PROGETTO NUTRIENTFLOW

ANALISI E CONTROLLO DEI FLUSSI DI AZOTO E FOSFORO CON TECNOLOGIE INNOVATIVE

SCHEDA TECNICA: PREPARAZIONE DEGLI EFFLUENTI ZOOTECNICI PER LE ANALISI CHIMICO-FISICHE E DETERMINAZIONE DEL CONTENUTO DI AZOTO AMMONIACALE E TOTALE

OBIETTIVO: Procedura per la preparazione e il trattamento degli effluenti zootecnici finalizzata alla determinazione di parametri chimico-fisici.

PREPARAZIONE DEL CAMPIONE: Il campione di effluente zootecnico ricevuto dall'allevatore presso il laboratorio di analisi deve essere analizzato nell'immediato, altrimenti conservato in frigorifero a 4°C (analisi entro 24-48 h).

Gli effluenti zootecnici sono caratterizzati da una forte eterogeneità, perciò, prima dell'analisi, è necessario omogeneizzare il prodotto, anche con sistemi meccanici (Ultraturrax®).

Il campione omogeneizzato è pronto per la determinazione dei differenti parametri chimico-fisici.

PARAMETRI CHIMICO-FISICI: Le analisi di riferimento svolte sull'effluente zootecnico sono, tipicamente:

- Azoto (N) totale
- Azoto ammoniacale (NH_3)

Pubblicazione realizzata nell'ambito del Gruppo Operativo ''AgriSense'', cofinanziato dal FEASR - Intervento SRH05 – Azioni dimostrative per il settore agricolo, forestale ed i territori rurali - Complemento per lo Sviluppo Rurale del Piano Strategico Nazionale della PAC 2023-2027 della Regione Lombardia.

- Fosforo (P)
- Sostanze secca.

La determinazione del contenuto di sostanza secca (SS) viene effettuata mediante essiccazione del campione in stufa ventilata a 105 °C fino al raggiungimento di peso costante, secondo le metodiche analitiche di riferimento.
La quantificazione delle diverse forme dell'azoto e del fosforo viene eseguita su campione tal quale, preventivamente omogeneizzato, mediante metodiche analitiche a umido, al fine di preservare le caratteristiche chimiche originarie della matrice.
Il medesimo campione omogeneizzato tal quale può inoltre essere sottoposto ad analisi mediante spettroscopia nel vicino infrarosso (NIR), una tecnica rapida e non distruttiva utilizzabile per la stima del contenuto di sostanza secca e delle principali frazioni azotate.
Per la determinazione del contenuto di fosforo e di altri macroelementi minerali, il campione può essere analizzato mediante spettrometria a fluorescenza a raggi X (XRF), utilizzando sia il campione tal quale opportunamente preparato sia il campione preventivamente essiccato e macinato, in funzione del protocollo analitico adottato e delle prestazioni richieste.

Le modalità operative, le procedure di calibrazione e le specifiche tecniche relative all'impiego della strumentazione NIR e XRF saranno descritte nelle rispettive schede tecniche di utilizzo.

Pubblicazione realizzata nell'ambito del Gruppo Operativo ''AgriSense'', cofinanziato dal FEASR - Intervento SRH05 – Azioni dimostrative per il settore agricolo, forestale ed i territori rurali - Complemento per lo Sviluppo Rurale del Piano Strategico Nazionale della PAC 2023-2027 della Regione Lombardia.

DETERMINAZIONE DELL'AZOTO AMMONIACALE MEDIANTE DISTILLAZIONE: La determinazione dell'azoto ammoniacale (N-NH_4^+) viene effettuata mediante distillazione in corrente di vapore del campione tal quale opportunamente omogeneizzato. Il metodo si basa sull'alcalinizzazione mediante soda (NaOH 32%) e riscaldamento del campione, che favorisce la conversione dello ione ammonio (NH_4^+) in ammoniaca libera (NH_3). L'ammoniaca sviluppata viene distillata, condensata e raccolta in una soluzione di acido borico a concentrazione nota (pH 4,5). La quantità di ammoniaca recuperata viene successivamente determinata mediante titolazione con una soluzione standard di acido cloridrico (HCl 0,1 N), consentendo il calcolo del contenuto di azoto ammoniacale presente nel campione. Parallelamente viene preparato un campione bianco, contenente tutti i reagenti ma privo della matrice in esame, necessario per la correzione del fondo analitico.
L'azoto ammoniacale presente è così calcolato:

((Vc-Vb) x N x pMN / p.c. x 1000) *100

Dove:
Vc = ml di titolazione usati per il campione
Vb = ml di titolazione usati per il bianco
N = normalità acido di titolazione
pMN = peso molecolare azoto
p.c. = peso campione



Pubblicazione realizzata nell'ambito del Gruppo Operativo ''AgriSense'', cofinanziato dal FEASR - Intervento SRH05 – Azioni dimostrative per il settore agricolo, forestale ed i territori rurali - Complemento per lo Sviluppo Rurale del Piano Strategico Nazionale della PAC 2023-2027 della Regione Lombardia.

DETERMINAZIONE DELL'AZOTO (Ntot) MEDIANTE METODO KJELDAHL: Il metodo Kjeldahl esprime la quantità di azoto totale (Ntot) presente nell'effluente zootecnico. Tale metodo prevede l'utilizzo di tubi di mineralizzazione resistenti ad alte temperature dove aggiungere circa 5 grammi di campione, 2 pastiglie di catalizzatore ($CuSO_4$), 15 ml di acido solforico 99% e 3 ml di acqua ossigenata; a questo punto si procede alla mineralizzazione del campione su piastre riscaldanti fino a raggiungere 450°C. Parallelamente viene preparato un campione bianco, contenente tutti i reagenti ma privo della matrice in esame, necessario per la correzione del fondo analitico. La mineralizzazione a caldo comporta la distruzione del materiale organico trasformando l'azoto presente nel campione in solfato d'ammonio.
Il passaggio successivo prevede la distillazione del campione: il tubo di mineralizzazione viene posto nel distillatore dove viene aggiunta soda (NaOH 32%) e il campione viene riscaldato affinché si favorisca la trasformazione dell'ammonio in ammoniaca. L'ammoniaca distillata, in stato gassoso, viene raffreddata e raccolta in una soluzione di acido borico (pH 4,5).
La fase finale consiste nella titolazione della soluzione di raccolta mediante acido cloridrico standardizzato (HCl 0,1 N). Il volume di acido consumato fino al raggiungimento del punto finale della titolazione è proporzionale alla quantità di ammoniaca distillata e, di conseguenza, al contenuto di azoto totale presente nel campione.

L'azoto totale del campione è così calcolato:

$$((Vc-Vb) \times N \times pMN / p.c. \times 1000) *100$$

Dove:
Vc = ml di titolazione usati per il campione
Vb = ml di titolazione usati per il bianco
N = normalità acido di titolazione
pMN = peso molecolare azoto
p.c. = peso campione



Pubblicazione realizzata nell'ambito del Gruppo Operativo ''AgriSense'', cofinanziato dal FEASR - Intervento SRH05 – Azioni dimostrative per il settore agricolo, forestale ed i territori rurali - Complemento per lo Sviluppo Rurale del Piano Strategico Nazionale della PAC 2023-2027 della Regione Lombardia.