arrotondato al numero intero superiore.

2 Per gli imballaggi di contenuto non superiore ad 1 kg il campione elementare è dato dal contenuto di un imballaggio.

3 Vedere nota 2.

4 Vedere nota 2.

5 Vedere nota 1.

6 Vedere nota 2.

7 Vedere nota 2.

5.3. *Campione globale*

È richiesto un solo campione globale per partita. La massa complessiva dei campioni elementari destinati a costituire il campione globale non deve risultare inferiore ai seguenti quantitativi:

- 5.3.1. Concimi solidi alla rinfusa o concimi fluidi in contenitori di contenuto superiore a 100 kg: 4 kg.
- 5.3.2. Concimi solidi imballati o concimi fluidi in contenitori (= imballaggi) di peso non superiore ai 100 kg ciascuno
 - 5.3.2.1. Imballaggi di contenuto superiore a 1 kg: 4 kg
 - 5.3.2.2. Imballaggi di contenuto pari od inferiore a 1 kg: massa del contenuto di quattro imballaggi d'origine.
- 5.3.3. Campione di concime a base di nitrato ammonico per le prove di cui all'allegato III.2: 75 kg

5.4. *Campioni finali*

Dal campione globale si ottengono i campioni finali, all'occorrenza dopo riduzione. È richiesta l'analisi di almeno un campione finale. La massa del campione finale destinato all'analisi non deve essere inferiore ai 500 g.

- 5.4.1. Concimi solidi e fluidi
- 5.4.2. Campione di concime a base di nitrato ammonico destinato alle prove
 - Dal campione globale si ottiene il campione finale, all'occorrenza dopo riduzione.
 - 5.4.2.1. Massa minima del campione finale per le prove di cui all'allegato III.1: 1 kg.
 - 5.4.2.2. Massa minima del campione finale per le prove di cui all'allegato III.2: 25 kg .

6. **Istruzioni relative ai prelievi, alla formazione ed al condizionamento dei campioni**

6.1. *Aspetti di carattere generale*

Prelevare e formare i campioni quanto più rapidamente possibile prendendo le precauzioni necessarie a garantire che essi siano rappresentativi del concime campionato. Le superfici, i recipienti e gli strumenti impiegati devono essere puliti ed asciutti. Nel caso di concimi fluidi la partita da campionare andrà se possibile rimescolata prima del campionamento.

6.2. *Campioni elementari*

I campioni elementari vanno prelevati a caso dal complesso della partita da campionare e devono risultare d'entità approssimativamente uguale.

- 6.2.1. Concimi solidi alla rinfusa o concimi fluidi in contenitori di contenuto superiore a 100 kg
 - Dividere simbolicamente la partita da campionare in un numero di parti approssimativamente uguali. Scegliere a caso un numero di parti corrispondente al numero di campioni elementari di cui al punto 5.2 e prelevare almeno un campione da ciascuna parte. Quando nel caso di concimi alla rinfusa o concimi fluidi in contenitori di contenuto superiore a 100 kg risulti impossibile ottemperare alle prescrizioni di cui al punto 5.1 andrà effettuata sulla partita in movimento, durante le operazioni di carico o scarico. In questo caso i campioni elementari andranno prelevati a caso sulle parti divise simbolicamente come detto sopra, nel corso della loro movimentazione.
- 6.2.2. Concimi solidi imballati o concimi fluidi in contenitori (= imballaggi) di peso non superiore ai 100 kg ciascuno

Prelevare dal numero prescritto d'imballaggi da campionare, selezionati secondo quanto indicato al punto 5.2, una parte del contenuto. All'occorrenza vuotare separatamente gli imballaggi.

6.3. *Formazione dei campioni globali*

Riunire i campioni elementari per costituire un unico campione globale.

6.4. *Formazione dei campioni finali*

Mescolare con cura ogni campione globale per ottenere il campione omogeneo⁸.

Se necessario ridurre prima il campione globale ad almeno 2 kg (campione ridotto) con l'aiuto di un divisore meccanico o col metodo della suddivisione in quarti.

Formare quindi almeno tre campioni finali di entità approssimativamente uguale e rispondenti alle prescrizioni quantitative di cui al punto 5.4. Collocare ogni campione in un recipiente idoneo ed a tenuta ermetica. Prendere tutte le precauzioni del caso per evitare qualsiasi alterazione nelle caratteristiche del campione.

Per le prove di cui all'allegato III, sezioni 1 e 2 i campioni finali andranno conservati ad una temperatura compresa tra 0 e 25°C.

7. **Condizionamento dei campioni finali**

Sigillare ed etichettare i recipienti o le confezioni (l'etichetta deve essere incorporata nel sigillo) in modo che risulti impossibile aprirli senza violare il sigillo.

8. **Verbali del campionamento**

Per ogni operazione di campionamento va redatto un verbale che permetta d'identificare in modo univoco la partita campionata.

9. **Destinazione dei campioni**

Per ciascuna partita trasmettere il più rapidamente possibile almeno un campione finale ad un laboratorio d'analisi autorizzato od ad all'ente incaricato delle prove, fornendo le informazioni necessarie per l'analisi o la prova.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo A

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo A

⁸ Eventuali grumi vanno schiacciati, se necessario togliendoli dalla massa per poi riunire il tutto.

Metodo I.2

Osservazioni di carattere generale

1. Apparecchiatura di laboratorio

Nel descrivere i metodi non sono stati precisati la vetreria ed il materiale di laboratorio di dotazione normale, eccezion fatta per la vetreria tarata. In ogni caso il materiale di laboratorio dovrà essere ben pulito, in particolar modo quando le determinazioni da effettuare riguardano il determinazione di piccole quantità di un elemento.

2. Prove di controllo

Prima dell'analisi occorre verificare il buon funzionamento dell'apparecchiatura ed il corretto impiego della tecnica analitica analizzando composti chimici a composizione teorica ben definita (ad es. solfato ammonico, fosfato monopotassico, etc.). I risultati relativi ai concimi analizzati possono tuttavia indicare un'errata composizione chimica se la tecnica analitica non è seguita rigorosamente. D'altro canto diverse determinazioni sono strettamente convenzionali e relative a prodotti di composizione chimica complessa. Nei limiti di disponibilità del laboratorio si raccomanda perciò di utilizzare per le prove di controllo campioni di concimi di riferimento di composizione ben definita.

Disposizioni generali relative ai metodi di analisi da impiegare per i concimi

1. Reattivi

Salvo disposizioni contrarie riportate nel metodo d'analisi, tutti i reattivi dovranno essere puri per analisi (p.a.). Per l'analisi dei microelementi la purezza dei reattivi andrà controllata con una prova in bianco. In funzione del risultato ottenuto potrà risultare necessario procedere ad un'ulteriore purificazione.

2. Acqua

Le operazioni di dissoluzione, diluizione, risciacquo o lavaggio menzionate nei metodi d'analisi senza che sia precisata la natura del solvente o del diluente richiedono l'impiego di acqua. Di norma l'acqua dovrà essere demineralizzata o distillata. In casi particolari, precisati nel metodo d'analisi, l'acqua andrà sottoposta a specifici procedimenti di purificazione.

3. Apparecchiatura di laboratorio

Tenuto conto dell'attrezzatura in normale dotazione ai laboratori di controllo, l'apparecchiatura descritta nei metodi d'analisi si limita agli strumenti ed agli apparecchi speciali per i quali sono prescritte caratteristiche specifiche. Tale materiale dovrà essere perfettamente pulito, in particolar modo quando le determinazioni da effettuare riguardano il determinazione di piccole quantità di un elemento. I laboratori dovranno verificare la precisione della vetreria graduata che utilizzano facendo riferimento a norme appropriate.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo B

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo B

Metodo I.3

Preparazione del campione per analisi

1. Oggetto

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per preparare il campione per analisi a partire dal campione finale.

2. Principio

La preparazione di un campione finale ricevuto in laboratorio consiste in una serie di operazioni, generalmente setacciatura, macinazione ed omogeneizzazione, condotte in modo da ottenere che:

- da un lato, la più piccola pesata fissata dai metodi d'analisi sia rappresentativa del campione finale,
- dall'altro lato, la finezza del campione non possa essere stata modificata dalla preparazione al punto di alterare sensibilmente le varie solubilità nei diversi reattivi utilizzati per l'estrazione.

3. Apparecchiatura

- 3.1. Divisore di campioni (facoltativo).
- 3.2. Setacci a maglie di 0,2 e 0,5 mm.
- 3.3. Vasetti da 250 ml a chiusura ermetica.
- 3.4. Mortaio di porcellana, completo di pestello, o mulino meccanico.

4. Scelta del trattamento da utilizzare

Se il prodotto è idoneo si può conservare solo una parte rappresentativa del campione finale.

- 4.1. *Campioni finali che non debbono essere macinati*
Nitrato di calcio, nitrato di calcio e magnesio, nitrato di sodio, nitrato del Cile, calciocianamide, calciocianamide nitrata, solfato ammonico, nitrato ammonico a titolo d'azoto superiore al 30% N, urea, scorie di defosforazione, fosfati naturali parzialmente solubilizzati, fosfato bicalcico precipitato biidrato, fosfato termico, fosfato alluminocalcico, fosfati naturali teneri.
- 4.2. *Campioni finali da macinare solo in parte*
Si tratta di prodotti sui quali alcune determinazioni si effettuano senza preliminare macinazione (ad esempio determinazione della granulometria) ed altre dopo macinazione. In questa categoria rientrano tutti i concimi composti contenenti le seguenti componenti fosfatiche: scorie Thomas, fosfato alluminocalcico, fosfato termico, fosfati naturali teneri macinati e fosfato naturale parzialmente solubilizzato. A tale scopo il campione finale va diviso in due frazioni per quanto possibile identiche servendosi di un divisore meccanico o del metodo dei quarti.
- 4.3. *Campioni finali per i quali tutte le determinazioni vanno effettuate sul prodotto macinato*
La macinazione può limitarsi ad una parte rappresentativa del campione finale. In questa categoria rientrano tutti gli altri concimi dell'elenco non compresi fra quelli di cui ai punti 4.1 e 4.2.

5. Modo di operare

La parte di campione finale di cui ai punti 4.2 e 4.3 viene setacciata rapidamente attraverso un setaccio con maglie di 0,5 mm. Il residuo viene macinato sommariamente in modo da minimizzare la quantità di particelle troppo fini, indi nuovamente setacciato. La macinazione va effettuata in condizioni tali da non dar luogo ad un eccessivo riscaldamento del prodotto. Ripetere l'operazione fino a quando non vi sia più residuo alla setacciatura, operando quanto più rapidamente possibile per evitare assunzioni o perdite di sostanza (acqua, ammoniaca). La totalità del prodotto macinato e setacciato è conservata in un vasetto pulito dotato di chiusura ermetica.

Prima d'ogni pesata per analisi il contenuto del vasetto andrà accuratamente omogeneizzato.

6. Casi particolari

a) Concime contenente più tipi di cristalli

In questo caso sono frequenti i fenomeni di stratificazione. Risulta quindi assolutamente indispensabile macinare il prodotto e passarlo ad un setaccio con maglie di 0,200 mm. Un esempio è fornito dalle miscele di fosfato ammonico e nitrato potassico. Per questi prodotti si raccomanda di macinare la totalità del campione finale.

b) Residui di difficile macinazione che non contengono sostanze fertilizzanti

Pesare il residuo e tenerne conto nel calcolare i risultati finali delle analisi.

c) Prodotti atti a decomporsi per effetto del calore

La macinazione andrà effettuata in modo da evitare qualsiasi riscaldamento. In questi casi per la macinazione è preferibile rinunciare all'impiego di mulini e servirsi invece del mortaio. Un esempio è fornito dai concimi composti contenenti calciocianamide e urea.

d) Prodotti anormalmente umidi od atti ad impastarsi per effetto della macinazione

Per garantire un'apprezzabile omogeneità di tali prodotti si sceglierà il setaccio avente le maglie con l'apertura più piccola compatibile con la disgregazione degli agglomerati per mezzo delle mani o del pestello. Questo può essere il caso di miscele nelle quali alcuni componenti contengono acqua di cristallizzazione.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo 1

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo 1

Metodo I.4

Preparazione del campione per l'analisi

(fertilizzanti nazionali organici solidi e fluidi e minerali fluidi)

1. Oggetto

Il presente metodo fissa le modalità esecutive per la preparazione del campione da sottoporre all'analisi, a partire dal campione finale.

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile ai fertilizzanti nazionali organici solidi e fluidi e minerali fluidi.

3. Principio

Il campione viene preparato in forma atta all'analisi mediante una serie di operazioni meccaniche quali: trinciatura, macinazione, setacciatura, omogeneizzazione.

4. Apparecchiatura

- 4.1. Forbici o altri strumenti atti a tagliare
- 4.2. Mortaio di porcellana con pestello o "mulino meccanico"
- 4.3. Vasetti a 250 ml a chiusura ermetica
- 4.4. Stufa ventilata (facoltativa)

5. Procedimento

5.1. *Prodotti solidi*

Per i prodotti solidi si applicano le norme fissate dal Reg. CE 2003/03.

Qualora siano presenti residui di lana, pelli cuoio, ecc. questi si tagliano finemente con le forbici e poi si mescolano. I frammenti di corna od unghie si polverizzano in mortaio od in adatto "mulino meccanico".

Il letame fresco ed i fertilizzanti molto umidi o pastosi, per poter essere mescolati e polverizzati, vanno prima essiccati all'aria o in stufa ventilata a 40°C, impiegando una sufficiente quantità di sostanza per assicurare la corrispondenza del campione per analisi al campione finale giunto in laboratorio.

Si deve tener conto dell'acqua perduta per riferire i dati analitici al prodotto originale. In ogni caso si conserva per l'analisi una quantità di campione di 250 g ca. in apposito recipiente a chiusura ermetica.

5.2. *Prodotti fluidi, liquidi o sospensioni*

I fertilizzanti fluidi, liquidi od in sospensione debbono essere opportunamente omogeneizzati alla temperatura di 20°C prima di ogni prelievo per l'analisi.

Si consiglia tale temperatura anche per la conservazione dei campioni in laboratorio.

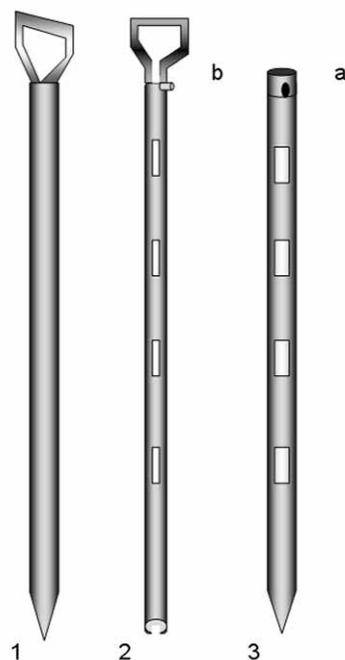
Posizione nazionale:

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

Posizione internazionale:

Assente

(*) **Sonda per il prelievo dei campioni di fertilizzanti**



La sonda nel suo insieme si presenta come un'asta cilindrica cava di 92 cm, compresa l'impugnatura e la punta di fondo (1), e consta di due tubi concentrici di lamiera in acciaio inossidabile di 1 mm di spessore. Il più esterno (3), lungo 75 cm, termina in basso con una punta acuta ed in alto con un robusto manicotto metallico con apertura laterale a gancio. Sul fianco, allineate, porta 4 aperture rettangolari di $15 \times 2,5$ cm.

Il tubo interno (2), lungo 80 cm per 4 cm di diametro, è chiuso in basso con tappo ed in alto porta una manopola o gruccia per l'impugnatura, fermata al tubo con vite a testa sporgente.

Su fianco del tubo interno sono allineate 4 aperture rettangolari di $15 \times 2,5$ cm disposte come le precedenti, ma con margine laterale tagliente e, fra l'una e l'altra, il tubo è diviso in 4 caselle.

Quando questo tubo è introdotto in quello esterno e la vite sporgente è penetrata nella fessura del manicotto del tubo esterno, se si gira la manopola in modo da agganciarlo, le fessure dei due tubi non corrispondono e la sonda è chiusa.

Introdotta così la sonda nel sacco posto verticalmente e raggiunto il fondo, si gira la manopola in modo da aprire la sonda per facilitare la caduta del fertilizzante nelle caselle, poi si chiude e si estrae.

Le singole porzioni di fertilizzante delle caselle rappresentano fedelmente in contenuto del sacco lungo la direzione del sondaggio e, di conseguenza, quello di tutto il sacco.

Sonda chiusa pronta per essere introdotta nel sacco.

Tubo interno: b) vite a testa sporgente.

Tubo esterno: a) manicotto con apertura laterale.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 23/08/89 n. 196, DM 19/07/89, Suppl. n.1

Posizione internazionale:

Assente