

METODI II

DISPOSIZIONI TECNICHE

APPLICABILI AI CONCIMI A BASE DI

NITRATO AMMONICO

AD ELEVATO TITOLO D'AZOTO

Metodo II.A

1. Caratteristiche e limiti dei concimi semplici a base di nitrato ammonico ad elevato titolo di azoto

1.1. Porosità (ritenzione d'olio)

La ritenzione d'olio del concime, che dev'essere stato in precedenza sottoposto a due cicli termici di temperatura compresa tra i 25 ed i 50°C *che risultino conformi alle disposizioni della parte 2 della sezione 3. del presente allegato*, non deve superare il 4% in massa.

1.2. Materiale combustibile

La percentuale in massa di materiale combustibile deve essere valutato in carbonio non deve superare lo 0,2% nei concimi con un titolo d'azoto pari ad almeno il 31,5% in massa e non deve superare lo 0,4% nei concimi il cui titolo d'azoto in massa è pari ad almeno il 28%, ma inferiore al 31,5%.

1.3. pH

Una soluzione di 10 g di concime in 100 ml d'acqua deve avere un pH pari o superiore a 4,5.

1.4. Analisi granulometrica

Non più del 5% in massa del concime deve passare attraverso un setaccio con maglie di 1 mm e non più del 3% in massa deve passare attraverso un setaccio con maglie di 0,5 mm.

1.5. Cloro

Il titolo massimo di cloro del concime deve corrispondere allo 0,02% in massa.

1.6. Metalli pesanti

Deve essere esclusa qualsiasi aggiunta deliberata di metalli pesanti, e le eventuali tracce di tali metalli derivanti dal processo di produzione non devono superare i limiti stabiliti dal comitato.

Il contenuto di rame non dovrà risultare superiore a 10 mg/kg.

Non sono stabiliti limiti specifici per altri metalli pesanti.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Allegato III

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato III

Metodo II.B

2. **Descrizione della prova di detonabilità relativa ai concimi a base di nitrato ammonico ad elevato titolo di azoto**

La prova deve essere effettuata su un campione rappresentativo di concime. Prima di eseguire la prova di detonabilità l'intera massa del campione deve essere sottoposta a cinque cicli termici in conformità di quanto disposto nella parte 3 della sezione 3 del presente allegato.

Il concime deve essere sottoposto alla prova di detonabilità in tubo orizzontale d'acciaio nelle seguenti condizioni:

- tubo d'acciaio senza saldature,
- lunghezza del tubo: almeno 1000 mm,
- diametro esterno: almeno 114 mm,
- spessore nominale della parete: almeno 5 mm,
- detonatore: tipo e massa del detonatore scelto devono essere tali da massimizzare la pressione di detonazione applicata al campione allo scopo di determinarne la propensione a trasmettere la detonazione stessa,
- temperatura di prova: 15-25°C,
- cilindri di piombo di controllo per rilevare la detonazione, aventi un diametro di 50 mm ed un'altezza di 100 mm, sistemati ad intervalli di 150 mm, che sostengano il tubo orizzontalmente.

Vanno eseguite due prove. La prova si considera decisiva se in entrambe le prove lo schiacciamento subito da uno o più dei cilindri di sostegno in piombo risulta inferiore al 5%.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Allegato III

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato III

Metodo II.1

Metodi d'applicazione dei cicli termici

1. Oggetto e campo d'applicazione

Il presente documento definisce i procedimenti da seguire per sottoporre il campione ai cicli termici che precedono l'esecuzione della prova di ritenzione d'olio per concimi semplici a base di nitrato ammonico ad elevato titolo d'azoto e della prova di detonabilità per concimi a base di nitrato ammonico ad elevato titolo d'azoto sia semplici che composti.

I metodi dei cicli termici chiusi quali descritti nella presente sezione sono ritenuti idonei a simulare con sufficiente fedeltà le condizioni da prendere in considerazione ai fini dell'applicazione del titolo II, capo IV, senza che essi siano tuttavia necessariamente in grado di simulare ogni condizione incontrata nel corso del trasporto e del magazzinaggio.

2. Cicli termici di cui all'allegato III.1 del Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003

2.1. Campo d'applicazione

Il seguente procedimento concerne i cicli termici che precedono la determinazione della ritenzione d'olio del concime.

2.2. Principio e definizione

Riscaldare il campione in un matraccio di Erlenmeyer a tenuta stagna portandolo dalla temperatura ambiente fino a 50°C e mantenendolo a tale temperatura per due ore (fase a 50°C). Raffreddare quindi a 25°C mantenendo il campione a tale temperatura per due ore (fase a 25°C). L'insieme delle due fasi successive a 50°C ed a 25°C costituisce un ciclo termico. Dopo aver subito due cicli termici il campione viene conservato ad una temperatura di 20 (\pm 3) °C in attesa di determinarne la ritenzione d'olio.

2.3. Apparecchiatura

Normale attrezzatura di laboratorio, ed in particolare:

- bagnomaria termostatici a 25 (\pm 1) ed a 50 (\pm 1) °C,
- beute della capacità di 150 ml.

2.4. Modo di operare

Versare il campione di 70 (\pm 5) g in una beuta e chiuderla quindi ermeticamente. Trasferire ogni due ore ogni beuta dal bagno a 50°C al bagno a 25°C e viceversa. Mantenere l'acqua di ogni bagno a temperatura costante ed agitarla rapidamente avendo cura che il livello dell'acqua si mantenga al di sopra del livello del campione. Proteggere il tappo dalla condensazione con un cappuccio di gomma spugnosa.

3. Cicli termici di cui all'allegato III-2 del Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003

3.1. Campo d'applicazione

Il seguente procedimento concerne i cicli termici che precedono l'esecuzione della prova di detonabilità.

3.2. Principio e definizione

Riscaldare il campione in un recipiente a tenuta stagna portandolo dalla temperatura ambiente fino a 50°C, mantenendolo a tale temperatura per un'ora (fase a 50°C). Raffreddare quindi a 25°C mantenendo il campione a tale temperatura per un'ora (fase a 25°C). L'insieme delle due fasi successive a 50°C ed a 25°C costituisce un ciclo termi-

co. Dopo aver subito due cicli termici il campione viene conservato ad una temperatura di $20 (\pm 3) ^\circ\text{C}$ in attesa di subire la prova di detonabilità.

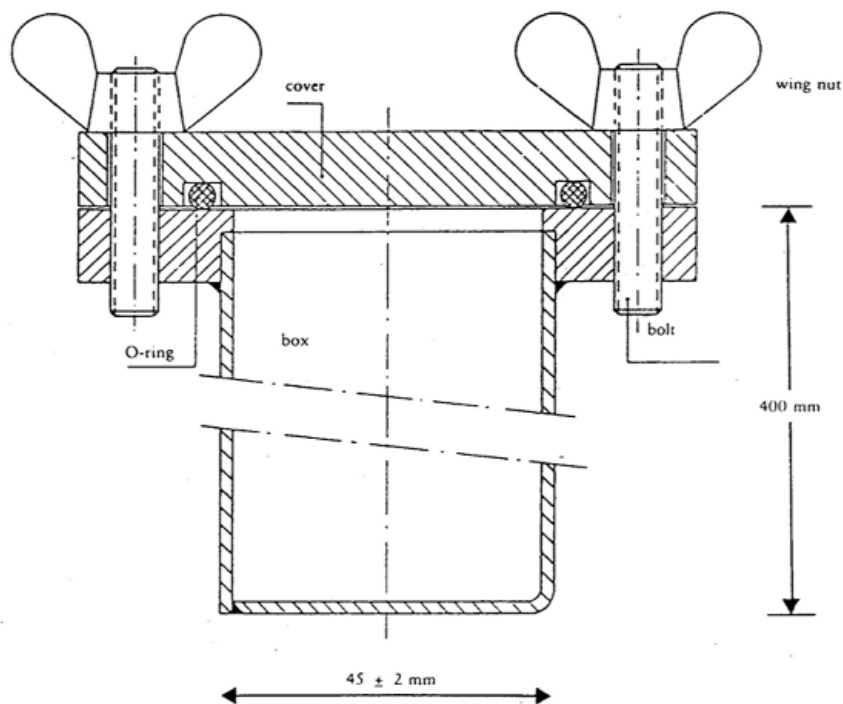
3.3. *Apparecchiatura*

- Un bagnomaria termostato a temperature comprese tra 20 e 51°C con una velocità minima di riscaldamento e di raffreddamento di $10^\circ\text{C}/\text{h}$, oppure due bagnomaria di cui uno termostato alla temperatura di 20°C e l'altro a quella di 51°C . L'acqua del bagno o dei bagni viene agitata in continuazione ed il volume dei bagni dev'essere tale da garantire una buona circolazione dell'acqua.
- Un recipiente d'acciaio inossidabile a tenuta stagna, dotato al centro di una termocoppia. Il recipiente deve avere una larghezza esterna di $45 (\pm 2)$ mm e pareti dello spessore di $1,5$ mm (vedi figura 1). Altezza e larghezza del recipiente possono variare in funzione delle dimensioni del bagnomaria, ad esempio lunghezza 600 mm, altezza 400 mm.

3.4. *Modo di operare*

Introdurre nel recipiente una quantità di concime sufficiente per una prova di detonabilità e chiuderlo con il coperchio. Porre il recipiente nel bagnomaria. Riscaldare l'acqua a 51°C e misurare la temperatura al centro del campione di concime. Un'ora dopo che la temperatura al centro del campione ha raggiunto i 50°C iniziare il raffreddamento. Un'ora dopo che la temperatura al centro del campione ha raggiunto i 25°C riscaldare nuovamente dando inizio al secondo ciclo. Qualora s'impieghino due bagni trasferire il recipiente da un bagno all'altro dopo ogni periodo di riscaldamento/raffreddamento.

Figura 1



cover = coperchio ; wing nut = vite a farfalla ; O-ring = anello ; box = scatola ; bolt = bullone

Posizione nazionale:

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

Posizione internazionale:

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

Metodo II.2

Determinazione della ritenzione d'olio

1. Oggetto e campo d'applicazione

Il presente documento definisce il procedimento da seguire per determinare la ritenzione d'olio di concimi semplici a base di nitrato ammonico ad elevato titolo d'azoto. Il metodo è applicabile a concimi tanto perlato quanto granulari che non contengano sostanze solubili in olio.

2. Definizione

Ritenzione d'olio di un concime: la quantità d'olio trattenuta dal concime determinata nelle condizioni operative descritte ed espressa in percentuale della massa.

3. Principio

Immersione totale del campione in gasolio per un tempo determinato, seguita da sgocciolamento dell'eccesso di gasolio nelle condizioni specificate. Misurazione dell'aumento di massa del campione.

4. Reattivi

- 4.1. Gasolio
- 4.2. Viscosità massima: 5 mPas a 40°C
- 4.3. Densità: da 0,8 a 0,85 g/ml a 20°C
- 4.4. Contenuto di zolfo: $\leq 1,0\%$ (m/m)
- 4.5. Ceneri: $\leq 0,1\%$ (m/m)

5. Apparecchiatura

Normale attrezzatura di laboratorio, ed inoltre:

- 5.1. Bilancia analitica con sensibilità di 0,01 g.
 - 5.2. Beaker da 500 ml.
 - 5.3. Imbuti in plastica, di preferenza con la parte superiore cilindrica, del diametro di circa 200 mm.
 - 5.4. Setaccio di controllo a maglie di 0,5 mm, idoneo a venire inserito nell'imbuti (5.3).
- Nota:** le dimensioni d'imbuti e setaccio devono essere tali che si sovrappongano solo pochi granuli e che il gasolio possa sgocciolare facilmente.
- 5.5. Carta da filtro a filtrazione rapida, crespata, morbida, densità 150 g/m².
 - 5.6. Salviette assorbenti, tipo kleenex (da laboratorio).

6. Modo di operare

- 6.1. Si eseguono due determinazioni in rapida successione su porzioni diverse dello stesso campione.
- 6.2. Scartare le particelle di dimensioni inferiori a 0,5 mm per mezzo del setaccio di control-

lo (5.4). Per una singola determinazione pesare 50 g circa del campione nel beaker (5.2) con una precisione di 0,01 g.

Aggiungere una quantità di gasolio (paragrafo 4) sufficiente a coprire completamente i granuli ed agitare con cautela allo scopo di bagnare completamente la superficie di tutti i granuli. Coprire il beaker con un vetro da orologio e lasciarlo in riposo per un ora alla temperatura di 25 (\pm 2)°C.

6.3. Filtrare quantitativamente il contenuto del beaker attraverso l'imbuto (5.3) munito di un setaccio di controllo (5.4). Lasciare per un'ora sul setaccio il quantitativo da esso trattenuto allo scopo di far defluire la massima parte dell'eccesso di gasolio.

6.4. Stendere un doppio foglio di carta da filtro (5.5) (circa 500 x 500 mm) su una superficie liscia, piegando verso l'alto i quattro bordi dei due fogli per una larghezza di 40 mm circa allo scopo di evitare che i granuli possano rotolare via. Disporre al centro della carta da filtro due salviette assorbenti sovrapposte (5.6). Versare l'intero contenuto del setaccio (5.4) su tali salviette e spargerlo uniformemente con un pennello soffice e piatto.

Dopo due minuti sollevare un lato delle salviette per versare i granuli sulla carta da filtro sottostante e spargerli uniformemente con il pennello. Stendere sul campione un altro foglio di carta da filtro, anch'esso con i bordi ripiegati verso l'alto, e far rotolare i granuli tra i fogli di carta da filtro con movimenti circolari esercitando nel contempo una leggera pressione. Ogni otto movimenti circolari fermarsi e sollevare i bordi opposti dei fogli di carta da filtro così da riportare al centro i granuli rotolati verso il bordo del foglio. Seguire il seguente ritmo: effettuare quattro movimenti circolari completi, prima in senso orario e quindi in senso antiorario, riportando poi al centro i granuli nel modo sopra descritto. Questa operazione deve essere ripetuta tre volte (24 movimenti circolari, bordo dei fogli sollevato due volte).

Inserire con precauzione un nuovo foglio di carta da filtro tra i due fogli inferiori; sollevare quindi i bordi del foglio su cui si trovano i granuli facendo rotolare questi ultimi sopra il nuovo foglio. Coprire i granuli con un nuovo foglio di carta da filtro e ripetere il procedimento descritto sopra. Subito dopo l'operazione trasferire i granuli in un cristallizzatore tarato e pesare nuovamente con l'approssimazione di 0,01 g per determinare la massa della quantità di gasolio trattenuto.

6.5. *Ripetizione dell'operazione di rotolamento e della pesata*

Se la quantità di gasolio ritenuta dalla porzione di campione risulta essere superiore a 2,00 g porre il campione su un nuovo strato di carta da filtro e ripetere l'operazione di rotolamento, sollevando i bordi come descritto al punto 6.4 (2 x 8 movimenti circolari, bordo dei fogli sollevato una volta). Pesare quindi nuovamente il campione.

7. **Espressione dei risultati**

7.1. *Metodo di calcolo e formula*

La ritenzione d'olio risultante da ciascuna determinazione (6.1), espressa in percentuale della massa del campione setacciato (6.0), è data dalla formula:

$$\text{Ritenzione d'olio} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

dove:

m_1 è la massa in grammi del campione setacciato (6.1),

m_2 è la massa in grammi del campione (rispettivamente paragrafo 6.4 o 6.5) risultante dall'ultima pesata.

Come risultato deve essere presa la media aritmetica delle due determinazioni.

Posizione nazionale:

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

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato III, Metodo 2

Metodo II.3

Determinazione dei componenti combustibili

1. Oggetto e campo d'applicazione

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per dosare i componenti combustibili nei concimi semplici a base di nitrato ammonico ad elevato titolo d'azoto.

2. Principio

Si elimina innanzitutto per mezzo di un acido il biossido di carbonio prodotto dagli additivi minerali. Si ossidano i composti organici per mezzo di una miscela acido cromico/acido solforico. Si fa assorbire da una soluzione d'idrossido di bario il biossido di carbonio che si forma. Si scioglie il precipitato in una soluzione di acido cloridrico e lo si determina per titolazione di ritorno con una soluzione d'idrossido di sodio.

3. Reattivi

- 3.1. Triossido di cromo Cr_2O_3 p.a.
- 3.2. Acido solforico al 60% in volume: versare in un beaker da un litro 360 ml d'acqua ed aggiungere con cautela 640 ml d'acido solforico ($d_{20}=1,83\text{g/ml}$).
- 3.3. Soluzione di nitrato d'argento: 0,1 mol/l.
- 3.4. *Idrossido di bario:*
Pesare 15 g d'idrossido di bario [$\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$]. Sciogliere completamente in acqua calda. Lasciar raffreddare e versare in un matraccio da un litro. Completare a volume ed agitare. Filtrare su un filtro carta da filtro a pieghe.
- 3.5. Soluzione titolata d'acido cloridrico: 0,1 mol/l.
- 3.6. Soluzione titolata d'idrossido di sodio: 0,1 mol/l.
- 3.7. Soluzione di blu di bromofenolo in acqua: 0,4 g/l.
- 3.8. Soluzione di fenoltaleina in etanolo al 60% in volume: 2 g/l.
- 3.9. Calce sodata: dimensione delle particelle 1,0 - 1,5 mm circa.
- 3.10. Acqua distillata, bollita di recente per eliminare il biossido di carbonio.

4. Attrezzatura

- 4.1. *Normale attrezzatura di laboratorio, e segnatamente:*
 - crogiolo filtrante con setto di vetro sinterizzato, della capacità di 15 ml; diametro del setto 20 mm; altezza totale: 50 mm; porosità 4 (diametro dei pori 5 - 15 μm),
 - beaker da 600 ml .
- 4.2. Azoto compresso.
- 4.3. Apparecchiatura composta dalle parti seguenti, raccordate se possibile con giunti sferici smerigliati (vedi figura 2).
 - 4.3.1. Tubo d'assorbimento A, della lunghezza di 200 mm circa ed avente un diametro di 30 mm, riempito di calce sodata (3.9), in esso trattenuto da tamponi di lana di vetro.

- 4.3.2. Pallone di reazione a fondo rotondo B da 500 ml, munito di tubo laterale.
- 4.3.3. Colonna di Vigreux lunga circa 150 mm (C').
- 4.3.4. Refrigerante C a doppia parete, lungo circa 200 mm.
- 4.3.5. Bottiglia di Drechsel D, avente lo scopo di trattenere l'acido eventualmente distillato in eccesso.
- 4.3.6. Bagno di ghiaccio E per raffreddare la bottiglia di Drechsel.
- 4.3.7. Due assorbitori F1 e F2, di diametro compreso tra i 32 ed i 35 mm, il cui distributore di gas sia costituito da un disco di 10 mm in vetro sinterizzato a bassa porosità.
- 4.3.8. Pompa aspirante e dispositivo G per regolare l'aspirazione, costituito da un elemento a T in vetro inserito nel circuito, il cui braccio libero è collegato ad un sottile tubo capillare per mezzo di un corto tubo di gomma munito di pinza a vite.

Attenzione: l'impiego di una soluzione bollente d'acido cromico in un'apparecchiatura sotto vuoto è pericoloso ed esige adeguate precauzioni.

5. Modo di operare

5.1. *Pesata*

Pesare circa 10 g di nitrato ammonico con l'approssimazione di 0,001 g.

5.2. *Eliminazione dei carbonati*

Porre il campione nel pallone di reazione B. Aggiungere 100 ml di H₂SO₄ (3.2). A temperatura ambiente i granuli si dissolvono in 10 minuti circa. Montare l'apparecchiatura come illustrato dalla figura: collegare un'estremità del tubo d'assorbimento (A) con la fonte di azoto (4.2) attraverso una guardia idraulica contenente 5 - 6 mm di mercurio e l'altra estremità con il tubo di alimentazione che pesca nel pallone di reazione. Montare la colonna di Vigreux (C') ed il refrigerante (C) alimentato con acqua di raffreddamento. Dopo aver regolato il flusso di azoto in modo da ottenere una moderata corrente attraverso la soluzione, portare quest'ultima ad ebollizione e riscaldare ancora per due minuti. Al termine di tale periodo non dovrebbe più aversi alcuna effervescenza. Qualora si constati la presenza di bolle continuare a riscaldare per 30 minuti. Lasciare raffreddare la soluzione per almeno 20 minuti sotto corrente d'azoto.

Completare il montaggio dell'apparecchiatura come illustrato dalla figura collegando il tubo del refrigerante alla bottiglia di Drechsel (D) e quest'ultima agli assorbitori F1 e F2. Durante il montaggio mantenere la circolazione della corrente d'azoto. Introdurre rapidamente 50 ml di soluzione d'idrossido di bario (3.4) in ciascuno degli assorbitori (F1 e F2). Far gorgogliare per circa 10 minuti una corrente d'azoto. La soluzione negli assorbitori deve restare limpida; in caso contrario, regolare il processo di eliminazione dei carbonati.

5.3. *Ossidazione ed assorbimento*

Dopo aver estratto il tubo di alimentazione dell'azoto introdurre rapidamente attraverso il collo laterale del pallone di reazione (B) 20 g di triossido di cromo (3.1) e 6 ml di soluzione di nitrato d'argento (3.3). Collegare l'apparecchiatura alla pompa aspirante e regolare il flusso d'azoto così da far gorgogliare una quantità costante di gas attraverso gli assorbitori in vetro sinterizzato F1 e F2.

Riscaldare il pallone di reazione (B) mantenendo in ebollizione il suo contenuto per un'ora e mezza¹. Potrà risultare necessario intervenire sul dispositivo di regolazione (G)

¹ Un tempo di reazione di un'ora e mezza è sufficiente nel caso della maggior parte delle sostanze organiche in presenza di un catalizzatore di nitrato d'argento.

per regolare il flusso di azoto nel caso in cui il carbonato di bario precipitato nel corso della prova ostruisca i dischi sinterizzati. L'operazione è condotta bene quando la soluzione d'idrossido di bario nell'assorbitore F2 resta limpida. In caso contrario occorre ripetere la prova. Interrompere il riscaldamento e smontare l'apparecchiatura. Lavare ogni distributore internamente ed esternamente per rimuovere l'idrossido di bario e raccogliere le acque di lavaggio nell'assorbitore corrispondente. Disporre i distributori l'uno dopo l'altro in un beaker da 600 ml da utilizzare successivamente per il dosaggio. Filtrare rapidamente sotto vuoto il contenuto dell'assorbitore F2 e quindi dell'assorbitore F1 sul crogiolo in vetro sinterizzato. Asportare il precipitato sciacquando gli assorbitori con acqua (3.10) e lavare il crogiolo con 50 ml della stessa acqua. Collocare il crogiolo nel beaker da 600 ml ed aggiungere circa 100 ml d'acqua. Versare 50 ml d'acqua bollita in ogni assorbitore e far passare per cinque minuti una corrente d'azoto attraverso i distributori. Unire queste acque a quelle del beaker. Ripetere ancora una volta l'operazione per garantire la perfetta efficienza dei distributori.

5.4. *Dosaggio dei carbonati provenienti da materiale organico*

Aggiungere nel beaker cinque gocce di fenolftaleina (3.8). La soluzione vira al rosso. Titolare con acido cloridrico (3.5) sino a completa decolorazione. Agitare bene la soluzione nel crogiolo per verificare che la colorazione rosa non ricompaia. Aggiungere cinque gocce di blu di bromofenolo (3.7) e titolare con acido cloridrico (3.5) sino al viraggio al giallo. Aggiungere ulteriori 10 ml di acido cloridrico.

Portare ad ebollizione la soluzione e mantenervela per non più di un minuto. Verificare attentamente che nel liquido non vi sia più precipitato.

Lasciar raffreddare la soluzione ed effettuare la titolazione di ritorno con la soluzione d'idrossido di sodio (3.6).

6. **Prova in bianco**

Effettuare una prova in bianco seguendo lo stesso procedimento ed utilizzando la stessa quantità dei vari reagenti.

7. **Espressione dei risultati**

Il titolo di componenti combustibili (C), deve essere valutato come percentuale in massa del carbonio presente nel campione, è dato dalla formula :

$$C\% = 0,06 \times \frac{V_1 - V_2}{E}$$

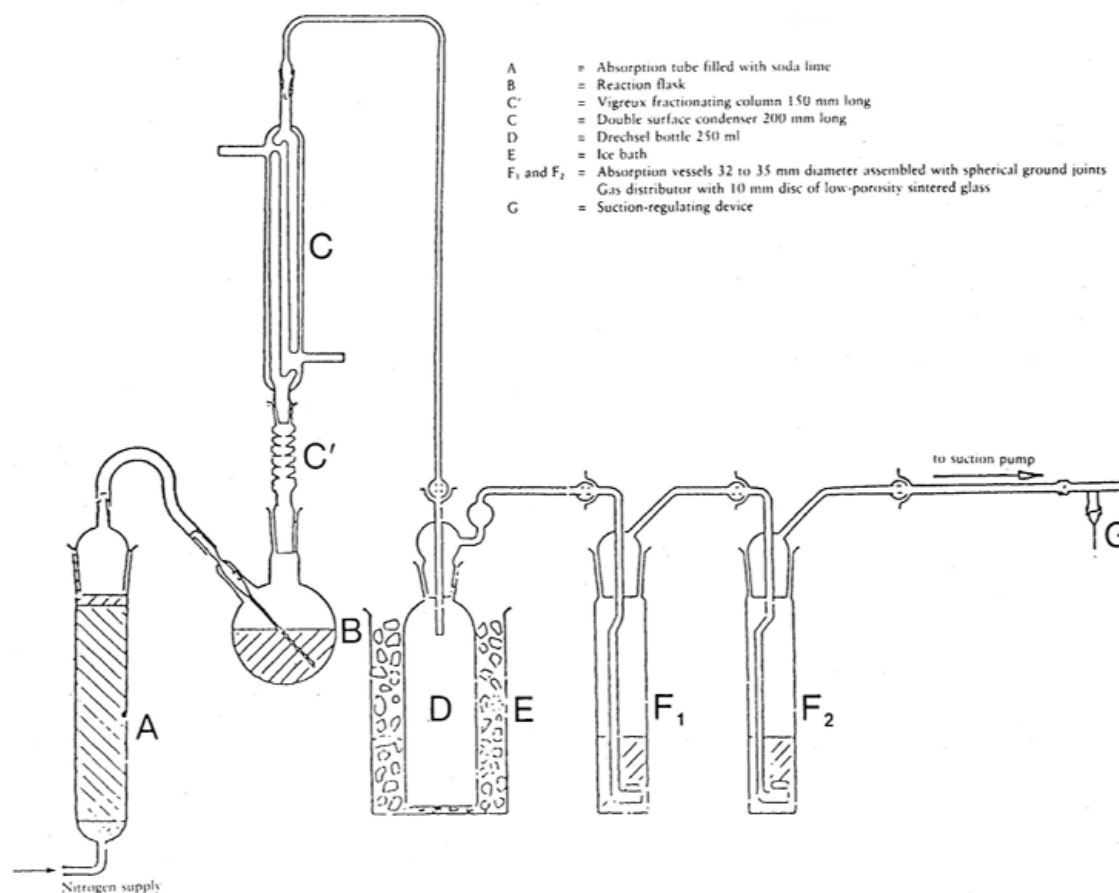
dove:

E = massa in grammi del campione di prova,

V₁ = volume totale in millilitri di acido cloridrico 0,1 mol/l aggiunto dopo il cambiamento di colore della fenolftaleina,

V₂ = volume in millilitri della soluzione d'idrossido di sodio 0,1 mol/l utilizzata per la titolazione di ritorno.

Figura 2



A = Tubo di assorbimento riempito con calce sodata

B = Pallone di reazione

C' = Colonna di Vigreux da 150 mm

C = Refrigerante a doppia parete da 200 mm

D = Bottiglia di Drechsel da 250 ml

E = Bagno di ghiaccio

F₁ e F₂ = Assorbitori; diametro 32 - 35 mm, correati da giunti sferici in vetro smerigliato; distributore con disco da 100 mm in vetro sinterizzato a bassa porosità

G = Dispositivo per regolare l'aspirazione

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Allegato III. Metodo 3

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato III, Metodo 3

Metodo II.4

Determinazione del pH

1. Oggetto e campo d'applicazione

Il presente documento stabilisce il procedimento per determinare il pH della soluzione di un concime semplice a base di nitrato ammonico ad elevato titolo d'azoto.

2. Principio

Misurazione del pH di una soluzione di nitrato ammonico per mezzo di un pH-metro.

3. Reattivi

Acqua distillata o demineralizzata, esente da biossido di carbonio.

3.1. Soluzione tampone, pH 6,88 a 20°C

Sciogliere $3,40 \pm 0,01$ g di fosfato monopotassico (KH_2PO_4) in circa 400 ml d'acqua. Sciogliere quindi $3,55 \pm 0,01$ g di fosfato monosodico (Na_2HPO_4) in circa 400 ml d'acqua. Trasferire quantitativamente le due soluzioni in un pallone tarato da 1 000 ml, portare a volume ed omogeneizzare. Conservare tale soluzione in un recipiente a chiusura ermetica.

3.2. Soluzione tampone, pH 4,00 a 20 °C

Sciogliere $10,21 \pm 0,01$ g di ftalato monopotassico ($\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$) in acqua, trasferire quantitativamente in un pallone tarato da 1 000 ml, portare a volume ed omogeneizzare. Conservare tale soluzione in un recipiente a chiusura ermetica.

3.3. È consentito utilizzare le soluzioni titolate in commercio.

4. Apparecchiatura

pH-metro, con un elettrodo di vetro e l'altro di calomelano od elettrodi equivalenti, sensibilità di 0,05 unità pH.

5. Modo di operare

5.1. Taratura del pH-metro

Tarare il pH-metro (4) alla temperatura di $20 \pm 1^\circ\text{C}$ servendosi delle soluzioni tampone (3.1), (3.2) o (3.3). Far passare una leggera corrente d'azoto sulla superficie della soluzione mantenendola per l'intera durata della prova.

5.2. Determinazione

Versare 100,0 ml d'acqua su $10 \pm 0,01$ g di campione in un beaker da 250 ml. Rimuovere gli insolubili per filtrazione, decantazione o centrifugazione del liquido. Misurare il pH della soluzione limpida alla temperatura di $20 \pm 1^\circ\text{C}$ seguendo lo stesso procedimento utilizzato per la taratura del pH-metro.

6. Espressione dei risultati

Esprimere il risultato in unità pH, con l'approssimazione di 0,1 unità, e specificare la temperatura alla quale si è operato.

Posizione nazionale:

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

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato III, Metodo 4

Metodo II.5

Analisi granulometrica

1. Oggetto e campo d'applicazione

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per la setacciatura di prova dei concimi semplici a base di nitrato ammonico ad elevato titolo d'azoto.

2. Principio

Il campione da sottoporre a prova viene vagliato manualmente o meccanicamente con una serie di tre setacci. Si registra quindi la massa trattenuta da ciascun setaccio e si calcolano le percentuali del materiale che passa attraverso i setacci prestabiliti.

3. Apparecchiatura

- 3.1. Setacci di prova a rete metallica del diametro di 200 mm con maglie rispettivamente di 2,0 mm, 1,0 mm e 0,5 mm di serie normalizzate. Un coperchio ed un contenitore per tali setacci.
- 3.2. Bilancia con sensibilità sino a 0,1 g.
- 3.3. Vibratore meccanico (se disponibile) in grado d'imprimere al campione un movimento tanto verticale quanto orizzontale.

4. Modo di operare

- 4.1. Suddividere in modo rappresentativo il campione in porzioni di circa 100 g.
- 4.2. Pesare una di queste porzioni con l'approssimazione di 0,1 g.
- 4.3. Disporre i setacci in ordine ascendente (contenitore, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm) e collocare la porzione precedentemente pesata nel setaccio superiore. Fissare il coperchio sopra la serie di setacci.
- 4.4. Agitare manualmente o meccanicamente, impartendo un movimento al tempo stesso verticale ed orizzontale; in caso di procedimento manuale, battere ogni tanto leggermente. Continuare questa operazione per 10 minuti oppure sino a quando al quantità che passa attraverso ogni setaccio in un minuto risulti inferiore a 0,1 g.
- 4.5. Togliere nell'ordine i setacci dal contenitore e raccogliere il materiale in essi contenuto; all'occorrenza spazzolare delicatamente il rovescio del setaccio con un pennello morbido.
- 4.6. Pesare con l'approssimazione di 0,1 g il materiale rimasto su ciascun setaccio e quello raccolto nel contenitore.

5. Valutazione dei risultati

- 5.1. Esprimere la massa di ogni frazione in percentuale della massa totale delle frazioni (e non della carica iniziale).
Calcolare la percentuale raccolta nel contenitore (cioè < 0,5 mm): A%
Calcolare la percentuale trattenuta dal setaccio di 0,5 mm: B%
Calcolare la percentuale che ha attraversato il setaccio da 1,0 mm, cioè (A + B) %

La somma delle masse delle frazioni non deve differire dalla massa iniziale + del 2%.

- 5.2. Effettuare almeno due analisi separate; i singoli risultati non devono scostarsi tra loro di più dell'1,0% per A e di più dell'1,5% per B. In caso contrario ripetere la prova.

6. Espressione dei risultati

Riportare la media dei due valori di A e quella dei due valori di A + B ottenuti.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Allegato III. Metodo 5

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato III, Metodo 5

Metodo II.6

Determinazione del tenore di cloro (ione cloruro)

1. Oggetto e campo d'applicazione

Il presente documento stabilisce il procedimento per determinare il tenore di cloro (ione cloruro) nei concimi semplici a base di nitrato ammonico ad elevato titolo d'azoto.

2. Principio

Gli ioni cloruro dissolti in acqua vengono determinati per titolazione potenziometrica con nitrato d'argento in soluzione acida.

3. Reattivi

Acqua distillata o demineralizzata, esente da cloruri.

- 3.1. Acetone AR.
- 3.2. Acido nitrico concentrato (densità a 20°C = 1,40 g/ml)
- 3.3. Soluzione titolata di nitrato d'argento 0,1 mol/l. Conservare in bottiglie di vetro scuro.
- 3.4. Soluzione titolata di nitrato d'argento 0,004 mol/l (preparare al momento dell'uso).
- 3.5. Soluzione standard di riferimento di cloruro di potassio 0,1 mol/l. Pesare, con l'approssimazione di 0,1 mg, 3,7276 g di cloruro di potassio p.a., preventivamente essiccato per un'ora in una stufa a 130°C e raffreddato in un essiccatore fino a temperatura ambiente. Scioglierli in poca acqua e trasferire quantitativamente la soluzione in un pallone tarato da 500 ml, portando a volume ed agitando.
- 3.6. Soluzione standard di riferimento di cloruro di potassio 0,004 M (preparare al momento dell'uso).

4. Apparecchiatura

- 4.1. Potenziometro con elettrodo indicatore d'argento ed elettrodo di riferimento al calomelano, sensibilità 2 mV, potenziale da - 500 a + 500 mV.
- 4.2. Ponte salino, contenente una soluzione satura di nitrato di potassio, collegato con l'elettrodo al calomelano (4.1), provvisto all'estremità di setti porosi.
- 4.3. Agitatore magnetico con barretta rivestita in teflon.
- 4.4. Microburetta a punta sottile, con divisioni da 0,01 ml.

5. Modo di operare

5.1. Standardizzazione della soluzione di nitrato d'argento

Prelevare 5,00 ml e 10,00 ml della soluzione standard di riferimento di cloruro di potassio (3.6) e versarla in due beaker a base larga di capacità adeguata (ad esempio 250 ml). Effettuare sul contenuto di ciascun beaker la seguente titolazione:
Aggiungere 5 ml della soluzione di acido nitrico (3.2), 120 ml di acetone (3.1) e la quantità d'acqua occorrente per portare il volume complessivo a circa 150 ml. Introdurre nel beaker la barretta dell'agitatore magnetico (4.3) e mettere in moto l'agitatore. Immergere

nella soluzione l'elettrodo d'argento (4.1) e l'estremità libera del ponte (4.2). Collegare gli elettrodi al potenziometro (4.1) e, dopo aver controllato lo zero dello strumento, annotare il valore del potenziale iniziale.

Titolare con la microburetta (4.4), aggiungendo inizialmente 4 o 9 ml rispettivamente della soluzione di nitrato d'argento corrispondente alla soluzione standard di riferimento di cloruro di potassio utilizzata. Continuare ad aggiungere quantità successive di 0,1 ml per le soluzioni 0,004 mol/l e 0,05 ml per le soluzioni 0,1 mol/l. Dopo ogni aggiunta attendere che il potenziale si stabilizzi.

Annotare nelle prime due colonne di una tabella i volumi aggiunti ed i corrispondenti valori del potenziale.

In una terza colonna annotare gli incrementi successivi ($\Delta_1 E$) del potenziale E. In una quarta colonna annotare le differenze ($\Delta_2 E$), positive o negative, tra gli incrementi di potenziale ($\Delta_1 E$). La fine della titolazione corrisponde all'aggiunta di quella porzione di 0,1 o 0,05 ml (V_1) della soluzione di nitrato d'argento che dà il valore massimo di $\Delta_1 E$. Il volume esatto (V_{eq}) della soluzione di nitrato d'argento corrispondente alla fine della reazione è dato dalla formula:

$$V_{eq} = V_0 + (V_1 \times \frac{b}{B})$$

dove:

V_0 = volume totale, in millilitri, della soluzione di nitrato d'argento immediatamente inferiore al volume che ha dato il massimo incremento di $\Delta_1 E$,

V_1 = volume, in millilitri, dell'ultima porzione della soluzione di nitrato d'argento aggiunta (0,1 o 0,05 ml),

b = ultimo valore positivo di $\Delta_2 E$,

B = somma dei valori assoluti dell'ultimo valore positivo di $\Delta_2 E$ e del primo valore negativo di $\Delta_2 E$ (vedi esempio nella tabella 1).

5.2. *Prova in bianco*

Effettuare una prova in bianco e tenerne conto nel calcolo del risultato finale.

Il risultato V_4 della prova in bianco dei reagenti è dato, in millilitri, dalla formula:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

dove:

V_2 = valore, in millilitri, del volume esatto (V_{eq}) della soluzione di nitrato d'argento corrispondente alla titolazione di 10 ml della soluzione standard di riferimento di cloruro di potassio utilizzata,

V_3 = valore, in millilitri, del volume esatto (V_{eq}) della soluzione di nitrato d'argento corrispondente alla titolazione di 5 ml della soluzione standard di riferimento di cloruro di potassio utilizzata.

5.3. *Prova di controllo*

La prova in bianco può al tempo stesso servire a controllare il buon funzionamento dell'apparecchio e la corretta esecuzione del procedimento.

5.4. *Dosaggio*

Prelevare una porzione del campione di massa compresa tra 10 e 20 g e pesarla con l'approssimazione di 0,01 g. Trasferirla quantitativamente in un beaker da 250 ml. Aggiungere 20 ml d'acqua, 5 ml di soluzione di acido nitrico (3.2), 120 ml di acetone (3.1) e la quantità d'acqua occorrente per portare il volume complessivo a circa 150 ml.

Introdurre nel beaker la barretta dell'agitatore magnetico (4.3), porre il beaker sull'agitatore e mettere in moto quest'ultimo. Immergere nella soluzione l'elettrodo d'argento (4.1) e l'estremità libera del ponte salino (4.2), collegare gli elettrodi al potenziometro (4.1) e, dopo aver verificato lo zero dell'apparecchio, annotare il valore del potenziale iniziale.

Titolare con la soluzione di nitrato d'argento servendosi della microburetta (4.4), con aggiunte successive di 0,1 ml. Dopo ogni aggiunta attendere che il potenziale si stabilizzi.

Continuare la titolazione come specificato in 5.1, cominciando dal quarto paragrafo: "Annotare nelle prime due colonne di una tabella i volumi aggiunti ed i corrispondenti valori del potenziale ...".

6. Espressione dei risultati

Esprimere il risultato dell'analisi in percentuale di cloro contenuto nel campione tal quale. Calcolare la percentuale di cloro (Cl) per mezzo della formula:

$$\text{Cl}\% = \frac{0,3545 \times T \times (V_5 - V_4) \times 100}{m}$$

dove:

T = concentrazione della soluzione di nitrato d'argento utilizzata in mol/l,

V₄ = risultato in ml della prova in bianco (5.2.),

V₅ = valore in ml di V_{eq} corrispondente al dosaggio (5.4.),

m = massa in g del campione.

Tabella 1. Esempio

Volume della soluzione di nitrato d'argento V (ml)	Potenziale E (mV)	Δ ₁ E	Δ ₂ E
4,80	176	35	37
4,90	211	72	49
5,00	283	23	10
5,10	306	13	
5,20	319		

$$V_{eq} = 4,9 + 0,1 \times \frac{37}{37 + 49} = 4,943$$

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Allegato III. Metodo 6

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato III, Metodo 6

Metodo II.7

Determinazione del rame

1. Oggetto e campo d'applicazione

Il presente documento stabilisce il procedimento per determinare il tenore di rame nei concimi semplici a base di nitrato ammonico ad elevato titolo d'azoto.

2. Principio

Si scioglie il campione in acido cloridrico diluito e si determina il tenore di rame per spettrofotometria ad assorbimento atomico.

3. Reattivi

- 3.1. Acido cloridrico (densità a 20°C = 1,18 g/ml).
- 3.2. Soluzione d'acido cloridrico 6 mol/l.
- 3.3. Soluzione 0,5 mol/l d'acido cloridrico.
- 3.4. Nitrato ammonico.
- 3.5. Acqua ossigenata al 30%
- 3.6. Soluzione di rame² (soluzione madre): pesare, con l'approssimazione di 0,001 g, 1 g di rame puro, scioglierlo in una soluzione d'acido cloridrico ml 6 mol/l (3.2), aggiungere gradualmente 5 ml di acqua ossigenata (3.5) e diluire con acqua fino ad 1 litro. 1 ml di tale soluzione contiene 1 000 µg di rame (Cu).
- 3.6.1. Soluzione di rame (diluita): diluire 10 ml di soluzione madre (3.6) con acqua fino a 100 ml e diluire quindi 10 ml della soluzione ottenuta con acqua fino a 100 ml; 1 ml di tale soluzione contiene 10 µg di rame (Cu).
Preparare questa soluzione al momento dell'uso.

4. Apparecchiatura

Spettrofotometro di assorbimento atomico con lampada al rame (324,8 nm).

5. Modo di operare

- 5.1. *Preparazione della soluzione da sottoporre all'analisi*
Pesare, con l'approssimazione di 0,001 g, 25 g del campione, porlo in un beaker da 400 ml, aggiungere con cautela 20 ml d'acido cloridrico (3.1) (la reazione può essere violenta per lo sviluppo di biossido di carbonio). All'occorrenza aggiungere altro acido cloridrico. Una volta terminata l'effervescenza fare essiccare a bagnomaria, rimescolando di tanto in tanto con una bacchetta di vetro. Aggiungere 15 ml della soluzione d'acido cloridrico 6 mol/l (3.2) e 120 ml d'acqua. Rimescolare con la bacchetta di vetro, che deve essere lasciata nel beaker, e coprire il beaker con un vetro da orologio. Far bollire lentamente la soluzione fino a completa dissoluzione e raffreddare.

2 È consentito utilizzare le soluzioni titolate in commercio.

Trasferire quantitativamente la soluzione in un matraccio tarato da 250 ml, lavando il beaker una volta con 5 ml di acido cloridrico 6 mol/l (3.2) e due volte con 5 ml d'acqua bollente. Completare il volume con acido cloridrico 0,5 mol/l (3.3) ed omogeneizzare accuratamente.

Filtrare su carta da filtro esente da rame³, scartando i primi 50 ml di filtrato.

5.2. *Prova in bianco*

Effettuare una prova in bianco priva unicamente del campione da analizzare e tenerne conto nel calcolo dei risultati finali.

5.3. *Determinazione*

5.3.1. Preparazione delle soluzioni contenenti il campione e di quella in bianco per la prova.

Diluire le soluzioni contenenti il campione (5.1) e la soluzione in bianco (5.2) con la soluzione 0,5 mol/l d'acido cloridrico (3.3) fino ad una concentrazione di rame rientrante nel campo ottimale di misurazione dello spettrofotometro. Di solito non occorre diluire.

5.3.2. Preparazione delle soluzioni di taratura

Preparare, diluendo la soluzione standard 3.6.1. con la soluzione di acido cloridrico 0,5 M (3.3.), almeno 5 soluzioni di riferimento corrispondenti al campo di misurazione ottimale dello spettrofotometro (da 0 a 5,0 mg/l Cu). Prima di completare al volume aggiungere a ciascuna soluzione nitrato ammonico (3.4) in modo tale da raggiungere una concentrazione di 100 mg per ml in peso.

5.4. *Misure*

Preparare lo spettrofotometro (4) per le misurazioni alla lunghezza d'onda di 324,8 nm usando una fiamma ossidante aria-acetilene. Spruzzare successivamente per tre volte la soluzione di riferimento (5.3.2), la soluzione contenente il campione e la soluzione in bianco (5.3.1), lavando a fondo lo strumento con acqua distillata ad ogni vaporizzazione. Tracciare la curva di taratura riportando in ordinate gli assorbimenti medi di ogni standard usato ed in ascisse le corrispondenti concentrazioni di rame in µg/ml.

Determinare la concentrazione di rame nelle soluzioni finali contenenti il campione e nella soluzione in bianco per mezzo della curva di taratura.

6. **Espressione dei risultati**

Calcolare il titolo di rame del campione tenendo conto della massa del campione di prova, delle diluizioni effettuate nel corso dell'analisi e del valore del bianco. Esprimere il risultato in mg Cu/kg.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Allegato III. Metodo 7

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato III, Metodo 7

3 Whatman 541 o equivalente.

Metodo II.8

Determinazione della detonabilità

1. Oggetto e campo d'applicazione

Il presente documento definisce il procedimento da seguire per determinare la resistenza alla detonazione di concimi semplici a base di nitrato ammonico ad elevato titolo d'azoto.

2. Principio

S'introduce il campione in esame in un tubo d'acciaio e lo si espone all'urto provocato dalla detonazione di una carica esplosiva d'innesco. La propagazione della detonazione viene determinata in riferimento al grado di compressione dei cilindri di piombo sui quali il tubo poggia orizzontalmente durante la prova.

3. Materiali

- 3.1. *Esplosivo plastico con un titolo di pentrite dell'83 - 86%:*
densità: 1500 - 1600 kg/m³;
velocità di detonazione: da 7 300 a 7700 m/s
massa: 500 ± 1 g.
- 3.2. *Sette pezzi di miccia detonante con involucro non metallico:*
carica nominale: 11 - 13 g/m;
lunghezza di ogni spezzone: 400 ± 2 mm.
- 3.3. *Elemento compresso di esplosivo secondario, con una cavità destinata ad alloggiare il detonatore:*
esplosivo: esogene/cera 95/5 o tetrile od altro esplosivo secondario analogo, con o senza aggiunta di grafite;
densità: 1500 - 1600 kg/m³;
diametro: 19 - 21 mm;
altezza: 19 - 23 mm;
cavità centrale per il detonatore: diametro 7 - 7,3 mm, profondità 12 mm.
- 3.4. *Tubo d'acciaio privo di saldature conforme alla norma ISO 65 - 1981, serie pesante, con dimensioni nominali DN 100 (4"):*
diametro esterno: 113,1 - 115,0 mm;
spessore della parete: 5,0 - 6,5 mm;
lunghezza: 1005 (± 2) mm.
- 3.5. *Piastra di base:*
materiale: acciaio con buone doti di saldabilità;
dimensioni: 160 × 160 mm;
spessore: 5 - 6 mm.
- 3.6. *Sei cilindri di piombo:*
diametro: 50 (± 1) mm
altezza: da 100 a 101 mm
materiale: piombo dolce con purezza pari o superiore al 99,5 %.

- 3.7. *Blocco d'acciaio:*
lunghezza: almeno 1000 mm
larghezza: almeno 150 mm
altezza: almeno 150 mm
massa: almeno 300 kg se il blocco non posa su una base indeformabile.
- 3.8. *Manicotto di plastica o di cartone per la carica d'innesco:*
spessore della parete: 1,5 - 2,5 mm;
diametro: 92 - 96 mm;
altezza: 64 - 67 mm.
- 3.9. *Detonatore (elettrico o no) con potenza da 8 a 10.*
- 3.10. *Disco di legno:*
diametro: 92 - 96 mm. Il diametro deve corrispondere al diametro interno del manicotto in materia plastica o in cartone (3.8);
spessore: 20 mm.
- 3.11. *Asta di legno di dimensioni identiche a quelle del detonatore (3.9).*
- 3.12. *Spilli della lunghezza massima di 20 mm.*

4. Modo di operare

- 4.1. *Preparazione della carica d'innesco da inserire nel tubo d'acciaio*
In funzione dei materiali disponibili vi sono due metodi per innescare l'esplosivo della carica d'innesco.
- 4.1.1. Innesco simultaneo in sette punti
La carica d'innesco pronta all'uso è illustrata nella figura 1.
- 4.1.1.1. Praticare nel disco di legno (3.10) un foro parallelo al suo asse in corrispondenza del centro ed altri sei fori distribuiti simmetricamente in una circonferenza concentrica del diametro di 55 mm. Il diametro dei fori dev'essere compreso tra i 6 ed i 7 mm (vedi sezione A-B della figura 1), in funzione del diametro della miccia detonante utilizzata (3.2).
- 4.1.1.2. Tagliare sette spezzoni della miccia detonante morbida (3.2) della lunghezza di 400 mm ciascuno, effettuando un taglio netto ed sigillando subito l'estremità con un adesivo in modo da evitare ogni perdita d'esplosivo. Far passare i sette spezzoni attraverso i sette fori del disco di legno (3.10) finché le loro estremità sporgono di qualche centimetro dall'altra parte del disco. Inserire quindi trasversalmente nella guaina di tela degli spezzoni di miccia, ad una distanza di 5 - 6 mm da ciascuna estremità, uno spillo (3.12) ed a partire da questo spalmare di colla lo spezzone stesso per circa 2 cm. Tirare infine ciascuno spezzone dall'altra estremità in modo da portare lo spillo a contatto con il disco di legno.
- 4.1.1.3. Dare all'esplosivo plastico (3.1) la forma di un cilindro del diametro di 92-96 mm in funzione del diametro del manicotto (3.8) ed introdurlo nel manicotto stesso posizionato verticalmente su una superficie liscia. Inserire quindi dall'alto nel manicotto il disco di legno⁴ con i sette spezzoni di miccia detonante pressandolo sull'esplosivo. L'altezza del manicotto (64 - 67 mm) dev'essere resa tale che il bordo superiore del disco di legno sia a filo con il manicotto. Fissare infine quest'ultimo con punti metallici al bordo del disco su tutta la sua circonferenza.
- 4.1.1.4. Raggruppare attorno all'asta di legno (3.11) le estremità libere dei sette spezzoni di miccia detonante in modo che risultino allineate su uno stesso piano perpendicolare all'asta

4 Il diametro del disco deve sempre corrispondere al diametro interno del manicotto.

stessa, attorno alla quale andranno quindi fissate con nastro adesivo⁵.

4.1.2. Innesco centrale mediante una compressa d'esplosivo

La carica d'innesco pronta all'uso è illustrata nella figura 2.

4.1.2.1. Fabbricazione di una compressa

Con le precauzioni del caso versare 10 g di un esplosivo secondario (3.3) in una forma avente un diametro interno di 19 - 21 mm compattandoli sino ad ottenere la forma e la densità richieste.

(Il rapporto diametro/altezza dev'essere di 1 : 1 circa).

Collocare al centro del fondo della forma un blocchetto cilindrico avente l'altezza di 12 mm ed il diametro di 7,0 - 7,3 mm (in funzione del diametro del detonatore utilizzato), in modo da formare nell'elemento compresso una cavità cilindrica in cui successivamente inserire il detonatore.

4.1.2.2. Preparazione della carica d'innesco

Collocare l'esplosivo plastico (3.1) nel manicotto (3.8) posizionato verticalmente su una superficie liscia e comprimerlo quindi con una sagoma di legno in modo da conferire all'esplosivo una forma cilindrica con una cavità centrale. Inserire la compressa in tale cavità. Coprire l'esplosivo di forma cilindrica con un disco di legno (3.10) munito di foro centrale di 7,0 - 7,3 mm destinato all'introduzione di un detonatore. Fissare al manicotto il disco di legno con nastro adesivo incrociato. Assicurarsi che il foro del disco e la compressa siano coassiali inserendo l'asta di legno (3.11).

4.2. *Preparazione del tubo d'acciaio per la prova di scoppio*

Ad una estremità del tubo d'acciaio (3.4) praticare due fori diametralmente opposti del diametro di 4 mm perpendicolarmente alla generatrice e ad una distanza di 4 mm dal bordo.

Saldare di testa la piastra di base (3.5) all'estremità opposta del tubo in modo che l'angolo retto compreso tra la piastra di base e la parete del tubo sia colmato con il metallo d'apporto lungo l'intero perimetro del tubo stesso.

4.3. *Riempimento e caricamento del tubo d'acciaio*

Si vedano le figure 1 e 2.

4.3.1. Mantenere il campione, il tubo d'acciaio e la carica d'innesco ad una temperatura di $20 \pm 5^\circ\text{C}$. Per effettuare due prove occorrono da 16 a 18 kg di campione.

4.3.2. Disporre il tubo verticalmente con la piastra di base quadrata poggiate su una superficie fissa e piana, preferibilmente di cemento. Riempire il tubo con il campione per un terzo della sua altezza; sollevarlo quindi di 10 cm e lasciarlo ricadere verticalmente sul piano di lavoro per cinque volte in modo da compattare al massimo il perlato od i granuli. Per accelerare il compattamento far vibrare il tubo percuotendolo sulla parete esterna fra una ricaduta e l'altra, per complessive 10 volte, con un martello del peso di 750 - 1000 g.

Ripetere il procedimento dopo un'altra aggiunta di campione. Aggiungere infine un ultimo quantitativo in modo che dopo il compattamento ottenuto mediante dieci sollevamenti e ricadute del tubo, intervallati complessivamente da 20 colpi di martello, la carica riempia il tubo fino a 70 mm dal suo orifizio.

Regolare il livello di riempimento del tubo d'acciaio in modo da garantire che la carica d'innesco da introdursi successivamente (4.1.1 o 4.1.2) risulti aderente all'intera superficie del campione stesso.

5 Quando i sette spezzoni periferici vengono tesi dopo l'assemblaggio quello centrale deve rimanere leggermente allentato.

4.3.3. Inserire la carica d'innesco nel tubo a contatto con il campione in modo che il bordo superiore del disco di legno venga a trovarsi 6 mm al di sotto dell'estremità del tubo. Per realizzare l'indispensabile stretto contatto tra l'esplosivo ed il campione aggiungere o prelevare opportunamente modeste quantità di campione. Inserire coppiglie nei fori praticati nel bordo superiore del tubo, come indicato nelle figure 1 e 2, e ripiegarne le estremità contro il tubo.

4.4. *Posizionamento del tubo d'acciaio e dei cilindri di piombo (si veda la figura 3)*

4.4.1. Numerare da 1 a 6 le basi dei cilindri di piombo (3.6). Riportare sulla linea mediana di un blocco d'acciaio (3.7) disposto su una base orizzontale sei contrassegni distanziati fra loro di 150 mm, facendo sì che il primo contrassegno disti almeno 75 mm dallo spigolo del blocco d'acciaio. Su ciascuno di tali contrassegni disporre verticalmente un cilindro di piombo in modo che i centri delle basi dei cilindri cadano sui contrassegni stessi.

4.4.2. Disporre orizzontalmente il tubo d'acciaio preparato secondo le modalità di cui al punto 4.3 sui cilindri di piombo in modo che la sua generatrice risulti parallela alla mediana del blocco di acciaio e che il bordo del tubo saldato alla piastra di base disti 50 mm dal cilindro di piombo n. 6. Per impedire il rotolamento del tubo inserire tra le superfici superiori dei cilindri di piombo e la parete del tubo piccoli cunei di legno (uno per lato) ovvero piazzare una croce di legno tra il tubo ed il blocco d'acciaio.

Nota: Accertarsi che il tubo sia in contatto con tutti i cilindri di piombo; eventuali leggere curvature della superficie del tubo possono venire compensate ruotando il tubo stesso sul suo asse; se un cilindro di piombo risulta troppo alto (100 mm) batterlo leggermente con un martello sino ad ottenere l'altezza prescritta.

4.5. *Preparazione della detonazione*

4.5.1. Sistemare il dispositivo di prova di cui al punto 4.4 in un bunker od in un vano sotterraneo opportunamente attrezzato (ad es. galleria di miniera o tunnel). Garantire che la temperatura del tubo d'acciaio sia mantenuta a $20 \pm 5^\circ\text{C}$ prima della detonazione.

Nota: Qualora per l'esplosione non si disponga di vani del tipo descritto si può all'occorrenza effettuare la prova in una fossa rivestita di calcestruzzo e coperta con travi di legno. Poiché l'esplosione può dar luogo alla proiezione di schegge d'acciaio dotate di elevata energia cinetica occorre mantenere un'opportuna distanza da abitazioni e vie di transito.

4.5.2. Se si adopera una carica d'innesco con accensione in sette punti, verificare che gli spezzi di miccia detonante sono tesi come indicato nella nota al punto 4.1.1.4 ed abbiano una posizione quanto più orizzontale possibile.

4.5.3. Sostituire infine l'asta di legno con il detonatore. Non accendere le micce prima che la zona sia stata evacuata e che gli addetti si siano messi al riparo.

4.5.4. Far detonare l'esplosivo.

4.6. Attendere il tempo necessario per lo smaltimento dei fumi (prodotti di decomposizione gassosi ed a volte tossici come ad esempio i gas nitrosi), quindi recuperare i cilindri di piombo e misurarne l'altezza con un calibro a corsoio.

Per ognuno dei cilindri di piombo contrassegnati annotare l'entità dello schiacciamento espressa in percentuale dell'altezza iniziale di 100 mm. Nel caso di schiacciamento obliquo dei cilindri rilevare i valori massimo e minimo e calcolare la media.

4.7. All'occorrenza è consentito impiegare un provino per misurare in continuo la velocità di detonazione per mezzo di una sonda; detto provino deve essere inserito nel senso dell'asse longitudinale del tubo o lungo la parete laterale dello stesso.

4.8. Per ogni campione vanno effettuate due prove di scoppio.

5. Certificato di prova

Nel certificato di prova vanno riportati i seguenti parametri per ciascuna delle due prove di scoppio:

- valori misurati del diametro esterno del tubo d'acciaio e dello spessore della parete,
- durezza Brinell del tubo d'acciaio,
- temperatura del campione e del tubo immediatamente prima dello scoppio,
- densità apparente (kg/m^3) del campione caricato nel tubo d'acciaio,
- altezza di ogni cilindro di piombo a prova avvenuta, con indicazione del corrispondente numero d'ordine del cilindro,
- metodo di accensione adottato per la carica d'innesco.

5.1. *Valutazione dei risultati della prova*

Se per ciascuna prova la compressione subita da almeno un cilindro di piombo non supera il 5% la prova è da ritenersi conclusiva ed il campione conforme alle prescrizioni dell'allegato III.2, Reg. CE 2003/2003.

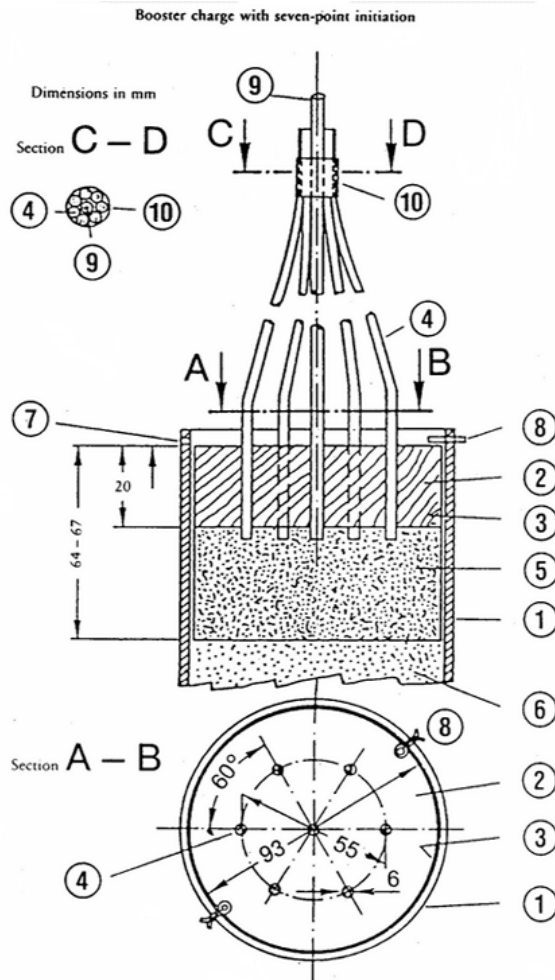
Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Allegato III. Metodo 8

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato III, Metodo 8

Figura 1



- | | |
|---------------------------------|---|
| ① Steel tube | ⑥ Test sample |
| ② Wooden disc with seven holes | ⑦ 4-mm-diameter hole drilled to receive split pin ⑧ |
| ③ Plastic or cardboard cylinder | ⑧ Split pin |
| ④ Detonating cords | ⑨ Wooden rod surrounded by ④ |
| ⑤ Plastic explosive | ⑩ Adhesive tape for securing ④ around ⑨ |

Carica d'innesto simultaneo in sette punti
dimensioni in mm

Sezione C - D

Sezione A - B

1 = Tubo d'acciaio

2 = Disco di legno in sette fori

3 = Manicotto in plastica o cartone

4 = Spezzoni di miccia detonante

5 = Esplosivo plastico

6 = Campione

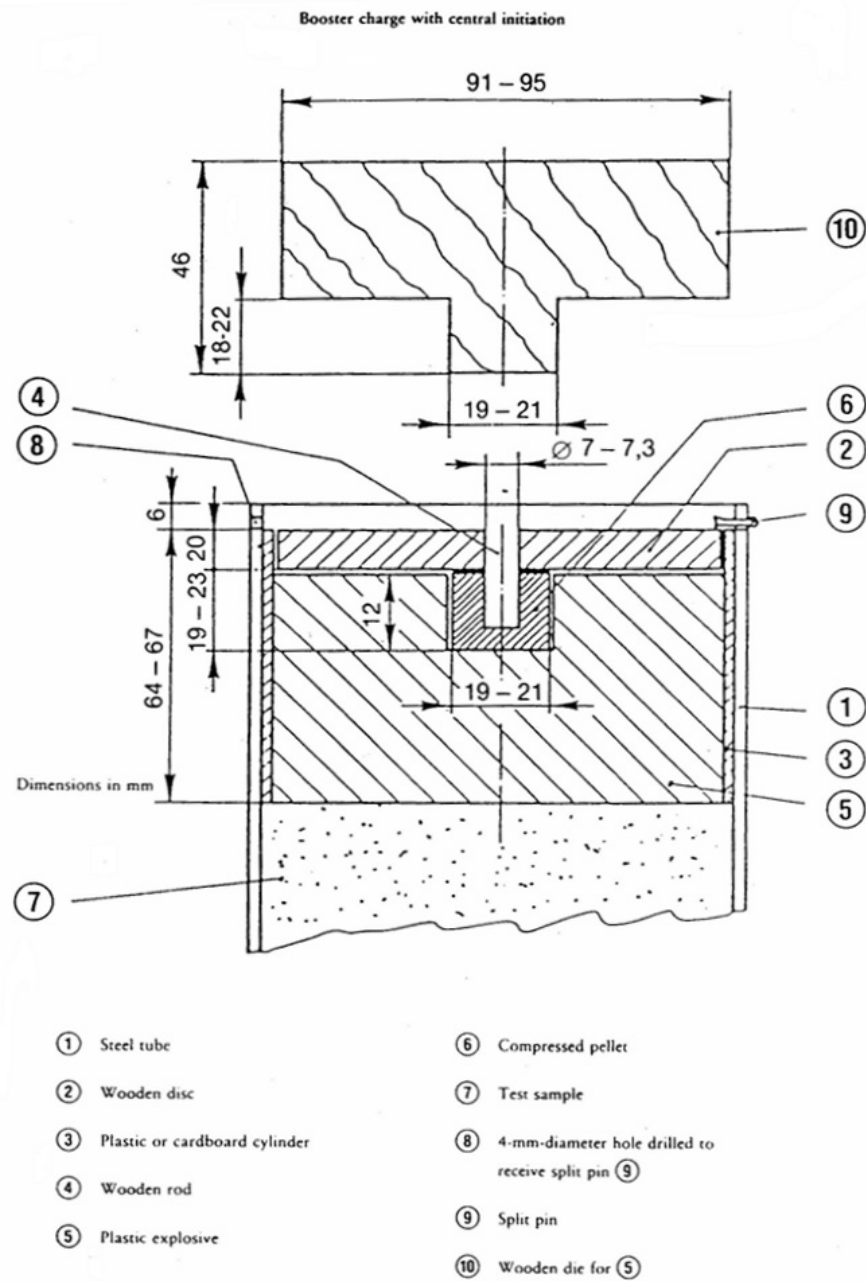
7 = Foro del diametro di 4 mm per alloggiare la coppiglia

8 = Coppiglia

9 = Asta di legno circondata da (4)

10 = Nastro adesivo per il fissaggio di (4) attorno a (9)

Figura 2



Carica con innesto centrale

Dimensioni in mm

1 = Tubo d'acciaio

2 = Disco di legno

3 = Manicotto in plastica o cartone

4 = Asta di legno

5 = Esplosivo plastico

6 = Elemento esplosivo compresso

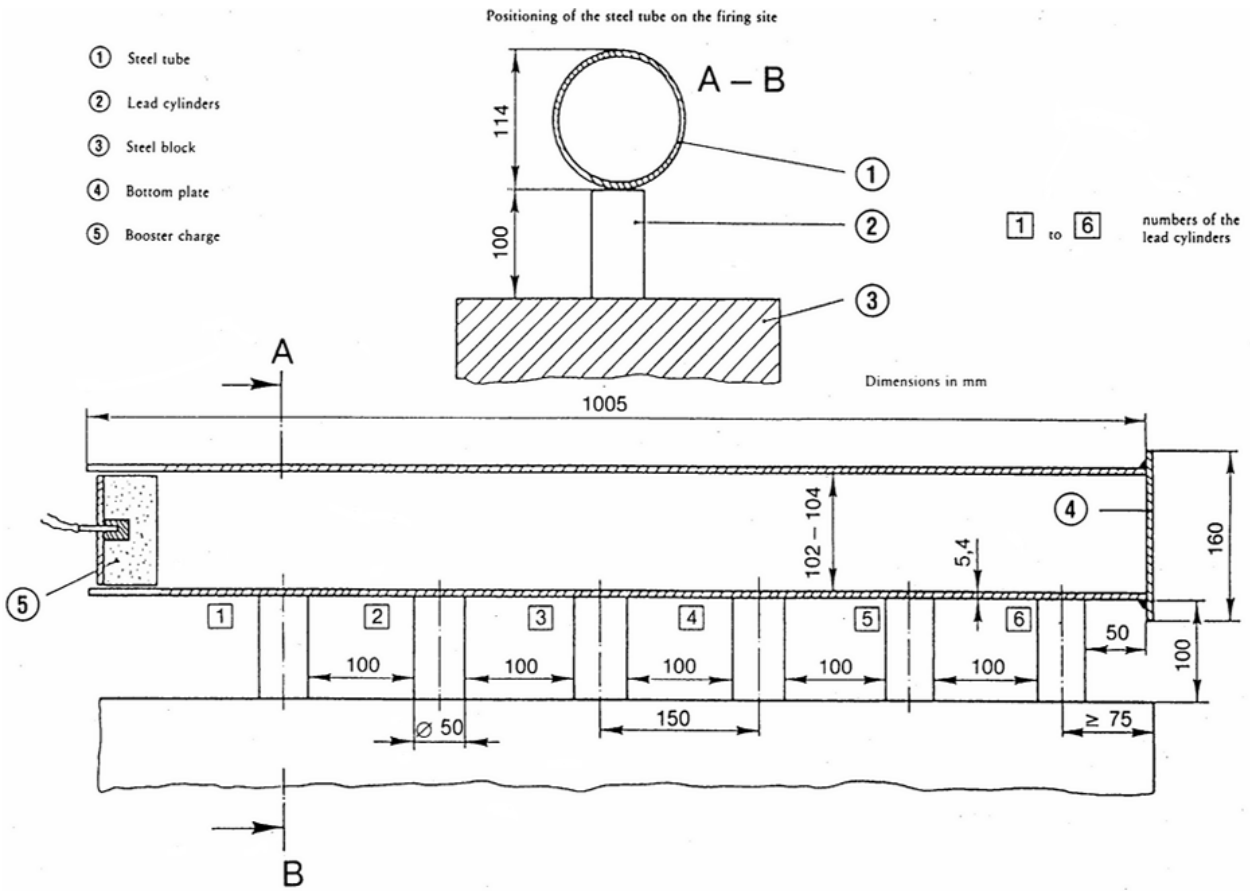
7 = Campione

8 = Foro di 4 mm di diametro per coppiglia (9)

9 = Coppiglia

10 = Sagoma di legno (5)

Figura 3



Posizionamento del tubo di acciaio per la prova di scoppio
 Dimensioni in mm

- 1 = Tubo di acciaio
- 2 = Cilindri di piombo
- 3 = Blocco di acciaio
- 4 = Piastra di base
- 5 = Carica di innesto

Da [1] a [6] Numero dei cilindri di piombo.