

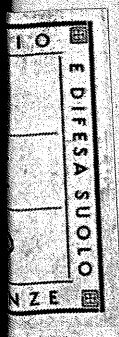
P. del. ...

SOCIETA' ITALIANA
DELLA SCIENZA DEL SUOLO

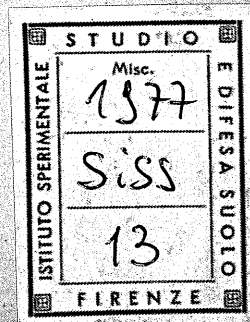
**METODI NORMALIZZATI DI ANALISI
DEL SUOLO**

a cura della II^a Commissione
della SISS

Estratto dal Bollettino n. 10



FIRENZE
Tipolitografia "Gino Capponi"

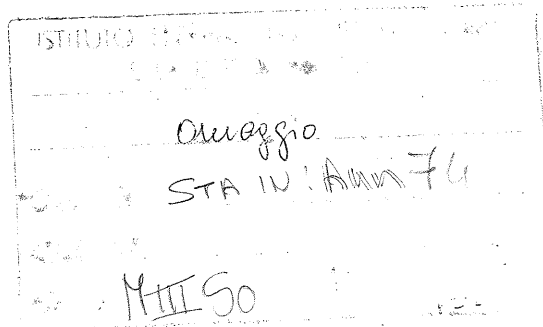


SOCIETA' ITALIANA
DELLA SCIENZA DEL SUOLO

**METODI NORMALIZZATI DI ANALISI
DEL SUOLO**

a cura della II[^] Commissione
della SISS

Estratto dal Bollettino n. 10



FIRENZE
Tipolitografia "Gino Capponi"

PROBLEMI

Metodi normalizzati di analisi del suolo.

PRESENTAZIONE

E' motivo di particolare soddisfazione per me, studioso del suolo soprattutto in campagna, vedere realizzata una opera che a tanti Colleghi e ai giovani che si accingono a studiare i terreni del nostro e di altri Paesi, sarà di grande giovamento nel lavoro di laboratorio.

Da molti anni era stata sottolineata l'esistenza di una grave lacuna nella nostra letteratura, la mancanza di un manuale sui moderni metodi di analisi chimica del suolo. Spinto da molti Soci il Consiglio della S.I.S.S. realizzò un convegno in Torino nella primavera del 1975, organizzato magnificamente dai colleghi del locale Istituto di Chimica Agraria. I presenti elessero a conclusione del dibattito una Commissione che, presieduta da Tomaso Eschena, aveva il compito di preparare un volume che includesse i metodi che i colleghi chimici del suolo ritengono i più adatti. La Commissione risultò così composta :

- Tomaso Eschena — Ist. di Chimica Agraria della Università di Napoli, Presidente.
- Vincenzo Bruno — Ist. di Chimica Agraria e Forestale della Università di Firenze.
- Luciano Carloni — Istituto di Chimica Agraria della Università di Pisa.
- Giorgio Dell'Agnola — Ist. di Chimica Agraria della Univ. di Padova.
- Linda Federico Goldberg — Ist. di Chimica Agraria della Univ. di Milano.
- Giuseppe Gattorta — Ist. Sperimentale per la Patologia Vegetale — Roma.
- Ada Luzzati — Ist. Sperimentale per la Nutrizione delle Piante — Torino.
- Nino Rossi — Ist. di Chimica Agraria della Università di Bologna.
- Carlo Sapetti — Ist. di Chimica Agraria della Università di Torino.
- Paolo Sequi — Laboratorio per la Chimica del Terreno del CNR — Pisa.
- Sandro Silva — Istituto di Chimica Agraria della Università Cattolica — Piacenza.

Tale Commissione, riunitasi più volte, ha lavorato alacremente durante la

seconda metà del '75 e per tutto il '76 ed ha concluso di recente i suoi lavori licenziando per la stampa un testo che è stato più volte discusso, rivisto, perfezionato. Nella premessa la Commissione afferma di essere pronta per un ulteriore lavoro di revisione e auspica una seconda edizione aggiornata e completata. Mi pare che sia però già un vivo successo quello di essere riusciti a stampare un siffatto volume che si va ad aggiungere alle numerose pubblicazioni che la Società ha edito negli anni decorsi.

A nome del Consiglio esprimo, dunque, ai Membri tutti della Commissione la gratitudine più viva della Società per l'opera svolta e l'impegno a seguire l'iter del volume di cui è stato tirato un considerevole numero di copie ma che avrà bisogno tra non molto di una seconda edizione.

Desidero inoltre rivolgere il più sentito ringraziamento al Comitato per le Scienze Agrarie del CNR che stanziando un contributo per la stampa ha permesso la pubblicazione dell'opera.

Come sempre in ogni lavoro c'è anche chi opera in silenzio, per entusiasmo, senza nulla chiedere. Stavolta è la Signorina Maria Clumez, segretaria nell'Istituto di Chimica Agraria di Napoli, a cui va la nostra sincera riconoscenza per la preparazione dattilografica e la riproduzione delle varie stesure del testo che ora si pubblica.

Fiorenzo MANCINI

PRE

del S
solta
racco

meto
ni ch

1) N

or

de

pr

qu

2) Q

so

ch

al

3) Ne

ris

pr

pr

ril

al

te

ma

4) Ne

di

lim

bil

(se

ele

cen

a c

PREMESSA

Questo manuale che presentiamo ai Soci della Società Italiana della Scienza del Suolo (S.I.S.S.) non vuole essere un trattato di analisi chimica del suolo ma soltanto una esposizione dettagliata dei metodi normalizzati che la S.I.S.S. raccomanda a tutti i laboratori italiani che eseguono sul suolo analisi di routine.

Lo scopo è uno solo: rendere omogenei i dati perchè ottenuti con lo stesso metodo, presentati nello stesso modo e usando le stesse grandezze; le precisazioni che seguono renderanno più evidente lo spirito della proposta.

- 1) Nella scelta di ogni metodo si è tenuto conto non soltanto della sua validità, ormai fuori discussione nella maggior parte dei casi, ma anche della sua diffusione specialmente nell'ambito dei laboratori della F.A.O.; e ciò anche in previsione di una istituenda banca mondiale dei dati di analisi del suolo, alla quale la S.I.S.S. intende contribuire.*
- 2) Questi metodi normalizzati vogliono vincolare il rilevatore o il ricercatore solo per quanto riguarda la determinazione delle più importanti proprietà chimiche e fisiche che caratterizzano un suolo, mentre ciascuno potrà usare altri metodi per soddisfare esigenze particolari.*
- 3) Non si è ritenuto opportuno fornire indicazioni sull'interpretazione dei risultati analitici perchè la risposta dei vegetali varia con il clima, con la produttività delle singole colture, con la destinazione del prodotto, con le pratiche colturali ed infine con altre caratteristiche del territorio non rilevabili all'analisi chimica. Interpretare i risultati, e soprattutto impostare altre indagini di approfondimento, è possibile a chiunque abbia preparazione tecnica ed esperienza di campagna che non possono essere riassunte in questo manuale.*
- 4) Nella scelta e nella descrizione dei metodi si è tenuto conto delle possibilità di un laboratorio chimico fornito di un minimo di attrezzatura di base, limitata a: una bilancia analitica (sensibilità 0,1 mg portata 100 g); una bilancia tecnica (sensibilità 0,01 g portata 200 g); una bilancia comune (sensibilità 0,1 g portata 2 kg); un colorimetro a filtri; un pH - metro con elettrodo a vetro; uno spettrofotometro a fiamma per sodio e potassio; una centrifuga (massimo 4000 g); un agitatore sbattitore; una stufa termoregolata a circolazione di aria; una pompa da vuoto ed infine apparecchi specifici per*

l'analisi del suolo. E' evidente che ogni laboratorio potrà usare attrezzature più raffinate a seconda delle proprie possibilità e della preparazione del personale di cui dispone: le sistematiche infatti si intendono normalizzate per quanto riguarda l'estrazione e la preparazione delle soluzioni da portare all'analisi; la determinazione degli elementi nelle soluzioni può farsi col metodo che si preferisce (esempio tipico la spettrofotometria per assorbimento atomico).

5) *L'esposizione dei risultati e la tabulazione dei dati saranno fatte nell'ordine cui le determinazioni relative sono riportate nel presente manuale.*

Se la S.I.S.S., con l'autorità che le deriva dall'unanime consenso dei suoi Soci, raccomanda ai laboratori italiani di seguire questi metodi di analisi, la Commissione affida questo lavoro agli utenti e sollecita suggerimenti e consigli che si prega di inviare all'indirizzo sottoriportato.

Ci si propone di lasciar scorrere un breve lasso di tempo e di riprendere in esame tutto il materiale per preparare una seconda edizione che tanto più tornerà ad onore della nostra Società quanto più sarà migliorata rispetto alla prima.

Firenze, Dicembre 1976

*SOCIETA' ITALIANA DELLA SCIENZA DEL SUOLO
COMMISSIONE PER I METODI NORMALIZZATI DI ANALISI DEL SUOLO
c/o ISTITUTO DI GEOLOGIA APPLICATA
PIAZZALE CASCINE
FIRENZE*

1.1

1.1.1

frant
segu
fisich
osser
misur
dovut

1.1.2

1.1.3

Si
rimuov
volumi
foglio
due. Si
temper
asciuga
Il
polveriz
rocciosi

SEZIONE 1: ANALISI FISICHE

1.1 PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

1.1.1 Principio

Questa operazione ha lo scopo di fornire un preparato a granulometria fine frantumando il meno possibile i costituenti primari del suolo. Le prescrizioni che seguono sono valide per la quasi totalità delle determinazioni, sia chimiche che fisiche normalmente richieste. Saranno indicate volta a volta le modalità da osservare per il prelevamento o per la conservazione dei campioni da destinare a misure che vanno eseguite su campioni tenuti al riparo da ogni alterazione dovuta all'esposizione all'aria ed all'essiccazione.

1.1.2 Apparecchiature particolari

Bacinelle in p.v.c. di dimensioni adeguate (es. 50x40x8 cm)

Stufa a ventilazione

Tavola e rullo di legno

Setaccio a maglie da 2 mm

Setaccio in nylon a maglie da 0,5 mm

Scatole in plastica od in cellophane di dimensioni adeguate (es. 15x15x5cm).

1.1.3 Campione secco all'aria e setacciato a 2 mm

Si frantumano a mano le zolle più grosse e contemporaneamente si rimuovono gli elementi dello scheletro, i frammenti di radici ecc.. Campioni voluminosi si ridimensionano a circa 3 kg rimescolandoli, stendendoli su un foglio di carta, dividendoli in quattro parti, e di queste eliminandone una oppure due. Si dispone il campione in bacinella e si essicca in stufa a ventilazione ad una temperatura non superiore ai 40° C; se non si dispone di stufa ventilata si lascia asciugare il campione all'aria.

Il campione essiccato va frantumato delicatamente in modo da non polverizzare né gli aggregati di minori dimensioni né i frammenti di materiali rocciosi teneri (es. calcarei o gessosi) od i cristalli di minerali eventualmente

re attrezzature
eparazione del
ormalizzate per
oni da portare
i può farsi col
per assorbimen-

te nell'ordine in
uale.

onsenso dei suoi
odi di analisi, la
imenti e consigli

e di riprendere in
e che tanto più
rata rispetto alla

NZA DEL SUOLO
LISI DEL SUOLO
OGIA APPLICATA
ZZALE CASCINE
FIRENZE

presenti; questa operazione si esegue nel modo migliore comprimendo con rullo di legno il campione disposto su tavola pure di legno e interrompendo di frequente la frantumazione per procedere alla vagliatura attraverso un setaccio a maglie di 2 mm in modo da separare le frazioni di dimensioni inferiori e sottrarle così ad ulteriori riduzioni.

Completata la preparazione, il campione è distribuito su un piano orizzontale, rimescolato accuratamente con cucchiaio di osso o di plastica. Il successivo travaso nel recipiente predisposto per la sua conservazione deve essere effettuato mediante molteplici prelevamenti con cucchiaio in punti casualmente diversi del campione stratificato.

Il tipo di contenitore più adatto sia agli effetti della economia di spazio che di un più razionale prelevamento dei subcampioni destinati alle varie analisi, è il parallelepipedo di forma bassa. I subcampioni per le varie analisi andranno prelevati con cucchiaio immergendolo completamente in punti diversi dello strato di campione così come si presenta nel contenitore.

1.1.4 Campione secco all'aria e setacciato a 0,5 mm

Per alcune analisi speciali e per quelle determinazioni che richiedono quantità di suolo inferiori a 2 g è consigliabile preparare un campione più fine. In punti casualmente diversi del campione stratificato (vedi § 1.1.3) si preleva con un cucchiaio di osso una quantità di suolo che viene pestata in mortaio di agata e setacciata con setaccio di nylon a maglie da 0,5 mm; il residuo allo staccio viene ancora pestato finché non passa tutto attraverso il vaglio. Si ripete l'operazione fino a preparare la quantità voluta.

1.2 DETERMINAZIONE DELL'UMIDITA'

1.2.1 Principio

I quantitativi di vapor d'acqua che i suoli assorbono dall'ambiente sono funzione del tipo di tessitura, del contenuto in sostanza organica dei suoli, della umidità relativa e della temperatura dell'aria. Pertanto allo scopo di rendere comparabili i dati relativi a suoli di diversa natura è opportuno riferire i risultati analitici al peso "secco in stufa". Questa norma diviene peraltro imprescindibile per quelle determinazioni (es. tessitura e misure idrologiche) che richiedono

l'essicca
Si
direttan

1.2.2

1.2.3

Una
posta in
messa ad
contenen
bilancia a

1.2.4

L'un

dove: $P_U =$

$P_S =$

1.2.5 C

Conv
trasformare
fattore f_S
portare all'
Avremo, usa

l'essiccamento in stufa dei preparati derivati dalle manipolazioni analitiche.

Si trovano in commercio le così dette "termobalance" che forniscono direttamente la misura dell'umidità.

1.2.2 Apparecchiature particolari

Pesafiltri, di forma bassa, del diametro di 7-8 cm

1.2.3 Metodo

Una quantità di suolo secco all'aria e setacciata a 2 mm (5 g circa) viene posta in pesafiltri previamente tarato alla bilancia analitica, viene pesata e quindi messa ad essiccare in stufa alla temperatura di 105° C per 16-18 ore. Il pesafiltri contenente il suolo disidratato viene raffreddato in essiccatore e pesato alla bilancia analitica.

1.2.4 Calcolo

L'umidità espressa in per cento di suolo secco in stufa viene data da:

$$\text{umidità (g/100 g)} = \frac{P_U - P_S}{P_S} \times 100$$

dove: P_U = peso del suolo secco all'aria

P_S = peso del suolo secco in stufa

1.2.5 Calcolo dei fattori

Conviene calcolare, usando i simboli precedenti: a) un fattore f_A per trasformare il peso di suolo secco all'aria in peso di suolo secco in stufa; b) un fattore f_S per calcolare il peso di suolo secco all'aria che bisogna prelevare per portare all'analisi un determinato peso di suolo secco in stufa.

Avremo, usando i simboli del paragrafo precedente:

$$f_A = \frac{P_S}{P_U} \qquad f_S = \frac{P_U}{P_S}$$

I fattori saranno dati con quattro cifre decimali.

Esempio: 3,7028 g di suolo secco all'aria corrispondono a $3,7028 f_A$ g di suolo secco in stufa. Per prelevare 10,000 g di suolo secco in stufa si devono pesare $10 f_S$ g di suolo secco all'aria.

1.3 DETERMINAZIONE DELLA DENSITA' REALE

1.3.1 Principio

La densità reale del suolo è la densità media delle particelle che lo costituiscono. La misura diretta, effettuata con picnometro, fornisce il volume delle particelle contenute in un peso noto di campione "secco in stufa". E' consigliabile usare l'acqua come liquido di misura perché il rigonfiamento dei colloidi da essa provocato rende le condizioni della determinazione più vicine a quelle reali. A questo proposito va infatti ricordato che lo scopo principale di questa misura è quello di consentire la valutazione della porosità del suolo.

1.3.2 Apparecchiature particolari

Picnometro a bocca larga (preferibile da 50 ml).

1.3.3 Metodo

Si pesa alla bilancia analitica il picnometro vuoto (P_V) quindi si introducono 10 g circa di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm e si ripesa (P_S). Si introduce nel picnometro poca acqua distillata fin quasi a sommergere il campione e si pone il picnometro, unitamente ad un becker contenente acqua distillata, in un essiccatore. Si pratica un vuoto di circa 10 cm di mercurio in modo da rimuovere l'aria contenuta all'interno e fra i vari aggregati del suolo, nonché dal liquido contenuto nel becker. Si lascia sotto vuoto per 16-18 ore. Si ristabilisce poi lentamente la pressione ambientale e si completa il riempimento del picnometro con il liquido di riserva degassato. Dopo averlo chiuso ed asciugato esternamente, si pesa il picnometro (P_1) e successivamente si lava il picnometro, si riempie con l'acqua degassata, si asciuga esternamente e si pesa (P_W) alla stessa temperatura.

I fattori saranno dati con quattro cifre decimali.

Esempio: 3,7028 g di suolo secco all'aria corrispondono a $3,7028 f_A$ g di suolo secco in stufa. Per prelevare 10,000 g di suolo secco in stufa si devono pesare $10 f_S$ g di suolo secco all'aria.

1.3 DETERMINAZIONE DELLA DENSITA' REALE

1.3.1 Principio

La densità reale del suolo è la densità media delle particelle che lo costituiscono. La misura diretta, effettuata con picnometro, fornisce il volume delle particelle contenute in un peso noto di campione "secco in stufa". E' consigliabile usare l'acqua come liquido di misura perché il rigonfiamento dei colloidi da essa provocato rende le condizioni della determinazione più vicine a quelle reali. A questo proposito va infatti ricordato che lo scopo principale di questa misura è quello di consentire la valutazione della porosità del suolo.

1.3.2 Apparecchiature particolari

Picnometro a bocca larga (preferibile da 50 ml).

1.3.3 Metodo

Si pesa alla bilancia analitica il picnometro vuoto (P_V) quindi si introducono 10 g circa di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm e si ripesa (P_S). Si introduce nel picnometro poca acqua distillata fin quasi a sommergere il campione e si pone il picnometro, unitamente ad un becker contenente acqua distillata, in un essiccatore. Si pratica un vuoto di circa 10 cm di mercurio in modo da rimuovere l'aria contenuta all'interno e fra i vari aggregati del suolo, nonché dal liquido contenuto nel becker. Si lascia sotto vuoto per 16-18 ore. Si ristabilisce poi lentamente la pressione ambientale e si completa il riempimento del picnometro con il liquido di riserva degassato. Dopo averlo chiuso ed asciugato esternamente, si pesa il picnometro (P_1) e successivamente si lava il picnometro, si riempie con l'acqua degassata, si asciuga esternamente e si pesa (P_W) alla stessa temperatura.

1.3.4 Calcolo

La densità media delle particelle (d_r) è data da :

$$d_r \text{ (g cm}^{-3}\text{)} = \frac{d f_A (P_s - P_v)}{P_w - P_l + f_A (P_s - P_v)}$$

in cui: d = densità dell'acqua alla temperatura della misura

P_s = peso del picnometro contenente il campione secco all'aria

P_v = peso del picnometro vuoto

P_l = peso del picnometro contenente il campione e riempito di acqua

P_w = peso del picnometro pieno d'acqua

f_A =fattore del ξ 1.2.5.

1.4 VALUTAZIONE DELLA POROSITA'

La porosità esprime la frazione di volume del suolo indisturbato che non è occupata dalla fase solida e che può essere disponibile per la fase liquida e per la fase gassosa.

Se D_A è la densità apparente del suolo (vedi ξ 6.3), d_r è la densità reale e V è il volume totale, il volume V_S occupato dalla fase solida sarà :

$$V_S \text{ (cm}^3\text{)} = V \frac{D_A}{d_r}$$

Il volume degli spazi vuoti sarà dato da $V - V_S$ cioè

$$V - V_S = V - V \frac{D_A}{d_r} = V \frac{d_r - D_A}{d_r}$$

e la porosità percentuale P sarà

$$P = \frac{d_r - D_A}{d_r} 100$$

1.5 ANALISI GRANULOMETRICA

1.5.1 Principio

Si propone di determinare la distribuzione dei costituenti del suolo secondo classi di grandezza prestabilite. Per classificare le particelle di dimensioni inferiori a 2 mm si è seguito il Sistema Internazionale, adottato nel 1926 dalla 1^a Commissione della International Society of Soil Science su proposta di Atterberg. La proposta si basa sull'assegnazione all'argilla delle dimensioni colloidalì (fissate da Ostwald fra 2 μm e 2 nm) e sull'assegnazione alle altre frazioni di classi di dimensioni che variano di 10 in 10 volte. La classificazione internazionale è la seguente:

scheletro	superiore a 2,0 mm
sabbia grossa	da 2,0 a 0,2 mm
sabbia fine	da 0,2 a 0,02 mm
limo	da 0,02 a 0,002 mm
argilla	inferiore a 0,002 mm

Sono state proposte altre classificazioni più dettagliate, soprattutto nel frazionamento delle sabbie; il limite per la classificazione dell'argilla non è accettato da tutti.

Il procedimento analitico consta di due fasi: a) dispersione del campione; b) separazione e determinazione ponderale delle frazioni.

Nella prima fase si deve realizzare la separazione più completa possibile dei singoli componenti, dissolvendo i leganti senza incidere sulle dimensioni dei componenti stessi. Detti leganti possono essere di natura organica o inorganica: i primi devono essere distrutti se il contenuto in carbonio organico è superiore allo 0,5 per cento, i secondi sono invece inattivati per mezzo di un complessante.

Nella successiva fase la separazione delle frazioni secondo classi di grandezze delle particelle è effettuata con metodi basati sulla velocità di sedimentazione dei solidi nei liquidi in quiete.

La classificazione delle particelle in base ai diametri medi ed alla relativa velocità di sedimentazione è fatta secondo i seguenti valori limite, accettati dalla International Society of Soil Science su proposta di Novak, che li aveva calcolati applicando la legge di Stokes:

TAB. 1.5.1.

Frazione	Diametro delle particelle mm	Velocità di caduta cm sec. ⁻¹	Tempo di sedimentazione	
			h = 20 cm	h = 25 cm
Argilla	inf. 0,002	0,000347	—	—
Limo	da 0,002 a 0,02	0,0347	16 ore	20 ore
Sabbia fine	“ 0,02 a 0,2	3,47	9 min. 30 sec.	12 min.
“ grossa	“ 0,2 a 2,0	347	—	—

I valori sopra indicati si riferiscono alla temperatura di 20 ° C. Per temperature diverse i tempi di sedimentazione vanno corretti moltiplicandoli per i seguenti fattori

Temperatura ° C	Fattore
10	1,303
15	1,136
20	1,000
25	0,888
30	0,800

Per la determinazione delle frazioni si possono impiegare due metodi :

- 1) metodo alla pipetta: nelle analisi che richiedono una maggiore precisione;
- 2) metodo all'idrometro: nelle analisi comuni, con minori esigenze di precisione, che richiedono invece maggiore snellezza operativa.

1.5.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Bottiglie di plastica da 250 ml a bocca larga, con tappo.

Levigatorii alla pipetta: Il tipo di apparecchio più pratico è quello di Esenwein, che ha la pipetta in basso in posizione fissa e presenta il vantaggio che all'atto del prelevamento il liquido vi fluisce spinto dalla pressione idrostatica. Se si usano altri apparecchi l'aspirazione del liquido nella pipetta deve essere fatta lentamente ed in modo uniforme; all'uopo conviene collegare la pipetta ad una beuta piena di acqua chiusa, con tappo asifone nella quale si provoca una rarefazione mediante il sifonamento dell'acqua ivi contenuta. Il volume della pipetta è di 10 ml; i cilindri di sedimentazione sono di 500 ml e portano il segno per l'altezza di

caduta che può essere di 20 o di 25 cm.

Pesafiltri del diametro di 6 cm, di forma bassa.

Cilindri per idrometro di Bouyoucos.

Idrometro di Bouyoucos oppure ASTM mod. 152 H.

Soluzione disperdente di esametafosfato di sodio: in matraccio tarato da 1000 ml si sciolgono 35,7 g di esametafosfato secco in circa 750 ml di acqua, si aggiungono poi 7,94 g di carbonato sodico anidro e si porta a volume.

Setaccio a maglie di 0,2 mm del diametro di 10 cm con beccuccio.

1.5.3 Metodo alla pipetta

Si preleva una quantità di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm pari a 10,00 g di suolo secco in stufa. Se il suolo contiene meno del 5 per cento di argilla si raddoppia la quantità da prelevare. Si pone il campione in un becker da 250 contenente 50 ml di acqua distillata. Se il suolo contiene carbonio organico in quantità inferiore a 0,5 g/100 g e se contiene sali solubili o gesso in quantità inferiore a 0,5 g/100 g si passa al punto 1.5.3.3. In caso contrario si procede come indicato appresso (1).

1.5.3.1 Allontanamento dei sali solubili e del gesso.

Se il contenuto in carbonio organico del suolo è inferiore a 0,5 g/100 g e se il contenuto in sali solubili e gesso è superiore a 0,5 g/100 g, il campione preparato secondo 1.5.3 viene lavato più volte per decantazione con 50 ml di acqua distillata (agitando a lungo e lasciando riposare un'ora ad ogni aggiunta di acqua) finché l'argilla peptizza o stenta a depositarsi, o meglio finché la conducibilità del liquido (anche se determinata sul liquido un po' torbido) sia inferiore a 1 mS/cm. A questo punto, senza allontanare l'acqua si procede secondo 1.5.3.3.

1.5.3.2 Distruzione della sostanza organica ed allontanamento dei sali solubili e del gesso.

Se il contenuto in carbonio organico del suolo è superiore a 0,5 g/100 g,

(1) Nel presente metodo standard la distruzione del calcare non è richiesta ed il calcare si andrà a ripartire fra le diverse frazioni granulometriche.

siano o no
1.5.3 veng
becker con
ripetuto a
scalda su p
5 ml per v
Si fa quinc
ne fino a
conducibil
inferiore a
secondo 1.

1.5.3.3 D

Si tra
ciascuno d
disperdente
bottiglia, p

1.5.3.4 Se

Su
un imbuto
bottiglia su
della sabbia
capsula tara

1.5.3.5 Sep

La sos
volume con
numero di l
riposo dopo
sedimentare

(1) In caso
terre r
gerire

siano o non siano presenti sali solubili e gesso, al campione preparato secondo 1.5.3 vengono aggiunti circa 5 ml di acqua ossigenata al 30 per cento e si copre il becker con un vetro da orologio. In caso di reazione violenta il trattamento va ripetuto a freddo fino a scomparsa dello schiumeggiamento. Successivamente si scalda su piastra elettrica a circa 90 °C, si aggiunge acqua ossigenata in ragione di 5 ml per volta ad intervalli di circa 45 minuti fino a scomparsa di ogni reazione. Si fa quindi bollire per decomporre l'acqua ossigenata (1), si lava per decantazione fino a che l'argilla peptizza o stenta a depositarsi, oppure finché la conducibilità del liquido (anche se determinata su liquido un po' torbido) risulta inferiore ad 1 mS/cm. A questo punto, senza allontanare il liquido si procede secondo 1.5.3.3.

1.5.3.3 Dispersione del campione

Si travasa quantitativamente in bottiglia di plastica la torbida residua da ciascuno dei trattamenti precedenti, si aggiungono 10 ml della soluzione disperdente di metafosfato e si porta a circa 200 ml con acqua distillata. La bottiglia, posta orizzontalmente nello scuotitore meccanico, è agitata per due ore.

1.5.3.4 Separazione e determinazione della sabbia grossa

Sul cilindro di sedimentazione dell'apparecchio alla pipetta si dispone un imbuto da 12 cm sul quale si poggia il setaccio. Si versa il contenuto della bottiglia sul setaccio raccogliendo nel cilindro il liquido e le acque di lavaggio della sabbia grossa che resta sul setaccio. Si travasa la sabbia dal setaccio in una capsula tarata che si essicca in stufa a 105 °C e si pesa alla bilancia analitica.

1.5.3.5 Separazione e determinazione della frazione argillosa

La sospensione del campione nel cilindro di sedimentazione si porta a volume con acqua, si omogenizza facendo compiere al cilindro un determinato numero di lente oscillazioni, evitando la formazione di turbolenze, e si lascia in riposo dopo aver marcato il tempo. Trascorso il tempo necessario per far sedimentare le frazioni di dimensioni superiori all'argilla, tempo determinato in

(1) In caso di suoli cementati da ossidi idrati (es. suoli originati da rocce vulcaniche o da terre rosse ecc.) è opportuno aggiungere a questo punto 10 ml di HCl 2N e lasciar digerire un'ora.

funzione dell'altezza di caduta e della media aritmetica delle temperature misurate all'inizio ed alla fine della sedimentazione (vedi tab. 1.5.1), si preleva con la pipetta dell'apparecchio (tenendo presente gli accorgimenti descritti in 1.5.2) un campione da 10 ml che viene fatto defluire in pesafiltri tarato. Questo campione seccato in stufa a 105°C, fatto raffreddare in essiccatore e pesato alla bilancia analitica, servirà per la determinazione dell'argilla.

1.5.3.6 Separazione e determinazione delle frazioni argillose e limose.

Il cilindro è agitato di nuovo ripristinando la sospensione originaria; trascorso il tempo necessario per far sedimentare le frazioni di dimensioni superiori al limo, si preleva con la pipetta dell'apparecchio un secondo campione che viene fatto defluire in pesafiltri tarato. Questo campione seccato in stufa a 105°C, fatto raffreddare in essiccatore e pesato alla bilancia analitica, servirà per la determinazione della somma limo+argilla.

1.5.3.7 Determinazione della correzione da effettuare per il disperdente.

Per ogni serie di determinazioni, e comunque ogni qualvolta viene preparato il disperdente, in un pesafiltri tarato vanno posti 10 ml della soluzione disperdente diluita nel rapporto 1:50. Questo pesafiltri viene posto in stufa a 105°C e tenuto fino ad evaporazione completa del liquido, fatto raffreddare in essiccatore e pesato alla bilancia analitica. Il valore ottenuto servirà per correggere il peso della frazione argillosa (§ 1.5.3.5) dal quale dovrà essere detratto.

1.5.3.8 Calcolo

Conviene innanzitutto calcolare il peso P del campione depurato che viene dato da:

$$P = p \frac{100 - M - S}{100}$$

dove p = quantità di suolo secco in stufa prelevato per l'analisi
M = contenuto percentuale in sostanza organica
S = contenuto percentuale in sali solubili e gesso.

Nel calcolo non si terrà conto delle correzioni dovute ai trattamenti di depurazione non effettuati.

La percentuale di sabbia grossa è data da :

$$\text{sabbia grossa (g/100 g)} = 100 \frac{g}{P}$$

dove g è il peso della frazione sabbiosa separata al § 1.5.3.4 e P è il peso del campione depurato.

La percentuale di argilla è data da :

$$\text{argilla (g/100 g)} = 100 \frac{(a - b) 50}{P}$$

dove a è il peso del residuo ottenuto dalla determinazione dell'argilla (§ 1.5.3.5), b è il peso del residuo del disperdente (§ 1.5.3.7) e P è il peso del campione depurato.

La percentuale di limo è data da :

$$\text{limo (g/100 g)} = 100 \frac{(l - a) 50}{P}$$

dove l ed a sono i pesi dei residui ottenuti rispettivamente dalla determinazione della somma limo + argilla (§ 1.5.3.6) e dalla determinazione dell'argilla (§ 1.5.3.5.) e P è il peso del campione depurato.

La percentuale di sabbia fine è calcolata per differenza:

$$\text{sabbia fine (g/100 g)} = 100 - (\text{sabbia grossa} + \text{limo} + \text{argilla}).$$

1.5.4 Metodo rapido all'idrometro di Bouyoucos

1.5.4.1 Metodo

Si preleva una quantità di suolo corrispondente a 50,0 g di suolo secco in stufa (corrispondente a 100,0 g per i suoli con percentuale di sabbia superiore a 85) e si sottopone, se necessario, ai pretrattamenti di cui ai § 1.5.3.1 e 1.5.3.2. Si versa nella bottiglia di plastica da 250 il campione o la sospensione risultante, si aggiungono 100 ml della soluzione di esametafosfato, si agita in apparecchio scuotitore per due ore, si travasa nel cilindro di sedimentazione di Bouyoucos, con le modalità descritte al § 1.5.3.4 per la separazione della sabbia, e si porta a segno con acqua distillata. Si omogenizza con una bacchetta di vetro terminante con una spirale di diametro poco inferiore a quello interno del cilindro, si misura la temperatura e da questo momento si conta il tempo di sedimentazione. Si effettuano due misure densimetriche: una dopo 4 minuti e

l'altra dopo due ore; esse si riferiscono rispettivamente alla sospensione di limo + argilla ed a quella di sola argilla, e le letture effettuate sulla scala dell'idrometro danno i grammi di materiali sospesi per litro di sospensione. Vanno apportate le seguenti correzioni: a) si portano a segno con acqua distillata nel cilindro 100 ml di disperdente e si misura con l'idrometro la quantità di argilla corrispondente; questa quantità va sottratta dal valore letto per la determinazione dell'argilla; b) se le letture sono state eseguite a temperature diverse da 20 °C vanno sommati algebricamente i valori seguenti :

Temperatura °C	Correzione (g/litro)
15	- 2,0
16	- 1,5
17-18	- 1,0
19	- 0,5
20	- 0,0
21	+ 0,5
22-23	+ 1,0
24	+ 1,5
25	+ 2,0

1.5.4.2 Calcolo

Se è stato impiegato per l'analisi un campione di 100 g di suolo il valore ottenuto rappresenta il contenuto percentuale di argilla.

Se è stato impiegato per l'analisi un campione di 50 g di suolo il valore ottenuto va raddoppiato: si ottiene così il contenuto percentuale di argilla.

Se il campione è stato depurato il valore ottenuto va moltiplicato per 100 e diviso per il peso del campione depurato ricavato dalla determinazione del § 1.5.3.8.

La percentuale di limo si ottiene sottraendo al valore letto sul densimetro dopo 4 minuti, il valore letto dopo 2 ore. Su questa differenza si esegue la correzione per la temperatura ed il calcolo per il riporto a 100 g di suolo secco in stufa ed eventualmente depurato.

2.1

2.1.1

2.1.2

2.1.3

2.1.3.1

100

ammucchi
cm di di
distillata
che il can
notte. Il g
facendo p
una pasta
saturazion
solco prat
solco prat

Una

SEZIONE 2: ANALISI IDROLOGICHE

2.1 SATURAZIONE IN ACQUA

2.1.1 Principio

La saturazione in acqua viene definita dalla massima quantità di acqua che può essere assorbita da 100 g di suolo secco in stufa senza che si osservi acqua "libera". La determinazione si effettua sulla così detta "pasta satura" ed i valori possono variare di molto, dai più bassi che si ottengono per i suoli sabbiosi (15-20) ai più alti che si ottengono per i suoli torbosi (oltre 200). La saturazione in acqua si può ottenere sia per mescolamento meccanico, sia per imbibizione capillare. Il primo metodo è di uso generale, il secondo metodo è più adatto per i suoli molto sabbiosi, per i suoli ad alcalinità sodica, per i suoli contenenti molta materia organica poco decomposta, e per i campioni indisturbati.

2.1.2 Apparecchiature particolari

Bacinella in ferro zincato 30 x 30 x 8 cm.

Capsula di porcellana a fondo tondo da 13 cm.

2.1.3 Metodo

2.1.3.1 Per mescolamento meccanico.

100-150 g (non pesati) di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm si ammucchiano a forma di cono in una capsula di porcellana a fondo tondo di 13 cm di diametro. Si aggiunge un poco meno della quantità prevista di acqua distillata facendola scorrere tra la base del cono e la parete della capsula in modo che il campione si imbibisca. Si copre con un vetrino e si lascia in riposo per una notte. Il giorno dopo si rimescola la pasta con una spatola di corno o di legno, e facendo piccole aggiunte di terra o di acqua secondo i casi, si cerca di ottenere una pasta fluida, brillante, che scorra bene quando è presa con la spatola. La saturazione è sorpassata quando si osserva la formazione di acqua libera in un solco praticato con la spatola; la saturazione non è ancora raggiunta quando il solco praticato con la spatola stenta a chiudersi.

Una quantità di pasta (circa 10 g) viene introdotta in pesafiltri tarato,

pesata alla bilancia analitica, tenuta in stufa a 105 ° C per 16 ore e quindi ripesata. Si calcola l'umidità come è indicato al § 1.2, e il valore rappresenta la saturazione in acqua.

2.1.3.2 Per imbibizione capillare

Con sabbia fine e ben lavata si prepara un letto alto almeno 4 cm in una bacinella in ferro zincato di 30 x 30 x 8 cm. La sabbia deve essere tenuta bene bagnata senza che l'acqua libera sovrasti la superficie. Con carta da filtro comune e con l'aiuto di una spillatrice si preparano contenitori di carta delle dimensioni di 4 x 4 x 2 cm che si riempiono di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm (dai 30 ai 50 g). Si mettono i contenitori così preparati sul letto di sabbia, si sorveglia che i suoli si siano imbibiti rifornendo di acqua il letto di sabbia se necessario, si copre la bacinella e si lascia fino al giorno dopo. Si preleva un campione di suolo umido (circa 10 g) in pesafiltri tarato, si secca in stufa a 105 ° C per 16 ore e si ripesa. Si calcola l'umidità come è indicato al § 1.2.

Su letto di sabbia si fanno imbibire anche eventuali campioni indisturbati; in tal caso tra il campione e il letto di sabbia si interpone un foglio di carta da filtro facendo in modo che il contatto sia uniformemente realizzato. L'altezza del campione non deve superare i tre centimetri e le pareti del campione possono essere protette o dal suo contenitore oppure da una fascia di carta da filtro.

2.2 DETERMINAZIONE DELL'UMIDITA' AI PUNTI A POTENZIALE MATRICALE CARATTERISTICO

2.2.1 Principio

La determinazione si propone di ricavare, da un metodo di laboratorio, il contenuto in acqua che avrà il suolo portato alla capacità di campo (CC) o al punto di appassimento permanente (PA) adottando l'assunto che il potenziale matricale della soluzione del suolo alla capacità di campo vale (1) :

(1) Si ricorda la corrispondenza tra l'atmosfera e le unità del Sistema Internazionale Pascal (Pa) e Newton (N)

$$1 \text{ atmosfera} = 101\,325 \text{ Pa} = 101\,325 \text{ N m}^{-2}$$

nella scienza del suolo si preferisce usare il chilonewton kN. Se la tensione corrispondente all'acqua del suolo espressa in chilonewton è T il pF si calcola nel modo seguente: $pF = \lg T$.

a) per

0

b) per

0

A

soluzio

1

L

con ar

fare un

opera

ordinat

della fu

2.2.2

Ap

valvole,

liquido.

Co

2.2.3

2.2.3.1

Se

poter ad

con acq

2.1.3.2.

mm col

2.2.3.2

Si d

recchio p

campione

a) per i suoli sabbiosi

0,1 atmosfere ($10,13 \text{ kN m}^{-2}$) corrispondente a pF 2,01

b) per i suoli a tessitura media e pesante

0,33 atmosfere ($33,77 \text{ kN m}^{-2}$) corrispondente a pF 2,54

Al punto di appassimento, e per tutti i suoli, il potenziale matricale della soluzione del suolo vale :

15 atmosfere ($1519,9 \text{ kN m}^{-2}$) corrispondente a pF 4,19

La determinazione viene eseguita spostando l'acqua contenuta nel suolo con aria compressa e determinando l'umidità residua come al § 1.2. Si può fare una rappresentazione della funzione che lega il pF all'umidità; in tal caso si opera a diverse pressioni e si riportano in ascissa le percentuali di acqua e in ordinata i relativi valori del pF: la curva che si ottiene riproduce l'andamento della funzione per il suolo in esame.

2.2.2 Apparecchiature particolari

Apparecchio a pressione (a membrana o a piastra) di Richards munito di valvole, tubi di gomma di raccordo e manometri di precisione a membrana e a liquido.

Compressore a serbatoio capace di produrre aria compressa a 20 atm.

2.2.3 Metodo

2.2.3.1 Saturazione in acqua.

Se si opera su un campione indisturbato questo viene sagomato in modo da poter adattarsi negli anelli di gomma forniti con l'apparecchio e viene saturato con acqua per imbibizione capillare su letto di sabbia, come descritto al § 2.1.3.2. Se si opera su un campione disturbato si utilizza il suolo setacciato a 2 mm col quale si prepara la pasta satura come descritto al § 2.1.3.1.

2.2.3.2 Equilibrio con aria compressa

Si dispongono gli anelli di gomma sulla piastra o sulla membrana dell'apparecchio previamente inumidita con acqua distillata, e negli anelli si mette il campione indisturbato oppure un'aliquota di pasta satura. Se si adopera la pasta

satura conviene adattarla bene nell'anello con una spatola, in modo da assicurare un buon contatto con la membrana e con le pareti dell'anello. Si chiude l'apparecchio stringendo bene i bulloni, si controlla che i tubi di gomma siano propriamente collegati, si applica la pressione prescelta e si lascia sotto pressione fino a che non esce più acqua dall'apposito orifizio.

2.2.3.3 Determinazione dell'umidità

Si chiude l'afflusso di aria compressa e si lascia scaricare lentamente la pressione: si apre quindi l'apparecchio, si preleva la maggior parte del campione in un pesafiltri tarato e si determina l'umidità come è stato fatto al § 1.2.

2.2.4 Calcolo delle grandezze idrologiche

Nella pratica interessa conoscere l'umidità alla capacità di campo e al punto di appassimento permanente esprimendo quanti metri cubi di acqua sono contenuti in un ettaro di suolo e per la profondità di un centimetro ($m^3/ha\ cm$). Queste grandezze possono essere calcolate se si conosce la densità apparente del suolo D_A (vedi § 6.3).

La capacità di campo CC sarà data da :

$$CC (m^3/ha\ cm) = P_{0,1} D_A$$

dove $P_{0,1}$ è la percentuale di acqua trattenuta a 0,1 oppure a 0,33 atmosfere.

Il punto di appassimento permanente (PA) sarà dato da :

$$PA (m^3/ha\ cm) = P_{15} D_A$$

dove P_{15} è la percentuale di acqua trattenuta a 15 atmosfere.

L'acqua compresa fra la capacità di campo ed il punto di appassimento, data dalla differenza $CC - PA$, è detta anche "acqua disponibile".

3.1 DE

3.1.1

La
standard
utilizzar
anche se
circa la r

La
soluzion
saturazio

Per
le soluzi

3.1.2

Solu
acqua e p
Prov
dattabili

3.1.3

Si p
mm, si ag
M se si d
gomma e
frequente
il pH-met
l'elettrod
salina nel

SEZIONE 3: ANALISI CHIMICHE

3.1 DETERMINAZIONE DEL pH

3.1.1 Principio

La determinazione viene effettuata sulla sospensione acquosa con rapporto standard acqua/ suolo 2,5:1. Nel caso di suoli torbosi può essere necessario utilizzare rapporti diversi che in tal caso vanno specificati. Il valore ottenuto, anche se non rispecchia fedelmente il valore del pH in campo, dà utili indicazioni circa la reazione del sistema suolo-acqua.

La determinazione può essere effettuata anche su sospensione di suolo in soluzioni di sali neutri, e in tal caso il valore ottenuto è correlato al grado di saturazione e alla natura del complesso di scambio.

Per l'esecuzione della misura potenziometrica e per la preparazione delle soluzioni tampone vedere il § 7.3.

3.1.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Soluzione di KCl M. In matraccio da 1000 sciogliere g 74,56 di KCl in acqua e portare a volume con acqua distillata.

Provettoni o contenitori di polietilene (80-100 ml) con tappo di gomma, adattabili al phmetro.

3.1.3 Metodo

Si pesano in un provettone 10,0 g di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm, si aggiungono 25 ml di acqua distillata (oppure 25 ml della soluzione di KCl M se si desidera determinare il pH in KCl) si tappa il provettone con tappo di gomma e si agita sull'apparecchio scuotitore per 15 minuti (oppure a mano frequentemente per 60 minuti). Si lascia in riposo 30 minuti e, dopo aver tarato il pHmetro (vedi § 7.3.1) si misura il pH facendo attenzione ad immergere l'elettrodo a vetro nel deposito terroso e l'elettrodo a calomelano (o la giunzione salina nel caso di elettrodo combinato) nel liquido limpido.

3.2 DETERMINAZIONE DEL CALCARE

3.2.1 Principio

Il metodo si basa sulla decomposizione dei carbonati con acido cloridrico e sulla determinazione dell'anidride carbonica svolta: viene usato un apparecchio detto calcimetro.

Il metodo determina i carbonati che possono essere contenuti nel suolo (CaCO_3 , MgCO_3 , Na_2CO_3) ma il risultato viene espresso sempre come carbonato di calcio. I terreni contenenti carbonato sodico saranno individuati dall'analisi dei sali solubili e delle basi di scambio.

3.2.2 Metodo

In commercio si trovano diversi tipi di calcimetri: il più preciso è il calcimetro Dietrich Fruhling che permette di eseguire accurate correzioni rispetto alla temperatura (da 10 a 25 °C) e alla pressione atmosferica (da 720 a 786 tor) alla quale viene effettuata la misura e di ottenere un risultato alla seconda decimale. Per la determinazione e per il calcolo si seguono le istruzioni date dal costruttore.

3.3 DETERMINAZIONE DELLA SOSTANZA ORGANICA

3.3.1 Principio

L'analisi è basata sull'ossidazione della sostanza organica in condizioni standardizzate. L'ossidazione viene eseguita con dicromato potassico in presenza di acido solforico concentrato alla temperatura alla quale la miscela si riscalda a causa del calore prodotto durante la brusca diluizione dell'acido; la reazione viene interrotta diluendo con acqua dopo un tempo stabilito ed il dicromato che non ha reagito viene titolato con una soluzione di Fe (II).

Nel calcolo si introduce un fattore empirico (0,77) che tiene conto del livello di riduzione medio del carbonio nei composti umici e rappresenta quindi la frazione ossidabile del carbonio presente. Considerando un contenuto medio in carbonio della sostanza organica pari al 58 per cento, si introduce un secondo

fattore
C
elemen

3.3.2

Buretta
Soluzio
conten
purissim
Soluzio
circa di
quindi
della so
Soluzio
si sciogl

3.3.3

0,5 mm
caso di
caso di
torbosi
reazione

agita ca
96 per c
contatto
aderisca
30 minu
circa di
0,5 ml
viraggio

dicroma

fattore (1,72) per trasformare il carbonio organico in sostanza organica.

Con questo metodo si dosa il carbonio organico con esclusione del carbonio elementare e di quello contenuto in composti ad alta condensazione.

3.3.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Buretta da 25 ml (divisione 0,05 ml).

Soluzione di dicromato potassico 1,000 N. In 600 ml di acqua distillata contenuti in matraccio tarato da 1000 si sciolgono 49,035 g di $K_2Cr_2O_7$ purissimo seccato a 105 °C; si porta a segno con acqua distillata.

Soluzione di Fe (II) 0,5 N circa. In matraccio tarato da 1000 si versano 600 ml circa di acqua distillata e 15 ml di acido solforico conc. ($d = 1,84$); si sciolgono quindi 200 g di sale di Mohr $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ e si porta a segno. Il titolo della soluzione non è stabile e va determinato per ogni serie di analisi.

Soluzione di difenilammina solforica. In 50 ml di acido solforico conc. ($d = 1,84$) si sciolgono 0,5 g di difenilammina.

3.3.3 Metodo

In una beuta da 500 asciutta si pone una quantità di suolo setacciata a 0,5 mm corrispondente a 1,000 g di suolo secco in stufa. Si useranno 0,500 g nel caso di suoli contenenti più del 3 per cento di sostanza organica e 2,000 g nel caso di suoli contenenti meno dell'uno per cento di sostanza organica; per i suoli torbosi si diminuirà la quantità prelevata tenendo presente che alla fine della reazione bisogna avere almeno 3 ml di dicromato che non hanno reagito.

Si aggiungono 10 ml di dicromato potassico misurati esattamente, si agita cautamente, si aggiungono quindi 20 ml di acido solforico conc. (almeno 96 per cento) facendolo colare lungo le pareti in modo che tutto il suolo sia in contatto con le soluzioni. Si agita nuovamente evitando che le particelle di suolo aderiscano alle pareti, si copre con un vetro da orologio e si lascia in riposo per 30 minuti esatti alla fine dei quali si interrompe la reazione aggiungendo 200 ml circa di acqua distillata. Si aggiungono 5 ml di acido fosforico al 60 per cento, 0,5 ml di indicatore difenilammina e si titola con la soluzione di Fe (II) fino al viraggio dal blu al verde.

Contemporaneamente si esegue una prova in bianco con 10 ml di dicromato, 20 ml di acido solforico e 200 ml di acqua distillata.

3.3.4 Calcolo

I millilitri di dicromato 1 N adoperati per ossidare il carbonio organico risultano da

$$10 \left(1 - \frac{T}{S} \right)$$

dove

T = ml di soluzione di Fe (II) usati per la titolazione

S = ml di soluzione di Fe (II) usati per la prova in bianco.

Se si ammette che ogni equivalente di carbonio si è ossidato per il 77 per cento avremo per la quantità di carbonio ossidata

$$10 \left(1 - \frac{T}{S} \right) \frac{0,003}{0,77}$$

sarà quindi

$$\text{carbonio organico (g/100 g)} = 10 \left(1 - \frac{T}{S} \right) \frac{0,39}{P}$$

dove P è il peso di suolo portato all'analisi.

Per avere la percentuale di materia organica basta moltiplicare la percentuale di carbonio organico per il fattore empirico 1,72.

3.3.5 Note

I risultati sono inesatti in presenza di ossidi superiori di manganese, di composti ferrosi e di cloruri. I primi sono di solito in quantità trascurabile, i secondi si ossidano durante l'essiccamento all'aria; per i cloruri occorre operare in uno dei modi seguenti:

- a) se il contenuto in Cl^- è inferiore a 0,2 per cento. Si aggiunge qualche cristallo di solfato di argento oppure di solfato di mercurio al suolo contenuto nella beuta prima di aggiungere i reattivi e si continua come al § 3.3.3;
- b) se il contenuto in Cl^- è superiore a 0,2 per cento. Dopo la diluizione con 200 ml di acqua e prima dell'aggiunta dell'acido fosforico si fa bollire la soluzione per 2 minuti, si raffredda e si procede. Si determina la percentuale in cloruro per altra via e si applica la correzione seguente:

carbonio organico (in g/100g) \approx carbonio organico determinato $-0,11 \text{ Cl}^-$
sostanza organica (in g/100g) = sostanza organica determinata $-0,189 \text{ Cl}^-$

dove Cl^- rappresenta la concentrazione in ione cloruro espressa in g/100g di suolo.

3.4 DETERMINAZIONE DELL'AZOTO TOTALE

3.4.1 Principio

Il metodo consiste di due fasi: a) mineralizzazione del campione per trasformare l'azoto organico del suolo in forma ammoniacale; b) dosaggio dello ione ammonio.

La mineralizzazione viene effettuata con acido solforico concentrato bollente previa aggiunta di sostanze che facilitano l'ossidazione della materia organica. Esse sono rappresentate da solfato di potassio (sostituibile da solfato sodico), che eleva la temperatura di ebollizione dell'acido, e da un miscuglio di selenio e solfato di rame che ha la funzione di catalizzare la reazione. Un pretrattamento del campione di suolo con acido solforico diluito fornisce risultati più elevati soprattutto nel caso di suoli argillosi perché, favorendo la rottura della struttura cristallina delle argille, provoca la liberazione di ioni ammonio intrappolati all'interno dei reticoli.

Dopo la mineralizzazione la soluzione contenente l'azoto come ione ammonico è resa alcalina e quindi sottoposta a distillazione. L'ammoniaca che distilla è raccolta quantitativamente su una soluzione diluita di acido bórico e poi è titolata con acido solforico utilizzando un adatto indicatore.

Se sono presenti nitrati in quantità non trascurabili si procede secondo quanto è indicato in 3.4.5.

3.4.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Palloni Kjeldahl a collo lungo da 300 ml.

Fornello per palloni Kjeldahl da 300 ml con collettore dei fumi e dispositivo per la loro eliminazione.

Apparecchio di Parnas Wagner per distillazione in corrente di vapore con pallone da 200 ml oppure apparecchio equivalente.

Acido solforico concentrato ($d_{20} = 1,84$) esente da composti di azoto.

Catalizzatore. In mortaio di porcellana si trituranò 100 parti di K_2SO_4 (oppure Na_2SO_4) con 10 parti di $CuSO_4$ e 5 parti di selenio. (Si trovano in commercio miscele già preparate).

Soluzione di acido solforico N/28. In un matraccio tarato da 100 si versano, prelevandoli da una buretta, 35,7 ml di soluzione di acido solforico 0,1 N esatta (oppure una quantità equivalente tenendo conto del fattore di correzione) e si porta a segno con acqua distillata.

Indicatore: in 100 ml di alcool a 95° si sciolgono 0,1 g di rosso metile e 0,2 g di verde bromocresolo.

3.4.3 Metodo

3.4.3.1 Mineralizzazione

In un pallone di Kjeldahl da 300ml si introduce una quantità di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm corrispondente a 5,00 g di suolo secco in stufa e 50 ml di acqua. Se il tenore in sostanza organica è elevato se ne pesa una minore quantità. Dopo 30 minuti si aggiungono circa 2 g di catalizzatore e 35 ml di acido solforico concentrato ($d = 1,84$), si scalda cautamente sul fornello fino a rimozione dell'acqua e cessazione della formazione di schiuma. Si copre con una bolla di vetro o con un imbutino, si porta l'acido all'ebollizione e si procede fino a totale mineralizzazione della sostanza organica che è compiuta quando si ottiene un liquido limpido e un residuo biancastro.

Terminata la digestione si raffredda il pallone e si diluisce lentamente ed agitando con 50 ml di acqua. Si deve evitare sia un completo raffreddamento sia un lungo riposo della soluzione a freddo che potrebbero provocare una cristallizzazione di solfati di difficile solubilizzazione. Si travasa quantitativamente il liquido in un matraccio tarato da 250, si lava il residuo per decantazione aggiungendo le acque di lavaggio, si porta a volume e si agita.

3.4.3.2 Distillazione e titolazione

Dopo riposo si prelevano 25 ml della soluzione e si introducono nell'apparecchio di distillazione, si aggiungono 15 ml di NaOH al 40 per cento e si distilla per 5 minuti (con altri apparecchi può occorrere un tempo più lungo) raccogliendo il distillato su 10 ml di soluzione di acido bórico all'1 per cento contenente due gocce di indicatore. Per controllare che tutta l'ammoniaca sia distillata si mette un nuovo collettore contenente acido bórico e indicatore e si osserva se dopo due minuti si verifichi variazione di colore. La soluzione raccolta viene titolata con acido solforico N/28 fino a viraggio dal verde al grigio azzurro.

3.4.4 Calcolo

Ogni millilitro di acido solforico N/28 equivale a 0,5 mg di azoto: se nella titolazione si sono consumati A ml di acido solforico N/28 si avrà:

$$\text{azoto totale (N in g/100 g)} = 0,1 A$$

Se invece di 5 g si è prelevato un peso P di suolo si avrà :

$$\text{azoto totale (N in g/100 g)} = \frac{0,5}{P} A$$

3.4.5 Note

In presenza di quantità apprezzabili di azoto in forma nitrosa o nitrica occorre evitare che queste sfuggano nella fase di mineralizzazione. In tal caso la mineralizzazione si inizia con 35 ml di acido solforico concentrato e 0,7 g di acido salicilico. Si agita accuratamente e si lascia riposare per alcune ore (o per la notte). Si aggiungono poi 5 g di tiosolfato di sodio in polvere e si scalda cautamente sul fornello per Kjeldahl fino a cessazione della formazione di schiuma. Dopo raffreddamento si aggiunge poca acqua, 2 g di catalizzatore e si procede nella mineralizzazione come descritto al § 3.4.3.1 a partire da: "si porta l'acido all'ebollizione ...".

3.5 DETERMINAZIONE DEL FOSFORO TOTALE

3.5.1 Principio

Il fosforo totale, cioè il fosfato presente nel suolo sotto forme minerali ed organiche, viene estratto quasi integralmente con acidi minerali concentrati e bollenti e viene determinato per fotometria del complesso ceruleomolibdico ottenuto per riduzione del fosfomolibdato ammonico.

3.5.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Acido solforico N circa. Si versano in 180 ml di acqua distillata 5 ml di acido solforico concentrato ($d = 1,84$)

Soluzione di molibdato ammonico (vedi § 5.2.2)

Soluzione riducente (vedi § 5.2.2)

Soluzione madre di fosfato (vedi § 5.2.2)

Soluzione standard di fosfato (vedi § 5.2.2)

3.5.3 Metodo

Una quantità di suolo secco all'aria e setacciato a 0,5 mm corrispondente a 1,000 g di suolo secco in stufa viene posta in pallone Kjeldahl da 300ml; si aggiungono 12,5 ml di acido solforico concentrato e 2 ml di acido perclorico al 60 per cento. Si riscalda a fiamma diretta (se il liquido dovesse schiumeggiare si lascia a digerire) fino a distruzione della sostanza organica in modo da ottenere un liquido incolore o debolmente colorato ed un residuo biancastro. Se il liquido stenta a decolorarsi (suoli ricchi in sostanza organica) si raffredda, si aggiungono cautamente 2 ml di acido perclorico e si riscalda di nuovo all'ebollizione.

Terminata l'ossidazione si raffredda, si aggiungono a poco a poco 50 ml di acqua distillata e si travasa il liquido per decantazione in un matraccio tarato da 250 nel quale si aggiungono anche le acque ottenute da un lavaggio a fondo del residuo, effettuato sempre per decantazione. Si porta a segno, si agita, si lascia decantare e si prelevano con pipetta 25 ml della soluzione, si portano in matraccio tarato da 100, si aggiungono 50 ml di acqua distillata, si fanno cadere nella soluzione (e non lungo la parete) 10 ml della soluzione di molibdato e 2 ml della soluzione riducente. Si pone il matraccio su bagno-maria bollente per 30 minuti, si lascia raffreddare, si porta a segno e si legge l'estinzione a 650 nm contro le prove in bianco dei reattivi. Per i suoli ricchi di fosforo totale è opportuno effettuare la determinazione colorimetrica su 10 ml di soluzione; in questo caso è necessario aggiungere 0,75 ml di acido solforico conc. in modo da riportare la concentrazione in acido a quella della prova condotta con 25 ml.

3.5.4 Calcolo

Se si sono prelevati 25 ml di soluzione si avrà:

$$\text{fosforo totale (P in g/100 g)} = \frac{AF}{S}$$

dove A = fattore analitico (vedi 5.2.3.2)

E = estinzione

S = spessore della vaschetta

Se si sono prelevati 10 ml di soluzione si avrà:

$$\text{fosforo totale (P in g/100 g)} = 2,5 \frac{AF}{S}$$

Per avere il risultato in P_2O_5 si moltiplica per 2,29.

6 DETERMINAZIONE DEGLI OSSIDI DI FERRO LIBERI

6.1 Principio

Con la determinazione degli "ossidi di ferro liberi" viene dosato il ferro estratto con un adatto solvente; la soluzione di ditionito sodico, adoperata in questo metodo, estrae gli ossidi idrati in concrezioni amorfe ed i silicati di ferro amorfi; gli ossidi idrati ed i silicati cristallini vengono estratti solo in piccole quantità; il ferro complessato con la frazione organica viene estratto solo in parte. Nell'estratto il ferro viene dosato colorimetricamente con il metodo dell'ortofenantrolina.

6.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Ditionito sodico ($Na_2S_2O_4$) in polvere.

Acido cloridrico 0,02 N circa: ad un litro di acqua distillata si aggiungono 2 ml di HCl concentrato ($d = 1,18$).

Carbone attivo esente da ferro. Si prova che non adsorba il Fe (II) trattando 1 g di carbone con 20 ml della soluzione 50 mg/l di Fe (II) preparata appresso. Il titolo della soluzione non deve diminuire in modo apprezzabile. Idrossilamina cloridrato al 10 per cento.

Orto-fenantrolina cloridrato 0,25 per cento in acqua.

Soluzione tampone pH 4,2. In matraccio tarato da 1000 si versano 500 ml di acqua distillata, 120 ml di acido acetico glaciale, e infine 37,5 ml di ammoniaca concentrata ($d = 0,91$) si raffredda e si porta a segno con acqua distillata.

Soluzione standard di solfato ferroso contenente 500 mg/l di Fe (II). In matraccio tarato da 1000 si aggiungono 200 ml di acqua distillata e 50 ml di H_2SO_4 5 N; si sciolgono in questa soluzione 3,511 g di sale di Mohr $FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$ per uso analitico, si porta a segno con acqua distillata.

Soluzione standard di solfato ferroso contenente 50 mg/l di Fe (II). In

$$g) = \frac{AF}{S}$$

matraccio tarato da 250 si portano a segno con acqua distillata 25 ml esattamente misurati della soluzione precedente.

3.6.3 Metodo

In tubo da centrifuga da 50 ml si pesa 1,0 g di suolo secco all'aria e setacciato a 0,5 mm, si aggiungono 30 ml di acqua distillata, si scalda su bagno-maria a 40-45 °C, si aggiunge 1 g di ditionito sodico in polvere agitando con una bacchetta di vetro fino a dissoluzione e si lascia per 15 minuti con agitazione occasionale. Si centrifuga e si trasferisce il liquido limpido in un matraccio tarato da 250. Per i suoli calcarei vedi prima la nota 3.6.5 b.

Si aggiungono al residuo 25 ml di HCl 0,02 N, si agita e si lascia su bagno-maria a 40-45 °C per 5-10 minuti, si centrifuga e si aggiunge il liquido limpido all'estratto precedente. Si ripetono ancora una volta i trattamenti con ditionito e con acido cloridrico come sopra descritto, riunendo tutti gli estratti nel matraccio da 250 che alla fine dell'operazione si porta a segno con acqua distillata. Se l'estratto è torbido o colorato se ne prelevano 50 ml, si pongono in una beuta da 100, si aggiungono circa 0,2 g di carbone attivo, si agita, si aspetta qualche minuto e si filtra per carta da filtro comune raccogliendo il filtrato in una seconda beuta.

Si preleva un'opportuna aliquota di estratto limpido (si consigliano 2 ml per una prima prova) e si trasferisce in un matraccio tarato da 50; in altri 6 matracci da 50 si preparano lo zero e gli standard aggiungendo 0, 1, 2, 3, 4 e 5 ml di soluzione standard 50 mg/litro di Fe (II): le prove contengono 0, 50, 100, 150, 200 e 250 µg di Fe (II). Si aggiungono 10 ml di soluzione tampone, 2 ml della soluzione di idrossilamina, 2 ml della soluzione di orto-fenantrolina, si portano a segno i matracci con acqua distillata e si lascia per 30 minuti. Si procede alla lettura spettrofotometrica a 508 nm contro la prova in bianco costituita dalla soluzione non contenente Fe (II).

3.6.4 Calcolo

Da un grafico ricavato dai valori ottenuti per le soluzioni standard si ricava il numero N di microgrammi di ferro presenti nella prova in esame; l'estratto contiene $\frac{250}{A}$ N microgrammi di Fe, dove A è l'aliquota prelevata per l'analisi colorimetrica in millilitri.

La concentrazione in ferro sarà data da :

distillata 25 ml

$$\text{Ferro (g/100 g)} = \frac{0,025 \text{ N}}{A}$$

Il valore ottenuto, moltiplicato per 1,43 fornisce la concentrazione di "ossidi di ferro liberi" espressa come Fe_2O_3 .

3.6.5 Note

a) Se la concentrazione di "ossidi di ferro liberi" supera i 3-4 g/100 g, è indispensabile ripetere l'analisi su 0,5 g di suolo.

b) Se il suolo contiene calcare è opportuno effettuare il primo trattamento con acido cloridrico a concentrazione maggiore preparato versando in 1000 ml di acqua distillata un numero di millilitri di acido cloridrico concentrato ($d = 1,18$) pari a 0,8 volte il contenuto percentuale in calcare del suolo.

3.7 ANALISI DELLE SOLUZIONI ESTRATTE DAL SUOLO (ESTRATTI ACQUOSI)

3.7.1 Principio

Scopo dell'analisi è la determinazione dei sali solubili in acqua effettuata sia mediante analisi diretta sia indirettamente attraverso la misura della conducibilità. Va tenuto presente che il rapporto acqua suolo adoperato per l'estrazione dei sali influisce qualitativamente e quantitativamente sulla composizione ionica della soluzione al punto che le condizioni di estrazione debbono essere standardizzate.

Si possono preparare :

a) l'estratto a saturazione; b) l'estratto acquoso con rapporto acqua/soilo 5:1 (detto più brevemente estratto acquoso 5:1).

I valori analitici ottenuti sull'estratto a saturazione danno le più valide indicazioni sullo stato di salinità del suolo perché sono collegabili con formule empiriche alla pressione osmotica della fase liquida ed alla risposta vegetale; si può inoltre ritenere che la concentrazione salina dell'estratto a saturazione sia circa la metà di quella presente alla capacità di campo e sia circa un quarto di quella presente al punto di appassimento.

I valori analitici ottenuti sull'estratto 5:1 sono di più difficile interpretazione anche perché tale diluizione turba gli equilibri di scambio tra gli scambiatori e la soluzione estraente; ma l'estratto 5:1 è di esecuzione più spedita e richiede poco suolo: viene quindi adoperato quando il campione è in quantità limitata e quando non si dispone di apparecchiature atte ad eseguire l'analisi dei cationi e degli anioni su piccole quantità di liquido. Infine è conveniente quando si devono studiare variazioni di salinità nello stesso suolo.

3.7.2 Estratto acquoso a saturazione

3.7.2.1 Apparecchiature e reattivi particolari:

Imbuto di Buchner da 15 cm con beuta a pressione, codata;
Provettone da introdurre nella beuta.

3.7.2.2 Metodo

Si prepara una pasta satura come descritto in 2.1.3 usando circa 300 g di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm. Una porzione viene prelevata per la determinazione dell'umidità che viene eseguita secondo 1.2.3. Dopo aver posto un filtro di carta nell'imbuto di Buchner (oppure un doppio filtro se si ritiene necessario) si introduce il provettone nella beuta a pressione, si applica l'imbuto facendo in modo che la punta del gambo entri nel provettone nel quale si dovrà raccogliere il filtrato. Si versa la pasta satura distribuendola uniformemente nell'imbuto, si filtra sotto vuoto e si interrompe l'aspirazione quando l'aria incomincia a passare attraverso il filtro.

L'analisi dell'estratto dovrebbe essere eseguita nel più breve tempo: si determina la conducibilità tenendo presente quanto è indicato nel paragrafo 7.4; la misura non è distruttiva e la soluzione recuperata dalla cella viene usata per l'analisi chimica con la quale si determinano tutti o alcuni dei seguenti ioni: Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , CO_3^{2-} , HCO_3^- , Cl^- , SO_4^{2-} usando i relativi metodi descritti alla sezione VII per l'analisi delle acque.

3.7.2.3 Calcolo e interpretazione dei risultati.

La conducibilità elettrica specifica dell'estratto a saturazione viene data in millisiemens su centimetro a 25 °C e può essere interpretata in termini di risposta dei vegetali applicando la tabella seguente:

conducibilità (mS / cm)	Pericolo di depressione della produzione
< 2,0	nessuno
da 2,0 a 4,0	per colture sensibili
da 4,0 a 8,0	per la maggior parte delle colture
da 8,0 a 16,0	anche per le colture tolleranti
>16,0	per tutte le colture: resistono solo piante alofite

La conducibilità specifica è proporzionale alla concentrazione dei sali nella soluzione: può essere interpretata anche mediante le seguenti relazioni empiriche:

sali solubili nell'estratto a saturazione (meq/litro) = 12,5 L

sali solubili nel suolo (meq/100 g) = 12,5 L $\frac{P}{1000}$

dove L è la conducibilità specifica a 25 °C espressa in mS/cm e P è l'umidità della pasta satura determinata secondo 1.2.3.

3.7.3 Estratto acquoso 5:1

3.7.3.1 Metodo

Si pesa al decimo di grammo la quantità di suolo prescelta (secco all'aria e setacciato a 2 mm) e si versa in una beuta contenente acqua distillata in ragione di 5 volte. Si agita mediante un apparecchio scuotitore per mezz'ora e si filtra raccogliendo in una beuta; sul filtrato si determina la conducibilità elettrica specifica e si eseguono le analisi chimiche come è indicato al § 3.7.2.2.

3.7.3.2 Calcolo

La conducibilità elettrica specifica va data in millisiemens su centimetro a 25 °C; i risultati dell'analisi chimica vanno dati in grammi di ione (o milli-equivalenti di ione) su 100 g di suolo.

sali (meq/100 g) = 6,25 L

Se si attribuisce al complesso dei sali presenti nel suolo un peso equivalente medio di 51 si può avere con buona approssimazione

$$\text{sali (g/100 g)} = 0,32 L.$$

dove L è la conducibilità dell'estratto 5:1 espressa in mS/cm.

3.7.4 Estratto acquoso dei suoli contenenti gesso

L'estratto a saturazione non consente la misura esatta della salinità, tuttavia ha un suo significato ed un suo valore interpretativo.

L'estratto 5:1 estrae dal suolo il gesso fino ad un contenuto di circa 1 g di gesso/100 g di suolo (teoricamente 1,3). In tal caso il metodo 3.7.3.1 va applicato prolungando l'agitazione a due ore e il contatto acqua/suolo a 12. Un contenuto in gesso superiore ad 1 g/100 g di suolo sfugge a questa determinazione.

3.7.5 Note

Gli estratti acquosi devono essere limpidi: estratti di suoli argillosi a basso contenuto salino (conduttività inferiore ad 1 mS/cm) o di suoli alcalini per sodio di scambio possono dare filtrati torbidi per argilla dispersa. In questi casi si può filtrare l'estratto passandolo attraverso lo stesso filtro adoperato nella prima filtrazione; una lieve opalescenza residua non altera sensibilmente le misure di conducibilità.

Se è impossibile avere un filtrato limpido, si lascia a riposo alcuni giorni in cilindro chiuso previa aggiunta di un cristallo di timolo: dopo sedimentazione dell'argilla per gravità si sifona il liquido limpido.

Se l'estratto è colorato per sostanze organiche si aggiunge carbone attivo (che non adsorba gli anioni e i cationi da determinare) si agita e si centrifuga.

Il contenuto in carbonati negli estratti acquosi dei suoli è bassissimo ma è apprezzabile negli estratti acquosi dei suoli alcalini; il contenuto in bicarbonati è apprezzabile solo negli estratti acquosi dei suoli calcarei.

SEZIONE 4: ANALISI DEL COMPLESSO DI SCAMBIO

4.1 GENERALITA'

Per capacità di scambio cationico si intende la quantità massima di cationi che il suolo può assorbire e che può scambiare se trattato con la soluzione di un altro catione: viene espressa in milliequivalenti e riferita a 100 g di suolo.

Per i suoli basici la capacità di scambio è uguale alla somma delle basi scambiabili (S); i suoli acidi sono insaturi e la capacità di scambio è uguale alla somma $S + Al + H$ dove $Al + H$ sono i cationi alluminio ed idrogeno che assieme costituiscono l'acidità scambiabile.

In generale gli studi sul complesso di scambio si effettuano in tre fasi :

- 1) Il suolo viene trattato con una soluzione concentrata di un catione, tamponata ad un pH stabilito si ottengono così: a) un suolo saturato in un solo catione (catione saturante): b) una soluzione che contiene tutti i cationi che saturavano il suolo;
- 2) dal suolo monosaturato il catione saturante viene spostato con un altro catione; si determina quindi la quantità di catione scambiata e passata in soluzione oppure l'eccesso del catione di spostamento restato in soluzione;
- 3) nella soluzione vengono determinati i cationi scambiati nella operazione di saturazione (1 b), cioè i cationi di scambio che saturavano il suolo.

4.2 DETERMINAZIONE DELLA CAPACITA' DI SCAMBIO CATIONICO (C.S.C.)

4.2.1 Principio

Il metodo si basa sull'impiego di una soluzione di cloruro di bario tamponata a pH 8,1 con trietanolamina -HCl allo scopo di saturare tutto il complesso colloidale con bario. Il Ba-suolo ottenuto viene quindi trattato con soluzione di solfato di magnesio: in tal modo una parte del Mg^{2+} scambia tutto il Ba^{2+} adsorbito, perché la formazione di solfato di bario insolubile sposta

l'equilibrio di scambio. Nella soluzione si determina il magnesio residuo e per differenza si ottiene il magnesio che ha spostato il bario e che eguaglia la capacità di scambio cationico. Il metodo si adatta a tutti i suoli.

4.2.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Soluzione di cloruro di bario a pH $8,1 \pm 0,1$. Si disciolgono 100 g di $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in matraccio tarato da 1000 contenente 700 ml di acqua distillata, si aggiungono 22,5 ml di trietanolamina, si porta a pH $8,1 \pm 0,1$ con ac. cloridrico normale (ne occorrono ca. 100 ml) e si completa il volume.

Soluzione di solfato di magnesio 0,10 N. Si sciolgono 12,324 g di $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ in acqua distillata in matraccio da 1000 e si porta a volume.

Soluzione di EDTA 0,05 N. Si sciolgono 9,305 g del sale bisodico dell'acido etilendiammino tetracetico in acqua distillata in matraccio tarato da 1000 e si porta a volume.

Soluzione tampone a pH 10. Si sciolgono 54 g di NH_4Cl in 500 ml di acqua distillata in matraccio tarato da 1000, si aggiungono 350 ml di ammoniaca ($d = 0,91$) e si porta a volume.

Indicatore. In mortaio di porcellana si omogenizzano 20 g di cloruro di sodio solido con 0,2 g di sale sodico dell'ac. 1-(1-idrossi-2-naftilazo-6-nitro-2-naftol-4-solfonico (nero eriocromo T).

4.2.3 Metodo

Si pesa in tubo da centrifuga una quantità di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm corrispondente a 2,000 g (1,000 g se il suolo è argilloso) di suolo secco in stufa. Si tiene conto del peso (valore A).

Si aggiungono con una pipetta 25 ml di soluzione di cloruro di bario, si chiude il tubo col tappo di gomma e si agita per un minuto a mano. Si centrifuga e si raccoglie il liquido limpido che viene conservato per la determinazione dell'acidità di scambio (§ 4.3). Se il suolo è argilloso si ripete il trattamento precedente altre due volte però scartando il liquido. Si lava con 25 ml di acqua distillata, si centrifuga, si scarta l'acqua e si pesa di nuovo il tubo (valore B). La differenza B-A ci dà l'acqua trattenuta dal suolo di cui si deve tener conto nel calcolo.

Si aggiungono quindi 25 ml della soluzione di solfato di magnesio prelevati con pipetta, si chiude il tubo col tappo di gomma, si disperde accuratamente il suolo, si agita a mano e si centrifuga. Si prelevano con una pipetta 10 ml del

liquido limpido (senza disturbare il sedimento) e si portano in una beuta da 250 ml, si aggiungono 100 ml di acqua distillata, 10 ml della soluzione tampone ed una punta di spatola di indicatore.

Si titola con la soluzione di EDTA 0,05 N fino a colore azzurro. Contemporaneamente si effettua una prova in bianco titolando 10 ml, prelevati con una pipetta, della soluzione di solfato di magnesio.

4.2.4 Calcolo

Se come si è detto $B-A$ è il peso dell'acqua trattenuta dal suolo, se P è il peso del suolo e se m ed n sono i millilitri di EDTA 0,05 N impiegati rispettivamente nella prova in bianco e nella determinazione avremo :

$$\text{capacità di scambio (meq/100 g)} = \frac{1}{P} \left[250 - \frac{n}{m} 10 (25 + B - A) \right]$$

4.2.5 Nota

Per i suoli gessosi e per i suoli ricchi in sali di magnesio è opportuno far precedere alla determinazione ripetuti trattamenti con la soluzione di acetato ammonico del § 4.5.2.

4.3 DETERMINAZIONE DELL'ACIDITA' DI SCAMBIO

4.3.1 Principio

Nell'applicazione del metodo descritto in 4.2.3 si scambiano dai suoli insaturi ioni H^+ ed Al^{3+} che acidificano la soluzione estraente: questa acidità può essere titolata. Si sottopongono a questa determinazione i suoli insaturi che mostrano un pH in KCl (vedi § 3.1.3) inferiore a 6,0.

4.3.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Soluzione di acido cloridrico 0,05 N.

Indicatore misto verde di bromocresolo-rosso metile. Si prepara come al § 3.4.2.

4.3.3 Metodo

Si prelevano con una pipetta 10 ml della soluzione limpida messa da parte in 4.2.3 e si versano in una beuta da 250, si diluiscono a circa 100 ml con acqua distillata e si aggiungono alcune gocce dell'indicatore misto. Si titola con HCl 0,05 N fino a colorazione rosa. Si effettua una seconda titolazione su 10 ml della soluzione di BaCl₂ a pH 8,1 del § 4.2.2 (prova in bianco).

4.3.4 Calcolo

Se m ed n sono i millilitri di acido cloridrico 0,05 N consumati rispettivamente nella prova in bianco e nella determinazione, se P è il peso di suolo secco in stufa si avrà :

$$\text{Acidità scambiabile (meq/100 g)} = \frac{12,5 (m-n)}{P}$$

4.4 DETERMINAZIONE DELL'IDROGENO E DELL'ALLUMINIO DI SCAMBIO

4.4.1 Principio

Se accanto all'acidità di scambio si vuole determinare anche l'alluminio di scambio bisogna ricorrere all'estrazione con un sale neutro non tamponato. In tal caso al posto del metodo 4.3 viene adottato il seguente.

4.4.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Soluzione di cloruro di potassio N circa. Si sciolgono 75 g di KCl in 1000 ml di acqua distillata.

Soluzione di idrossido di sodio 0,05 N.

Soluzione di acido cloridrico 0,05 N.

Soluzione di fluoruro sodico N circa. Si sciolgono 42 g di NaF in 1000 ml di acqua distillata.

4.4.3 Metodo

4.4.3.1 Estrazione dell'idrogeno e dell'alluminio.

In un tubo da centrifuga si pesa una quantità di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm corrispondente a 500g di suolo secco in stufa; si aggiungono 20 ml di soluzione di KCl N, si chiude col tappo di gomma e si agita per 1 min. a mano. Si centrifuga raccogliendo il liquido in una beuta da 200 ml. Al sedimento si aggiungono altri 20 ml di soluzione di KCl, si chiude col tappo di gomma, si provoca la dispersione del suolo e si agita per 1 min.; si centrifuga e si aggiunge il liquido limpido al precedente. Si ripete l'operazione una terza volta. Se il suolo è argilloso si consiglia di eseguire fino a 4 e anche 5 estrazioni.

4.4.3.2 Titolazione dell'acidità di scambio.

I liquidi raccolti, dopo avere aggiunto due gocce di fenolftaleina all'1 per cento, vengono titolati con idrossido di sodio 0,05 N. Durante la titolazione precipita l'ossido idrato di alluminio che può adsorbire l'indicatore; in tal caso si perfeziona il viraggio aggiungendo due gocce di indicatore verso la fine della titolazione.

4.4.3.3 Titolazione dell'alluminio di scambio.

Al liquido della titolazione precedente si aggiungono 10 ml della soluzione di fluoruro sodico che reagisce con l'ossido idrato di alluminio liberando ioni OH^- . Si titola con acido cloridrico 0,05 N finché il colore rosa scompare e la soluzione resta incolore per due minuti.

4.4.4 Calcolo

Si siano consumati A ml nella titolazione con idrossido di sodio 0,05 N e B ml nella titolazione con acido cloridrico 0,05 N. Avremo :

$$\begin{aligned}\text{Acidità di scambio (meq/100 g)} &= A \\ \text{Alluminio di scambio (meq/100 g)} &= B \\ \text{Idrogeno di scambio (meq/100 g)} &= A-B\end{aligned}$$

4.5 DETERMINAZIONE DELLE BASI DI SCAMBIO

4.5.1 Principio

Le basi adsorbite dai colloidali minerali ed organici vengono scambiate mediante un catione, possibilmente non contenuto nel suolo (bario, ammonio, litio) in soluzione tamponata ad un pH stabilito. Poichè con un solo contatto suolo-soluzione i cationi adsorbiti vengono scambiati solo in parte, si pratica la lisciviazione del suolo con aliquote di soluzione scambiante aggiunte una dopo l'altra, aspettando che il suolo sia ben drenato prima dell'aggiunta successiva; nel lisciviato si determinano i cationi passati in soluzione.

In questa determinazione un problema è costituito dalla presenza di sali, siano essi sali solubili contenuti in quantità tale da interferire nei risultati (contenuto in sali solubili superiori a 2 meq/100 g di suolo); siano essi sali poco solubili, come è il caso del gesso nei suoli gessosi, siano essi sali insolubili, come è il caso dei carbonati di calcio e di magnesio nei suoli calcarei.

Metodi sicuri e di applicazione generale che possano risolvere tali difficoltà non ce ne sono: risultati probanti si possono conseguire sia scegliendo il metodo più adatto allo scopo che ci si prefigge, sia mettendo in atto qualche accorgimento. Questi aspetti della questione non saranno presi in considerazione perché esulano dai limiti di questo manuale, e sarà detto soltanto quanto va tenuto presente nelle analisi di routine.

Tra le soluzioni adoperate per lisciviare i cationi di scambio è stata scelta nel metodo consigliato la soluzione normale di acetato ammonico a pH 7,0 perché si adatta a tutti i suoli e presenta molti vantaggi: è costituita da un sale che non interferisce nelle determinazioni dei cationi; l'acetato ammonico è facilmente eliminabile per evaporazione della soluzione; l'ammonio non è contenuto nel suolo in quantità apprezzabile; la NH_4 -argilla che si forma per scambio è ben coagulata e si lascia attraversare agevolmente dalla soluzione rendendo spedita l'operazione di lisciviazione.

Questa soluzione presenta purtroppo l'inconveniente di sciogliere il calcare rendendo così impossibile la determinazione del calcio e del magnesio di scambio nei suoli calcarei.

Dai suoli contenenti calcare anche in piccola quantità la soluzione di acetato ammonico dà un lisciviato che contiene ioni calcio in misura tale da interferire nella determinazione fotometrica del potassio e del sodio. Per ovviare a questo inconveniente viene consigliata, per i suoli calcarei, una soluzione scambiante addizionata di ossalato ammonico in quantità tale da garantire l'insolubilizzazione del calcio nella massa filtrante. Quando si usa questa

soluzione la determinazione del calcio nel lisciviato non può effettuarsi (vedi § 4.5.5).

4.5.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Soluzione scambiante di acetato ammonico N a pH 7,0. In matraccio tarato da 1000 si versano 700 ml di acqua distillata, 57 ml di acido acetico glaciale e 75 ml di ammoniaca concentrata ($d = 0,91$); si porta a segno e si aggiusta il pH a $7,0 \pm 0,1$ mediante aggiunte di acido acetico o di ammoniaca. Si controlla il pH di tanto in tanto ed eventualmente si aggiusta.

Soluzione scambiante di acetato ammonico N a pH 7,0 contenente ossalato ammonico 0,04 N (da usare per i suoli contenenti calcare). In un matraccio tarato da 1000 si versano 700 ml di acqua distillata, 2,5 g di ossalato ammonico $(\text{NH}_4\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ e si prosegue come nel caso precedente.

4.5.3 Metodo

Una quantità di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm, corrispondente a 10,00 g (per i suoli argillosi 5,00 g) di suolo secco in stufa viene versata in un becher da 250 contenente 50 ml della soluzione scambiante prescelta. Si agita e si lascia in riposo almeno 12 ore. Si filtra per decantazione su carta raccogliendo il filtrato in matraccio tarato da 250. Si trasferisce quantitativamente sul filtro la terra con l'aiuto di una spruzzetta riempita con la soluzione e si continua a lisciviare il suolo con porzioni di 30 ml di soluzione, fino a portare a segno il matraccio.

Nel caso che si debba interrompere l'operazione si adatta al gambo dell'imbuto un pezzo di tubo di gomma chiuso ad una estremità da una bacchetta di vetro e si lascia un poco di soluzione a contatto del suolo in modo da evitare che si asciughi.

Il liquido raccolto nel matraccio serve per la determinazione dei cationi di scambio con i metodi descritti a proposito dell'analisi delle acque (Sezione 7.); i risultati vanno espressi in milliequivalenti su 100 g di suolo.

4.5.4 Interpretazione dei risultati ottenuti su suoli salsi

Nel caso di suoli contenenti sali solubili in quantità superiori a 2 meq/100 g va effettuata una correzione tenendo presente che anche i sali solubili

sono lisciviati assieme alle basi di scambio. Pertanto al valore ottenuto per ogni catione deve essere sottratto quello determinato nell'estratto a saturazione (§ 3.7.3).

4.5.5 Interpretazione dei risultati ottenuti sui suoli contenenti calcare

In tal caso il calcio non è determinabile nel lisciviato perché l'uso della soluzione scambiante contenente ossalato ammonico insolubilizza il calcio; il magnesio di scambio è lisciviato ma a questo può aggiungersi quello proveniente dal calcare che lo può contenere. Tuttavia considerando saturo un complesso di scambio in presenza di calcare, la somma Ca + Mg è data dalla capacità di scambio determinata secondo 4.2 detratta della somma degli equivalenti di sodio e potassio scambiabili.

4.5.6 Calcolo della percentuale di saturazione

La percentuale di saturazione va calcolata nel seguente modo :

$$V = \frac{S}{T} \cdot 100$$

dove V=percentuale di saturazione

S=la somma di Na, K, Ca, Mg espressi in meq/100 g

T=la capacità di scambio espressa in meq/100 g.

Il valore di S si può ricavare anche sottraendo da T l'acidità di scambio.

4.6 DETERMINAZIONE DEL FABBISOGNO IN CALCE

4.6.1 Principio

Può essere conveniente innalzare la reazione dei suoli acidi (pH < 5,5) allo scopo di rendere il suolo adatto ad un maggior numero di colture. La pratica consiste nell'incorporare al terreno calcare, calce o altro materiale basico i cui quantitativi possono essere calcolati mediante la determinazione del "fabbisogno in calce".

Il metodo si basa sul trattamento di un campione di suolo con soluzioni a concentrazione crescente di idrossido di calcio e sul calcolo del fabbisogno in calce in base alle variazioni di pH riscontrate nelle torbide ottenute.

4.6.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Provettoni da 100 ml con tappo di gomma.

Buretta a riempimento automatico da 50 o da 100 ml (divisione 1/10).

Soluzione di idrossido di calcio satura. Si versano 10 g di $\text{Ca}(\text{OH})_2$ in 4 litri di acqua distillata e si lasciano in contatto 1 giorno agitando di frequente. Si sifona la soluzione limpida raccogliendola nel serbatoio della buretta che deve essere protetto dall'anidride carbonica dell'aria.

4.6.3 Metodo

In sei provettoni, contenenti ciascuno 10 g di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm, si aggiungono 0, 10, 20, 30, 40 e 50 ml della soluzione di idrossido di calcio e infine acqua distillata esente da anidride carbonica fino a volume di 50 ml; si tappa, si agita 15 minuti su un agitatore sbattitore e si lascia a sé per tre giorni con agitazione occasionale. Si agita nuovamente 15 minuti sull'agitatore sbattitore, si lascia riposare 30-60 minuti e si determina il pH di ogni campione. Si titolano infine 50 ml della soluzione di idrossido di calcio con acido cloridrico 0,1 N e si determina la concentrazione in milliequivalenti/litro.

4.6.4 Calcolo

Si pongono in diagramma i millilitri di soluzione di idrossido di calcio aggiunti contro i valori dei pH determinati nelle sei prove e dal grafico si ricava il numero V di millilitri di soluzione che bisognerebbe aggiungere per portare i 10 g di suolo al valore di pH desiderato. Avremo allora :

$$\begin{aligned} \text{fabbisogno in calce (kg/ha)} &= 11,1 \text{ cV di idrossido di calcio} \\ &= 15 \text{ cV di carbonato di calcio} \end{aligned}$$

dove c è la concentrazione della soluzione di idrossido di calcio espressa in milliequivalenti/litro.

Nel calcolo si è considerato di effettuare la correzione per uno strato di 25

cm e si è attribuito il peso di 30.000 quintali ad un ettaro.

Nella pratica conviene somministrare anche il doppio del valore trovato in laboratorio perché la neutralizzazione in campo è meno efficace.

4.7 DETERMINAZIONE DEL FABBISOGNO IN GESSO

4.7.1 Principio

Può essere utile correggere i suoli contenenti sodio di scambio in quantità tali da determinare cattive condizioni strutturali (superiore al 15 per cento della capacità di scambio). La correzione viene effettuata mediante somministrazione di gesso agricolo (che sposta il sodio dal complesso di scambio sostituendolo con calcio) seguita da irrigazione e drenaggio che allontanano dal suolo il solfato di sodio.

Per calcolare il fabbisogno in gesso si tratta un campione di suolo con un eccesso di soluzione di solfato di calcio e si valuta la quantità di calcio trattenuta.

4.7.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Soluzione satura di solfato di calcio. Si agitano 5 g di $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ con un litro di acqua distillata per almeno un'ora, si lascia in riposo per una notte e si filtra. La concentrazione in calcio deve essere contenuta tra 28 e 30 meq/litro.

Reattivi per la determinazione del calcio: come descritto in 7.5.2.

4.7.3 Metodo

5,0 g di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm si pongono in beuta da 200 e si aggiungono 100 ml di soluzione satura di solfato di calcio. Si tappa e si agita su un agitatore sbattitore per 30 minuti; quindi si filtra raccogliendo il filtrato in un'altra beuta da 200.

Su 20 ml del liquido filtrato si procede alla determinazione di Ca+Mg per titolazione con EDTA 0,02 N come descritto in 7.5.3.1. Con lo stesso metodo si titolano parallelamente 20 ml di soluzione satura di solfato di calcio.

4.7.4 Calcolo

Siano A i millilitri di EDTA 0,02 N consumati nella titolazione dei 20 ml di soluzione satura di solfato di calcio e B i millilitri consumati nella titolazione dei 20 ml di filtrato. Avremo :

$$\text{fabbisogno in gesso (kg/ha)} = 5160 (A-B)$$

considerando il peso di un ettaro di suolo come già visto a 4.6.4.

SEZIONE 5: GLI ELEMENTI ASSIMILABILI

5.1 CONSIDERAZIONI GENERALI

La quantità totale di un elemento macro o micronutritivo presente nel suolo non sempre costituisce una misura del suo livello di fertilità rispetto a quell'elemento; più aderente alla realtà sarebbe il poter determinare la frazione dell'elemento nutritivo che il suolo può mettere a disposizione dell'assorbimento radicale.

Data la difficoltà di riprodurre in laboratorio sia le condizioni che in natura regolano la solubilizzazione degli elementi nutritivi sia i meccanismi che ne favoriscono l'assorbimento radicale, si ricorre all'uso di reattivi che mobilizzano dalla fase solida una frazione dell'elemento e ne permettono il dosaggio. I risultati così ottenuti consentono di formulare un giudizio almeno in termini di povertà, di dotazione media o di ricchezza.

Pertanto i metodi di estrazione delle frazioni "assimilabili" sono standardizzati, e l'analista dovrà rispettare tutto quanto previsto dal procedimento di preparazione del campione e della successiva estrazione, mentre la determinazione dell'elemento nell'estratto può essere effettuata con i metodi più adatti alle possibilità del laboratorio. Si deve precisare inoltre che se si seguono i metodi di determinazione qui consigliati, un risultato al limite inferiore delle possibilità analitiche del metodo è già indizio di estrema povertà del suolo nell'elemento in questione, e quindi non è assolutamente necessario ripetere la determinazione su una quantità maggiore di estratto, né tanto meno (e questo sarebbe errato), ripetere l'estrazione aumentando il rapporto suolo/soluzione al fine di portare

all'analisi quantità dosabili dell'elemento.

Gli elementi assimilabili vengono determinati in piccole quantità ed è necessario quindi mettersi al riparo da ogni contaminazione sia prima che durante l'analisi; i prodotti chimici devono essere ad alto grado di purezza e se si opera in zone industriali bisogna evitare ogni inquinamento da fumi o da pulviscolo atmosferico sia durante la preparazione delle soluzioni che durante le operazioni analitiche.

5.2 ESTRAZIONE E DETERMINAZIONE DEI FOSFATI ASSIMILABILI CON SOLUZIONE DI BICARBONATO SODICO (OLSEN E AL.)

5.2.1 Principio

Questo metodo si adatta ai suoli calcarei perché la soluzione alcalina di bicarbonato provoca una diminuzione della concentrazione degli ioni calcio, ferro ed alluminio per precipitazione dei relativi carbonati ed idrossidi, tuttavia può essere usato con tutti i suoli; presenta invece l'inconveniente di provocare talvolta la dissoluzione di sostanza organica dando estratti che devono essere decolorati con carbone attivo.

La determinazione del fosfato viene eseguita per spettrofotometria del complesso blu ottenuto per riduzione con acido ascorbico a caldo, dell'acido fosfomolibdico formato per reazione fra l'acido fosforico ed il molibdato ammonico in soluzione acida. La stabilità del composto e la riproducibilità della reazione cromatica ottenuta in queste condizioni rendono possibile una colorimetria assoluta determinando una tantum un fattore analitico che però è valido esclusivamente per l'apparecchio di misura adoperato.

5.2.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Soluzione estraente di carbonato-bicarbonato sodico 0,5 M a pH 8,5. In 10 l di acqua si sciolgono 420 g di NaHCO_3 , si aggiunge idrossido di sodio 20 per cento (circa 45 ml) fino a portare la soluzione a $\text{pH } 8,5 \pm 0,1$.

Carbone attivo. Si controlla la purezza agitando un'aliquota con la soluzione estraente, si filtra e si verifica se il filtrato contiene fosfato. Se il saggio è positivo si scarta il carbone e si ricorre ad un'altra marca o ad altro grado di

purezza. Se manca tale possibilità si agita il carbone con un volume adeguato della soluzione estraente, si raccoglie per filtrazione e si lava ripetutamente con acqua distillata.

Soluzione di molibdato ammonico. In matraccio tarato da 2000 contenente 500 ml di acqua tiepida si sciolgono 14,4 g di molibdato ammonico in polvere e si raffredda. A parte si versano cautamente ed agitando in 500 ml di acqua, 215 ml di acido solforico concentrato ($d = 1,84$), la soluzione fredda si versa nel matraccio da 2000 ml lentamente e agitando; si raffredda e si porta a segno con acqua distillata. La soluzione va conservata in bottiglia scura.

Soluzione riducente. Soluzione acquosa al 2,5 per cento di acido ascorbico preparata giornalmente.

Soluzione madre di fosfato a 200 mg/litro di P. In matraccio tarato da 1000 contenente 500 ml di acqua si sciolgono 1,1493 g di $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (sale di Sørensen); si porta a segno con acqua distillata.

Soluzione standard di fosfato. Si diluiscono a 1000 ml in matraccio tarato 20 ml della soluzione precedente prelevati con pipetta. Questa soluzione contiene 0,004 mg/ml di fosfato espresso come P.

5.2.3 Metodo

5.2.3.1 Estrazione del fosfato

Una quantità di suolo secco all'aria e setacciata a 2 mm corrispondente a 5,00 g di suolo secco in stufa si porta in beuta da 250, si aggiungono una punta di spatola di carbone attivo e 100 ml di soluzione estraente; si agita in agitatore meccanico per 30 minuti e si filtra su carta. Se la soluzione raccolta dovesse risultare colorata si aggiunge al filtrato altro carbone, si agita e si filtra nuovamente.

5.2.3.2 Determinazione del fattore analitico

In sei matracci tarati da 100 si versano prelevandoli con pipetta 0,5, 10, 15, 20 e 25 ml di soluzione standard di fosfato e si porta con acqua distillata a circa 70 ml. Le prove contengono 0-0,02-0,04-0,06-0,08 e 0,10 mg di P. Si agita, si fanno cadere nelle soluzioni agitando (e non lungo la parete) 20 ml di soluzione di molibdato e 2 ml della soluzione riducente. Si pongono i matracci in un bagnomaria bollente per 30 min., si lasciano raffreddare, si portano a segno con acqua distillata e si misura l'estinzione a 650 nm contro la prova in bianco. Si calcolano i fattori analitici nel seguente modo.

$$A = \frac{c \cdot s}{E}$$

dove

A è il fattore analitico

c è la concentrazione in mg P/100 ml

s è lo spessore della vaschetta in cm

E è l'estinzione

Se i cinque fattori concordano alla seconda decimale si calcola il valore medio; altrimenti si ripete la determinazione.

5.2.3.3 Determinazione del fosfato

In un matraccio tarato da 100 ml si portano 50 ml del filtrato (§ 5.2.3.1) ed in un altro si portano 50 ml della soluzione estraente. Si aggiungono cautamente e agitando 1,5 ml di acido solforico conc. (d= 1,84) e si agita ancora fino a cessazione dell'effervescenza. Si aggiungono quindi 20 ml di acqua distillata, si fanno cadere nella soluzione agitando (e non lungo la parete) 20 ml di soluzione di molibdato e 2 ml della soluzione riducente. Si pongono i matracci in un bagnomaria bollente per 30 min., si lasciano raffreddare, si portano a segno con acqua distillata e si misura l'estinzione a 650 nm contro la prova in bianco.

5.2.4 Calcolo

$$\text{Fosfato assimilabile (P in mg/kg)} = 400 A \frac{E}{s}$$

dove

A=fattore analitico (vedi § 5.2.3.2)

E=estinzione

s =spessore della vaschetta in cm

Per esprimere il risultato come P₂ O₅ si moltiplica per 2,29.

5.3 ESTRAZIONE E DETERMINAZIONE DEI FOSFATI ASSIMILABILI CON SOLUZIONE DI ACIDO SOLFORICO (TRUOG).

5.3.1 Principio

Questo metodo non è adatto all'analisi dei suoli calcarei ma è largamente adoperato per l'analisi dei suoli acidi soprattutto se l'estrazione viene effettuata su campione appena prelevato. Ha il vantaggio di dare estratti non colorati che possono essere sottoposti direttamente alla determinazione colorimetrica.

5.3.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Soluzione estraente di acido solforico 0,002 N contenente solfato potassico. In matraccio tarato da 1000 si sciolgono in acqua distillata 3,0 g di K_2SO_4 quindi si aggiungono 20 ml di soluzione di acido solforico 0,10 N prelevati con una pipetta. Si porta a volume con acqua distillata.

Soluzione di molibdato ammonico (vedi § 5.2.2).

Soluzione riducente (vedi § 5.2.2).

Soluzione madre di fosfato (vedi § 5.2.2).

Soluzione standard di fosfato (vedi § 5.2.2).

5.3.3 Metodo

Una quantità di suolo secco all'aria e setacciato a 0,5mm corrispondente a 1,000 g di suolo secco in stufa viene versata in 100 ml di soluzione estraente contenuti in una beuta da 250. Si agita in agitatore meccanico per 30 min., si filtra nel più breve tempo possibile e si procede alla determinazione del fosfato. Si prelevano 50 ml di filtrato e si versano in matraccio tarato da 100 e si prosegue come al § 5.2.3.3 a partire da "Si aggiungono quindi 20 ml di acqua. . .". La prova in bianco viene fatta su 50 ml di soluzione estraente.

5.3.4 Calcolo

$$\text{Fosfato assimilabile (P in mg/kg)} = 2000 A \frac{E}{s}$$

dove

A=fattore analitico (vedi § 5.2.3.2)

E=estinzione

s= spessore della vaschetta in cm

Per esprimere il risultato come $P_2 O_5$ si moltiplica per 2,29.

5.4 ESTRAZIONE E DETERMINAZIONE DEL POTASSIO ASSIMILABILE

5.4.1 Principio

Il potassio adsorbito sui colloidi del suolo è disponibile per la nutrizione radicale e pertanto il potassio assimilabile è costituito dal potassio scambiabile e dal potassio solubile in acqua.

Quando la determinazione dei cationi scambiabili e dell'estratto acquoso non vengono richiesti, il potassio assimilabile può essere determinato direttamente trattando il campione di suolo con soluzione di acetato ammonico 1 N a pH 7. Quando è possibile la determinazione va fatta su campione appena prelevato.

5.4.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Soluzione estraente di acetato ammonico a 1N pH 7,0; la stessa preparata al par. 4.5.2.

Le stesse apparecchiature e gli stessi reattivi riportati al § 7.7.2 tenendo presente però di preparare soluzioni standard di cloruro potassico contenenti 20 ml di acetato ammonico 1N in 100 ml.

5.4.3 Metodo

In una beuta da 250 si trasferisce una quantità di suolo umido (oppure secco all'aria e setacciato a 2 mm) corrispondente a 5,00 g di suolo secco in stufa; si aggiungono 100 ml di soluzione estraente, si agita meccanicamente per due ore e si filtra. In matraccio tarato da 100 si versano, prelevandoli con pipetta, 20 ml di filtrato, si porta a segno con acqua e si determina il potassio per fotometria di fiamma come è indicato al par. 7.7.

5.4.4 Calcolo

Se A è la concentrazione in potassio in mg/litro determinata secondo 7.7.6 si avrà :

$$\text{Potassio assimilabile (K in mg/kg)} = 100 A$$

Per avere il risultato in K_2O si moltiplica per 1,2.

5.5 ESTRAZIONE E DETERMINAZIONE DEL FERRO ASSIMILABILE

5.5.1 Principio

Il ferro assimilabile viene estratto trattando il campione di suolo con soluzione di acetato ammonico 1 N a pH 4,8. La determinazione va eseguita su campione appena prelevato, le operazioni analitiche vanno effettuate il più celermente possibile.

Il ferro si determina con o-fenantrolina direttamente sull'estratto; nel caso di suoli calcarei può essere necessario correggere il pH dell'estratto prima di effettuare la reazione colorimetrica.

5.5.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Soluzione estraente di acido acetico-acetato ammonico 1 N. In 500 ml di acqua contenuti in matraccio tarato da 1000 si aggiungono 120 ml di acido acetico glaciale e 75 ml di soluzione di ammoniaca conc. ($d=0,91$), si raffredda e si porta a volume. Si controlla che il pH sia compreso fra 4,6 e 4,8.

Carbone attivo esente da ferro.

Idrossilammina cloridrato soluzione al 10 per cento.

Soluzione di o-fenantrolina. Si sciolgono a caldo 0,25 g di o-fenantrolina in 100 ml di acqua distillata.

Acido acetico 5 N circa. Si portano ad un litro con acqua distillata 300 ml di acido acetico glaciale.

Soluzioni standard di ferro ferroso contenenti 500 mg/litro e 50 mg/litro di Fe (vedi § 3.6.2).

5.5.3 Metodo

In una beuta da 100 si pongono 10.0 g di suolo prelevato di fresco, si aggiungono 50 ml di soluzione estraente, si agita meccanicamente per 30 min. facendo attenzione allo sviluppo di CO₂ se il suolo è calcareo e si filtra; se il filtrato è colorato si decolora con carbone attivo. Parallelamente si determina l'umidità. 10 ml del filtrato si trasferiscono in matraccio tarato da 50; se il pH è superiore a 4,8 (suoli calcarei) si aggiungono 2 ml di soluzione di acido acetico 5 N. Contemporaneamente si preparano 5 matracci tarati da 50 nei quali si trasferiscono 10 ml di soluzione estraente e 0-1-2-3 e 4 ml di soluzione standard contenente 50 mg/litro di Fe per ottenere soluzioni contenenti 50, 100, 150 e 200 μg di Fe. Si aggiungono ai matracci 2 ml di soluzione di cloridrato di idrossilammina e 2 ml di soluzione o-fenantrolina e si porta a segno. Si lascia in riposo per 30 min. e si effettua la misura fotometrica a 508 nm contro lo zero. Si sottrae la prova in bianco. Se la colorazione della soluzione è troppo debole si ripete la prova con 40 ml di filtrato.

5.5.4 Calcolo

Da una curva costruita mediante i dati ottenuti dalle soluzioni standard si ricava la quantità di ferro (in microgrammi) contenuta nell'estratto. Indicando con A questa quantità si avrà :

a) per l'analisi condotta su 10 ml di estratto

$$\text{Ferro assimilabile (Fe in mg/kg)} = 0,5 A f_s$$

b) per l'analisi condotta su 40 ml di estratto

$$\text{Ferro assimilabile (Fe in mg/kg)} = 0,125 A f_s$$

dove f_s è il fattore del § 1.2.5.

5.6 ESTRAZIONE E DETERMINAZIONE DEL MANGANESE ASSIMILABILE E DEL MANGANESE ATTIVO

5.6.1 Principio

L'estrazione del manganese deve essere effettuata su campione appena prelevato. L'estrazione con acetato ammonico 1 N a pH 7 porta in soluzione il manganese solubile in acqua ed il manganese scambiabile: la somma di queste frazioni è definita "manganese assimilabile". L'acetato ammonico 1 N a pH 7 contenente lo 0,2 per cento di idrochinone solubilizza anche ossidi idrati facilmente riducibili, e il manganese così estratto viene definito "manganese attivo". Il metodo descritto permette di operare la determinazione preferita scegliendo la soluzione estraente adatta.

Il manganese è determinato spettrofotometricamente come permanganato dopo ossidazione con periodato potassico in ambiente acido.

5.6.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Buretta da 25 con divisione 0,05 ml.

Soluzione estraente per il manganese assimilabile: acetato ammonico 1 N a pH 7 preparata come al § 4.5.2.

Soluzione estraente per il manganese attivo: acetato ammonico 1 N a pH 7 con idrochinone. Immediatamente prima dell'uso si sciolgono 2 g di idrochinone in un litro della soluzione precedente.

Soluzione standard di manganese 0,1 mg/ml: in beuta da 250 si sciolgono 0,2877 g di KMnO_4 puro e secco in 100 ml di acqua distillata, si acidifica con 20 ml di acido solforico 1:1, si scalda all'ebollizione e si aggiunge goccia a goccia una soluzione di acido ossalico al 10 per cento fino a decolorazione. Si raffredda, si travasa la soluzione in matraccio tarato da 1000 e si porta a volume con acqua distillata. La soluzione può essere preparata anche con il solfato manganoso: in tal caso in un matraccio tarato da 1000 si sciolgono 0,3077 g di $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (oppure 0,4060 g di $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) in acqua distillata, si aggiunge 1 ml di acido solforico conc. e si porta a volume.

Periodato potassico (KIO_4) solido.

5.6.3 Metodo

In beuta da 500 si portano 25,0 g di suolo appena prelevato, si trattano con 200 ml di soluzione estraente, si agita per 30 minuti e si lascia in riposo per 6 ore; si filtra su carta raccogliendo il filtrato in matraccio tarato da 250, si lava con due porzioni di 20 ml di soluzione estraente e si porta a volume. In un becher da 100 a forma bassa si introducono 25 ml del filtrato, in un altro becher 25 ml di soluzione estraente (prova in bianco) e si evapora a secco su bagnomaria; si lavano le pareti dei becher e si fa evaporare di nuovo; si umetta il residuo con 2 ml di acido solforico conc. e si scalda su bagno di sabbia fino a comparsa di fumi bianchi. Si raffredda, si aggiungono 5 ml di acido nitrico conc. e si porta a secco su bagno di sabbia. Questo trattamento deve essere sufficiente a decomporre la sostanza organica altrimenti va ripetuto. Si riprende il residuo con 25 ml di acqua.

Si preparano gli standard versando dalla buretta in 6 becher da 100 ml 0,0,5-1,0-1,5-2,0-2,5 ml della soluzione standard di manganese e completando in ognuno il volume a 25 ml con acqua distillata. Gli standard contengono rispettivamente 0-50-100-150-200 e 250 μ g di Mn. Si aggiungono 5 ml di acido fosforico 85 per cento, circa 0,3 g di periodato potassico solido, si porta all'ebollizione, si lascia digerire su bagnomaria bollente per 10 min. e quindi si raffredda. Si trasferiscono le soluzioni in matracci tarati da 50 ml, si portano a volume con acqua distillata e si effettua la lettura fotometrica a 530 nm contro lo zero. Si sottrae la prova in bianco.

5.6.4 Calcolo

Da una curva costruita mediante i dati ottenuti dalle soluzioni standard si ricava la quantità di manganese in microgrammi nell'estratto. Indicando con A questa quantità avremo :

$$\text{Manganese assimilabile o attivo (Mn in mg/kg)} = 0,4 A f_s$$

dove f_s è il fattore del § 1.2.5.

5.7 ESTRAZIONE E DETERMINAZIONE DEI BORATI ASSIMILABILI

5.7.1 Principio

Il boro assimilabile si estrae con acqua all'ebollizione per cinque minuti. Estratti limpidi si ottengono con una soluzione di cloruro di magnesio che non ha influenza sulla solubilità del borato.

La determinazione del borato è basata sulla fotometria del composto blu che si ottiene da acido borico e acido carminico.

5.7.2 Apparecchiature e reattivi particolari

La vetreria ed i recipienti devono essere in vetro esente da boro; alcune resine sintetiche assorbono lo ione borato e pertanto i recipienti costituiti di questo materiale non sono adatti alla conservazione delle soluzioni standard.

Beute da 100 ml a collo smerigliato con tappo munito di canna refrigerante a ricadere.

Soluzione estraente. In un litro di acqua distillata sciogliere 2 g di $MgCl_2 \cdot 6H_2O$.

Calcio idrossido: soluzione satura.

Acido cloridrico 0,5 N circa. Si portano ad un litro 44 ml di acido cloridrico conc. ($d = 1,18$).

Acido carminico: 25 mg di acido carminico si sciolgono in 100 ml di acido solforico conc.

Soluzione concentrata di acido borico contenente 500 mg/litro di boro. Si sciolgono g 2,8597 di H_3BO_3 in 1000 ml di acqua distillata.

Soluzione diluita di acido borico contenente 50 mg/litro. 25 ml della precedente soluzione si diluiscono a 250.

Soluzioni standard di acido borico contenenti 1, 2, 3, 4, 5 mg di B/litro rispettivamente. In cinque matracci tarati da 250 si prelevano con una buretta 5, 10, 15, 20 e 25 ml della soluzione diluita di acido borico contenente 50 mg litro e si porta a volume.

5.7.3 Metodo

Una quantità di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm corrispondente a 25 g di suolo secco in stufa si versa in beuta da 100 e si aggiungono 50 ml di

soluzione estraente; si chiude la beuta con la canna refrigerante, si porta all'ebollizione che si mantiene per cinque minuti, si raffredda rapidamente e si filtra su carta. Parallelamente si effettua una prova in bianco.

In beute da 50 si trasferiscono 2 ml della prova in bianco, 2 ml dell'estratto e 2 ml di ciascuna delle cinque soluzioni standard contenenti rispettivamente 2, 4, 6, 8 e 10 μ g di B. Si aggiunge ad ogni beuta una goccia di acido cloridrico conc. e lentamente 10 ml di acido solforico conc. agitando e raffreddando sotto un getto d'acqua; si aggiungono 10 ml di soluzione di acido carminico, si raffredda e si lascia in riposo un'ora. Si effettua la lettura fotometrica a 585 nm entro quattro ore.

Se la colorazione ottenuta sull'aliquota di estratto è debole si concentra l'estratto nel modo seguente :

In capsula di porcellana si pongono 20 ml di estratto, si aggiungono 5 ml di soluzione satura di idrossido di calcio e si evaporano a secco su bagnomaria. Si riprende il residuo con 4 ml di soluzione di acido cloridrico 0,5 N agitando, e si separa la parte insolubile per centrifugazione. Si prelevano per l'analisi 2 ml della soluzione limpida.

5.7.4 Calcolo

Da una curva costruita con i valori delle letture spettrofotometriche ottenuti dalle soluzioni standard si calcolano i microgrammi di boro nell'aliquota portata all'analisi.

Sia A questa quantità, si avrà :

a) se non è stata effettuata la concentrazione

$$\text{Borato assimilabile (B in mg/kg)}=A$$

b) se è stata effettuata la concentrazione

$$\text{Borato assimilabile (B in mg/kg)}=0,2 A.$$

5.8 ESTRAZIONE E DETERMINAZIONE DEL RAME

5.8.1 Principio

L'estrazione con acetato ammonico 1 N a pH 4,8 porta in soluzione solo le forme di rame facilmente mobilizzabili.

La determinazione del rame viene effettuata per fotometria della soluzione in tetracloruro di carbonio del complesso colloidale bruno che il rame forma con dietilditiocarbammato sodico. L'interferenza del Fe, Mn, Ca e Ni viene evitata complessando questi elementi con EDTA in soluzione ammoniacale.

5.8.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Imbuti separatori da 100 ml.

Soluzione estraente: acetato ammonico-acido acetico 1N a pH 4,8. La stessa preparata al § 5.5.2.

Etilendiamminotetracetato di ammonio. Si versano 30 g di acido etilendiamminotetracetico in circa 250 ml di acqua distillata contenuti in matraccio tarato da 1000 e si aggiunge una soluzione di ammoniaca 5 N prelevata da una buretta fino a completa dissoluzione dell'acido (sono necessari circa 40 ml). Si controlla che il pH sia prossimo a 4 e si porta a volume.

Citrato d'ammonio al 10 per cento. Si sciolgono 50 g di citrato triammonico in acqua distillata e si porta a 500 ml.

Dietilditiocarbammato sodico 1 per cento in acqua.

Ammoniaca 5 N circa. Diluire 1:1 l'ammoniaca concentrata ($d = 0,89$).

Rosso cresolo 0,1 per cento in etanolo.

Soluzione concentrata di rame contenente 500 mg Cu/litro. Si sciogliono 1,9647 g di $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ in circa 500 ml di acqua distillata contenuti in matraccio tarato da 1000. Si aggiungono 20 ml di acido cloridrico o di acido solforico 5 N e si porta a volume.

Soluzione standard contenente 5 mg/litro di Cu. Si diluiscono 5 ml della soluzione precedente a 500 ml.

5.8.3 Metodo

Una quantità di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm corrispondente a

10,0 g di suolo secco in stufa viene versata agitando in una beuta da 200 contenente 50 ml della soluzione estraente. Si agita per 3 ore con agitatore meccanico (facendo attenzione allo sviluppo di CO₂ se il suolo è calcareo) e si filtra su carta.

In un imbuto separatore da 100 si introducono 25 ml del filtrato; contemporaneamente si preparano la prova in bianco e le prove per la curva standard introducendo 0, 1, 2, 3, 4 e 5 ml della soluzione standard di rame a 5 mg/litro in sei imbuti separatori contenenti 25 ml ciascuno di soluzione estraente. Le prove contengono rispettivamente 0, 5, 10, 15, 20 e 25 µg di Cu. Agli imbuti si aggiungono 10 ml di soluzione di EDTA ammonico, 10 ml di soluzione di citrato ammonico, si agita, quindi si aggiungono una o due gocce di rosso cresolo e infine la soluzione di ammoniaca 5 N goccia a goccia fino a viraggio dell'indicatore al rosso (pH 8,5). Da questo punto in poi bisogna operare in ambiente non troppo luminoso oppure alla luce artificiale. Si aggiunge 1 ml della soluzione di dietilditiocarbammato sodico e 10 ml di tetracloruro di carbonio, si agita bene per 3 min., si lascia in riposo per favorire la separazione delle due fasi e si raccoglie la fase organica nella vaschetta dello spettrofotometro scartando eventualmente le prime gocce. Si effettua la lettura spettrofotometrica a 440 nm contro la prova in bianco.

5.8.4 Calcolo

Da una curva costruita con i valori delle letture spettrofotometriche eseguite con le soluzioni standard si calcolano i microgrammi di rame nei 25 ml di estratto del terreno.

Sia A questa quantità : si avrà

$$\text{Rame assimilabile (Cu in mg/kg)} = 0,2 A.$$

5.9 ESTRAZIONE E DETERMINAZIONE DELLO ZINCO

5.9.1 Principio

Lo zinco viene estratto mediante soluzione di acetato ammonico-acido acetico a pH 4,8 e viene determinato per fotometria del complesso con ditzone in condizioni di pH controllate dallo stesso estraente e in presenza di un agente complessante che evita le interferenze di Cu, Co, Ni, Pb; nel caso dei suoli

calcarei occorre riportare la reazione dell'estratto a pH 4,8 prima della determinazione.

5.9.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Imbuti separatori da 50 ml.

Soluzione estraente: soluzione di acetato di ammonio-acido acetico 1 Na pH 4,8 : la stessa preparata al § 5.5.2.

Soluzione di ditizone in tetracloruro di carbonio al 0,001 per cento. Si prepara una soluzione di ditizone in tetracloruro di carbonio allo 0,1 per cento che si può conservare in frigo: al momento dell'uso si diluisce 1:10 e un'aliquota di questa si diluisce 1 a 10.

Soluzione di tiosolfato sodico $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ al 25 per cento.

Soluzione di acido acetico 5 N (preparata come al § 5.5.2).

Soluzione concentrata contenente 500 mg/litro di zinco. In matraccio tarato da 1000 si sciolgono 0,6224 g di ossido di zinco puro e calcinato a 600°C in 5 ml di HCl 5 N e si porta a segno con acqua distillata.

Soluzione standard contenente 1 mg/litro di Zn. Si diluiscono 10 ml della soluzione precedente a 100 ml. Si portano 5 ml di questa soluzione a 250 ml con acqua distillata.

5.9.3 Metodo

In una beuta da 200 contenente 50 ml della soluzione estraente si versa una quantità di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm corrispondente a 10,0 g di suolo secco in stufa, si agita meccanicamente per 3 ore (facendo attenzione allo sviluppo di CO_2 se il suolo è calcareo) e si filtra su carta.

In un imbuto separatore da 50 si portano 5 ml del filtrato, si aggiungono 5 ml di acqua distillata e, soltanto se il suolo contiene calcare, 1 ml di acido acetico 5 N; in sei imbuti separatori si preparano la prova in bianco e gli standard aggiungendo a ciascuno 5 ml di soluzione estraente, indi rispettivamente 0, 2, 4, 6, 8 e 10 ml della soluzione standard contenente 1 mg litro di zinco e infine il complemento a 10 ml di acqua distillata. A ciascuno degli imbuti si aggiunge 1 ml della soluzione di tiosolfato sodico, si agita e si aggiungono 10 ml misurati esattamente della soluzione di ditizone 0,001 per cento: si agita per 1 minuto, si lasciano separare le due fasi, e si raccoglie la fase organica nella vaschetta dello spettrofotometro scartando eventualmente le prime gocce. Si effettua la lettura fotometrica a 535 nm contro la prova in bianco.

5.9.4 Calcolo

Dalla curva costruita con i valori delle letture spettrofotometriche eseguite con le soluzioni standard si calcolano i microgrammi di zinco nell'aliquota di estratto portata all'analisi. Sia A tale quantità: si avrà

$$\text{Zinco assimilabile (Zn in mg/kg)} = A$$

5.10 ESTRAZIONE E DETERMINAZIONE DEL MOLIBDENO

5.10.1 Principio

Il molibdeno viene estratto per trattamento con soluzione di ossalato ammonico-acido ossalico a pH 3,3 e viene determinato fotometricamente come complesso con solfocianato previa riduzione con cloruro stannoso da Mo (VI) a Mo (V).

5.10.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Imbuti separatori cilindrici da 100 ml con gambo di 1 cm e segno corrispondente al volume di 45 ml circa.

Acido cloridrico 6 N circa. Si diluisce 1:1 l'acido cloridrico concentrato ($d = 1,18$).

Cloruro stannoso. Si sciolgono 40 g di $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in 10 ml di acido cloridrico conc. scaldando leggermente e si porta a 100 ml con acqua distillata. Si conserva in bottiglia scura e in frigorifero.

Sodio solfocianato (si può impiegare anche il sale potassico o ammonico) *
Si sciolgono 30 g di NaCNS in acqua distillata e si porta la soluzione a 100 ml.

Solfato ferroso. Si diluiscono a 250 ml 5 ml della soluzione preparata al §, 3.3.2.

Nitrato sodico 5 N circa. Si sciolgono 42,5 g di NaNO_3 in acqua distillata e si porta la soluzione a 100 ml.

Miscela solvente. Si mescola un volume di alcool isoamilico con un volume di tetracloruro di carbonio.

Soluzione estraente. Ossalato ammonico-acido ossalico a pH 3,3. In matraccio tarato da 1000 contenente circa 900 ml di acqua distillata si sciolgono 24,9 g di $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ e 12,6 g di $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; si aggiusta il pH a 3,3 con

ammoniaca o con acido ossalico aggiunti a piccole porzioni e si porta a volume.

Soluzione standard di molibdeno. In matraccio tarato da 1000 si trattano 0,1500 g di MoO_3 (calcinato preventivamente a 450°C) con pochi millilitri di idrossido di sodio al 10 per cento fino a dissoluzione; si diluisce con acqua distillata a circa 500 ml, si rende debolmente acida la soluzione con acido cloridrico diluito e si porta a volume. Questa soluzione contiene 100 mg/litro di Mo. Al momento dell'uso si prepara una soluzione contenente 10 mg/litro di Mo diluendo 10 ml della soluzione precedente a 100.

5.10.3 Metodo

In una beuta da 500 contenente 250 ml di soluzione estraente si versa una quantità di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm corrispondente a 25,0 g di suolo secco in stufa; si agita per 6 ore meccanicamente, si lascia in riposo per una notte e si filtra.

In due capsule di pirex o di porcellana si portano 200 ml del filtrato e 200 ml di soluzione estraente (prova in bianco), si evapora a secco a bagnomaria (1) e si calcina il residuo in muffola a 450°C per 4 ore. Si riprende il residuo con 20 ml di acido cloridrico 6 N, si filtra raccogliendo il filtrato nell'imbutto separatore e si porta il volume con acqua distillata al segno corrispondente a 45 ml.

Si preparano gli standard: in 6 imbuto separatori contenenti 20 ml di acido cloridrico 6 N si versano, prelevandoli con pipette, 0, 1, 2, 3, 4 e 5 ml della soluzione standard contenente 10 mg/litro di Mo e si porta il volume al segno di 45 ml con acqua distillata: le prove contengono rispettivamente 0, 10, 20, 30, 40 e $50\mu\text{g}$ di Mo.

Dopo aver aggiunto ai soli imbuto separatori contenenti la prova in bianco e gli standard 2 ml della soluzione di solfato ferroso, si aggiungono a tutti gli imbuto separatori 3 ml della miscela solvente; si agita evitando di sbattere fortemente, si lascia riposare per 10 minuti e si allontana accuratamente la fase organica. Si aggiungono nell'ordine, agitando dopo ogni aggiunta, 1 ml di nitrato sodico, 1 ml di solfocianato sodico, 1 ml di cloruro stannoso e infine 3 ml esattamente misurati di miscela solvente; si agita capovolgendo ripetutamente gli imbuto separatori, si lascia riposare per 15 minuti, si asciuga bene il gambo dell'imbutto, si raccoglie la fase organica nella vaschetta dello spettrofotometro e si effettua la lettura fotometrica a 470 nm contro la prova contenente zero mg/litro di Mo detraendo il valore letto per la prova in bianco.

(1) In questa operazione i sali risalgono lungo le pareti della capsula; si evita questo inconveniente unguendo leggermente con vaselina o paraffina i bordi della capsula.

5.10.4 Calcolo

Dalla curva costruita con i valori delle letture spettrofotometriche eseguite con le soluzioni standard si calcolano i microgrammi di molibdeno nell'aliquota di estratto portata all'analisi. Sia A tale quantità: si avrà

$$\text{Molibdeno assimilabile (Mo in mg/kg)} = 0,05 A$$

5.11 ESTRAZIONE E DETERMINAZIONE DEL COBALTO

5.11.1 Principio

Il cobalto si estrae con soluzione di acido acetico a pH 2,5 e la determinazione fotometrica si effettua sul complesso con sale nitroso R; la maggior parte degli elementi metallici interferenti si separa per estrazione con soluzione di ditizone.

5.11.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Becker da 25 ml tarati a 10 ml

Acqua bidistillata

Acido cloridrico 0,1 N circa: 8,5 ml di acido cloridrico conc. ($d = 1,18$) vengono portati a 1000 ml.

Soluzione di ditizone (difenilditiocarbazone) allo 0,01 per cento in tetracloruro di carbonio. Si conserva in bottiglia scura e in frigorifero.

Citrato ammonico 0,5 N: Si sciolgono in acqua 105 g di acido citrico e si alcalinizzano con ammoniaca concentrata ($d = 0,88$) fino a pH 8,5-8,7; si porta questa soluzione ad un litro con acqua distillata. La soluzione si lava in imbuto separatore con 50 ml della soluzione di ditizone e poi più volte con porzioni di 20 ml di tetracloruro di carbonio.

Soluzione di ammoniaca 0,02 N circa. In un litro di acqua distillata si versano 3 ml di ammoniaca conc. ($d = 0,88$).

Acido citrico 0,2 M circa. Si sciolgono 4,2 g di acido citrico in 100 ml di acqua distillata.

Soluzione tampone fosfato-borica. Si sciolgono in 700 ml di acqua distillata 6,2 g di acido borico e 36,5 g di fosfato disodico $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; si

aggiungono 20 g di idrossido di sodio solido e si porta il volume a 1000 ml.

Sale nitroso R (sale sodico dell'acido 1-nitroso-2-naftol-3,6- disolfonico) 0,2 per cento in soluzione acquosa (da conservare al buio). La soluzione è stabile per alcuni mesi.

Rosso cresolo: si sciolgono 0,04 g di sale in 100 ml di acqua distillata contenente 2,8 ml di idrossido di sodio 0,1 N.

Soluzione estraente: acido acetico 0,5 N circa: si portano a 1000 ml con acqua distillata 30 ml di acido acetico glaciale.

Soluzione concentrata di cobalto contenente 100 mg/litro di Co. In matraccio tarato da 1000 contenente 500 ml di acqua bidistillata si sciolgono 0,404 g di cloruro di cobalto ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$); si aggiungono 10 ml di acido cloridrico e si porta a volume con acqua bidistillata.

Soluzioni standard di cobalto. In matracci tarati da 250 si pongono rispettivamente 1, 2, 3, 4 e 5 ml della soluzione concentrata di Co e si portano a volume con acqua bidistillata: le soluzioni contengono rispettivamente 2, 4, 6, 8 e 10 μg di Co in 5 ml.

5.11.3 Metodo

In una beuta da 500 contenente 250 ml di soluzione estraente si versa una quantità di suolo secco all'aria e setacciato a 2 mm corrispondente a 12,5 g di suolo secco in stufa, si agita per un'ora su agitatore meccanico, si lascia in riposo per una notte e si agita nuovamente per un'ora. Si centrifuga e si prelevano 200 ml di liquido limpido che vengono evaporati a secco su bagnomaria in una capsula di platino o di porcellana; si calcina il residuo a 400-500°C; l'eventuale sostanza organica residua deve essere ossidata trattando il residuo su bagnomaria con acqua ossigenata. Parallelamente si prepara una prova in bianco dei reattivi evaporando in capsula di platino o di porcellana 200 ml di soluzione estraente.

Si riprende il residuo freddo con 20 ml di acido cloridrico 1 N circa e si scalda senza far bollire per 15 minuti, si filtra e si lava con piccole frazioni di acido cloridrico 0,1 N circa raccogliendo circa 50 ml in un imbuto separatore da 100; si aggiungono 10 ml di citrato ammonico, 2-4 gocce di fenolftaleina, si alcalinizza con soluzione di ammoniaca 1:1 fino a colorazione rosa: se si forma precipitato di idrossidi, si aggiunge altro citrato ammonico, pochi millilitri per volta, agitando fino a scomparsa del precipitato. Si aggiungono 10 ml della soluzione di ditizone in tetracloruro di carbonio, si agita, si lascia riposare e si raccoglie la fase organica in un becher da 25 ml con un segno a 10 ml. Si ripete una seconda estrazione con altri 10 ml e se è necessario una terza con 5 ml di soluzione di ditizone fino a quando l'ultimo estratto non assume la colorazione

verde della soluzione di ditizone puro. Gli estratti riuniti sono evaporati su bagnomaria.

Si riprende il residuo con 0,5 ml di acido solforico conc. e 0,5 ml di acido perclorico al 60 per cento e si evapora cautamente su bagno di sabbia; se la soluzione non risulta incolore è necessario aggiungere ancora qualche goccia di acido perclorico. L'evaporazione si protrae fino alla scomparsa di fumi bianchi evitando accuratamente un surriscaldamento del residuo. Si riprende il residuo a freddo con 5 ml di acqua bidistillata.

Si preparano gli standard versando in 6 becher Pirex da 25 ml, con un segno a 10 ml, nel primo 5 ml di acqua bidistillata e negli altri 5 ml di ciascuna delle soluzioni standard: le prove contengono rispettivamente 0, 2, 4, 6, 8 e 10 μg di Co.

Ai becher contenenti l'estratto, la prova in bianco dei reattivi, lo zero e gli standard si aggiunge 1 ml della soluzione di acido citrico 0,2 M, 2 ml della soluzione tampone fosfato-borica e, agitando, 0,5 ml misurati con pipetta, di soluzione di sale nitroso R; si fa bollire per un minuto, si aggiunge 1 ml di acido nitrico conc., si fa bollire ancora per un minuto, si lascia raffreddare al buio e si porta a 10 ml con acqua bidistillata. Si esegue la lettura fotometrica a 420 nm contro la prova zero sottraendo il valore della prova in bianco solo dal valore relativo al campione.

5.11.4 Calcolo

Dalla curva costruita con i valori delle letture spettrofotometriche eseguite con le soluzioni standard si calcolano i microgrammi di cobalto nell'aliquota di estratto portata all'analisi. Sia A tale quantità: si avrà

$$\text{cobalto assimilabile (Co in mg/kg)} = 0,1 A.$$

SEZIONE 6 : DETERMINAZIONI DA ESEGUIRE IN CAMPO

6.1 PREMESSA

Viene richiesto spesso di eseguire alcune determinazioni atte a fornire informazioni che completino i risultati ottenuti in laboratorio. In questa sezione

sono normalizzati i metodi per eseguire la determinazione in campo di alcune caratteristiche fondamentali del suolo.

6.2 DETERMINAZIONE DELLO SCHELETRO

La percentuale di scheletro viene espressa in volume di scheletro/100 volumi di suolo e l'apprezzamento viene fatto "ad occhio" avendo dimostrato l'esperienza che lo scheletro è distribuito nel suolo con una grande variabilità. Per eseguire la determinazione si osservano con attenzione più profili valutando attentamente i materiali estratti durante lo scavo, e la morfologia del profilo.

Un altro metodo consiste nel riportare su carta millimetrata quanto si osserva sulla superficie del profilo riducendo le misure da 10 a 1. Si otterrà così una riproduzione schematica analoga a quelle presentate come esempio nella fig. 6.2; la percentuale in scheletro può rilevarsi dallo schema col planimetro valutando direttamente le aree. Lo schema, completato dal valore analitico relativo, può essere conservato come sussidio visivo per interpretare casi analoghi.

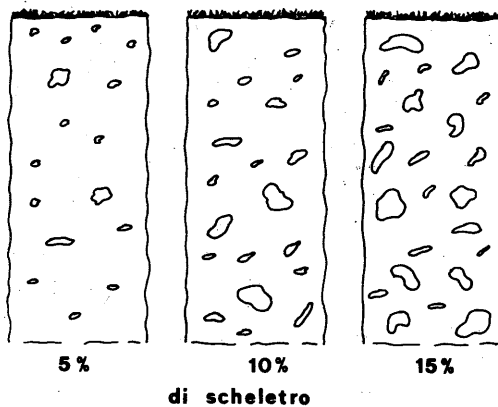


Fig. 6.2

6.3 DETERMINAZIONE DELLA DENSITA' APPARENTE

6.3.1 Principio

La densità apparente viene calcolata come rapporto fra il peso del terreno recuperato dallo scavo di una piccola buca e il volume della buca misurato con sabbia a densità apparente nota.

6.3.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Cono a sabbia. Viene venduto da Ditte specializzate ma si può far costruire da un artigiano secondo le indicazioni della fig. 6.3.

Recipiente cilindrico in vetro comune diam. cm 5 circa, senza beccuccio, di capacità circa 500 ml, di volume previamente tarato.

Sacchetti in plastica resistenti adatti a contenere 2,5 kg circa di sabbia e il terreno recuperato.

Sabbia. La sabbia deve essere scorrevole, non cementata e a granuli arrotondati. Si lava la sabbia a fondo con acqua, e con acido se è necessario,

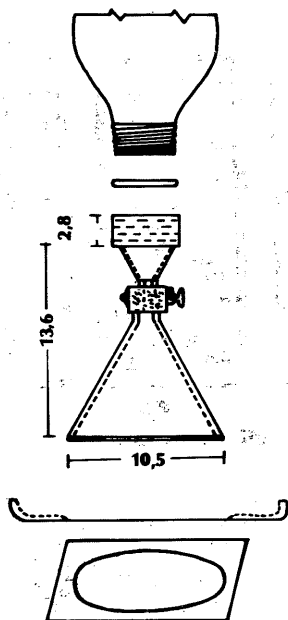


Fig. 6.3

(eliminazione di carbonati o di sali solubili), si asciuga in stufa a 105° C e si scarta per setacciatura tutta la frazione che resta sullo staccio da 2 mm (N° 7 UNI) e tutta la frazione che passa attraverso lo staccio di 75 µm (N° 37 UNI).

Una cazzuolina (lama 10 cm), un coltello, una spatola in metallo, un cucchiaino, un cucchiaino.

Una vanghetta.

6.3.3 Determinazioni preliminari di laboratorio

6.3.3.1 Determinazione della densità della sabbia

Si pesa al decimo di grammo il cilindro; sia A il suo peso; si versa la sabbia nel cilindro facendola scorrere attraverso un imbuto a collo largo fino a riempire completamente il cilindro. Si elimina l'eccesso di sabbia con una lama e si pesa il cilindro pieno al decimo di grammo e sia il suo peso B. La densità apparente della sabbia D_s sarà :

$$D_s = \frac{B - A}{V}$$

dove V è il volume del cilindro in cm^3 .

Si ripete la determinazione 5 volte, si mediano i dati e si dà il valore definitivo con due cifre decimali.

6.3.3.2 Determinazione della costante del cono

Si appoggia il cono su un piano levigato direttamente oppure usando la piastra di base a seconda di come si intende adoperarlo nella determinazione in campo. Si pesano 500,0 g di sabbia e si versano nell'imbuto superiore del cono. Si apre il rubinetto, si aspetta che la sabbia sia defluita riempiendo l'imbuto inferiore, si chiude il rubinetto, si raccoglie senza perdita la sabbia rimasta nell'imbuto superiore e si pesa al decimo di grammo: sia A il suo peso.

La costante del cono K sarà :

$$K = 500,0 - A$$

La costante va determinata ogni volta che si cambia sabbia.

6.3.3.3 Preparazione dei lotti di sabbia

In sacchetti di plastica numerati vengono versati circa 2 kg di sabbia e i sacchetti vengono chiusi accuratamente. Ogni sacchetto viene quindi pesato al decimo di grammo e serve per una determinazione.

6.3.4 Determinazioni in campagna

Si sceglie la postazione per determinare la densità, la superficie viene liberata dalla vegetazione e spianata quanto più possibile servendosi della vanghetta. Se si vuole usare la piastra di base, si adatta questa sulla superficie spianata; se non si vuole usare la piastra, si marca sul suolo il perimetro dell'appoggio del cono.

Nel foro della piastra oppure nel cerchio del perimetro del cono si scava una buca raccogliendo senza perdite il suolo in un sacchetto di plastica e mettendo da parte eventuali elementi di scheletro; in questa operazione ci si aiuterà con la cazzuola, col coltello e con i cucchiaini e si dovrà aver cura di disturbare il meno possibile le pareti della buca. Un volume di 700 ml circa è sufficiente ad una buona determinazione.

Finito lo scavo e recuperato il suolo si chiude il sacchetto (che sarà portato in laboratorio), si mettono nella buca gli elementi dello scheletro, che così non verranno valutati né in peso né in volume; indi si poggia il cono sulla buca, si versa la sabbia nell'imbuto superiore del cono, si apre il rubinetto, si lascia defluire la sabbia, si chiude il rubinetto e si recupera senza perdite la sabbia rimasta nell'imbuto superiore versandola dal cono nello stesso sacchetto che viene chiuso col suo legaccio e portato in laboratorio.

6.3.5 Determinazioni finali in laboratorio

Consistono nel determinare:

6.3.5.1 Peso della sabbia che ha riempito la buca P_s

Si pesa il sacchetto con la sabbia avanzata. Se il suo peso è P_a si avrà

$$P_s = P_i - K - P_a$$

dove

P_i = Peso iniziale del sacchetto di sabbia (§ 6.3.3.3)

K = costante del cono (§ 6.3.3.2).

6.3.5.2 Peso del suolo secco in stufa

Si pesa il suolo raccolto come in 6.3.4, indi, su un'aliquota si determina l'umidità. Il peso secco in stufa P_t sarà

$$P_t = f_A P$$

dove P è il peso di suolo raccolto in campagna ed f_A è il fattore del § 1-2-5.

6.3.6 La densità apparente del suolo D_a sarà

$$D_a = \frac{P_t D_s}{P_s} \quad (\text{in g cm}^{-3})$$

dove P_t è il peso di suolo secco in stufa (§ 6.3.5.2)

D_s è la densità della sabbia (§ 6.3.3.1)

P_s è il peso della sabbia che ha riempito la buca (§ 6.3.5.1)

6.4 DETERMINAZIONE DELLA VELOCITA' DI INFILTRAZIONE

6.4.1 Principio

La velocità di infiltrazione dell'acqua viene misurata in campo rilevando nel tempo la quantità di acqua che penetra nel suolo attraverso un cilindro in metallo di superficie nota. La diffusione laterale dell'acqua percolante dal cilindro è impedita dall'acqua infiltrata da un altro cilindro esterno e concentrico al primo.

La misura può essere effettuata a carico variabile o a carico costante; nelle misure di routine è preferibile il secondo metodo.

6.4.2 Apparecchiature

Infiltrometro. L'apparecchio è in vendita presso ditte specializzate ma può essere costruito da un artigiano secondo lo schema della fig. 6.4: è opportuno che l'area di base del cilindro interno sia di 100 cm^2 ; in tal modo un litro di acqua defluisce attraverso il cilindro è pari a 10 cm di acqua infiltrata. Il cilindro esterno potrà avere un'area di base di circa 1000 cm^2

Serbatoi di alimentazione. Per alimentare il cilindro esterno occorre un serbatoio di 40 litri, per alimentare il cilindro interno è sufficiente un serbatoio da litri 4. Entrambi i serbatoi debbono avere un tappo a tenuta d'aria e nella

parte bassa un regolatore di livello dell'acqua erogata (fig. 6.4). I serbatoi debbono essere forniti di tubi di vetro per poter controllare il livello del liquido; il tubo del serbatoio per l'alimentazione del cilindro interno deve essere graduato per poter leggere alla seconda decimale i litri di acqua erogata.

Un contaminuti atto a misurare esattamente il minuto primo.

Una vanghetta

Una mazza da kg 8

Una piastra di acciaio 13 x 13 x 0,2 cm

Acqua. Per eseguire le prove si consiglia di servirsi dell'acqua che sarà adoperata nell'esercizio irriguo.

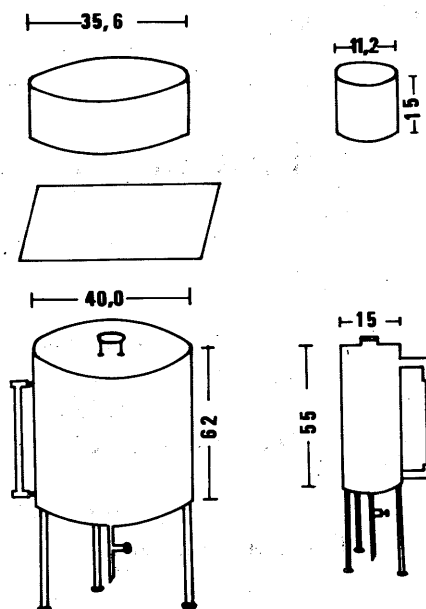


Fig. 6.4

6.4.3 Metodo

Con la vanghetta si prepara una postazione liberando il suolo dalla vegetazione e spianando la superficie. Si dispongono il cilindro esterno ed il cilindro interno in modo che siano concentrici e si infossano i cilindri servendosi della mazza; il cilindro esterno può essere battuto sulla corona superiore in croce ed alternativamente fino ad infossarlo per circa 3 cm; il cilindro interno deve essere infossato fino a circa 10 cm con colpi assestati uniformemente sulla piastra che sarà stata posta sul cilindro. Si dispongono sul posto i serbatoi senza metterli in funzione. Si versano quindi 25 litri di acqua nel cilindro esterno e 2

litri di acqua nel cilindro interno e si aspetta che l'acqua sia defluita; si aprono i serbatoi e appena i regolatori di livello entrano in funzione si legge il livello sull'asta graduata; si fa scattare il contaminuti e si rilegge il livello dopo il tempo prescelto per l'intervallo di lettura. Se l'infiltrazione è rapida (> 12 cm/h) conviene fare la lettura ogni 15 minuti, se l'infiltrazione è lenta (< 2 cm/h) ogni 60 minuti; nei casi intermedi ci si regola di conseguenza.

6.4.4 Calcolo

Con i dati delle letture si calcolano le velocità di infiltrazione istantanee (espresse in cm/ora) da ogni misura di 15 minuti se l'infiltrazione è rapida e da ogni misura di un'ora se l'infiltrazione è lenta; questi valori si portano in grafico in funzione del tempo contato a partire dall'inizio della misura. Si prende in considerazione il valore che si ottiene quando la velocità di infiltrazione tende a stabilizzarsi nel tempo.

SEZIONE 7 : ANALISI DELLE ACQUE PER USO IRRIGUO

7.1 OSSERVAZIONI GENERALI

In questa sezione sono descritti i metodi per le analisi di acque destinate ad uso irriguo. Le determinazioni per accertare eventuale tossicità dovuta ad inquinanti possono essere eseguite secondo i metodi riportati nei trattati specializzati: si cita ad esempio "Metodi analitici per le acque" edito dall'Istituto di Ricerca sulle Acque del C.N.R.

Si consiglia di prelevare un campione di almeno due litri che consente di eseguire tutte le analisi indicate; se il campione deve essere conservato è opportuno aggiungervi alcuni cristalli di timolo. Un campione limpido da sottoporre all'analisi si può ottenere, quando la filtrazione o la centrifugazione non hanno dato risultati, lasciando l'acqua in riposo fino a che si forma uno strato limpido che può essere sifonato con molta precauzione.

7.2 DETERMINAZIONE DEI SOLIDI SOSPESI

7.2.1 Principio

La determinazione della torbidità viene eseguita pesando il residuo solido raccolto su un filtro tarato.

Può accadere che anche con carta a filtrazione lenta si ottenga un filtrato ancora torbido; in questi casi, specie se si tratta di argille sodiche disperse, la chiarificazione del filtrato è impossibile a meno che non si usino candele di porcellana porosa o membrane filtranti. Si ricorre allora alla evaporazione di una aliquota di acqua per raccogliere il residuo dei solidi sospesi e disciolti che viene pesato, e dal valore ottenuto si sottrae il peso dei sali solubili; l'errore che si commette non inficia l'interpretazione dei risultati perché, quando si verifica questo inconveniente, i sali solubili sono contenuti sempre in piccolissime quantità.

7.2.2 Metodo

Con un filtro di carta a filtrazione lenta adattato in un piccolo imbuto, si filtrano circa 20 ml di acqua e si osserva se si ottiene un liquido limpido. Se il filtrato è torbido si ripassa sullo stesso filtro: con questo accorgimento si riesce spesso ad ottenere un liquido limpido e in tal caso si procede secondo 7.2.2.1; in caso contrario si procede secondo 7.2.2.2.

7.2.2.1 Se il liquido torbido è filtrabile

Un filtro di carta a filtrazione lenta del diametro di 11 cm viene posto in pesafiltri a forma alta, essiccato per un'ora in stufa a 105°C e pesato. Si colloca il filtro nell'imbuto e si filtra una quantità nota di acqua sufficiente per raccogliere da 50 a 100 mg di materiale. Se all'inizio dell'operazione il filtrato è torbido si ripassa sul filtro finché diviene limpido. Il filtrato può essere usato per le analisi chimiche e fisiche. Si lascia sgocciolare bene il filtro e lo si trasferisce nel pesafiltri, che si tiene in stufa a 105°C fino a peso costante, si raffredda in essiccatore e si pesa.

7.2.2.2 Se il liquido torbido non è filtrabile

Un'aliquota di acqua, generalmente 100 ml prelevati con una pipetta, viene evaporata in capsula di porcellana tarata. Si secca il residuo a 105°C e si pesa.

7.2.3 Calcolo

Se la determinazione è stata effettuata secondo 7.2.2.1 si ha:

$$\text{solidi sospesi (g/litro)} = \frac{P}{V} 1000$$

dove P è il peso del residuo in grammi

V è il volume di acqua filtrato in millilitri.

Se la determinazione è stata effettuata secondo 7.2.2.2 si ha:

$$\text{solidi sospesi (g/litro)} = \frac{P}{V} 1000 - G$$

dove P è il peso del residuo in grammi

V è il volume di acqua evaporata in millilitri

G è il residuo salino in grammi su litro calcolato dalla conducibilità secondo 7.4.4.

7.3 DETERMINAZIONE DEL pH

7.3.1 Principio

Il pH viene determinato potenziometricamente dopo taratura dell'apparecchio nel campo di misura con soluzioni a pH noto.

Le soluzioni tampone standard per la taratura si trovano in commercio; in caso di necessità possono essere preparate in laboratorio come appresso indicato.

7.3.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Soluzione tampone a pH 9,18 (a 25° C). Si sciolgono 3,81 g di tetraborato sodico $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ in un litro di acqua distillata e decarbonicata; si conserva la soluzione in una bottiglia di polietilene.

Soluzione tampone a pH 7,41 (a 25° C). Si sciolgono in un litro di acqua distillata 1,179 g di ortofosfato monopotassico KH_2PO_4 e 4,302 g di ortofosfato disodico (detto anche sale di Sørensen) $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. La soluzione è stabile chimicamente ma non si conserva a lungo perché tende ad inquinarsi con alghe.

Soluzione tampone a pH 4,62 (a 25° C); in una beuta da 500 ml si versano 100 ml di acido acetico N circa (60 ml di acido acetico glaciale più 940 ml di

acqua distillata) prelevati con una pipetta. Si aggiungono alcune gocce di fenolftaleina e si neutralizza esattamente con soluzione di idrossido di sodio 0,5 N circa; si versano con la stessa pipetta altri 100 ml dello stesso acido acetico e si porta il volume a 500 ml circa con acqua distillata.

7.3.3 Metodo

Si tara il potenziometro con la soluzione tampone adatta al campo di misura previsto; si lavano accuratamente gli elettrodi, si asciugano e si immergono nel campione di acqua. Il valore di pH si legge direttamente sulla scala dello strumento.

7.3.4 Nota

Se si dispone di campione in quantità ridotta si può misurare sulla stessa aliquota prima la conducibilità, poi il pH, ed infine l'aliquota può essere usata per analisi chimiche ad esclusione delle determinazioni del potassio e dei cloruri; infatti il liquido è inquinato da KCl proveniente dall'elettrodo a calomelano.

7.4 DETERMINAZIONE DELLA CONDUCIBILITA'

7.4.1 Principio

La conducibilità specifica (L) di una soluzione è la conduttanza misurata fra elettrodi di 1 cm^2 di superficie posti alla distanza di 1 cm. La conducibilità può essere misurata con celle di caratteristiche diverse: in tal caso dal valore letto all'apparecchio si può calcolare la conducibilità specifica della soluzione mediante un fattore la cui determinazione viene descritta nel § 7.4.2.1. I valori determinati sulle acque e sugli estratti dei suoli sono generalmente bassi e si usa esprimerli in mS/cm a 25°C .

7.4.2 Metodo

7.4.2.1 Determinazione del fattore della cella.

Il risultato delle misure va moltiplicato per il fattore che trasforma il valore letto con quella cella nel valore della conducibilità specifica della soluzione. Tale fattore (oppure la costante della cella che è il suo reciproco) è generalmente riportato sulla cella; in caso contrario, e per eventuale controllo del fattore dopo un uso prolungato della cella, il fattore va determinato nel seguente modo: si misura la conduttanza C di una soluzione a conducibilità specifica nota L . Il fattore K' sarà

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

Alcuni valori per soluzioni standard di KCl sono riportati nella tabella 7.4.1.

Tabella 7.4.1 – Conducibilità elettrica specifica di soluzioni di KCl a diverse temperature (in mS/cm)

Temperatura °C	KCl ₃ 0,100 N	KCl 0,020 N	KCl 0,002 N
15	10,48	2,243	0,239
20	11,67	2,501	0,266
25	12,88	2,765	0,293
30	14,12	3,036	0,321

7.4.2.2 Misura.

La conduttanza C letta all'apparecchio deve essere corretta per la temperatura della soluzione moltiplicandola per il fattore della tabella 7.4.2 che riporta il dato a 25 °C.

Tabella 7.4.2 — Fattori per riportare a 25° C la conducibilità determinata alla temperatura t

t °C	Fattore (F)
5	1,613
10	1,411
15	1,247
20	1,112
25	1,000
30	0,907

7.4.3 Calcolo

Se C è la conduttanza determinata, la conducibilità elettrica specifica a 25 °C sarà :

$$L \text{ (in mS/cm)} = K' C F$$

dove K' è il fattore di correzione della cella (§ 7.4.2.1) ed F è il fattore della tabella 7.4.2.

7.4.4 Nota

Una lieve torbidità dell'acqua, dovuta ad argilla dispersa, non altera sensibilmente il risultato, e ciò consente di eseguire la determinazione indicata al § 7.2.2.2.

Le seguenti formule, basate su fattori empirici, permettono di utilizzare il valore della conducibilità per calcolare con buona approssimazione il residuo salino dell'acqua.

Se l'acqua contiene prevalentemente carbonati e solfati alcalino terrosi

$$\text{residuo salino (g/litro)} = L \cdot 0,70$$

dove L è la conducibilità elettrica specifica espressa in mS/cm a 25 °C.

Se l'acqua contiene prevalentemente cloruro di sodio

$$\text{residuo salino (g/litro)} = L \cdot 0,60$$

Se si desidera esprimere il risultato in milliequivalenti su litro si può ritenere con buona approssimazione che, per le acque naturali e per gli estratti acquosi di suolo ogni millisiemens di conducibilità corrisponde a 12,5 meq/litro di concentrazione salina, e che questa funzione si mantiene lineare in un vasto campo di conducibilità.

7.5 DETERMINAZIONE DEL CALCIO E DEL MAGNESIO

7.5.1 Principio

Il metodo si basa sulla proprietà degli ioni calcio e magnesio di formare complessi solubili e molto stabili con acido etilendiammino tetracetico (EDTA).

Per apprezzare la fine della titolazione si usano indicatori che formano con calcio e magnesio complessi colorati meno stabili e quindi virano quando tutto il $\text{Ca} + \text{Mg}$ è stato complessato come EDTA Ca e EDTA Mg.

Nelle acque naturali e negli estratti acquosi dei suoli si possono avere interferenze da parte di ioni che vengono titolati con questo metodo (Zn^{2+} , Mn^{2+}) oppure da parte di ioni che ossidano (Fe^{3+} , Mn^{4+}) o complessano (Cu^{2+}) stabilmente l'indicatore; queste interferenze vengono eliminate aggiungendo idrossilammina che riduce il ferro, cianuro di potassio che complessa il rame e lo zinco, e ferrocianuro di potassio che precipita il manganese. Si noti che in assenza di questi reattivi si possono avere ugualmente risultati validi se gli ioni interferenti si trovano in quantità trascurabile. Un viraggio più netto si ottiene in presenza di complesso EDTA Mg che si usa incorporare nella soluzione tampone da aggiungere per regolare la reazione intorno a pH 10.

7.5.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Buretta da 25 ml con divisione 0,05 ml

Cloridrato di idrossilammina oppure acido ascorbico solido

Soluzione di EDTA 0,020 N. Si adopera il sale disodico dell'acido etilendiammino tetracetico $\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ seccato in stufa a 80°C per due ore. Si pesano 3,7225 g di sale, si sciolgono in acqua distillata contenuta in matraccio tarato da 1000 e si porta a segno: la soluzione si conserva in bottiglia di polietilene.

Soluzione tampone di etanolammina contenente EDTA Mg. In matraccio tarato da 1000 si versano 125 ml di acido cloridrico conc. ($d=1,18$) e 350 ml di acqua distillata; si raffredda e si versano lentamente agitando 310 ml di etanolammina ($d=1,017$), si raffredda e si aggiungono 0,2 g di $\text{K}_2\text{Mg EDTA}$; si agita e si porta a volume con acqua distillata.

Indicatore nero eriocromo T (vedi § 4.2.2)

Indicatore acido calconcarbonico: si mescolano in mortaio 100 g di solfato di sodio anidro ed 1 g di acido 2-idrossi-1-(2-idrossi-4-sulfo-1-naftilazo)-3-naftoico (acido calconcarbonico conosciuto anche come indicatore di Patton e Reeder). Si conserva in flacone scuro.

Soluzione di idrossido di potassio 8 N circa: si prepara al momento dell'uso sciogliendo 11,5g di KOH in pasticche in 25 ml di acqua distillata.

Soluzione di cianuro di potassio: 2 per cento in acqua.

Soluzione di ferrocianuro di potassio: 2 per cento in acqua.

7.5.3 Metodo

Si prelevano con pipetta due aliquote uguali di acqua o di estratto del suolo, si trasferiscono in due becher da 250 e si portano i volumi a 50 ml circa; se si è al riparo da interferenze si prosegue secondo 7.5.3.1. 2 se si ritiene che le quantità di zinco, rame, ferro e manganese siano tali da interferire nella determinazione si aggiunge qualche cristallo di idrossilamina o di acido ascorbico, indi 1 ml della soluzione di cianuro di potassio (prelevato con buretta o con pipetta a pistone e mai aspirando a bocca) ed infine 1 ml della soluzione di ferrocianuro di potassio; si fa riposare per 5 minuti.

7.5.3.1 Determinazione della somma calcio + magnesio

Ad uno dei campioni preparati secondo 7.5.3 si aggiungono 5 ml di tampone all'etanolamina, si scalda a 60°C, si aggiunge una punta di spatola di indicatore nero eriocromo T e si titola con la soluzione di EDTA 0,020 N fino a colorazione blu turchese netta.

7.5.3.2 Determinazione del calcio

All'altro campione preparato secondo 7.5.3 si aggiungono 4 ml di idrossido di potassio 8 N ed una punta di spatola di indicatore acido calconcarbonico. Si titola con la soluzione di EDTA 0,020 N fino a colorazione blu turchese netta.

7.5.4 Calcolo

Si avrà per ogni titolazione

$$\text{milliequivalenti/litro} = \frac{20 T}{V}$$

dove V sono i millilitri di acqua prelevati e T sono i millilitri di EDTA 0,020 N adoperati nella titolazione.

Il valore del magnesio si otterrà per differenza tra il risultato della 7.5.3.1 e il risultato della 7.5.3.2.

I risultati in mg/litro si otterranno moltiplicando i risultati in milliequivalenti/litro per i seguenti fattori: per Ca = 20,04, per Mg = 12,15.

7.5.5 Nota

Nel maneggiare il cianuro vanno prese accurate precauzioni: innanzi tutto i liquidi che lo contengono non devono mai venire in contatto con acidi. Appena effettuata la titolazione la soluzione va gettata nel lavandino mentre si fa defluire abbondante acqua; il becher e la bacchettina vanno subito lavati a fondo con acqua; in tal modo tutto il cianuro adoperato per una serie di misure va gettato nello scarico poco per volta.

7.6 DETERMINAZIONE DEL SODIO

7.6.1 Principio

La determinazione del sodio per spettrofotometria di fiamma in emissione è basata sulla misura della radiazione luminosa ($\lambda = 589,6 \text{ nm}$) che l'elemento emette quando viene eccitato alla fiamma. Poichè entro determinati valori di concentrazione esiste una proporzionalità diretta tra la concentrazione del sodio nella soluzione e l'intensità della radiazione, dalla misura di quest'ultima si può risalire alla prima.

Nell'analisi delle acque naturali e degli estratti acquosi del suolo va tenuto conto solo dell'interferenza del calcio, sempre presente, che esalta l'emissione del sodio. Nel metodo adottato, il calcio viene precipitato come ossalato e la soluzione esente da calcio viene separata per centrifugazione.

7.6.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Acqua distillata: si controlli il contenuto in sodio che deve essere inferiore a 0,01 mg/litro.

Soluzione standard concentrata di cloruro sodico: in un matraccio tarato da 1000 si sciolgono in acqua distillata 2,5421 g di NaCl seccato a 105° C; si porta a volume con acqua distillata e si conserva in bottiglia di polietilene. Questa soluzione si usa per preparare gli standard secondo le necessità tenendo presente

che un millilitro contiene un milligrammo di sodio corrispondente a 0,0435 milliequivalenti di Na.

Soluzioni standard di cloruro di sodio: possono differire a seconda del campo di sensibilità dell'apparecchio. Generalmente si usano soluzioni standard contenenti 0, 2, 4, 6, 8, 10 mg/litro di sodio che si preparano in matracci da 1000 prelevando con buretta 0, 2, 4, 6, 8, 10 ml della soluzione concentrata di sodio e portando a segno con acqua distillata (nel caso di estratti del suolo è opportuno portare a segno con la soluzione adoperata per l'estrazione dell'elemento).

7.6.3 Preparazione della curva di taratura

Si eseguono le letture fotometriche delle soluzioni standard ed in base ai valori ottenuti si costruisce la curva di taratura riportando sulle ascisse i valori delle concentrazioni (in mg/litro oppure in meq/litro) e sulle ordinate i valori delle letture fotometriche relative.

7.6.4 Metodo

In tubo da centrifuga si preleva un'aliquota di acqua o di estratto del suolo, si aggiunge una punta di spatola di ossalato di ammonio, si agita e si lascia riposare per due ore. Si centrifuga, si raccoglie il liquido limpido, e su questo si effettua la misura fotometrica per il sodio. Se la lettura non cade nel campo della curva di taratura che si è preparata, si fanno diluizioni appropriate in modo da ottenere valori di emissione compresi fra gli estremi della curva di taratura, possibilmente prossimi ai valori medio-alti.

7.6.5 Calcolo

Sia C la concentrazione (in mg/litro o in meq/litro) ricavata dalla curva di taratura in corrispondenza del valore di emissione letto e sia R il rapporto di diluizione (volume finale/volume prelevato). Avremo :

$$\text{sodio (Na in mg o meq/litro)} = C R$$

7.7 DETERMINAZIONE DEL POTASSIO

7.7.1 Principio

La determinazione del potassio per spettrofotometria di fiamma in emissione è basata sulla misura della radiazione luminosa ($\lambda = 767 \text{ nm}$) che l'elemento emette quando viene eccitato alla fiamma. Poichè entro determinati valori di concentrazione esiste una proporzionalità diretta tra la concentrazione del potassio nella soluzione e l'intensità della radiazione, dalla misura di questa ultima si può risalire alla prima.

Nell'analisi delle acque naturali e degli estratti acquosi del suolo bisogna tener conto delle interferenze del calcio e del sodio, sempre presenti. L'interferenza del calcio viene eliminata precipitandolo come ossalato e separandolo per centrifugazione; dell'interferenza del sodio si tiene conto eseguendo una correzione con l'aiuto di curve di interferenza.

7.7.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Soluzione concentrata di cloruro potassico: in matraccio tarato da 1000 si sciolgono in acqua distillata 1,907 g di KCl previamente seccato a 105°C e si porta a segno con acqua distillata. La soluzione contiene 1 mg/ml oppure 0,0256 meq/ml di K.

Soluzioni standard di cloruro potassico: possono differire a seconda del campo di sensibilità dell'apparecchio: generalmente si usano soluzioni contenenti 0, 2, 4, 6, 8 e 10 mg/litro di K che si preparano in matracci tarati da 1000 prelevando con buretta 0, 2, 4, 6, 8, 10 ml della soluzione concentrata di potassio e portando a segno con acqua distillata (nel caso di estratti del suolo è opportuno portare a segno con la soluzione adoperata per l'estrazione dell'elemento dal suolo).

Soluzione concentrata di cloruro sodico 1 mg/ml: la stessa preparata al paragrafo 7.6.2.

7.7.3 Preparazione della curva di taratura del potassio

Si eseguono le letture fotometriche delle soluzioni standard ed in base ai valori ottenuti si costruisce la curva di taratura riportando sulle ascisse i valori delle concentrazioni (in mg/litro o in meq/litro) e sulle ordinate i valori delle

letture fotometriche relative.

7.7.4 Preparazione delle curve di interferenza sodio-potassio

Si preparano alcune serie di soluzioni contenenti, per ogni serie, quantità crescenti di sodio per una quantità fissa di potassio, si sottopongono alle letture fotometriche e si ricavano dalla curva di taratura i valori di concentrazione relativi (concentrazione apparente in K). Se per ogni soluzione si divide il valore reale noto per la concentrazione apparente determinata, si ottiene un fattore di correzione per riportare al valore vero ogni misura eseguita in quelle stesse condizioni. Nella tabella 7.7.4 si dà un esempio (per una sola serie) di come eseguire una curva di interferenza i cui risultati, è ovvio, valgono solo per l'apparecchio con cui sono stati ottenuti.

Tabella 7.7.4
Esempio di calcolo dell'interferenza del sodio sul potassio

Serie	Concentrazione degli standard mg/litro		Concentrazione apparente in K ricavata dalla lettura all'apparecchio (mg/litro)	Fattore di correzione
	K	Na		
I	2,00	0,0	2,00	1,00
2,00	2,00	1,0	2,00	1,00
mg K/litro	2,00	2,0	2,03	0,98
	2,00	5,0	2,11	0,95
	2,00	10,0	2,18	0,92

I risultati si possono anche esporre in forma grafica.

7.7.5 Metodo

Si procede come al par. 7.6.4 effettuando però la lettura fotometrica per il potassio a 767 nm.

7.7.6 Calcolo

Sia C la concentrazione apparente di potassio (in mg/litro o in meq/litro) ricavata dalla lettura fotometrica e dalla curva di taratura. Dalla serie che si avvicina alla concentrazione C si ricava il fattore di correzione F corrispondente alla concentrazione in sodio nota dal § 7.6.5. Se R è il fattore di diluizione (volume finale/volume prelevato) si avrà :

$$\text{potassio (K in mg o meq/litro)} = F C R$$

7.8 DETERMINAZIONE DEI CARBONATI E DEI BICARBONATI

7.8.1 Principio

Le soluzioni di carbonati e bicarbonati sono decomposte dagli acidi minerali con liberazione di anidride carbonica. Se una soluzione di carbonati e bicarbonati viene titolata potenziometricamente con una soluzione di acido cloridrico si osserva un flesso a pH 8,4 corrispondente alla fine della titolazione del solo ione carbonato che viene trasformato in bicarbonato, ed un secondo flesso a pH 3,8 che corrisponde alla fine della titolazione di tutto il bicarbonato.

La titolazione può anche essere eseguita apprezzando visualmente il raggiungimento del pH desiderato con l'aiuto di un indicatore opportunamente scelto.

7.8.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Buretta da 25 ml con divisione 0,05 ml

Soluzione di indicatore misto metilarancio 0,05 per cento e indigo carminio 0,125 per cento in acqua.

Soluzione di indicatore misto rosso cresolo 0,025 per cento e blu timolo 0,075 per cento in alcool a 95°.

7.8.3 Metodo

7.8.3.1 Titolazione dei carbonati e bicarbonati

Si prelevano con pipetta 50 ml di acqua (25 ml se l'acqua proviene da zone

calcarea) e si versano in una beuta da 200. Si aggiungono 0,2-0,4 ml di soluzione di indicatore misto al metilarancio e si titola con acido cloridrico 0,020 N fino al viraggio dal verde al grigio.

7.8.3.2 Titolazione dei carbonati

Si prelevano con pipetta 50 ml di acqua, si versano in una beuta da 200 e si aggiungono 0,2-0,4 ml di indicatore misto al rosso cresolo. Se la soluzione non assume una colorazione violetta i carbonati non sono presenti. Se la soluzione assume una colorazione violetta si titola con acido cloridrico 0,020 N fino al viraggio da violetto a giallo. Per apprezzare bene la tonalità di giallo corrispondente al pH 8,4 si può confrontare con una soluzione tampone a cui è stata aggiunta la stessa quantità di indicatore.

7.8.4 Calcolo

Per titolare un volume V di acqua si siano consumati T_1 ml di acido cloridrico 0,020 N nella titolazione di cui al paragrafo 7.8.3.1 e T_2 ml nella titolazione di cui al paragrafo 7.8.3.2. Si avrà :

$$\text{Carbonati (CO}_3^{2-} \text{ meq/litro)} = \frac{40 T_2}{V}$$

Bicarbonati :

$$\text{in assenza di carbonati (HCO}_3^- \text{ meq/litro)} = \frac{20 T_1}{V}$$

$$\text{in presenza di carbonati (HCO}_3^- \text{ meq/litro)} = \frac{20 (T_1 - 2 T_2)}{V}$$

Per esprimere i risultati in mg/litro si moltiplica per i seguenti fattori :

$$\text{per CO}_3^{2-} = 30$$

$$\text{per HCO}_3^- = 61$$

7.9 DETERMINAZIONE DEI CLORURI

7.9.1 Principio

Se una soluzione di cloruro viene trattata con soluzione di nitrato mercurico, si forma cloruro mercurico non ionizzato in ambiente acido (pH circa 3). Solo dopo che tutto lo ione cloruro è stato così legato, lo ione mercurico aggiunto rimane in eccesso, e questo eccesso può essere rivelato con l'indicatore difenilcarbazono che forma con lo ione mercurico un complesso colorato in rosa.

7.9.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Buretta da 25 ml con divisione 0,05 ml

Acido nitrico 0,05 N circa. In 1000 ml di acqua distillata si versano 4 ml di acido nitrico concentrato ($d = 1,40$).

Soluzione di nitrato mercurico 0,020 N. Si sciolgono 3,5 g di $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in 1000 ml di acido nitrico 0,05 N circa. Si determina il titolo su 10 ml della soluzione concentrata di cloruro sodico preparata al § 7.6.2 e si corregge la soluzione a 0,020 N esatta portando a segno in matraccio tarato da 1000 un numero di millilitri di soluzione di nitrato mercurico pari a 46,8 volte i millilitri di soluzione di nitrato mercurico consumati.

Soluzione indicatore. In 100 ml di alcool etilico a 95° si sciolgono 0,5 g di difenilcarbazono e 0,05 g di blu di bromofenolo.

7.9.3 Metodo

Si deve prelevare un'aliquota di campione che non richieda più di 20 ml di soluzione titolante altrimenti il viraggio è poco netto. Si pone in beuta da 200 l'aliquota prelevata, si porta a circa 20 ml con acqua distillata, si aggiungono 0,5 ml della soluzione di indicatore e, goccia a goccia, la soluzione di acido nitrico 0,5 N fino a quando il blu di bromofenolo vira al giallo (pH circa 3); a questo punto si aggiunge ancora 1 ml di soluzione di acido nitrico 0,05 N. Si titola con la soluzione di nitrato mercurico 0,020 N fino a viraggio stabile al rosa violetto.

7.9.4 Calcolo

Se per la titolazione di A ml di campione si sono consumati T ml di soluzione di nitrato mercurico 0,020 N si avrà :

$$\text{Cloruri (Cl in meq/litro)} = 20 \frac{T}{A}$$

$$\text{Cloruri (Cl in mg/litro)} = 709 \frac{T}{A}$$

7.10 DETERMINAZIONE DEI SOLFATI

7.10.1 Principio

In ambiente acido gli ioni solfato reagiscono con una soluzione di cromato di bario dando un precipitato di solfato di bario e liberando ioni dicromato. Se questa soluzione si rende ammoniacale si consegue il duplice effetto di trasformare quantitativamente gli ioni dicromato in ioni cromato e di insolubilizzare l'eccesso di cromato di bario. Se i precipitati di solfato di bario e di cromato di bario vengono separati per filtrazione, si ottiene la soluzione gialla degli ioni cromato che non hanno reagito e che sono equivalenti agli ioni solfato inizialmente presenti. Questa soluzione gialla di cromato di ammonio può essere analizzata per spettrofotometria a 410 nm.

7.10.2 Apparecchiature e reattivi particolari

Soluzione 0,100 N di cromato di bario: in matraccio tarato da 1000 si versano 600 ml di acqua distillata e 130 ml di acido cloridrico conc. ($d = 1,18$). Si sciolgono quindi 12,666 g di BaCrO_4 secco e si porta a segno.

Soluzione di solfato sodico 0,200 N: in matraccio tarato da 500 ml contenente circa 300 ml di acqua distillata si sciolgono 7,1025 g di Na_2SO_4 anidro e si porta a segno.

Soluzioni standard di ioni solfato; in 5 matracci tarati da 1000 si portano a segno con acqua distillata 5,10,15,20 e 25 ml di soluzione 0,200 N di solfato sodico prelevati con buretta. Queste soluzioni contengono rispettivamente 1,2,3,4 e 5 meq/litro corrispondenti a 48,03, 96,06, 144,09, 192,12 e 240,15 mg/litro di ione solfato.

Soluzione di ammoniaca 5 N circa; 320 ml di ammoniaca conc. ($d = 0,89$) si portano a 1000 ml con acqua distillata.

7.10.3 Metodo

In sette matracci da 100 contenenti 5 ml della soluzione acida di cromato di bario si versano, prelevandoli con pipetta, 25 ml di ciascuna delle cinque soluzioni standard, 25 ml del campione e 25 ml di acqua distillata per la prova in bianco. Si riduce l'acidità trattando ogni campione con 1,2 ml di soluzione di ammoniaca 5 N e si lascia tutta la notte per una buona precipitazione del solfato di bario. Si aggiunge 1 ml di soluzione di ammoniaca 5 N, si porta a segno, si filtra su carta a filtrazione lenta e si esegue la lettura fotometrica delle soluzioni filtrate contro la prova in bianco della lunghezza d'onda di 410 nm.

7.10.4 Calcolo

Da un grafico costruito con i dati ottenuti per le soluzioni standard si risale alla concentrazione del campione che va moltiplicata se necessario per il fattore di diluizione.

**ORDINE DI PRESENTAZIONE DEI DATI E GRADO DI APPROSSIMAZIONE
CONSIGLIATO
(CON K SI INTENDE IL COMPLESSO DELLE CIFRE INTERE; CON X OGNI
CIFRA DECIMALE)**

Analisi del suolo

Umidità	K,X	Cloruri	K,XX
Densità reale	K,XX	Solfati	K,XX
Porosità	K	Capacità di scambio cationico	K,X
Analisi granulometrica		Acidità di scambio	K,XX
Sabbia grossa	K,X	Idrogeno di scambio	K,XX
" fine	K,X	Alluminio di scambio	K,XX
Limo	K,X	Calcio	K,XX
Argilla	K,X	Magnesio	K,XX
Saturazione in acqua:		Sodio	K,XX
Umidità della pasta satura	K,X	Potassio	K,XX
" a pF 2,01	K,X	Percentuale di saturazione	K
" a pF 4,19	K,X	Fabbisogno in calce	K
pH in acqua	K,X	" gesso	K
pH in KCl	K,X	Elementi assimilabili:	
Calcare	K,X	Fosforo	K,XX
Carbonio organico	K,XX	Potassio	K,XX
Sostanza organica	K,XX	Ferro	K,XX
Azoto totale	K,XX	Manganese	K,XX
Rapporto C/N	K	Boro	K,XX
Fosforo totale	K,XX	Rame	K,XX
Ossidi di ferro liberi	K,XX	Zinco	K,XX
Estratti acquosi:		Molibdeno	K,XX
Conducibilità	K,XX	Cobalto	K,XX
Calcio	K,XX	Scheletro	K
Magnesio	K,XX	Densità apparente	K,X
Sodio	K,XX	Velocità di infiltrazione	K,X
Potassio	K,XX		
Carbonati	K,XX		
Bicarbonati	K,XX		

Analisi delle acque per uso irriguo:

Solidi sospesi	K,X	Potassio	K,XX
pH	K,X	Carbonati	K,XX
Conducibilità	K,XX	Bicarbonati	K,XX
Calcio	K,XX	Cloruri	K,XX
Magnesio	K,XX	Solfati	K,XX
Sodio	K,XX		

Il presente lavoro è stato pubblicato con un contributo del C.N.R.

INDICE

Presentazione	Pag.	11
Premessa	“	13
Sezione 1 : Analisi fisiche		
1.1. Preparazione del Campione	“	15
1.2. Determinazione dell'Umidità	“	16
1.3. Determinazione della densità reale	“	18
1.4. Valutazione della porosità	“	19
1.5. Analisi granulometrica	“	20
1.5.3. Metodo alla pipetta	“	22
1.5.4. Metodo rapido all'idrometro di Bouyoucos	“	25
Sezione 2 : Analisi idrologiche		
2.1. Saturazione in acqua	“	27
2.2. Determinazione dell'umidità ai punti a potenziale matricale caratteristico	“	28
Sezione 3 : Analisi chimiche		
3.1. Determinazione del pH	“	31
3.2. Determinazione del calcare	“	32
3.3. Determinazione della sostanza organica	“	32
3.4. Determinazione dell'azoto totale	“	35
3.5. Determinazione del fosforo totale	“	37
3.6. Determinazione degli ossidi di ferro liberi	“	39
3.7. Analisi delle soluzioni estratte dal suolo (estratti acquosi)	“	41
Sezione 4 : Analisi del complesso di scambio		
4.1. Generalità	“	45
4.2. Determinazione della capacità di scambio cationico	“	45
4.3. Determinazione dell'acidità di scambio	“	47
4.4. Determinazione dell'idrogeno e dell'alluminio di scambio	“	48
4.5. Determinazione delle basi di scambio	“	50
4.6. Determinazione del fabbisogno in calce	“	52
4.7. Determinazione del fabbisogno in gesso	“	54

Sezione 5 : Gli elementi assimilabili

5.1. Considerazioni generali	Pag.	55
5.2. Estrazione e determinazione dei fosfati assimilabili con soluzione di bicarbonato sodico (Olsen e Al.)	“	56
5.3. Estrazione e determinazione dei fosfati assimilabili con soluzione di acido solforico (Truog)	“	59
5.4. Estrazione e determinazione del potassio assimilabile	“	60
5.5. Estrazione e determinazione del ferro assimilabile	“	61
5.6. Estrazione e determinazione del manganese assimilabile e del manganese attivo	“	63
5.7. Estrazione e determinazione dei borati assimilabili	“	65
5.8. Estrazione e determinazione del rame	“	67
5.9. Estrazione e determinazione dello zinco	“	68
5.10. Estrazione e determinazione del molibdeno	“	70
5.11. Estrazione e determinazione del cobalto	“	72

Sezione 6 : Determinazioni da eseguire in campo

6.1. Premessa	“	74
6.2. Determinazione dello scheletro	“	75
6.3. Determinazione della densità apparente	“	76
6.4. Determinazione della velocità di infiltrazione	“	79

Sezione 7 : Analisi delle acque per uso irriguo

7.1. Osservazioni generali	“	81
7.2. Determinazione dei solidi sospesi	“	82
7.3. Determinazione del pH	“	83
7.4. Determinazione della conducibilità	“	84
7.5. Determinazione del calcio e del magnesio	“	87
7.6. Determinazione del sodio	“	89
7.7. Determinazione del potassio	“	91
7.8. Determinazione dei carbonati e dei bicarbonati	“	93
7.9. Determinazione dei cloruri	“	95
7.10. Determinazione dei solfati	“	96
Ordine di presentazione dei dati e grado di approssimazione consigliato	“	98