

METODI V

METODI

DI DETERMINAZIONE

DEL FOSFORO

Metodo V.1

Estrazione del fosforo solubile in acidi minerali

1. Oggetto

Il presente documento descrive il procedimento da seguire per dosare il fosforo solubile in acidi minerali.

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile esclusivamente ai concimi fosfatici che figurano nell'Allegato I, Reg. CE 2003/2003 e nell'Allegato 1B, L. 748/84.

3. Principio

Estrazione del fosforo presente nel concime con un miscuglio d'acido nitrico e d'acido solforico.

4. Reattivi

Acqua distillata o demineralizzata.

4.1. Acido solforico ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

4.2. Acido nitrico ($d_{20} = 1,40$ g/ml).

5. Apparecchiatura

Normale apparecchiatura di laboratorio.

5.1. Pallone di Kjeldahl della capacità di almeno 500 ml, oppure pallone da 250 ml munito di una canna di vetro in funzione di refrigerante a ricadere.

5.2. Pallone tarato da 500 ml.

6. Preparazione del campione

Si veda il metodo I.3.

7. Modo di operare

7.1. *Pesata*

Pesare con l'approssimazione di 0,001 g una quantità del campione preparato pari a 2,5 g e trasferirla in un pallone di Kjeldahl asciutto.

7.2. *Estrazione*

Aggiungere 15 ml d'acqua e agitare per mettere la sostanza in sospensione. Aggiungere 20 ml d'acido nitrico (4.2) e quindi, con cautela, 30 ml d'acido solforico (4.1).

Una volta cessata la vivace reazione iniziale, portare lentamente il contenuto del pallone all'ebollizione e mantenerlo per 30 minuti. Lasciar raffreddare, quindi aggiungere (con cautela ed agitando) circa 150 ml d'acqua. Far bollire per ulteriori 15 minuti.

Raffreddare completamente e trasferire quantitativamente la soluzione in un pallone tarato da 500 ml. Portare a volume, omogeneizzare e filtrare su filtro a pieghe asciutto, esen-

te da fosfati, scartando la prima frazione di filtrato.

7.3. *Determinazione*

La determinazione del fosforo verrà effettuato su una parte aliquota della soluzione così ottenuta secondo le modalità descritte nel metodo V.9.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2 Serie Speciale, n. 4, Metodo 3.1.1

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo 3.1.1

Metodo V.2

Estrazione del fosforo solubile in acido formico al 2% (20 g/l)

1. Oggetto

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per dosare il fosforo solubile in acido formico al 2% (20 g/l).

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile esclusivamente ai fosfati naturali teneri.

3. Principio

Per differenziare i fosfati naturali duri da quelli teneri si estrae il fosforo solubile in acido formico in condizioni prestabilite.

4. Reattivi

4.1. Soluzione di acido formico al 2 % (20 g/l)

Nota: Diluire 82 ml d'acido formico (al 98-100 %; $d_{20} = 1,22$ g/ml) a cinque litri con acqua distillata.

5. Apparecchiatura

Normale apparecchiatura di laboratorio.

5.1. Pallone tarato da 500 ml (ad es. pallone di Stohmann).

5.2. Agitatore rotativo (35-40 rotazioni al minuto).

6. Preparazione del campione

Si veda il metodo I.3.

7. Modo di operare

7.1. *Pesata*

Pesare con l'approssimazione di 0,001 g una quantità del campione preparato pari a 5 g e trasferirla in un pallone tarato asciutto da 500 ml (5.1) a collo largo.

7.2. *Estrazione*

Agitando continuamente a mano il pallone aggiungere l'acido formico al 2 % (4.1) a 20 ± 1 °C fino a circa un centimetro dalla taratura e portare a volume. Tappare il pallone con un tappo di gomma ed agitare per 30 minuti nell'agitatore rotativo (5.2) a 20 ± 2 °C. Filtrare quindi la soluzione su filtro a pieghe asciutto, esente da fosfati, in un recipiente di vetro asciutto, scartando la prima frazione di filtrato.

7.3. *Determinazione*

Effettuare la determinazione del fosforo su una parte aliquota del filtrato completamente limpido secondo il metodo V.9.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo 3.1.2

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo 3.1.2

Metodo V.3

Estrazione del fosforo solubile in acido citrico al 2 % (20 g/l)

1. Oggetto

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per dosare il fosforo solubile in acido citrico al 2% (20 g/l).

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile esclusivamente alle scorie di defosforazione (Allegato I A, Reg. CE 2003/2003).

3. Principio

Estrazione del fosforo presente nel concime con una soluzione d'acido citrico al 2% (20 g/l) in condizioni prestabilite.

4. Reattivi

Acqua distillata o demineralizzata.

4.1. Soluzione d'acido citrico al 2% (20 g/l), preparata a partire da acido citrico puro cristallizzato ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) · H_2O

Nota

Controllare la concentrazione di questa soluzione d'acido citrico titolandone 10 ml con una soluzione titolata d'idrossido di sodio 0,1 mol/l, utilizzando la fenolftaleina in funzione d'indicatore. Se la soluzione è esatta si dovranno impiegare 28,55 ml di soda.

5. Apparecchiatura

5.1. Agitatore rotativo (35-40 rotazioni al minuto).

6. Preparazione del campione

L'analisi viene effettuata sul prodotto tal quale ricevuto a tale scopo, dopo che il campione originale è stato accuratamente omogeneizzato. Si veda il metodo I.3.

7. Modo di operare

7.1. Pesata

Pesare con l'approssimazione di 0,001 g una quantità del campione preparato pari a 5 g e trasferirla in un recipiente asciutto (bottiglia o pallone), a collo sufficientemente largo, della capacità di 600 ml per permettere un'agitazione completa del liquido.

7.2. Estrazione

Aggiungere al recipiente 500 ± 1 ml della soluzione d'acido citrico alla temperatura di 20 ± 1 °C. Aggiungendo la prima porzione di reagente agitare vigorosamente per evitare la formazione di grumi ed impedire che particelle di sostanza aderiscano alle pareti del

recipiente. Tappare il recipiente con un tappo di gomma ed agitarlo nell'agitatore rotativo (5.1) per esattamente 30 minuti alla temperatura di 20 ± 2 °C.

Trascorso questo tempo filtrare immediatamente su un filtro a pieghe asciutto, esente da fosfati, in un recipiente asciutto di vetro, scartando i primi 20 ml del filtrato. Continuare la filtrazione sino ad ottenere una quantità di filtrato sufficiente ad effettuare il determinazione del fosforo.

7.3. *Determinazione*

La determinazione del fosforo così estratto verrà effettuata secondo il metodo V.9 su una parte aliquota della soluzione filtrata.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo 3.1.3

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo 3.1.3

Metodo V.4

Estrazione del fosforo solubile in citrato ammonico neutro

1. Oggetto

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per dosare il fosforo solubile in citrato ammonico neutro.

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile a tutti i concimi per i quali è prescritta la solubilità in citrato ammonico neutro (Allegato I, Reg. CE 2003/2003).

3. Principio

Estrazione del fosforo alla temperatura di 65 °C con una soluzione di citrato ammonico neutro (pH = 7,0) in condizioni prestabilite.

4. Reattivi

Acqua distillata o demineralizzata.

4.1. *Soluzione di citrato ammonico neutro* (pH = 7,0).

Questa soluzione deve contenere 185 g di acido citrico cristallizzato per litro e deve avere un peso specifico a 20 °C di 1,09 ed un pH di 7,0.

Il reagente si prepara come segue:

sciogliere in circa 1,5 litri d'acqua 370 g d'acido citrico puro cristallizzato ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) e portare quasi a neutralità aggiungendo 345 ml di soluzione d'ammoniaca (28-29 % di NH_3). Se la concentrazione di NH_3 risulta inferiore a 28 % aggiungere una quantità corrispondentemente maggiore di soluzione d'ammoniaca, riducendo in proporzione la quantità d'acqua impiegata per diluire l'acido citrico.

Raffreddare e portare esattamente a neutralità tenendo immersi nella soluzione gli elettrodi di un pH-metro, aggiungendo, goccia a goccia ed agitando continuamente con un agitatore meccanico, la soluzione d'ammoniaca al 28-29 % di NH_3 fino ad ottenere un pH esattamente pari a 7,0 alla temperatura di 20 °C. A questo punto portare al volume di due litri e controllare nuovamente il pH. Conservare il reagente in un recipiente a chiusura ermetica e controllarne periodicamente il pH.

5. Apparecchiatura

5.1. Beaker da due litri.

5.2. pH-metro.

5.3. Beuta da 200 o 250 ml.

5.4. Palloni tarati da 500 ml e 2 000 ml.

5.5. Bagno termostatico in grado di mantenere una temperatura di 65 °C, dotato di un idoneo agitatore (a titolo esemplificativo si veda la figura).

6. Preparazione del campione

Si veda il metodo I.3.

7. Modo di operare

7.1. *Pesata*

Trasferire 1 o 3 g del concime da analizzare (in funzione di quanto prescritto negli allegati I A e B del presente regolamento) in una beuta da 200 o 250 ml contenente 100 ml della soluzione di citrato ammonico previamente riscaldati a 65 °C.

7.2. *Estrazione*

Tappare ermeticamente la beuta ed agitare per mettere il campione in sospensione evitando la formazione di grumi. Togliere per un istante il tappo per equilibrare la pressione, indi richiudere la beuta. Immergere la beuta in un bagnomaria regolato per mantenere esattamente la temperatura di 65 °C e fissarla all'agitatore (si veda la figura 8). Durante l'agitazione il livello della sospensione nella beuta dovrà risultare costantemente al di sotto del livello dell'acqua nel bagnomaria¹. L'agitazione meccanica andrà regolata in modo da mantenere sempre il campione in sospensione.

Dopo un'ora esatta di agitazione togliere la beuta dal bagno.

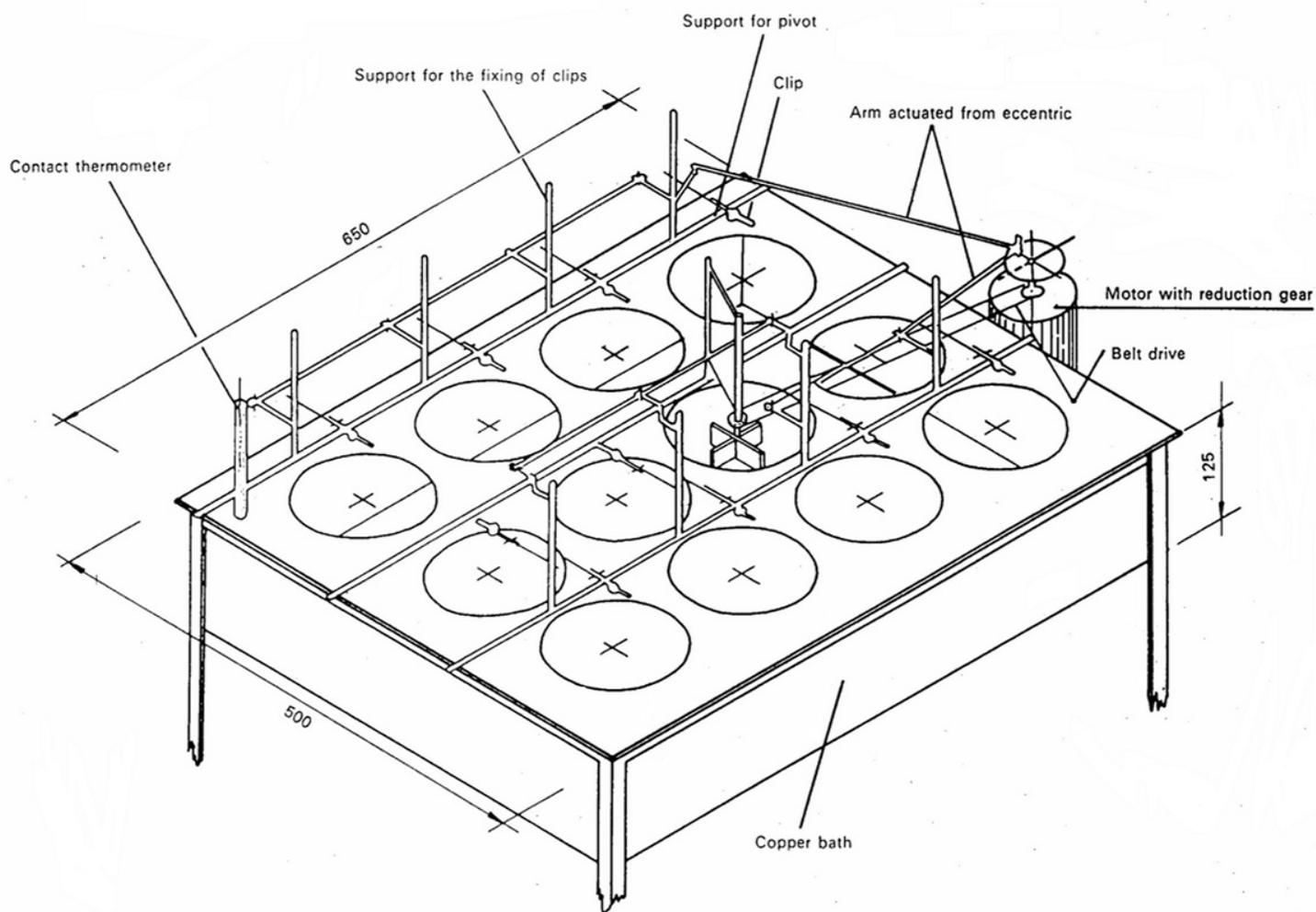
Raffreddare immediatamente in corrente d'acqua fino a temperatura ambiente, indi senza indugio travasare quantitativamente il contenuto della beuta in un pallone tarato da 500 ml aiutandosi con una spruzzetta. Portare a volume con acqua, omogeneizzare accuratamente e filtrare su un filtro a pieghe asciutto, di velocità media, esente da fosfati, in un recipiente asciutto scartando la prima frazione di filtrato (circa 50 ml)

Raccogliere quindi circa 100 ml di filtrato limpido.

7.3. *Determinazione*

Determinare il fosforo nella soluzione limpida così ottenuta secondo il metodo V.9.

¹ In mancanza di un agitatore meccanico si può agitare a mano ogni cinque minuti.



Contact thermometer = Termometro a contatto
 Support for the fixing on clips = Supporto per pinze
 Support for the pivot = Supporto per braccio mobile
 Clip = Gancio
 Arm actuated from eccentric = Braccio azionato da un eccentrico
 Motor with reduction gear = Motore e riduttore
 Belt drive = Cinghia di trasmissione
 Copper bath = Recipiente in rame

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo 3.1.4

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo 3.1.4

Metodo V.5

Estrazione in citrato ammonico alcalino Estrazione del fosforo solubile secondo Petermann a 65°C

1. Oggetto

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per dosare a caldo il fosforo solubile in citrato ammonico alcalino.

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile esclusivamente al fosfato bicalcico precipitato biidrato ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

3. Principio

Estrazione del fosforo alla temperatura di 65 °C con una soluzione alcalina di citrato ammonico (Petermann) in condizioni prestabilite.

4. Reattivi

Acqua distillata od acqua demineralizzata avente le medesime caratteristiche dell'acqua distillata.

4.1. Soluzione di Petermann.

4.2. *Caratteristiche*

Acido citrico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$): 173 g/l.

Ammoniaca: 42 g/l d'azoto ammoniacale.

pH compreso tra 9,4 e 9,7.

Preparazione a partire da citrato biammonico

In un pallone tarato da cinque litri sciogliere 931 g di citrato biammonico (massa molecolare = 226,19) in circa 3 500 ml d'acqua distillata. Agitando e raffreddando in bagno d'acqua corrente aggiungere a piccole porzioni una soluzione d'ammoniaca avente ad esempio $d_{20} = 0,906$ g/ml. Giacché tale soluzione corrisponde ad una percentuale d'azoto ammoniacale pari a 20,81 in termini di massa occorrerà impiegarne 502 ml. Portare alla temperatura di 20 °C e portare a volume con acqua distillata. Omogeneizzare.

Preparazione a partire da acido citrico ed ammoniaca

In un recipiente della capacità di circa cinque litri sciogliere 865 g di acido citrico monoidrato in circa 2 500 ml d'acqua distillata. Mettere il recipiente in un bagno freddo ed aggiungere, a piccole porzioni ed agitando costantemente, una soluzione d'ammoniaca servendosi di un imbuto a gambo lungo, munito di rubinetto, la cui estremità peschi nella soluzione di acido citrico. A titolo esemplificativo, se la densità della soluzione di ammoniaca è di $d_{20} = 0,906$ g/ml, che corrisponde ad una percentuale di azoto ammoniacale del 20,81 % in termini di massa, occorrerà impiegarne 1 114 ml. Portare la soluzione alla temperatura di 20 °C, travasare in un pallone tarato da cinque litri e portare a volume con acqua distillata. Omogeneizzare.

Controllo del titolo di azoto ammoniacale

Trasferire 25 ml della soluzione in un pallone tarato da 250 ml e portare a volume con

acqua distillata. Omogeneizzare. Determinare l'azoto ammoniacale su 25 ml di quest'ultima soluzione secondo il metodo 2.1. Se la soluzione è corretta nella distillazione si dovranno impiegare 15 ml di soluzione d'acido solforico 0,5 N.

Qualora il titolo d'azoto ammoniacale risultasse superiore a 42 g/l si potrà scacciare l' NH_3 in eccesso sia per mezzo di una corrente di gas inerte, sia per mezzo di un moderato riscaldamento tale da riportare il pH a 9,7. Si procederà quindi ad un secondo controllo.

Qualora il titolo d'azoto ammoniacale risulti inferiore a 42 g/l occorrerà aggiungere una massa M od un volume V di soluzione d'ammoniaca, calcolati in base alle seguenti formule:

$$M = (42 - n \times 2.8) \times \frac{500}{20.81} \text{ g}$$

$$\text{o un volume } V = \frac{M}{0.906} \text{ ml a } 20^\circ\text{C}$$

dove:

n = ml di H_2SO_4 0.5 N impiegati nella titolazione.

Se V risultasse inferiore a 25 ml lo si aggiungerà direttamente nel pallone da cinque litri assieme ad una massa d'acido citrico in polvere pari a $V \times 0,173$ g.

Se V risultasse superiore a 25 ml converrà preparare un nuovo litro di reattivo nel modo seguente:

pesare 173 g d'acido citrico. Scioglierli in 500 ml d'acqua. Con le precauzioni indicate sopra aggiungere $225 + 1,206 V$ ml della soluzione d'ammoniaca utilizzata per preparare i primi cinque litri di reagente. Portare a volume con acqua. Omogeneizzare.

Mescolare questo litro di soluzione ai 4 975 ml preparati in precedenza.

5. Apparecchiatura

5.1. Bagno termostatico in grado di mantenere una temperatura di $65 \pm 1^\circ\text{C}$.

5.2. Pallone tarato da 500 ml (ad es. pallone di Stohmann).

6. Preparazione del campione

Si veda il metodo I.3.

7. Modo di operare

7.1. Pesata

Pesare con l'approssimazione di 0,001 g una quantità di campione preparato pari a 1 g e trasferirla nel pallone tarato da 500 ml (5.2).

7.2. Estrazione

Aggiungere al contenuto del pallone 200 ml soluzione alcalina di citrato ammonico (4.1). Tappare il pallone, indi agitare vigorosamente per evitare la formazione di grumi ed impedire che particelle di sostanza aderiscano alle pareti del pallone.

Mettere il pallone nel bagnomaria regolato termostaticamente a 65°C ed agitare ogni 5 minuti durante mezz'ora, avendo cura di togliere un momento il tappo dopo ogni agita-

zione per equilibrare la pressione. Il livello d'acqua nel bagnomaria dovrà risultare al di sopra del livello della soluzione nel pallone. Lasciare ancora il pallone immerso nel bagnomaria per un'ora a 65 °C, agitando ogni 10 minuti. Trascorso questo tempo togliere il pallone dal bagno, raffreddare ad una temperatura di circa 20 °C, portare al volume di 500 ml con acqua distillata, omogeneizzare e filtrare su filtro a pieghe asciutto, esente da fosfati, scartando le prime frazioni di filtrato.

7.3. *Determinazione*

La determinazione del fosforo così estratto verrà effettuata secondo il metodo V.9 su una parte aliquota della soluzione filtrata.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo 3.1.5.1

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo 3.1.5.1

Metodo V.6

Estrazione in citrato ammonico alcalino Estrazione del fosforo solubile secondo Petermann a temperatura ambiente

1. Oggetto

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per dosare a freddo il fosforo solubile in citrato ammonico alcalino.

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile esclusivamente ai fosfati termici.

3. Principio

Estrazione del fosforo alla temperatura di circa 20 °C con una soluzione alcalina di citrato ammonico (Petermann) in condizioni prestabilite.

4. Reattivi

Si veda il metodo V.5.

5. Apparecchiatura

5.1. Normale apparecchiatura di laboratorio ed un pallone tarato da 250 ml (ad es. pallone di Stohmann).

5.2. Agitatore rotativo (35-40 rotazioni al minuto).

6. Preparazione del campione

Si veda il metodo I.3.

7. Modo di operare

7.1. *Pesata*

Pesare con l'approssimazione di 0,001 g una quantità del campione preparato pari a 2,5 g e trasferirla nel pallone tarato da 250 ml (5.1).

7.2. *Estrazione*

Aggiungere una piccola quantità della soluzione di Petermann alla temperatura di 20 °C, indi agitare molto vigorosamente per evitare la formazione di grumi ed impedire che particelle di sostanza aderiscano alle pareti del pallone; portare a volume con la medesima soluzione di Petermann e tappare il pallone con un tappo di gomma.

Agitare per due ore nell'agitatore rotativo (5.2). Trascorso questo tempo filtrare immediatamente su un filtro a pieghe asciutto, esente da fosfati, in un recipiente asciutto scartando la prima frazione di filtrato.

7.3. *Determinazione*

La determinazione del fosforo così estratto verrà effettuata secondo il metodo V.9 su una parte aliquota della soluzione filtrata.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo 3.1.5.2

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo 3.1.5.2

Metodo V.7

Estrazione del fosforo solubile nel citrato ammonico alcalino secondo Joulie

1. Oggetto

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per dosare il fosforo solubile nel citrato ammonico alcalino di Joulie.

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile a tutti i concimi fosfatici, tanto semplici quanto composti, nei quali i fosfati si trovano allo stato di sali alluminio-calcici.

3. Principio

Estrazione mediante agitazione vigorosa con una soluzione di citrato ammonico alcalino di caratteristiche ben definite, all'occorrenza in presenza di ossina (8-idrossichinolina), alla temperatura di circa 20 °C.

4. Reattivi

Acqua distillata o demineralizzata.

4.1. Soluzione alcalina di citrato ammonico secondo Joulie.

Questa soluzione contiene 400 g di acido citrico e 153 g di NH₃ per litro. Il titolo in ammoniaca libera è di circa 55 g/l; si può preparare secondo uno dei metodi sotto descritti.

4.1.1. In un pallone tarato da un litro sciogliere 400 g di acido citrico (C₆H₈O₇·H₂O) in circa 600 ml d'ammoniaca (d₂₀ = 0,925 g/ml, vale a dire 200 g di NH₃ per litro). L'acido citrico viene aggiunto in porzioni successive di circa 50-80 g, raffreddando in modo che la temperatura della soluzione non superi i 50 °C. Portare al volume di un litro con la soluzione d'ammoniaca.

4.1.2. In un pallone tarato da un litro sciogliere 432 g di citrato ammonico puro (C₆H₁₄N₂O₇) in 300 ml d'acqua. Aggiungere 440 ml di soluzione d'ammoniaca (d₂₀ = 0,925 g/ml). Portare al volume di un litro con acqua distillata.

Nota

Controllo dell'ammoniaca totale.

Prelevare 10 ml della soluzione di citrato e trasferirli in un pallone tarato da 250 ml. Diluirli con acqua distillata fino a portare a volume. Determinare l'azoto ammoniacale su 25 ml di questa soluzione secondo il metodo 2.1.

1 ml di H₂SO₄ 0,5 mol/l = 0.008516 g di NH₃

Operando in queste condizioni si considera corretto il reagente quando il numero di ml d'acido consumati nella distillazione è compreso tra 17,7 e 18.

Diversamente aggiungere 4,25 ml d'ammoniaca (d₂₀ = 0.925 g/l) per ogni (eliminare: "per ogni frazione di") 0,1 ml consumati in difetto rispetto ai 18 ml sopra menzionati.

4.2. 8-idrossichinolina (ossina) in polvere.

5. Apparecchiatura

5.1. Normale apparecchiatura di laboratorio e piccolo mortaio, completo di pestello, in vetro

o porcellana.

- 5.2. Palloni tarati da 500 ml.
- 5.3. Pallone tarato da 1 000 ml.
- 5.4. Agitatore rotativo (35-40 rotazioni al minuto).

6. Preparazione del campione

Si veda il metodo I.3.

7. Modo di operare

7.1. *Pesata*

Pesare con l'approssimazione di 0,0005 g una quantità di campione preparato pari a 1 g e trasferirla nel mortaio. Umidificare aggiungendo circa 10 gocce della soluzione di citrato (4.1) e disgregare molto accuratamente col pestello.

7.2. *Estrazione*

Aggiungere 20 ml della soluzione di citrato ammonico (4.1) e stemperare la pasta nel liquido, indi lasciar decantare per circa un minuto.

Versare il liquido in un pallone tarato da 500 ml, evitando di versare le particelle più grosse che possano esser sfuggite alla prima disgregazione. Disgregare ancora il residuo con altri 20 ml della soluzione di citrato (4.1), ripetendo l'operazione descritta cinque volte in tutto per arrivare così a trasferire nel pallone tutto il prodotto. La quantità totale di citrato impiegata dovrà essere di circa 100 ml.

Lavare pestello e mortaio con 40 ml d'acqua distillata trasferendo il liquido nel pallone tarato. Tappare il pallone ed agitare per tre ore nell'agitatore rotativo (5.4). Lasciar riposare per 15-16 ore, indi agitare nuovamente nelle stesse condizioni per tre ore. La temperatura va mantenuta a 20 ± 2 °C durante l'intera operazione.

Portare a volume con acqua distillata. Filtrare su filtro asciutto, scartando la prima frazione e raccogliere il filtrato limpido in un recipiente asciutto.

7.3. *Determinazione*

La determinazione del fosforo così estratto verrà effettuata secondo il metodo V.9 su una parte aliquota della soluzione filtrata.

8. Appendice

Il ricorso all'ossina rende possibile applicare questo metodo ai concimi contenenti magnesio. L'impiego di tale reagente è consigliato quando il rapporto fra i tenori di magnesio e anidride fosforica risulta superiore a 0,03 ($Mg/P_2O_5 > 0,03$). In questo caso aggiungere 3 g di ossina al campione già inumidito nel mortaio. Sembra inoltre da escludere che l'impiego di ossina in assenza di magnesio interferisca successivamente con la determinazione. In assenza certa di magnesio è tuttavia possibile evitare l'impiego di tale reagente.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo 3.1.5.3

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo 3.1.5.3

Metodo V.8

Estrazione del fosforo solubile in acqua

1. Oggetto

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per dosare il fosforo solubile in acqua.

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile a tutti i concimi, compresi quelli composti, per i quali occorra dosare il fosforo solubile in acqua.

3. Principio

Estrazione con acqua mediante agitazione in condizioni prestabilite.

4. Reattivi

Acqua distillata o demineralizzata.

5. Apparecchiatura

5.1. Pallone tarato da 500 ml (ad es. pallone di Stohmann).

5.2. Agitatore rotativo (35-40 rotazioni al minuto).

6. Preparazione del campione

Si veda il metodo I.3.

7. Modo di operare

7.1. *Pesata*

Pesare con l'approssimazione di 0,001 g una quantità del campione preparato pari a 5 g e trasferirla nel pallone tarato da 500 ml (5.1).

7.2. *Estrazione*

Aggiungere al pallone 450 ml d'acqua distillata avente una temperatura compresa tra 20 e 25 °C.

Agitare nell'agitatore rotativo (5.2) per 30 minuti.

Trascorso questo tempo portare a volume con acqua distillata, omogeneizzare accuratamente agitando e filtrare su filtro a pieghe asciutto ed esente da fosfati in recipiente asciutto.

7.3. *Determinazione*

La determinazione del fosforo così estratto verrà effettuata secondo il metodo V.9 su una parte aliquota della soluzione filtrata.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04, 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo 3.1.6

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo 3.1.6

Metodo V.9

Determinazione del fosforo estratto (metodo gravimetrico al fosfomolibdato di chinolina)

1. Oggetto

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per dosare il fosforo negli estratti di concime.

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile a tutti gli estratti di concimi² preparati per il determinazione delle varie forme di fosforo.

3. Principio

Dopo l'eventuale idrolisi di differenti forme di fosforo diverse dagli ortofosfati a ioni ortofosforici, questi ultimi sono precipitati in un ambiente acido sotto forma di fosfomolibdato di chinolina. Dopo filtrazione e lavaggio il precipitato è seccato a 250 °C e pesato.

Nelle condizioni di cui sopra non si ha alcuna interferenza dalle sostanze o dai composti che possono esser presenti nelle soluzioni (acidi minerali ed organici, ioni ammonio, silicati solubili, ecc.) se per la precipitazione si fa uso di un reattivo a base di molibdato di sodio o molibdato di ammonio.

4. Reattivi

Acqua distillata o demineralizzata.

4.1. Acido nitrico concentrato ($d_{20} = 1.40$ g/ml).

4.2. Reattivo per la precipitazione.

4.2.1. Preparazione del reattivo a base di molibdato di sodio.

Soluzione A: sciogliere 70 g di molibdato di sodio biidrato in 100 ml d'acqua distillata.

Soluzione B: sciogliere 60 g d'acido citrico monoidrato in 100 ml d'acqua distillata ed aggiungere 85 ml d'acido nitrico concentrato (4.1).

Soluzione C: aggiungere agitando la soluzione A alla soluzione B ottenendo così la soluzione C.

Soluzione D: a 50 ml d'acqua distillata aggiungere 35 ml d'acido nitrico concentrato (4.1), poi 5 ml di chinolina distillata di fresco. Aggiungere questa soluzione alla soluzione C, omogeneizzare accuratamente e lasciar riposare una notte al buio. Portare quindi al volume di 500 ml con acqua distillata, omogeneizzare nuovamente e filtrare attraverso un imbuto di vetro sinterizzato (5.6).

4.2.2. Preparazione del reattivo a base di molibdato ammonico.

Soluzione A: in 300 ml d'acqua distillata sciogliere 100 g di molibdato ammonico scaldando dolcemente ed agitando di quando in quando.

Soluzione B: sciogliere 120 g d'acido citrico monoidrato in 200 ml d'acqua distillata ed aggiungere 170 ml d'acido nitrico concentrato (4.1).

Soluzione C: aggiungere 10 ml di chinolina distillata di fresco a 70 ml d'acido nitrico concentrato (4.1).

2 Fosforo solubile in acidi minerali, solubile in acqua, solubile in soluzioni di citrato ammonico, solubile in acido citrico al 2% e solubile in acido formico al 2%.

Soluzione D: aggiungere lentamente, mescolando bene, la soluzione A alla soluzione B. Dopo aver omogeneizzato con cura aggiungere a questa miscela la soluzione C e portare al volume di un litro. Lasciar riposare due giorni al buio, indi filtrare attraverso un imbuto di vetro sinterizzato (5.6).

I reattivi 4.2.1 e 4.2.2 sono equivalenti ai fini dell'impiego; entrambi vanno conservati al buio in flaconi di polietilene a chiusura ermetica.

5. Apparecchiatura

- 5.1. Normale apparecchiatura di laboratorio e una beuta da 500 ml a collo largo.
- 5.2. Pipette tarate di precisione da 10, 25 e 50 ml.
- 5.3. Crogioli filtranti con setto poroso da 5 a 20 μm .
- 5.4. Beuta caudata per filtrazione sotto vuoto.
- 5.5. Stufa regolabile a 250 ± 10 °C.
- 5.6. Imbuto in vetro sinterizzato con setto poroso da 5 a 20 μm .

6. Modo di operare

6.1. *Trattamento della soluzione*

Servendosi di una pipetta di precisione prelevare una parte aliquota dell'estratto di concime (si veda la tabella 1) contenente circa 0,01 g di P_2O_5 e trasferirla in una beuta da 500 ml. Aggiungere 15 ml d'acido nitrico concentrato (4.1)³ e diluire con acqua fino a circa 100 ml.

Tabella 1. Determinazione delle parti aliquote delle soluzioni di fosfati

% P_2O_5 nel concime	% P nel concime	Pesata (g)	Diluizione (a ml)	Prelievo (ml)	Diluizione (a ml)	Prelievo per la precipitazione (ml)	Fattore (F) di conversione da fosfomolibdato di chinolina a % di P_2O_5	Fattore (F') di conversione da fosfomolibdato di chinolina a % di P
10-25	2.2 - 4.4	1	500	-	-	50	32.074	13.984
		5	500	-	-	10	32.074	13.984
10-25	4.4 - 11.0	1	500	-	-	25	64.148	27.968
		5	500	50	500	50	64.148	27.968
+ 25	+ 11	1	500	-	-	10	160.370	69.921
		5	500	50	500	25	128.296	55.937

6.2. *Idrolisi*

Qualora si sospetti la presenza nella soluzione di metafosfati, pirofosfati o polifosfati si effettuerà l'idrolisi di tali composti nel modo seguente:

portare dolcemente ad ebollizione il contenuto della beuta e mantenerlo a questa temperatura fino a completa idrolisi (solitamente ciò richiede un'ora). Si dovrà prestare attenzione ad evitare perdite dovute a spruzzi o ad un'eccessiva evaporazione tale da ridurre di più della metà il volume iniziale grazie all'impiego di un refrigerante a ricadere. A idrolisi avvenuta ripristinare il volume iniziale della soluzione con acqua distillata.

³ 21 ml quando la soluzione da precipitare contiene più di 15 ml di soluzione di citrato (citrato neutro, citrato alcalino di Petermann o di Joulie).

- 6.3. *Taratura del crogiolo*
Seccare il crogiolo filtrante (5.3) per almeno 15 minuti nella stufa ad una temperatura di 250 ± 10 °C. Pesare dopo raffreddamento in essiccatore.
- 6.4. *Precipitazione*
Scaldare fino ad ebollizione incipiente la soluzione acida contenuta nella beuta, quindi procedere alla precipitazione del fosfomolibdato di chinolina aggiungendo, goccia a goccia ed agitando continuamente, 40 ml dell'apposito reagente (reagente 4.2.1 o 4.2.2) ⁴. Portare la beuta su bagnomaria bollente per 15 minuti, agitando di quando in quando. La soluzione può venir filtrata immediatamente o dopo raffreddamento.
- 6.5. *Filtrazione e lavaggio*
Filtrare la soluzione sotto vuoto per decantazione. Lavare il precipitato nella beuta con 30 ml d'acqua. Decantare e filtrare la soluzione. Ripetere questa operazione cinque volte, indi trasferire quantitativamente il resto del precipitato nel crogiolo aiutandosi con una spruzzetta. Lavare quattro volte con complessivi 20 ml d'acqua, aggiungendo nuova acqua di lavaggio solo a filtrazione praticamente completa. Asciugare a fondo il precipitato.
- 6.6. *Essiccamento e pesata*
Asciugare l'esterno del crogiolo con carta da filtro. Portare il crogiolo nella stufa (5.5) e mantenerlo alla temperatura di 250 °C fino a peso costante (generalmente occorrono 15 minuti); lasciar raffreddare in essiccatore a temperatura ambiente e pesare rapidamente.
- 6.7. *Prova in bianco*
Per ogni serie di determinazioni effettuare una prova in bianco impiegando i reattivi e solventi unicamente nelle medesime proporzioni utilizzate per l'estrazione (soluzione di citrato, ecc.) e tenerne conto nel calcolare il risultato finale.
- 6.8. *Prova di controllo*
Effettuare la determinazione su una parte aliquota di una soluzione acquosa di fosfato monopotassico per analisi contenente 0,01 g di P₂O₅.

7. **Espressione dei risultati**

Per le pesate e le diluizioni indicate nella tabella 1 applicare la formula seguente:

$$\% \text{ P nel concime} = (A - a) F'$$

oppure

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ nel concime} = (A - a) F$$

dove:

A = massa in g del fosfomolibdato di chinolina,

a = massa in g del fosfomolibdato di chinolina ottenuto nella prova in bianco

F e F' = fattori riportati nelle ultime due colonne della tabella 1.

Con pesate e diluizioni differenti da quelle della tabella 1 applicare la formula seguente:

$$\% \text{ P nel concime} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

oppure

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ nel concime} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

⁴ Per precipitare le soluzioni di fosfati contenenti più di 15 ml di soluzione di citrato (neutro, di Petermann o di Joulie) che siano state acidificate con 21 ml d'acido nitrico concentrato (si veda la nota al punto 6.1) utilizzare 80 ml di reagente.

dove:

f e f' = fattori di conversione del fosfomolibdato di chinolina in $P_2O_5 = 0,032074$ (f) o in $P = 0,013984$ (f'),

D = fattore di diluizione,

M = massa in g del campione analizzato.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo 3.2

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo 3.2

Metodo V.10

Determinazione del fosforo estraibile per spettrofotometria al vanado-molibdato di ammonio

1. Oggetto

Il presente metodo fissa le modalità esecutive per la determinazione dei fosfati negli estratti di concime.

2. Campo di applicazione

Il metodo si applica agli estratti di concime preparati per la determinazione dei fosfati. Il metodo permette di dosare, per differenza tra i totali, gli orto- e poli-fosfati.

3. Principio

Determinazione spettrofotometrica dei fosfati con il metodo della formazione di un complesso fosfo-vanado-molibdico di colore giallo dopo la trasformazione di tutte le forme fosfatiche in ortofosfati mediante idrolisi acida. Con le stesse modalità, senza l'idrolisi acida iniziale, viene determinata la forma orto già presente.

Dalla differenza, infine, tra le specie fosfatiche totali e quelle nella forma orto, si risale al contenuto in poli-fosfati totali.

4. Reattivi

4.1. Acido nitrico concentrato ($d = 1,40$)

4.2. Acido cloridrico concentrato ($d = 1,19$)

4.3. *Soluzione standard P_2O_5*

Pesare 3,8348 g di KH_2PO_4 preventivamente essiccato in stufa a $105^\circ C$, scioglierlo in acqua distillata e portare a volume di 1 l in modo da ottenere una soluzione di concentrazione pari a 2 g/l di P_2O_5 .

4.4. *Soluzione standard diluita*

Prelevare 10 ml della soluzione 4.3 e diluirli ulteriormente, trasferendoli in un matraccio da 100 ml e portare a volume con acqua distillata, ottenendo quindi una soluzione di 200 mg/l.

4.5. *Soluzione reagente di vanadato-molibdato di ammonio*

Sciogliere separatamente 20 g di molibdato di ammonio puro e 1 g di vanadato-molibdato di ammonio puro in acqua distillata. Unire le due soluzioni, aggiungere 140 ml di acido nitrico concentrato in un pallone da 1 l e portare a volume.

5 Apparecchiatura

- 5.1. Stufa termostatica
- 5.2. Buretta di precisione da 50 ml
- 5.3. Matracci tarati da 1000 ml, 500 ml, 250 ml, 100 ml
- 5.4. Piastra riscaldante
- 5.5. Spettrofotometro o monocromatore a filtri, corredato quest'ultimo da filtro per una lettura a 420 nm
- 5.6. Cellette in vetro
- 5.7. Pipette graduate
- 5.8. Cilindro graduato
- 5.9. Beaker da 250 ml

6. Procedimento

6.1. Preparazione della curva di taratura

Con la buretta di precisione (5.2) prelevare 25, 26, 27, 28, 29, 30 e 31 mL di soluzione standard diluita di P_2O_5 (4.4) e trasferirli in altrettanti matracci tarati da 100 mL (5.3).

I matracci contengono così 5 - 5,2 - 5,4 - 5,6 - 5,8 - 6,0 e 6,2 mg di P_2O_5 . Aggiungere 25 mL di soluzione vanadio-molibdica (4.5) in ciascuno di essi, agitare e portare a volume.

Lasciare sviluppare il colore per 10 minuti alla temperatura di 20°C circa. Leggere allo spettrofotometro alla lunghezza d'onda di 420 nm i valori delle trasmittanze delle varie soluzioni usando come riferimento la soluzione contenente 5 mg di P_2O_5 . Riportare i valori su un grafico avente le concentrazioni in ascissa e le trasmittanze in ordinata, e tracciare la curva di taratura.

6.2. Determinazione dei fosfati totali

6.2.1. Prelievo della soluzione

Con pipetta di precisione (5.7) prelevare una parte aliquota dell'estratto di concime contenente circa 50 mg di P_2O_5 e trasferirla in beuta da 250 mL (5.9). Controllare il pH e portarlo, se necessario, a valori compresi tra 5 e 9, con alcune gocce di soluzione di idrossido di sodio.

6.2.2. Idrolisi

Aggiungere 5 mL di acido nitrico (4.1) e 5 mL di acido cloridrico (4.2). Se necessario, aggiungere un po' d'acqua distillata fino ad arrivare ad un volume di 100 mL circa; coprire con un vetro da orologio (5.10) e far bollire per 30 minuti circa. Raffreddare, travasare quantitativamente in matraccio da 250 mL (5.3) e portare a volume con acqua distillata.

6.2.3. Sviluppo di colore

6.2.4. Misura

Leggere allo spettrofotometro alla lunghezza d'onda di 420 nm il valore utilizzando come riferimento la soluzione contenente 5 mg di P₂O₅ e calcolare la concentrazione sulla curva di taratura.

6.2.5. Espressione dei risultati

$$\text{P}_2\text{O}_5 \% \text{ nel concime} = \frac{A \times D \times 100}{M \times 1000}$$

dove:

A = concentrazione ottenuta dalla curva di taratura, espressa in mg

D = fattore di diluizione

M = peso in grammi del campione sottoposto ad analisi

6.3. *Determinazione degli ortofosfati*

Per la determinazione degli ortofosfati procedere come per la determinazione dei fosfati senza l'idrolisi descritta nel punto 6.2.2, tenendo presente che le letture spettrofotometriche devono essere effettuate in un tempo massimo di 10 minuti dallo sviluppo del colore per evitare l'idrolisi dei polifosfati.

Posizione nazionale:

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

Posizione internazionale:

Assente

Metodo V.11

Estrazione dei fosfati solubili in acqua e citrato ammonico neutro nei concimi organo-minerali

1. Oggetto

Il presente documento fissa le modalità esecutive e le condizioni per la estrazione in sequenza dei fosfati solubili in acqua e in citrato ammonico neutro operando sulla stessa pesata del campione in esame.

2. Campo di applicazione

Il metodo si applica a tutti i concimi organo-minerali per i quali in etichetta venga dichiarata l'anidride fosforica solubile in acqua e citrato ammonico neutro, nonché le singole solubilità, qualora vengano dichiarate.

3. Principio

I fosfati solubili in acqua vengono estratti mediante percolazioni successive. I fosfati solubili in citrato ammonico neutro vengono estratti a caldo dal residuo dell'estrazione con acqua, mediante la soluzione citrico ammoniacale.

4. Reattivi

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

- 4.1. Soluzione neutra di citrato ammonico preparata come descritto al punto 4.1. del Metodo V.4.
- 4.2. Acido nitrico diluito 1 + 1.

5. Apparecchiatura

- 5.1. Imbuti di vetro Ø 7,5 cm con insenature interne per filtrazioni rapide, angolo 60°.
- 5.2. pHmetro.
- 5.3. Matracci tarati da 500 ml.
- 5.4. Bagno termostatico capace di mantenere la temperatura di 65°C, munito di un adatto agitatore (vedere ad es. figura citata nel metodo V.4).
- 5.5. Filtri rapidi tipo Supervelox o equivalenti. In caso di particellato molto fine ricorrere a filtri tipo Schleicher & Schüll 5892 Ø cm 9 o equivalenti.

6. Procedimento

Pesare 1 g (con l'approssimazione di 0,001 g) di campione preparato secondo quanto previsto dal Metodo I.3.

- 6.1. *Estrazione dei fosfati solubili in acqua*
Trasferire il campione sul filtro tarato da 9 cm di diametro (5.5.), convenientemente preparato sull'imbutto (5.1.), e lavare per gravità con acqua mediante piccole aliquote suc-

cessive fino a circa 400 ml di filtrato; raccogliere il filtrato in un matraccio da 500 ml (5.3.) contenente 5 ml di HNO₃ (4.2.).

Lasciare che ciascuna frazione di liquido passi completamente attraverso il filtro prima di effettuare la nuova aggiunta. Terminato l'ultimo lavaggio, rimuovere il filtro contenente il residuo insolubile in acqua; lavare l'imbuto con acqua, portare a volume e agitare. L'operazione descritta deve avvenire entro 1 ora.

6.2. Estrazione dei fosfati solubili in citrato

6.2.1. Preparazione dell'estratto citro-ammoniacale

Dopo il trattamento con acqua, entro 1 ora trasferire il filtro e il residuo, ottenuti a seguito dell'estrazione 6.1., in una beuta da ml 200 o 250 contenente ml 100 della soluzione di citrato ammonico (4.1.) previamente scaldata a 65°C. Chiudere ermeticamente la beuta con un tappo di gomma tenera, agitare vigorosamente, poi togliere per un momento il tappo per equilibrare la pressione. Immergere la beuta nel bagnomaria (5.4.) e fissarla all'agitatore. Durante l'agitazione il livello della sospensione nella beuta dovrà costantemente essere al di sotto del livello dell'acqua del bagnomaria. L'agitazione meccanica sarà tale da mantenere sempre in sospensione il materiale (N.B.: in mancanza di un agitatore meccanico, si può agitare a mano ogni 5 minuti).

Esattamente dopo 1 ora l'aggiunta del filtro e del residuo, togliere la beuta dal bagnomaria e filtrare immediatamente su un filtro tarato da 9 cm di diametro (5.5.) convenientemente preparato su imbuto in vetro (5.1.), in un matraccio tarato da 500 ml (5.3.). Al fine di un recupero quantitativo, lavare il filtro ed il residuo rimasti ancora nella beuta di estrazione con piccole aliquote di acqua a 65°C, fino a 400 ml di filtrato, trasferendo ogni volta sul filtro di raccolta, assicurandosi che il filtro rimasto nella beuta sia completamente schiarito al termine dei lavaggi da tutte le sostanze coloranti eventualmente provenienti dal concime organo-minerale. Al termine dell'ultimo lavaggio, lasciare raffreddare e poi portare a volume con acqua e agitare. Un eventuale intorbidamento che dovesse verificarsi durante o dopo i lavaggi con acqua, dovuto a fenomeni di idrolisi, non ha importanza ai fini dell'esattezza dell'analisi e vi si potrà ovviare aggiungendo al filtrato, prima di portare a volume, 1-2 ml di acido nitrico diluito (4.2.).

6.3. Dosaggio

Prelevare con pipetta di precisione uguali aliquote di estratto acquoso (6.1.) e di estratto in citrato (6.2.) in modo che, in totale, la quantità di P₂O₅ presente sia circa pari a 0,010 g e poi procedere alla determinazione dei fosfati secondo il Metodo V.9.

6.4. In tabella 2 vengono riportate le aliquote da prelevare in funzione dei titoli dichiarati in P₂O₅ solubile in acqua e citrato ammonico neutro dei concimi organo-minerali.

Tabella 2

% P ₂ O ₅ dichiarato	Pesata in g	Diluizione in ml		Prelievi degli estratti in ml		Totale ml
		acqua	citrato	acquoso	in citrato neutro	
5-10	1	500	500	50	50	100
10-25	1	500	500	25	25	50
> 25	1	500	500	10	10	20

Posizione nazionale:

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

Posizione internazionale:

Assente

Metodo V.12

Determinazione della finezza di macinazione a secco

1. Oggetto

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per determinare la finezza di macinazione a secco.

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile a tutti i concimi CE per i quali le prescrizioni in tema di finezza di macinazione dispongono l'impiego di setacci con maglie di 0,63 e 0,160 mm.

3. Principio

Mediante setacciatura meccanica si determinano le quantità di prodotto di finezza superiore a 0,63 mm e compresa tra 0,16 e 0,63 mm, calcolando le rispettive percentuali.

4. Apparecchiatura

4.1. Setacciatore meccanico.

4.2. Setacci di serie normalizzate, con maglie rispettivamente di 0,16 e 0,63 mm, provvisti delle rispettive scatole di raccolta (diametro dei setacci = 20 cm; altezza = 5 cm).

5. Modo di operare

Pesare 50 g di sostanza con l'approssimazione di $\pm 0,05$ g. Montare i due setacci e la scatola di raccolta sul setacciatore (4.1), curando che il setaccio con le maglie più grandi sia collocato sopra all'altro. Setacciare per 10 minuti e scartare la frazione contenuta nella scatola di raccolta. Rimettere in moto l'apparecchio e dopo un minuto verificare che la quantità di materiale raccolta nell'apposita scatola non risulti superiore a 250 mg. All'occorrenza ripetere l'operazione (per un minuto alla volta) fino a quando la massa del materiale raccolto nella scatola non risulta inferiore a 250 mg. Pesare separatamente i residui sui setacci.

6. Espressione dei risultati

$$\% \text{ di finezza al setaccio di } 0,630 \text{ mm} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\% \text{ di finezza al setaccio di } 0,160 \text{ mm} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

dove:

M_1 = massa in g del residuo sul setaccio di 0,630 mm,

M_2 = massa in g del residuo sul setaccio di 0,160 mm.

Si sarà provveduto ad eliminare in via preliminare il rifiuto al setaccio di 0,630 mm. I risultati sono arrotondati all'unità superiore.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo 7.1

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo 7.1

Metodo V.13

Determinazione della finezza di macinazione dei fosfati naturali teneri

1. Oggetto

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per determinare la finezza di macinazione dei fosfati naturali teneri.

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile esclusivamente ai fosfati naturali teneri.

3. Principio

L'estrema finezza delle particelle di cui si deve determinare la finezza di macinazione può provocare l'agglomerazione e rendere così difficile la setacciatura a secco. Per questo motivo si ricorre di norma alla setacciatura per via umida.

4. Reattivi

Soluzione acquosa di esametafosfato di sodio all'1 %.

5. Apparecchiatura

- 5.1. Setacci di serie normalizzate, con maglie rispettivamente di 0,063 e 0,125 mm, provvisti delle rispettive scatole di raccolta (diametro dei setacci = 20 cm; altezza = 5 cm).
- 5.2. Imbuto di vetro del diametro di 20 cm, montato su un supporto.
- 5.3. Beaker da 250 ml.
- 5.4. Stufa termostatica.

6. Modo di operare

6.1. *Pesata*

Pesare 50 g del campione con l'approssimazione di 0,05 g. Lavare con acqua le due facce dei setacci e montare il setaccio con maglie di 0,125 mm al di sopra di quello con maglie di 0,063 mm.

6.2. *Determinazione*

Trasferire la sostanza pesata sul setaccio superiore. Setacciare sotto un debole getto di acqua fredda (si può utilizzare quella del rubinetto) fino a che questa non passi praticamente limpida. Si presterà attenzione che il getto d'acqua sia tale da non riempire il setaccio inferiore.

Quando il residuo sul setaccio superiore sembrerà apprezzabilmente costante separare tale setaccio dall'altro e posarlo su una scatola di raccolta.

Continuare a setacciare attraverso questo setaccio per qualche minuto con l'acqua fino a che sotto questo setaccio l'acqua passi praticamente limpida.

Ricollocare il setaccio di 0,125 mm al di sopra di quello di 0,063 mm, trasferire la sostanza eventualmente passata nella scatola di raccolta sul setaccio superiore e ripren-

dere la setacciatura sotto il getto d'acqua fino a che questa non passi ancora una volta praticamente limpida.

Servendosi dell'imbuto e di una spruzzetta trasferire quantitativamente ogni residuo in un beaker differente; riempire i beaker d'acqua rimettendo così la sostanza in sospensione. Lasciar riposare per circa un minuto, quindi decantare eliminando la maggior quantità d'acqua possibile.

Mettere i beaker in stufa a 150 °C per due ore.

Lasciar raffreddare, staccare i residui aiutandosi con un pennello e pesarli.

7. Espressione dei risultati

I risultati sono arrotondati all'unità superiore.

$$\% \text{ di finezza al setaccio di } 0,125 \text{ mm} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\% \text{ di finezza al setaccio di } 0,063 = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

dove:

M_1 = massa in g del residuo sul setaccio di 0,125 mm,

M_2 = massa in g del residuo sul setaccio di 0,063 mm.

8. Note

Qualora alla fine delle operazioni di setacciatura si constatasse la presenza di grumi su uno dei setacci si dovrà ripetere l'analisi nel modo seguente:

Versare, lentamente ed agitando in continuazione, 50 g del campione in una beuta da un litro contenente 500 ml della soluzione di esametafosfato di sodio. Tappare ermeticamente la beuta ed agitare vigorosamente per disgregare i grumi. Trasferire la sospensione sul setaccio superiore provvedendo a lavare accuratamente la beuta. Continuare l'analisi come indicato al punto 6.2.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo 7.2

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo 7.2

Metodo V.14

Determinazione della finezza dei concimi fosfatici per via umida

1. Oggetto

Il presente documento descrive un metodo di determinazione della finezza di macinazione dei concimi fosfatici nazionali.

2. Campo di applicazione

Il presente documento è applicabile ai prodotti aventi le seguenti caratteristiche:

- i prodotti molto umidi, quali i fanghi e le sospensioni ;
- i prodotti di consistenza bagnata che si impaccano in fase di essiccazione preliminare a tal punto da causare l'alterazione irreversibile delle loro proprietà granulometriche;
- i prodotti granulari e compattati nei quali deve essere determinata la finezza degli elementi di base.

3. Principio

Il campione viene vagliato per via umida con uno o più vagli inseriti in uno staccio meccanico. Il residuo successivamente raccolto viene essiccato. La finezza al vaglio di x mm. è la frazione secca di materia che ha attraversato le maglie di quel specifico vaglio.

Per poter determinare la finezza degli elementi di base dei prodotti granulari, il campione da analizzare, prima di essere vagliato, va disgregato in acqua.

4. Apparecchiatura

- 4.1. Staccio meccanico, a vibrazioni verticali o a scosse orizzontali dotato di fondo idoneo, di vaglio (4.2) e di coperchio spruzzatore.
- 4.2. Vagli circolari, di diametro 200 mm. ed altezza 50 mm, a maglie quadrate per aperture inferiori a 1 mm. e setacci a fori tondi per aperture di 1 o più mm.
- 4.3. Stufa a temperatura regolabile.

5. Procedimento

Trattare il campione da analizzare in laboratorio (campione finale) di peso non inferiore a 500 g in modo tale che diventi campione rappresentativo dell'intera campionatura.

5.1. Procedimento analitico generale

Prima di dare inizio alle prove, pesare ogni recipiente vuoto, secco di 200 ml (approssimazione di 0,01 g) fornito a corredo di ciascun vaglio da utilizzare. Inserire il o i vagli ed il fondo del o dei vagli sullo staccio, avendo cura di sistemare in alto i vagli con aperture più larghe.

Pesare (approssimazione di 0,01 g) 50 g del campione da analizzare (massa m) e deporre detta quantità sul vaglio superiore. Collocare il coperchio sull'apparecchio, aprire la presa d'acqua e procedere alla vagliatura per 10 minuti esatti. Regolare il flusso dell'acqua da 2 a 2,5 litri al minuto. Travasare con acqua il residuo raccolto su ciascun vaglio

in un recipiente di 200 ml, pesato in precedenza (approssimazione di 0,01 g). Lasciare decantare il residuo ed eliminare il più possibile il liquido rimasto in superficie avendo cura di non asportare la materia sedimentata. Porre il o i rispettivi recipienti per 5 ore in una stufa (3.3) alla temperatura di $105 \pm 2^\circ\text{C}$. Lasciare raffreddare in un essiccatore e pesare (con approssimazione di 0,01 g). Determinare per ciascun recipiente la massa del residuo secco raccolto equivalente alla differenza tra le pesate con o senza residuo.

5.2. *Procedimento analitico per la determinazione della finezza degli elementi di base dei prodotti granulari.*

Pesare 50 g. del campione da analizzare (approssimazione di 0,01 g) (massa m) e versare tale quantità in un recipiente di 800 ml. Aggiungere 500 ml. di acqua e lasciare riposare per 5 minuti. Ad intervalli regolari agitare manualmente il recipiente per 20 secondi senza utilizzare alcun asta. Travasare con acqua sul vaglio superiore dello staccio e proseguire l'operazione secondo le modalità di cui al paragrafo 5.1.

5.3. *Procedimento analitico per la determinazione del tenore in materia secca*
Determinare il tenore in materia secca.

6. Espressione dei risultati

La finezza al vaglio con apertura di maglie di x mm. viene espressa in percentuale rispetto alla massa totale e calcolata secondo la formula seguente :

$$F_z = \frac{[(m - W_{ms}) - \sum_{l=1}^{n-1} N_l]}{(m - W_{ms})} = 100 \%$$

dove:

F_z = finezza al vaglio di x mm, espressa in % (m/m);

m = massa del campione analizzato, espressa in g;

$\sum_{l=1}^{n-1} N_l$ = somma delle masse dei residui dei vagli da 1 ad n inclusi;

W_{ms} = tenore in materia secca, espresso in % (m/m);

N = massa del residuo raccolto su ciascun vaglio con apertura delle maglie superiori o uguali a x mm, espressa in g;

l = indice variabile da 1 a n , riportato in ordine decrescente, di apertura delle maglie, in modo tale che l sia riferito al vaglio superiore ed n al vaglio di x mm.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 10/04/06, n. 84, DM 15/03/06, Suppl. n.9

Posizione internazionale:

Assente

Metodo V.15

Determinazione della finezza di macinazione dei concimi fosfatici per via secca

1. Oggetto

Il presente documento descrive un metodo di determinazione della finezza di macinazione dei concimi fosfatici nazionali.

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile ai soli prodotti per i quali può essere garantita una data finezza. Sono esclusi i prodotti seguenti :

- i prodotti molto umidi, quali i fanghi e le sospensioni ;
- i prodotti di consistenza bagnata che, in fase di essiccazione preliminare, si impaccano a tale punto da causare l'alterazione irreversibile delle loro proprietà granulometriche ;
- i prodotti granulari e compattati nei quali deve essere determinata la finezza degli elementi di base.

3. Principio

Il campione viene vagliato per via secca con uno o più vagli inseriti in uno staccio meccanico. La finezza al vaglio di x mm. è la frazione di materia che ha attraversato le maglie di quel specifico vaglio.

4. Apparecchiatura

- 4.1. Staccio meccanico, a vibrazioni verticali o a scosse orizzontali dotato di fondo idoneo, di vaglio (4.2) e di coperchio.
- 4.2. Vaglio circolare, di diametro 200 mm ed altezza 50 mm, a maglie quadrate con aperture inferiori a 1 mm e setacci o vagli a fori tondi con aperture superiori o uguali a 1 mm.

5. Procedimento

5.1. Metodo generale

Trattare il campione da analizzare in laboratorio (campione finale) di peso non inferiore a 500 g in modo tale che diventi campione rappresentativo dell'intera campionatura.

5.2. Metodo per campioni eterogenei

Qualora il campione inviato al laboratorio fosse costituito da soli pezzi di notevole dimensione che diventasse impossibile isolarne una piccola quantità (circa 50 g), considerare, quale campione da analizzare, l'intero lotto di materia disponibile.

5.3. Metodo per prodotti umidi

Qualora si verificasse il riempimento completo del vaglio in fase di vagliatura con prodotti umidi e l'essiccazione preliminare non provocasse alcun impaccamento, procedere preventivamente all'essiccazione.

5.4. Procedimento analitico per campioni omogenei

Pesare (approssimazione di 0,01 g) il o i vagli vuoti ed il fondo stesso del vaglio o dei vagli prima di dar inizio alle prove. Inserire il vaglio o i vagli ed il fondo stesso del o dei

vagli sullo staccio, avendo cura di sistemare in alto i vagli con aperture più larghe. Pesare (approssimazione di 0,01 g) 50 g del campione da analizzare (massa m) e deporre detta quantità sul vaglio superiore. Collocare il coperchio sullo staccio e procedere alla vagliatura per 10 minuti esatti. Pesare il fondo del vaglio con i residui raccolti (approssimazione di 0,01 g). Eliminare i residui raccolti sul fondo del vaglio, rimettere in marcia lo staccio per un altro minuto e ripesare il fondo del vaglio con tutti i residui nuovamente raccolti. Qualora il peso risultasse superiore di 0,25 g rispetto a quello dell'ultima pesata, vagliare per un altro minuto ancora. Ripetere l'operazione fino ad ottenere una massa inferiore a 0,25 g. rispetto all'ultima pesata. Infine pesare (con approssimazione di 0,01 g) ogni vaglio con il rispettivo contenuto (residuo). Determinare per ciascun vaglio la propria massa di residuo equivalente alla differenza tra le pesate con o senza residuo. In caso di vagli con aperture inferiori a 0,2 mm, è opportuno pulirne il fondo con una spazzola e, prima di pesarli, aggiungere al peso del residuo raccolto o del fondo stesso del vaglio la materia così recuperata.

5.5. *Procedimento analitico per campioni eterogenei*

Vagliare manualmente il campione da analizzare con un vaglio tarato per aperture di maglie di 5 mm. Omogeneizzare la frazione vagliata mescolando energicamente. Pesare il residuo raccolto e mettere da parte detta frazione. Proseguire le operazioni come descritte al punto 5.1 considerando, quale campione da analizzare, 50 g della frazione vagliata ed omogeneizzata.

6. **Espressione dei risultati**

La finezza al vaglio con apertura di maglie di x mm. viene espressa in percentuale rispetto alla massa totale e calcolata secondo la formula seguente :

Calcolo per campioni omogenei:

$$Fz = \frac{(m - \sum_{l=1}^n N)}{m} = 100 \%$$

dove:

Fz = finezza al vaglio di x mm, espressa in % (m/m);

m = la massa del campione analizzato, espressa in g;

$\sum_{l=1}^n N$ = somma delle masse dei residui dei vagli da 1 a n inclusi;

N = massa del residuo raccolto su ciascun vaglio con apertura delle maglie superiori o uguali a x mm, espressa in g;

l = indice variabile da 1 a n, riportato in ordine decrescente di apertura delle maglie, in modo tale che 1 sia riferito al vaglio superiore ed n al vaglio di x mm.

Calcolo per campioni eterogenei:

$$Fz = \frac{(m - \sum_{l=1}^n N)}{m} = 100 \%$$

dove:

Fz = finezza al vaglio di x mm., espressa in % (m/m) :

m = massa del campione analizzato prelevato dalla frazione vagliata su 5 mm, espressa in g;

$\sum_{l=1}^n N$ = somma delle masse dei residui raccolti sui vagli da 1 a n inclusi;

N = massa del residuo raccolto su ciascun vaglio con apertura delle maglie superiori o uguali a x mm, espressa in g;

l = indice variabile da 1 a n, riportato in ordine decrescente, di apertura delle maglie, in modo tale che 1 sia riferito al vaglio superiore ed n al vaglio di x mm;
p = massa del campione da analizzare, trattato in fase di vagliatura su 5 mm, espressa in g;
q = massa del residuo raccolto sul vaglio di 5 mm., espressa in g.

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 10/04/06, n. 84, DM 15/03/06, Suppl. n.9

Posizione internazionale:

Assente

