

REVISIONE NORMA UNI 10802 DIC 2009

Titolo

Rifiuti - Campionamento manuale, preparazione del campione ed analisi degli eluati

INDICE

CAP. 1	SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE
CAP.2	RIFERIMENTI NORMATIVI
CAP.3	TERMINI E DEFINIZIONI
CAP. 4	PREPARAZIONE DEL PIANO DI CAMPIONAMENTO
CAP.5	OPERAZIONI DI CAMPIONAMENTO – Descrizione delle apparecchiature per il campionamento più utilizzate
CAP.6	CAMPIONAMENTO DI RIFIUTI LIQUIDI
CAP.7	CAMPIONAMENTO DI RIFIUTI LIQUEFATTIBILI PER RISCALDAMENTO
CAP.8	CAMPIONAMENTO DI FANGHI LIQUIDI
CAP.9	CAMPIONAMENTO DI FANGHI PASTOSI
CAP.10	CAMPIONAMENTO DI POLVERI O RIFIUTI GRANULARI
CAP.11	CAMPIONAMENTO DI RIFIUTI GROSSOLANI
CAP.12	CAMPIONAMENTO DI RIFIUTI MONOLITICI O MASSIVI
CAP.13	DOCUMENTAZIONE PER LE OPERAZIONI DI CAMPIONAMENTO
CAP.14	RIDUZIONE DEL CAMPIONE IN CAMPO
CAP.15	PROCEDURE PER IL CONFEZIONAMENTO, CONSERVAZIONE E TRASPORTO DEL CAMPIONE
CAP.16	PROCEDURE PER LA RIDUZIONE DEL CAMPIONE IN LABORATORIO PER LA DETERMINAZIONE DEI PARAMETRI CHIMICO-FISICI
CAP.17	SALUTE E SICUREZZA

APPENDICE A – Prove di eluizione (prova di conformità) per rifiuti granulari e monolitici di forma regolare e irregolare

APPENDICE B – Procedimento per la determinazione di analiti negli eluati

APPENDICE C – Procedimento per determinare se il rifiuto si trova nello stato liquido

APPENDICE D – SCHEDE DI CAMPIONAMENTO (ex appendice F della ex 10802)

APPENDICE E – BIBLIOGRAFIA

INTRODUZIONE

La presente norma deve essere letta unitamente alla norma UNI EN 14899, norma quadro relativa alla preparazione e applicazione di un piano di campionamento nonché al rapporto tecnico UNI CEN/TR 15310-1, contenente informazioni essenziali a supporto della norma quadro.

La serie di norme e rapporti tecnici da considerare comprende:

- UNI EN 14899 Caratterizzazione dei rifiuti - Campionamento dei rifiuti - Schema quadro di riferimento per la preparazione e l'applicazione di un piano di campionamento
- UNI EN 15002 Caratterizzazione dei rifiuti - Preparazione di porzioni di prova dal campione di laboratorio
- UNI EN 13370 Caratterizzazione dei rifiuti – Analisi degli eluati – Determinazione di ammonio, AOX, conducibilità, Hg, indice fenolo, TOC, CN⁻ facilmente liberabile, F⁻
- UNI EN 12506 Caratterizzazione dei rifiuti - Analisi degli eluati - Determinazione di pH, As, Cd, Cr VI, Cu, Ni, Pb, Zn, Cl⁻, NO₂⁻, SO₄²⁻
- UNI EN 12457-2 Caratterizzazione dei rifiuti - Lisciviazione - Prova di conformità per la lisciviazione di rifiuti granulari e di fanghi - Parte 2: Prova a singolo stadio, con un rapporto liquido/solido di 10 l/kg, per materiali con particelle di dimensioni minori di 4 mm (con o senza riduzione delle dimensioni)
- UNI CEN/TR 15310-1 Caratterizzazione dei rifiuti - Campionamento dei rifiuti - Parte 1: Guida alla selezione e applicazione dei criteri per il campionamento in diverse condizioni

Alcune parti della presente norma sono riprese dai rapporti tecnici CEN/TR 15310, parti 2, 3, 4 e 5 (vedere bibliografia), che contengono opzioni procedurali (come indicato nella figura 2 della EN 14899:2005) selezionabili per raggiungere i requisiti di campionamento di qualsiasi programma di prova.

Nota 1 Le procedure elencate nella presente norma riflettono la migliore pratica corrente, ma non sono esaustive e altre procedure possono essere ugualmente utilizzate.

Nota 2 Per la definizione di rifiuto si rimanda alla legislazione vigente

1. SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente norma descrive:

- il processo di definizione di un piano di campionamento
- tecniche di campionamento manuale di rifiuti liquidi, granulari, pastosi, grossolani, monolitici e fanghi in relazione al loro diverso stato fisico e conservazione a breve termine;
- procedure di riduzione delle dimensioni dei campioni dei rifiuti prelevati in campo, al fine di facilitarne il trasporto in laboratorio;
- documentazione per la rintracciabilità delle operazioni di campionamento;
- procedure per l'imballaggio, la conservazione, lo stoccaggio del campione a breve termine e il trasporto dei campioni di rifiuti;
- procedure di riduzione delle dimensioni dei campioni per le analisi di laboratorio;
- procedimenti di preparazione ed analisi degli eluati.

CAP.2 RIFERIMENTI NORMATIVI

La presente norma rimanda, mediante riferimenti datati e non, a disposizioni contenute in altre pubblicazioni. Tali riferimenti normativi sono citati nei punti appropriati del testo e sono di seguito elencati. Per quanto riguarda i riferimenti datati, successive modifiche o revisioni apportate a dette pubblicazioni valgono unicamente se introdotte nella presente norma come aggiornamento o revisione. Per i riferimenti non datati vale l'ultima edizione della pubblicazione alla quale si fa riferimento (compresi gli aggiornamenti).

UNI CEI 70099:2008	Vocabolario Internazionale di Metrologia - Concetti fondamentali e generali e termini correlati (VIM)
UNI EN 13965-1	Caratterizzazione dei rifiuti – Terminologia - Parte 1: Termini e definizioni relativi ai materiali
UNI EN 13965-2	Caratterizzazione dei rifiuti – Terminologia - Parte 2: Termini e definizioni relativi alla gestione
UNI EN 14899	Caratterizzazione dei rifiuti - Campionamento dei rifiuti - Schema quadro di riferimento per la preparazione e l'applicazione di un piano di campionamento
UNI EN 15002	Caratterizzazione dei rifiuti - Preparazione di porzioni di prova dal campione di laboratorio
UNI EN 13370	Caratterizzazione dei rifiuti – Analisi degli eluati – Determinazione di ammonio, AOX, conducibilità, Hg, indice fenolo, TOC, CN⁻ facilmente liberabile, F⁻
UNI EN 12506	Caratterizzazione dei rifiuti - Analisi degli eluati - Determinazione di pH, As, Cd, Cr VI, Cu, Ni, Pb, Zn, Cl⁻, NO₂⁻, SO₄²⁻
UNI EN 12457-2	Caratterizzazione dei rifiuti - Lisciviazione - Prova di conformità per la lisciviazione di rifiuti granulari e di fanghi - Parte 2: Prova a singolo stadio, con un rapporto liquido/solido di 10 l/kg, per materiali con particelle di dimensioni minori di 4 mm (con o senza riduzione delle dimensioni)
UNI EN ISO 5667-15	“Guidance on the preservation and handling of sludge and sediment samples”
UNI CEN/TR 15310-1	Caratterizzazione dei rifiuti - Campionamento dei rifiuti - Parte 1: Guida alla selezione e applicazione dei criteri per il campionamento in diverse condizioni
CEN/TR 15463	Characterization of sludges - Physical consistency - Thixotropic behaviour and piling behaviour

UNI ISO 3534-1:2000	Statistica - Vocabolario e simboli - Probabilità e termini statistici generali
UNI ISO 3534-2:2000	Statistica - Vocabolario e simboli - Controllo statistico della qualità
ISO 11074:2005	Soil quality – Vocabulary
PrEN 14346	Characterization of waste- Calculation of dry matter by determination of dry residue or water content
PrEN 15862:2008	Characterization of waste - Compliance leaching test – One stage batch leaching test for monoliths at fixed liquid to surface area ratio (L/A) for test portions with fixed minimum dimensions

CAP.3 TERMINI E DEFINIZIONI

Ai fini della presente norma europea, si applicano i termini e le definizioni indicati nella EN 13965-1:2004, nella EN 13965-2:2004 e i termini e le definizioni seguenti.

affidabilità:

Termine collettivo per il grado di precisione e confidenza conseguito da un determinato schema di campionamento.

aliquota: Quantità nota di un materiale omogeneo, che si presume prelevata con un errore di campionamento trascurabile

[ISO 11074:2005, 4.3.1]

NOTA Il presente termine è in genere applicato a un liquido.

campionamento: Metodo di prelievo o di costituzione di un campione.

[UNI ISO 3534-1:2000, 4.4]

Inserire le altre definizioni di campionamento come sottopunti (OK)

campionamento a giudizio esperto: Campioni raccolti utilizzando, nell'ipotesi migliore, un procedimento parzialmente probabilistico e, nella peggiore, un approccio non probabilistico.

Nota Generalmente questi campioni sono prelevati da una sottopopolazione che è sostanzialmente più restrittiva della popolazione complessiva.

campionamento casuale: Metodo di prelievo di un campione casuale.

campionamento manuale (manual sampling): Prelievo di incrementi da un lotto effettuato dall'uomo, anche con l'utilizzo di strumenti per il cui funzionamento l'intervento umano è essenziale.

campionamento meccanico (mechanical sampling): Prelievo di incrementi da un lotto effettuato attraverso prelevatori meccanici per il cui funzionamento l'intervento umano non è necessario o è limitato.

campionamento probabilistico: Campionamento condotto secondo i principi statistici di campionamento.

Nota 1 Il principio essenziale del campionamento probabilistico è che ogni singola particella o elemento della popolazione abbia un'uguale possibilità di essere campionato.

Nota 2 Il campionamento probabilistico produce condizioni limite per il tipo di campionamento utilizzato, il metodo di campionamento (dove, quando, come) e le dimensioni minime degli incrementi e dei campioni (compositi).

campionamento puntuale: Campione di numero o dimensioni specificate prelevato da una posizione specificata di un materiale o in una posizione e momento specificati in un flusso di materiale e rappresentativo del proprio ambiente immediato o locale.

[ISO 11074:2005, 4.3.8]

NOTA Forma di campionamento in cui ogni campione è analizzato singolarmente (diversamente dal campionamento composito).

campionamento sistematico: Campionamento secondo un metodo sistematico.

[UNI ISO 3534-1:2000, 4.15]

NOTA Per esempio, quando i campioni sono prelevati ai intervalli regolari nel tempo (per esempio settimanalmente) o nello spazio (per esempio ogni decimo salto).

campionamento stratificato (stratified sampling): In una popolazione che può essere divisa in differenti sottopopolazioni mutuamente esclusive ed esaustive (chiamate strati), il campionamento eseguito in modo tale che porzioni assegnate del campione siano prelevate dai differenti strati e che ciascuno strato sia campionato con almeno un'unità campionaria.

[UNI ISO 3534-1:2000, 4.14]

NOTA 1 L'obiettivo di prelevare campioni stratificati è quello di ottenere un campione maggiormente rappresentativo rispetto a quello che si potrebbe altrimenti ottenere con il campionamento casuale.

Nota 2 Se l'individuazione degli strati è effettuata con metodo sistematico e si effettuano prelievi di incrementi con campionamento casuale all'interno di ogni strato, si parla di campionamento sistematico casuale.

Se l'individuazione degli strati è effettuata con metodo sistematico e si effettuano prelievi di incrementi con campionamento sistematico all'interno di ogni strato, si parla di campionamento sistematico stratificato.

campionatore: Persona che esegue i procedimenti di campionamento nella località di campionamento.

[ISO 11074:2005, 4-1-17]

Nota 1 Anche gli strumenti e i dispositivi per ottenere i campioni sono talvolta definiti "campionatori". In questo caso, scrivere "dispositivi di campionamento" o "attrezzatura di campionamento".

Nota 2 Il campionatore dovrebbe avere conoscenze ed esperienze specifiche di campionamento dei rifiuti. Il piano di campionamento può indicare che il campionatore deve essere indipendente dal produttore dei rifiuti.

campione: Porzione di materiale selezionata da una quantità più grande di materiale.

[ISO 11074:2005, 4.1.6]

NOTA 1 Il modo di selezione del campione deve essere descritto in un piano di campionamento.

NOTA 2 Quando possibile, l'uso del termine 'campione' deve essere specificato poiché, se utilizzato da solo, non indica a quale fase del procedimento totale di campionamento è correlato (per esempio campione in campo, campione di laboratorio).

Sottopunti per le altre definizioni di campione (OK)

campione casuale:

Un campione di n unità campionarie prelevate da una popolazione in modo tale che ciascuna delle possibili combinazioni di n unità campionarie ha una probabilità particolare di essere prelevata
[UNI ISO 3534-1:2000, 4.8]

campione composito: Due o più incrementi/sottocampioni uniti in proporzioni appropriate, in modo discreto o continuo (campione composito miscelato), dai quali può essere ottenuto il valore medio di una caratteristica desiderata.
[ISO 11074:2005, 4.3.3]

campione di laboratorio: Campione/i o sottocampione/i inviato/i al laboratorio o ricevuto/i dal laboratorio.

Nota 1 Il campione di laboratorio può essere utilizzato direttamente come campione di prova, oppure può richiedere ulteriore preparazione, come riduzione di dimensioni del campione, miscelatura, frantumazione, o qualsiasi combinazione di queste operazioni per produrre il campione di prova.

Nota 2 Il campione di laboratorio è il campione finale dal punto di vista della raccolta dei campioni, ma è il campione iniziale dal punto di vista del laboratorio.

Nota 3 Possono essere preparati diversi campioni di laboratorio e inviati a laboratori diversi o allo stesso laboratorio per fini diversi.

campione di prova: Campione, preparato dal campione di laboratorio, dal quale sono prelevate porzioni di prova per prove o analisi.

campione direzionale: Campione geometrico, generalmente in una sola dimensione, correlato al singolo asse principale di variabilità del materiale nell'unità/lotto di campionamento.

campione geometrico: Tipo di campione di forma specifica, le cui dimensioni sono correlate all'asse di variabilità del materiale nell'unità/lotto di campionamento.

campione in campo: Quantità (massa o volume) di materiale ottenuta mediante campionamento senza alcun sottocampionamento.

campione rappresentativo: Campione in cui la(e) caratteristica(e) di interesse è(sono) presente(i) con un'affidabilità appropriata ai fini del programma di prova.

campione verticale: Tipo di campione specificamente correlato al campionamento dei liquidi in cui sono utilizzati i campionatori verticali.

NOTA Una colonna di materiale è di lunghezza uguale alla profondità della sotto-popolazione in quel punto di campionamento.

caratteristica: Proprietà, che contribuisce a identificare o differenziare gli elementi di una determinata popolazione.

NOTA La caratteristica può essere quantitativa (per variabili) o qualitativa (per attributi).
[UNI ISO 3534-1:2000, 2.2]

caratterizzazione di base: Campionamento che ha l'obiettivo di descrivere le caratteristiche o la qualità di una popolazione di rifiuti.

carota: Tipo di campione specificamente correlato al campionamento dei solidi in cui sono utilizzati succhielli e altri campionatori verticali.

NOTA Un campione verticale o direzionale è preso attraverso il materiale, mantenendo al contempo l'integrità della sotto-popolazione.

coefficiente di variazione: Per una caratteristica non negativa, il rapporto dello scarto tipo con la media.
[UNI ISO 3534-1:2000, 1.24]

conformità (e non conformità): Si ottiene la conformità quando i valori dei campioni di un programma di monitoraggio soddisfano una serie di criteri predefiniti. Al contrario, si ha la non conformità quando i valori dei campioni non riescono a soddisfare i criteri predefiniti.

consegna: Trasferimento della custodia del campione.

conservazione del campione (sample preservation): Qualsiasi procedura utilizzata per evitare che si modifichino le caratteristiche di interesse di un campione in modo tale che le proprietà in corso di esame siano mantenute stabili dalla fase di raccolta sino alla preparazione per l'analisi.
[ISO 11074:2005, 4.4.20]

costituente: Proprietà o attributo di un materiale che è misurato, confrontato o annotato.

derivazione: Suddivisione di un campione, che fluisce liberamente in parti (solitamente) di uguali dimensioni per mezzo di un dispositivo meccanico composto di piani inclinati derivatori.
[ISO 11074] non trovo la definizione (chiedere a Bonato)

dimensione del campione: Numero di elementi o quantità di materiale che costituisce un campione.
[ISO 11074:2005, 4.4.21]

NOTA Nella teoria del campionamento statistico, il termine 'dimensioni dei campioni' è generalmente utilizzato per denotare il *numero* dei campioni. Per ridurre il rischio di confusione, questo utilizzo è stato evitato nella presente norma: pertanto 'dimensioni dei campioni' si riferisce in modo non ambiguo al volume o alla massa di qualsiasi campione.

distribuzione di probabilità (di una variabile casuale): Funzione che dà la probabilità che una variabile casuale assuma un qualunque valore dato o appartenga ad un insieme dato di valori.
[ISO 3534-1:2000, 1.3]

NOTA La distribuzione della probabilità è una descrizione matematica delle frequenze relative con le quali diversi valori si manifestano nella popolazione. È generalmente rappresentata in forma grafica e può essere concepita come la curva alla quale tende l'istogramma dei valori casuali del campione quando il numero di campioni diventa infinitamente grande.

divisione del campione-sottocampionamento: Processo di selezione di uno o più sotto-campioni da un campione di popolazione.

[ISO 11074:2005, 4.6.9]

eluato (eluate): Soluzione ottenuta mediante una prova di lisciviazione.

errore di misura, errore:(measurement error): Valore misurato della grandezza meno un valore di riferimento della grandezza

NOTA 1 Il concetto di errore_di_misura può essere utilizzato:

- a) quando esiste un singolo valore_di_riferimento a cui riferirsi, il che avviene quando si effettua una taratura impiegando un campione_di_misura con un valore_misurato avente una incertezza_di_misura trascurabile, oppure quando è dato un valore_convenzionale; in questo caso l'errore_di_misura è noto,
- b) qualora si supponga che il misurando possa essere rappresentato mediante un singolo valor_vero o un insieme di valor_veri aventi un'escursione trascurabile; in questo caso l'errore_di_misura non è noto.

NOTA 2 L'errore_di_misura non dovrebbe essere confuso con l'errore di produzione o con lo sbaglio.

[UNI CEI 70090:2008, 2.16]

errore di campionamento: Parte dell'errore di stima che è dovuta al fatto che è osservato solo un campione di dimensione inferiore alla dimensione della popolazione.

[UNI ISO 3534-1:2000, 2.53]

errore fisico di campionamento: Errore attribuibile all'attività di prelievo del campione.

errore di misura sistematico; errore sistematico (systematic measurement error): Componente dell'errore di misura che in presenza di misurazioni replicate rimane costante, o varia in maniera prevedibile

NOTA 1 Un valore_di_riferimento_della_grandezza in un *errore_sistematico* può essere un valor_vero_della_grandezza, oppure il valore_misurato di un campione_di_misura avente incertezza_di_misura trascurabile, oppure un valore_convenzionale_della_grandezza.

NOTA 2 L'*errore_sistematico* e le cause che lo determinano possono essere note oppure non note. È possibile applicare una correzione per compensare un *errore_sistematico* noto.

NOTA 3 L'*errore_sistematico* è uguale alla differenza tra l'*errore_di_misura* e l'errore_casuale.

[UNI CEI 70090:2008, 2.17]

errore di misura casuale; errore casuale (random measurement error): Componente dell'errore_di_misura che in presenza di misurazioni replicate varia in maniera non prevedibile

NOTA 1 Un valore_di_riferimento_della_grandezza in un errore_casuale è la media che potrebbe essere calcolata avendo eseguito un numero infinito di misurazioni replicate dello stesso misurando.

NOTA 2 Gli errori_casuali di un insieme di misurazioni replicate formano una

distribuzione, la quale può essere sinteticamente rappresentata mediante il valore atteso, generalmente assunto pari a zero, e la varianza.

NOTA 3 L'errore_casuale è uguale alla differenza tra l'errore_di_misura e l'errore_sistematico.

[UNI CEI 70090:2008, 2.19]

eterogeneità: Grado al quale un costituente (3.2) non è uniformemente distribuito attraverso una quantità di materiale.

Nota 1 Un materiale può essere omogeneo rispetto a un costituente o proprietà ma eterogeneo rispetto ad un'altra.

Nota 2 Il grado di eterogeneità è un fattore determinante nell'incertezza di campionamento.

Fango liquido:

v. rifiuto liquido

fango pastoso (paste-like): Fango capace di flusso continuo sotto l'effetto della pressione al di sopra di un certo limite ed avente una resistenza allo scorrimento sotto un certo limite.

[CEN/TR 15463:2007]

fango solido: Fango avente una resistenza di scorrimento sopra un certo limite

[CEN/TR 15463:2007]

frequenza spaziale: Termine generale per la variabilità tra le posizioni nel materiale da campionare.

imballaggio: Atto di collocare un campione in un contenitore per campioni appropriato per il trasporto e/o la giacitura [ISO 11074:2005] **NON TROVO LA DEFINIZIONE (sentire Bonato)**

incertezza di misura; incertezza: Parametro non negativo che caratterizza la dispersione dei valori_della_grandezza che sono attribuiti a un misurando, sulla base delle informazioni utilizzate.

NOTA 1 L'incertezza_di_misura include componenti che hanno origine da effetti di natura sistematica, come le componenti associate alle correzioni e i valori assegnati ai campioni_di_misura, e comprende anche l'incertezza_di_definizione. Talvolta effetti sistematici stimati non vengono corretti, ma si preferisce aggiungere ulteriori componenti dell'incertezza_di_misura.

NOTA 2 Il parametro può essere, per esempio, uno scarto tipo chiamato incertezza_tipo (o un multiplo specificato di questa), oppure può essere la semiampiezza di un intervallo avente una probabilità di copertura stabilita.

NOTA 3 Di regola l'incertezza_di_misura comprende numerose componenti.

Alcune di queste componenti possono essere valutate mediante valutazioni_di_categoria_A, partendo dalle distribuzioni statistiche dei valori provenienti da una serie di misurazioni, e possono essere caratterizzate dai corrispondenti scarti tipo. Le altre componenti, che possono essere valutate mediante valutazioni_di_categoria_B, possono essere caratterizzate da scarti tipo stimati in base a funzioni densità di probabilità derivate dall'esperienza o da altre informazioni.

NOTA 4 Di regola, per un dato insieme d'informazioni, s'intende che l'incertezza_di_misura è associata a un valore stabilito attribuito al misurando.

Una modifica di questo valore comporta una modifica della corrispondente

incertezza.

MODIFICATO RISPETTO AL VIM (OK)

incremento: Porzione individuale di materiale raccolta in un'unica operazione di un dispositivo di campionamento che non è analizzata/esaminata come singola entità, ma che è mischiata con altri incrementi in un campione composito.

Nota 1 Quando la porzione di materiale raccolto con un'unica operazione di un dispositivo di campionamento è analizzata individualmente, il materiale ottenuto si definisce un campione. In tale situazione, la quantità di materiale è necessario che soddisfi entrambi i criteri, sia per le dimensioni di un incremento sia per le dimensioni di un campione.

Nota 2 In alcune lingue il termine "incremento" è utilizzato senza la condizione di non poter essere mai analizzato autonomamente. Questa è tuttavia una condizione essenziale nella definizione del termine "incremento".

informazioni di base: Informazioni essenziali per la comprensione dell'impostazione del campionamento.

NOTA Consistono, tra l'altro, di informazioni sul processo di produzione dei rifiuti, sulla natura dei rifiuti, sugli aspetti strategici e sui livelli di conformità definiti nella legislazione.

intervallo di confidenza (o fiducia) bilaterale: Quando T_1 e T_2 sono due funzioni dei valori osservati tali che, essendo θ il parametro della popolazione da stimare, la probabilità $\Pr(T_1 \leq \theta \leq T_2)$ è almeno uguale a $(1 - \alpha)$ [dove $(1 - \alpha)$ è un numero assegnato, positivo e minore di 1], l'intervallo tra T_1 e T_2 è un intervallo di confidenza bilaterale $(1 - \alpha)$ per θ .

Nota 1 I limiti T_1 e T_2 dell'intervallo di confidenza sono statistiche (2.45) e, come tali, assumono in generale valori differenti da campione a campione.

Nota 2 In una successione di campioni, la frequenza relativa dei casi in cui il valore vero del parametro della popolazione θ giace entro l'intervallo di confidenza, è maggiore o uguale a $(1 - \alpha)$

[UNI ISO 3534-1:2000, 2.57] **Controllare anche sulla VIM**

intervallo di confidenza (o fiducia) unilaterale: Quando T è una funzione dei valori osservati tale che, essendo θ un parametro della popolazione da stimare, la probabilità $\Pr(T \geq \theta)$ [o la probabilità] è almeno uguale a $(1 - \alpha)$ [dove $(1 - \alpha)$ è un numero assegnato, positivo e minore di 1], l'intervallo dal più piccolo valore possibile di fino a T (o l'intervallo da T fino al massimo valore possibile di) è un intervallo di confidenza unilaterale $(1 - \alpha)$ per θ .

Nota 1 Il limite T dell'intervallo di confidenza è una statistica (2.45) e, come tale, assumerà in generale valori differenti da campione a campione.

Nota 2 Vedere nota 2 di 2.57.

[UNI ISO 3534-1:2000, 2.58] **Controllare anche sulla VIM**

laboratorio di analisi: Laboratorio identificato, incaricato di effettuare l'analisi chimica, biologica o fisica dei campioni.

legislatore: Soggetto responsabile della definizione delle regole da rispettare e/o degli obiettivi da perseguire

liquido viscoso: Liquido con alta viscosità, risultante in un flusso lento e aderente ai contenitori e all'apparecchiatura di campionamento.

lisciviante, agente lisciviante (leachant): Soluzione acquosa utilizzata in una prova di lisciviazione.

nella definizione sulla 3534 c'è prima coefficiente di confidenza (o fiducia);

livello di confidenza (o fiducia): Valore $(1 - \alpha)$ della probabilità associata ad un intervallo di confidenza o ad un intervallo statistico di copertura

[UNI ISO 3534-1:2000, 2.59] **Controllare anche sulla VIM**

macinatura (milling/grinding): Riduzione della granulometria di un campione ottenuta meccanicamente attraverso frizione, impatto o taglio.

media (media aritmetica): Somma dei valori divisa per il loro numero.

[UNI ISO 3534-1:2000, 2.26]

miscela: Combinazione di componenti, particelle o strati in uno stato più omogeneo.

[ISO 11074:2005, 4.6.3]

misurando: Grandezza che si intende misurare

[UNI CEI 70090:2008, 2.3]

omogeneità: Grado al quale un costituente è uniformemente distribuito attraverso una quantità di materiale.

parti interessate: Individui interessati nel processo (iterativo) relativo allo scambio di informazioni riguardanti il materiale da campionare.

Nota: Tali parti comprendono, per esempio, il campionatore, l'analista, il cliente, il regolatore e il produttore del materiale. La persona responsabile del rapporto di misurazione complessivo è il responsabile del progetto.

percentile: Il percentile P di una popolazione è il valore al di sotto del quale rientra P% dei valori della popolazione ed è pertanto superato da $(100-P)\%$ della popolazione.

NOTA Per esempio, il 95% dei valori di una popolazione è minore o uguale al percentile 95, mentre il 5% dei valori della popolazione lo supera.

pezzatura (maximum grain size): Dimensione della luce di maglia dello staccio attraverso cui passa almeno il 95% in massa del materiale.

piano di campionamento: Tutte le procedure per la selezione, prelievo, trattamento in campo, conservazione, trasporto e preparazione delle porzioni prelevate da una popolazione come campione.

[ISO 11074:2005, 4.1.22]

popolazione: La totalità degli elementi presi in considerazione.

[UNI ISO 3534-1:2000, 2.3]

NOTA La popolazione è in genere un sottogruppo utile e ben definito della popolazione complessiva (per esempio la produzione annua di rifiuti) che si ritiene tipico di tale popolazione più ampia.

popolazione complessiva: Intero volume di materiale sul quale sono richieste informazioni.

NOTA 1 Per esempio, la popolazione complessiva potrebbe essere composta dagli elementi in uscita dei rifiuti sull'intera durata di vita dell'impianto.

NOTA 2 Vedere 'popolazione'.

porzione (unit item portion individual): Osservazione delle porzioni discrete, identificabili di un materiale idoneo per la rimozione da una popolazione come campione o come porzione di un campione, e che può essere singolarmente considerato, esaminato, sottoposto a prova o combinato.

[ISO 11074:2005, 4.1.31]

precisione di misura; precisione (measurement precision): Grado di concordanza tra indicazioni o valori misurati della grandezza ottenuti da misurazioni replicate dello stesso oggetto o di oggetti simili, eseguite in condizioni specificate

NOTA 1 Di regola la precisione di misura è espressa numericamente mediante misure d'imprecisione, quali scarto tipo, varianza, o coefficiente di variazione sotto condizioni di misurazione specificate.

NOTA 2 Le «condizioni specificate» possono essere, per esempio, condizioni di ripetibilità, condizioni di precisione intermedia, oppure condizioni di riproducibilità (si veda la ISO 5725-3:1994).

NOTA 3 Il concetto di precisione di misura è richiamato nelle definizioni di ripetibilità di misura, di precisione di misura intermedia e di riproducibilità di misura.

NOTA 4 L'uso dell'espressione precisione di misura in luogo di accuratezza di misura è sbagliato.

[UNI CEI 70090:2008, 2.15]

probabilità: Numero reale compreso tra 0 a 1, associato ad un evento casuale.

NOTA: Si può riferire ad una frequenza relativa di un evento per una lunga serie di osservazioni o ad un grado di fiducia nel verificarsi di un evento. Per un alto grado di fiducia, la probabilità è prossima a 1.

[UNI ISO 3534-1:2000, 1.1]

programma di prova: Operazione di campionamento totale, dalla prima fase in cui sono definiti gli obiettivi di campionamento all'ultima fase, in cui i dati sono analizzati a fronte di questi obiettivi

prove di conformità: Processo di prove per determinare se i valori del campione soddisfano una serie di criteri predefiniti.

registrazione del campionamento (verbale di campionamento): Registrazione che funge da lista di controllo e fornisce al ricercatore tutte le informazioni necessarie sulle tecniche di campionamento applicate al sito e tutte le ulteriori informazioni di importanza.

[ISO 11074:2005, 4.4.26]

responsabile decisionale: Parte che prende una decisione basata sui risultati del programma di prova.

NOTA Nella maggior parte il responsabile decisionale corrisponde al responsabile della regolamentazione, ma può essere anche il produttore dei rifiuti o il responsabile della gestione dei rifiuti.

responsabile della regolamentazione: Soggetto responsabile di controllare se siano soddisfatte le regole del legislatore (per esempio Ente Pubblico)

responsabile di progetto: Persona responsabile di derivare e/o soddisfare il programma di prova.

responsabile strategico: Persona che lavora per le autorità centrali, regionali o locali, il governo o l'amministrazione, la direzione di una società.

riduzione delle dimensioni delle particelle: Variazione della distribuzione granulometrica del sottocampione senza ridurre la massa complessiva dello stesso, mediante strumentazione apposita (es. mulino)

rifiuto granulare (granular waste): Rifiuto solido con pezzatura minore di 5 mm

rifiuto grossolano: Rifiuto avente dimensioni inferiori a 100 mm

rifiuto liquido (liquid waste): Un rifiuto è considerato liquido se fluisce completamente da un'apertura calibrata fino al livello della parte superiore dell'orifizio entro un periodo non maggiore di 8 h, senza vibrazioni o agitazione (Appendice C).

rifiuto monolitico o massivo (monolithic waste): Materiale che ha una dimensione minima certa (generalmente maggiore di 100 mm) e proprietà fisiche e meccaniche che assicurano la sua integrità entro un periodo definito di tempo

rifiuto pastoso (paste-like): (v. fango pastoso)

rintracciabilità: Requisito di qualità applicabile alla gestione delle informazioni, in base al quale vengono garantite, secondo modalità certificate:

1. L'identificazione univoca dei campioni mediante un idoneo sistema di codificazione;
2. La registrazione documentata dei dati riguardanti le caratteristiche (provenienza, composizione, collocazione, utilizzo, ecc.) dei campioni identificati in conformità ai requisiti di cui al punto (1);
3. L'esatta correlazione dei dati di cui al punto (2) con i campioni identificati cui sono riferiti;
4. La fruibilità dei dati di cui al punto (2) da parte degli operatori interessati.

scala: Indicazione delle dimensioni o del volume indicati, considerati appropriati per la valutazione del materiale.

NOTA 1 L'appendice A del TR 15310-1 fornisce ulteriori spiegazioni sul concetto di scala.

scarto tipo (di una variabile casuale o di una distribuzione di probabilità): Radice quadrata positiva della varianza (formula)
[UNI ISO 3534-1:2000, 1.23]

sedimento di fondo: Strato di materiale solido presente sul fondo di serbatoi di stoccaggio di liquidi.

sotto-campione: Quantità (massa o volume) di materiale ottenuto mediante procedimenti per ottenere che le caratteristiche di interesse siano distribuite casualmente in parti di dimensioni uguali o disuguali.

Nota 1 Un sotto-campione può essere:

a) una porzione del campione ottenuta mediante selezione o divisione, oppure b) un'unità individuale della sotto-popolazione presa come parte del campione, oppure c) l'unità finale del campionamento multi-fase.

Nota 2 Il termine "sotto-campione" è utilizzato nel senso di "campione di un campione" o come sinonimo di "unità".

In pratica, il significato risulta generalmente chiaro dal contesto o è definito.

sotto-popolazione: Parte definita della popolazione oggetto degli scopi del campionamento.

stoccaggio del campione (sample storage): Processo e risultato della conservazione di un campione disponibile in certe condizioni predefinite per un intervallo di tempo solitamente specificato tra la raccolta e l'ulteriore trattamento del campione [ISO 11074:2005, 4.4.22]

strato/strati: Gli strati sono parti reciprocamente esclusive ed esaustive di una popolazione. Generalmente sono identificati, perché si ritiene che siano parti diverse della popolazione da campionare.

tecniche di campionamento: Tutti i procedimenti e i dispositivi di campionamento appropriati utilizzati per ottenere e descrivere i campioni di materiale, in campo o durante il trasporto e in laboratorio.

[ISO 11074:2005, 4.4.28]

Nota: Il modo di selezione delle tecniche di campionamento deve essere descritto nel piano di campionamento.

trasporto di un campione: Atto di trasferimento di un campione dalla località di campionamento al luogo del successivo trattamento (per esempio laboratorio, banca di provini del terreno ecc.)

[ISO 11074:2005, 4.4.23]

variabilità di fondo: Variabilità di un materiale evidenziata nella scala di misurazione più piccola.

variabilità interna alla popolazione: Dispersione delle osservazioni o dei risultati di prova ottenuti all'interno di una popolazione. **[ISO 3534-2] NON TROVO LA DEFINIZIONE (Chiedere a Bonato)**

NOTA La variazione interna alla popolazione può essere stimata dai dati di una singola popolazione o dal raggruppamento delle stime delle diverse popolazioni,.

variabilità temporale: Termine generale per indicare la variabilità della popolazione nel tempo.

verifica in sito: Prova generalmente semplice per valutare se il rifiuto in oggetto sia effettivamente il tipo di materiale previsto.

CAP. 4 PREPARAZIONE DEL PIANO DI CAMPIONAMENTO

I rifiuti sono generalmente di natura eterogenea ed è pertanto necessario specificare nel programma di prova la quantità di materiale per la quale è necessario definire le caratteristiche di interesse. Conseguentemente è possibile condurre la caratterizzazione di base dei rifiuti che consente di prendere decisioni informate sul modo più appropriato di trattamento, recupero o smaltimento dei rifiuti stessi. Generalmente per poter eseguire prove valide per la caratterizzazione dei rifiuti può essere richiesto il campionamento dei rifiuti.

La norma UNI EN 14899 definisce come requisito obbligatorio quello di redigere un piano di campionamento per soddisfare l'obiettivo del programma di prova, all'interno del quadro di riferimento del programma di prova complessivo illustrato nella figura 1 della UNI EN 14899:2005. Tale norma specifica i passi procedurali da intraprendere nella preparazione e applicazione di un piano di campionamento che descrive il metodo di raccolta del campione.

La norma UNI EN 14899 può essere utilizzata per:

- produrre piani di campionamento da utilizzare in circostanze regolari o sistematiche (ovvero elaborazione di norme secondarie/derivate dedicate a scenari di campionamento ben definiti);
- incorporare i requisiti di campionamento specifici nella legislazione nazionale;
- progettare e sviluppare un piano di campionamento da utilizzare caso per caso.

Lo sviluppo di un piano di campionamento nell'ambito di questo quadro di riferimento richiede di procedere attraverso tre fasi o attività:

- 1) definizione del piano di campionamento;
- 2) prelievo di un campione in campo in conformità al piano di campionamento;
- 3) trasporto del campione in laboratorio.

Nel processo di definizione del piano di campionamento (fase 1 nella figura 1 della EN 14899:2005), l'obiettivo del programma di prova è tradotto in istruzioni tecniche specifiche e concrete per il campionatore. Utilizzando queste istruzioni, il campionatore preleva il tipo e il numero di campioni adeguato a soddisfare l'obiettivo del programma di prova, fornendo al responsabile decisionale le informazioni richieste sulla caratterizzazione dei rifiuti oggetto di indagine.

Il processo di definizione del piano di campionamento, che tiene conto degli aspetti strategici e dei requisiti tecnici per produrre le istruzioni tecniche del campionatore, costituisce pertanto una fase fondamentale nel campionamento dei rifiuti.

4.1 Processo di definizione del piano di campionamento

Di seguito si forniscono informazioni a supporto della definizione del piano di campionamento e viene descritta la selezione del tipo di campionamento che può essere utilizzato per il recupero di un campione per un'ampia gamma di rifiuti. La debita considerazione e selezione dei criteri statistici è di importanza chiave nella produzione di un piano di campionamento in quanto forniscono i mezzi per garantire che il tipo e il numero di campioni prelevati raggiungano un obiettivo identificato con chiarezza e forniscano i risultati con un livello di affidabilità richiesta. Il CEN/TR 15310-1 fornisce informazioni a supporto al fine di selezionare l'approccio di campionamento (come riportato nel punto 4.2.7 della EN 14899:2005).

Nel seguito saranno trattati, in particolare, gli aspetti strategici pertinenti alla definizione dell'obiettivo del programma di prova e sarà fornita una guida per la definizione del piano di campionamento.

Saranno forniti alcuni esempi pratici dei piani di campionamento per una serie di rifiuti e situazioni che si presentano più frequentemente ~~(Allegato A)~~ **Vedere 4.8**

Questi esempi chiariscono il processo di definizione del piano di campionamento. È stata formulata una serie di ipotesi per produrre ogni singolo esempio e pertanto – sebbene gli esempi rappresentino la

pratica quotidiana effettiva – possono essere specifici del caso e non necessariamente applicabili in modo diretto ad altre situazioni generiche simili.

4.2 Processo di definizione del piano di campionamento

4.2.1 Descrizione generale del processo

Il responsabile di progetto è responsabile del processo che definisce il piano di campionamento. La prima fase consiste nell'identificare le parti interessate ai risultati del campionamento e garantirne la loro piena partecipazione alle decisioni.

Le parti interessate hanno provenienze diverse e possono avere interessi in conflitto tra loro. Supportate dal responsabile di progetto, le parti interessate devono raggiungere un accordo sull'obiettivo del programma di prova, sulla traduzione di questo obiettivo in traguardi tecnici realistici e nella traduzione in istruzioni non ambigue per il campionatore. Il responsabile di progetto registra poi queste istruzioni nel piano di campionamento.

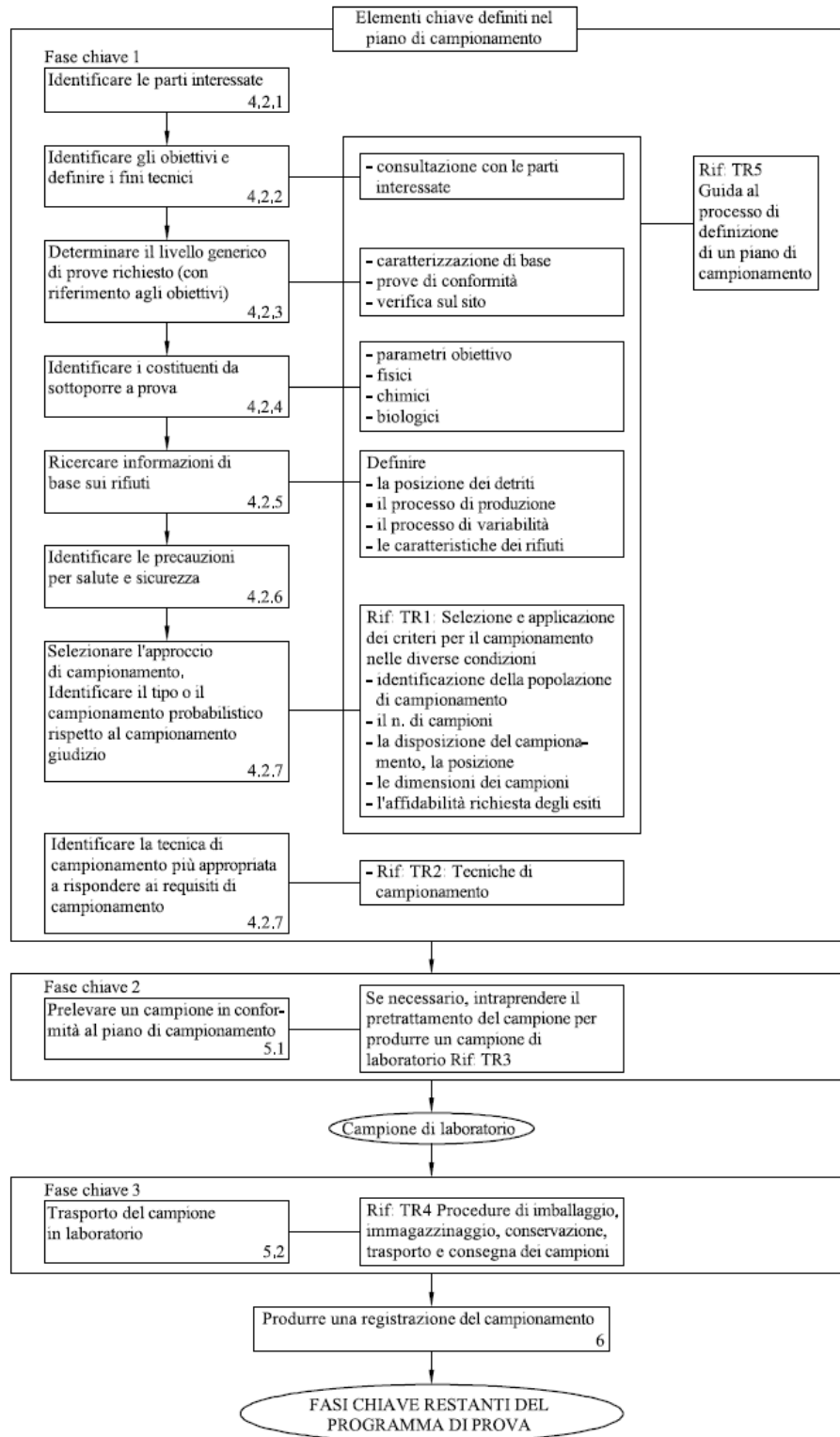
L'obiettivo del programma di prova determina, direttamente o indirettamente, il livello di informazioni desiderate (per esempio, caratterizzazione di base, prove di conformità o verifica sul sito) e l'affidabilità desiderata dei risultati del campionamento.

Gli obiettivi tecnici comprendono la popolazione, la scala, il livello e l'intervallo di confidenza, la definizione dei rifiuti da campionare, i costituenti da determinare, i tempi e il luogo di campionamento. Molte di queste informazioni sono elementi in ingresso al piano di campionamento, mentre altri (ad es. la scala, il livello di fiducia) devono essere tradotti in termini pratici come, ad esempio, il tipo di campionamento, il numero di incrementi da prelevare e il numero di campioni finali, le rispettive dimensioni, i punti di campionamento etc. In genere, l'affidabilità dei risultati migliora aumentando il numero di campioni. Ciò porta invariabilmente a costi di campionamento e analisi più elevati. In breve, il carattere eterogeneo dei rifiuti richiede la necessità di bilanciare l'affidabilità desiderata con gli aspetti finanziari. In effetti, il bilanciamento tra affidabilità e costi può rappresentare la decisione più importante che le parti interessate devono assumere nel processo di definizione del piano di campionamento.

La bozza del piano di campionamento dovrebbe essere discussa con tutte le parti interessate. In questo modo, si chiariscono le implicazioni pratiche delle scelte operate nel processo di definizione e traduzione degli obiettivi. Il processo di definizione del piano di campionamento può essere un processo iterativo ripetuto diverse volte prima di produrre una versione finale riconosciuta del piano di campionamento. Il responsabile di progetto dovrebbe gestire attivamente questo processo.

In figura 1 ritroviamo gli elementi chiave di un piano di campionamento.

Figura 1- Elementi chiave di un piano di campionamento



4.3 Identificazione delle parti interessate

4.3.1 Generalità

Il responsabile di progetto deve identificare le parti interessate ai risultati del campionamento e coinvolgerle effettivamente nel processo decisionale per definire il piano di campionamento. Le parti interessate sono come minimo i proprietari, gli utilizzatori o gli acquirenti dei rifiuti e, devono fare riferimento alla legislazione alla quale è relativo il programma di prova. Inoltre, è una parte interessata anche il responsabile di progetto stesso. Le parti interessate hanno provenienze diverse e possono avere interessi in conflitto tra loro. Non tutte le parti interessate possono essere coinvolte facilmente. Tuttavia, non tutte le parti devono essere rappresentate a livello personale.

Si possono distinguere i seguenti ruoli in quasi tutti i programmi di prova:

- il legislatore;
- il responsabile della regolamentazione;
- la società o l'organizzazione che produce i rifiuti (produttore dei rifiuti);
- la società o l'organizzazione che accetta i rifiuti (responsabile della gestione dei rifiuti);
- il responsabile di progetto, il personale e le organizzazioni correlate (come il campionatore e l'analista di laboratorio).

Il legislatore in particolare non deve essere coinvolto direttamente. I requisiti del legislatore sono in genere definiti nei documenti strategici, nelle direttive, nella legislazione nazionale e regionale.

L'identificazione delle parti interessate non sempre è facile. La stessa persona può avere più di un ruolo (per esempio, nei programmi di campionamento semplici, il cliente e il campionatore o il responsabile della regolamentazione e il legislatore possono essere la stessa persona). Inoltre, le parti possono non comprendere gli effetti che i risultati del campionamento potrebbero avere sulla loro situazione. Il mancato ottenimento delle informazioni in ingresso da tutte le parti nella definizione del piano di campionamento possono portare a perdite di tempo nelle fasi successive del programma di prova.

Esempio: identificazione delle parti interessate

Nell'esempio, i rifiuti prodotti dall'incenerimento dei residui della produzione di carta potrebbero essere portati alla discarica solo se soddisfano i livelli di conformità definiti per tale discarica e per i rifiuti specifici.

Nell'esempio si presume che l'amministrazione regionale abbia definito i livelli di conformità, può essere pertanto vista come il legislatore. L'amministrazione regionale può quindi essere vista come il responsabile della regolamentazione. Le altre parti interessate sono il produttore dei rifiuti, il proprietario della discarica e una società di consulenza indipendente responsabile del campionamento. Il responsabile di progetto è un dipendente della società di consulenza.

Prima del campionamento il responsabile di progetto consulta direttamente il produttore dei rifiuti e il proprietario della discarica. Le istruzioni di campionamento sono fornite nel piano di campionamento generico, mentre le condizioni più specifiche sono definite sia nei documenti di strategia regionale che nel contratto di smaltimento di questi rifiuti nella discarica specificata. Il legislatore è pertanto coinvolto indirettamente.

L'amministrazione regionale è al corrente di questo flusso di rifiuti verso la discarica. Il responsabile della regolamentazione può controllare il processo quando lo desidera. Il responsabile della regolamentazione non è quindi coinvolto direttamente ma decide se e quando controllare il processo di smaltimento in discarica.

4.3.2 Legislatore

Nella maggior parte dei casi, il legislatore è la Commissione europea, l'amministrazione pubblica nazionale, regionale o locale. Tuttavia, può rivestire il ruolo di legislatore anche la direzione dell'azienda.

Nel caso dell'acquisto e della vendita internazionali di rifiuti, gli obiettivi della legislazione nazionale, della legislazione europea e della direzione dell'azienda devono essere considerati nella definizione dell'obiettivo del programma di prova.

4.3.3 Responsabile della regolamentazione

Il responsabile della regolamentazione è colui che può basare una decisione sui risultati del campionamento forniti dal produttore dei rifiuti e/o dall'acquirente dei rifiuti, oppure richiede un campionamento indipendente..

Nelle situazioni complesse, potrebbero essere presenti diversi responsabili della regolamentazione.

4.3.4 Produttore dei rifiuti e responsabile della gestione dei rifiuti

Le società o le organizzazioni che producono o accettano i rifiuti hanno importanti interessi negli esiti del programma di prova e dovrebbero pertanto essere coinvolte nella definizione dell'obiettivo del programma di prova e nella traduzione di questo obiettivo nel piano di campionamento.

Il produttore dei rifiuti e il responsabile della gestione dei rifiuti possono avere interessi in conflitto tra loro, ma la discussione pregressa può averli risolti o almeno può consentire un compromesso negoziato prima di investire tempo e risorse nel programma di prova.

Spesso il responsabile di progetto è un dipendente di una delle parti, ma in entrambi i casi ciò non implica che il produttore dei rifiuti o il responsabile della gestione dei rifiuti sia il responsabile decisionale finale.

4.3.5 Campionatore, analista di laboratorio e altri dirigenti

Le parti interessate possono presentare richieste riguardanti la qualità delle parti che eseguono il campionamento e la successiva analisi dei campioni. Per esempio, mediante un sistema di certificazione o accreditamento del campionatore e dell'analista.

4.4 Determinare l'obiettivo del programma di prova

Per accertarsi che il programma di prova sia adeguato, deve essere definita con chiarezza la motivazione sottesa all'indagine di un potenziale rifiuto: Qual è l'obiettivo del programma di prova?

I possibili obiettivi del programma di prova possono includere:

- controllare la correttezza della classificazione dichiarata (è il tipo di rifiuti previsto?);
- determinare la possibilità di recupero/riuso dei rifiuti;
- valutare i rischi per la salute umana e/o l'ambiente prodotti dal materiale/rifiuto;
- determinare le precauzioni da prendere per lo smaltimento in discarica dei rifiuti;
- ecc.

Questi esempi forniscono obiettivi definiti in termini molto generici. Normalmente questo tipo di obiettivi sono espressi in modo da rispondere a questioni strategiche generali.

L'obiettivo potrebbe anche essere definito in termini maggiormente tecnici, quali:

- la necessità di confrontare la qualità del materiale di rifiuti con i livelli di qualità definiti nella legislazione nazionale e internazionale (i rifiuti soddisfano i livelli di conformità?);
- determinare la lisciviabilità delle sostanze provenienti dal materiale;
- ecc.

La deduzione del piano di campionamento dall'obiettivo è trattata nel punto 4.5.

È importante che tutte le parti coinvolte raggiungano un accordo rispetto all'obiettivo.

Situazione di esempio

A causa dell'incenerimento dei residui della produzione di carta, le polveri sono raccolte in un filtro. Le polveri sono intrappolate in un'unità di filtraggio dell'aria e depositate in pile per il trasporto alla discarica. Per consentire lo smaltimento in discarica, le concentrazioni di una serie di costituenti chiave devono essere conformi ai criteri di accettabilità della discarica in oggetto. Il trasporto alla discarica ha luogo quando sono raccolti 30 t di polveri. La pila è facilmente accessibile da una postazione solida.

L'obiettivo del programma di prova è di definire se la composizione delle polveri sul filtro soddisfa i criteri definiti per l'accettabilità dei rifiuti nella discarica. Questi criteri di accettazione sono formulati alla luce delle misure protettive assunte nella costruzione della discarica e in quanto tali sono mirati alla protezione dell'ambiente – nello specifico della qualità delle acque sotterranee – nei dintorni della discarica.

4.5 Scelte strategiche nella derivazione dei traguardi tecnici a partire dall'obiettivo

4.5.1 Generalità

Come indicato nel punto 5.4, l'obiettivo del programma di prova definisce cosa intendono conseguire le parti interessate mediante l'indagine sui rifiuti. Per analizzare questi rifiuti è necessario raccogliere dei campioni. Pertanto, l'operazione di campionamento per ottenere questi campioni deve essere dettagliatamente pianificata. La pianificazione dettagliata dell'operazione di campionamento e le specifiche tecniche per il campionamento sono formalizzate nel piano di campionamento.

Nel derivare il piano di campionamento, l'obiettivo deve essere tradotto in uno o più traguardi tecnici. La relazione tra il programma di prova, l'obiettivo, i traguardi tecnici e il piano di campionamento sono illustrati in Figura 2(dal TR 5).

Esempio: Specifica delle istruzioni nel piano di campionamento mediante la definizione dei traguardi tecnici dell'obiettivo

L'obiettivo 'confrontare la qualità dei rifiuti con i livelli di qualità definiti nella legislazione' deve essere tradotto in traguardi tecnici quali 'misurare il pH e il contenuto di cadmio dei rifiuti'. Nel piano di campionamento, i traguardi tecnici (per esempio, la misurazione del pH) sono trasposti in istruzioni pratiche per il campionatore. Per esempio, specificando la quantità del campione da prelevare e le necessarie misure di conservazione per la determinazione del pH. I traguardi tecnici in questo esempio sono di prelevare una quantità adeguata di materiale di rifiuti e conservarne le caratteristiche utilizzando un contenitore per campioni adeguato. Nel piano di campionamento il termine 'adeguato' è sostituito dall'indicazione effettiva della quantità necessaria di materiale di rifiuti da campionare (per esempio, 1 kg) e dall'indicazione del tipo di contenitore per campioni (per esempio vetro scuro a tenuta d'aria).

Si noti che un programma di prova può spesso avere più di un obiettivo. in quanto il numero di campioni e il livello di qualità da ottenere varia a seconda degli obiettivi. Come risultato, potrebbe essere necessario quindi definire più di un piano di campionamento per soddisfare tutti gli obiettivi del programma di prova. Il fatto che siano presenti due diversi piani di campionamento non implica che il necessario campionamento non possa avere luogo contemporaneamente.

Figura 2 – Traduzione degli obiettivi in traguardi tecnici e istruzioni nel piano di campionamento

- i traguardi tecnici sono correlati ai seguenti elementi del piano di campionamento3;
- i composti da studiare (4.5.2);
- la popolazione che è rappresentata dai risultati di campionamento (4.5.3);
- l'affidabilità desiderata dei risultati (4.5.5);
- il parametro statistico da determinare;
- la scelta della metodologia di campionamento (probabilistica o a giudizio esperto);
- la tecnica di campionamento adeguata;
- il pretrattamento del campione;
- ecc.

4.5.2 Selezione del misurando da analizzare

La selezione del misurando da analizzare inizia con un inventario dei composti contemplati nella legislazione pertinente. I composti identificati dalla legislazione sono spesso un riflesso del loro potenziale di rischio per gli esseri umani, per l'ambiente ed, infine, economici. Anche i dati sulla caratterizzazione di base dei rifiuti possono identificare ulteriori sostanze da analizzare.

Non tutti i traguardi tecnici devono essere discussi con (tutte) le parti interessate. Scegliere i composti da studiare, definire la popolazione e la scala di campionamento e scegliere l'affidabilità desiderata dei risultati di campionamento costituiscono gli aspetti più importanti, perché queste scelte influenzano in larga misura l'efficienza e l'efficacia del programma di prova.

Esempio: Selezione dei costituenti

Le informazioni di base sulla composizione e il processo che porta alla produzione dei rifiuti può essere cruciale per la selezione dei costituenti da studiare.

Esempio: Informazioni di base

Sono disponibili diversi tipi di informazioni di base per i rifiuti. Sono presenti informazioni tecniche sul processo di produzione e sui materiali in ingresso. Sono presenti anche informazioni numeriche ottenute da una precedente caratterizzazione di base nonché da precedenti prove di conformità.

Le informazioni non numeriche, in aggiunta alla descrizione della situazione di esempio fornita nel punto 4.4, sono che la capacità annua dell'operatore di combustione ammonta a 287.000 t di rifiuti di carta. Questo produce circa 13.000 t di polvere di filtraggio annua (600 movimenti di rifiuti all'anno). Circa il 60% della polvere di filtraggio è destinata allo smaltimento in discarica; il resto è riutilizzato nell'industria del cemento.

I dati di composizione derivanti dalla caratterizzazione di base forniscono informazioni che i componenti da considerare 'critici' sono TOC, Pb e Cu. Dalla pregressa caratterizzazione di base e prove di conformità il contenuto di TOC negli ultimi 4 anni va da 2.775 fino a 34.470 mg/kg. La media del TOC era 12.568 mg/kg. Per il Pb, la concentrazione media è 118 mg/kg con uno scarto tipo di 63 mg/kg. Per il Cu, la concentrazione media è 400 mg/kg con uno scarto tipo di 44 mg/kg. Questi tipi di dati sono richiesti come base per qualsiasi

futuro programma di campionamento.

4.5.3 Definizione della popolazione e delle sotto-popolazioni

4.5.3.1 Generalità

La popolazione è la quantità totale di materiale su cui si desidera ottenere informazioni con il campionamento.

Nella sua forma più semplice, la popolazione è un contenitore, una pila o un camion di rifiuti. In questo caso, l'identificazione della popolazione in termini di spazio e tempo è semplice. Ma laddove un processo di produzione produce un flusso continuo di rifiuti, l'identificazione della popolazione è meno diretta. Per esempio, la popolazione potrebbe essere la quantità di rifiuti prodotta in un processo di produzione continuo. Per definire la popolazione in questo caso, le parti coinvolte devono specificare il periodo di tempo di produzione. La popolazione potrebbe quindi essere definita come la quantità di rifiuti prodotta in un determinato luogo in un anno, mese, settimana o altro periodo. Inoltre, questo implica che deve essere definita anche la parte dei rifiuti prodotta fuori dal periodo specificato. A tal fine è utilizzato il termine 'popolazione complessiva' che descrive la quantità totale di materiale prodotto.

A seconda dell'obiettivo del programma di prova e delle risorse disponibili, le parti interessate devono operare una scelta tra le diverse opzioni di definizione della popolazione. Inoltre, come chiarito nei paragrafi seguenti, può essere talvolta necessario dividere una popolazione in sotto-popolazioni. Dal punto di vista del campionamento, una sotto-popolazione può essere percepita come l'unità che è campionata separatamente e per la quale forniscono informazioni i risultati di campionamento (vedere anche il punto 4.5.4).

Il processo di produzione dei rifiuti determina in larga misura la definizione di popolazione e la necessità di suddividere la popolazione in sotto-popolazioni. Ai fini del campionamento, è possibile identificare i seguenti processi di produzione:

- produzione unica di rifiuti (per esempio: contenitore, cumulo, camion);
- produzione continua (flusso di rifiuti) di rifiuti omogenei;
- produzione continua (flusso di rifiuti) di rifiuti eterogenei;

4.5.3.2 Produzione unica di rifiuti

La forma più semplice di produzione di rifiuti è una produzione unica di rifiuti conservati in un contenitore, pila, camion o altra unità. In questo caso la popolazione può essere facilmente definita in termini di spazio (la quantità di rifiuti in una determinata ubicazione).

Nella situazione più semplice, i rifiuti unici sono conservati in un contenitore, pila, camion o altra unità, che identifica chiaramente la popolazione completa. In questo caso non sussiste la necessità di utilizzare qualsiasi altro termine al di fuori di 'popolazione'.

In una situazione più complessa, i rifiuti unici sono conservati in più di un contenitore, pila, camion o altra unità, ma la serie di 'unità' è limitata e può essere definita in termini di spazio. Potrebbe essere potenzialmente possibile e desiderabile identificare diverse sotto-popolazioni relative, per esempio, rispetto al metodo di conservazione. Quindi la popolazione consiste di diverse sotto-popolazioni.

L'identificazione delle sotto-popolazioni, dalla prospettiva del campionamento, è necessaria solo quando queste sottopopolazioni sono campionate e valutate su base individuale. Per esempio, quando si prevede che le sotto-popolazioni differiscano per qualità o abbiano destinazioni diverse con criteri di accettazione diversi. Questo non implica tuttavia che debba essere campionata ogni singola sotto-popolazione.

NOTA Esiste una certa sovrapposizione tra la produzione di un numero 'limitato' di unità e la produzione continua di rifiuti. Questa sovrapposizione dipende dal numero effettivo di unità e dall'arco di tempo della loro produzione. Vedere il punto 4.5.3.3 e il punto 4.5.3.4.

4.5.3.3 Produzione continua di un flusso di rifiuti omogenei

Contrariamente alla produzione unica di rifiuti, un processo di produzione continuo genera un flusso continuo di rifiuti.

La popolazione è ora definita nel tempo piuttosto che nello spazio (la quantità di rifiuti prodotta da un determinato processo di produzione in un determinato lasso di tempo). È tuttavia possibile anche la definizione della popolazione nello spazio, a seconda della posizione in cui sono prelevati i campioni. In alcuni casi, un processo di produzione continuo produce un flusso omogeneo di rifiuti (Figura 3). La qualità di questi rifiuti omogenei può essere determinata in modo relativamente facile con una quantità limitata di campioni delle dimensioni appropriate (4.5.4). Non è necessario dividere la popolazione in sotto-popolazioni in quanto queste non sono campionate e valutate su base individuale.

Figura 3 – Produzione continua di un flusso di rifiuti omogenei

4.5.3.4 Produzione continua di un flusso di rifiuti eterogenei

Un processo di produzione continua può produrre anche un flusso di rifiuti eterogenei (di qualità variabile). Per esempio, la qualità dei prodotti primari può variare nel tempo a causa di variazioni del processo di produzione.

L'eterogeneità dei rifiuti risultanti potrebbe portare a una situazione in cui si può ragionevolmente prevedere che parte della popolazione non sia idonea alla destinazione o all'uso pianificati. Se si potesse prevedere che le diverse parti del flusso di rifiuti superano le specifiche richieste (per esempio i livelli di conformità), il campionamento dovrebbe essere organizzato in modo tale che queste parti del flusso di rifiuti possano essere identificate.

Pertanto i risultati del programma di prova dovrebbero fornire informazioni sull'eterogeneità dei rifiuti. Per gestire il campionamento e ottenere informazioni sull'eterogeneità interna alla popolazione, la popolazione deve essere suddivisa in diverse sotto-popolazioni. Preferibilmente, le sotto-popolazioni devono essere fisicamente separate fino al momento della disponibilità dei risultati del programma di prova, al fine di consentire azioni separate come conseguenza della variabilità delle sotto-popolazioni. Figure 4 - Produzione continua di rifiuti eterogenei : identificazione delle sotto-popolazioni dal punto di vista della produzione

Qualsiasi variazione del processo di produzione che si prevede abbia un'influenza sulla qualità dei rifiuti, come un nuovo stock di prodotto primario o l'introduzione di una nuova macchina nel processo di produzione, può produrre una nuova sotto-popolazione (Figura 4).

Figure 5 – Produzione continua di rifiuti eterogenei: identificazione delle sotto-popolazioni dal punto di vista del trasporto

Figure 6 – Produzione continua di rifiuti eterogenei: identificazione delle sotto-popolazioni dal punto di vista della destinazione.

L'identificazione delle sotto-popolazioni dal punto di vista della produzione fornisce informazioni sulla (potenziale) eterogeneità della popolazione.

Le sotto-popolazioni possono essere identificate anche rispetto al trasporto e alla destinazione finale. Per esempio, se un flusso di rifiuti eterogeneo è raccolto in camion per il trasporto, può essere utile e pratico identificare i singoli carichi come sotto-popolazioni perché ciò consente alle parti interessate di raccogliere informazioni sulla qualità dei rifiuti da trasportare.

Si può inoltre indicare che il carico di rifiuti è il risultato di una produzione unica ed è pertanto la popolazione del campionamento (**punto 4.5.3.2**) Questo approccio non fornisce tuttavia informazioni sulla quantità totale di rifiuti prodotta, perché solo parte della quantità totale di rifiuti è inclusa nella popolazione.

Per motivi di efficienza, diversi carichi trasportati verso la medesima destinazione possono essere uniti in un'unica sottopopolazione

In questo caso, le sotto-popolazioni sono definite dal punto di vista della destinazione.

Tabella 1 **diventa Prospetto 1** – Vantaggi e svantaggi dei diversi approcci per definire le sotto-popolazioni nel campionamento di una produzione continua di rifiuti eterogenei

Esempio: Identificazione della popolazione e delle sotto-popolazioni

La popolazione è definita come la quantità di polveri di filtraggio prodotte dall'incenerimento dei rifiuti di carta in un anno (circa 13.000 t). Tuttavia, poiché non è né pratico né fattibile valutare la produzione per un intero anno, devono essere identificate le sotto-popolazioni.

Una volta raccolte 30 t di polveri sul filtro, queste sono trasportate alla discarica. Considerando la quantità totale annua di polveri sul filtro, essa equivale a circa 430 carichi di camion oppure, basandosi su una settimana produttiva di cinque giorni, circa due carichi al giorno.

Le sotto-popolazioni sono identificabili in base a questi carichi. Tuttavia, ciò produrrebbe 430 sotto-popolazioni da campionare e valutare. Per una maggiore competitività economica, la sotto-popolazione è definita come la produzione di una settimana. Ciò implica che ogni sotto-popolazione consiste di (circa) 10 carichi di camion o 300 t.

Alla luce di questa definizione delle sotto-popolazioni, la discarica registra la posizione esatta di ogni produzione settimanale. Quindi, quando i risultati del campionamento indicano che una sotto-popolazione supera il livello di conformità per un costituente, essa può essere facilmente identificata al fine di assumere misure adeguate.

4.5.4 Scala

La scala è uno dei punti essenziali del campionamento. La scala definisce il volume o la massa dei rifiuti che un campione rappresenta direttamente. Ciò implica che quando la valutazione dei rifiuti è necessaria, per esempio, su un metro cubo, i risultati del campionamento dovrebbero fornire informazioni su una scala di metro cubo. Pertanto i risultati analitici dovrebbero essere rappresentativi di un metro cubo di rifiuti.

A seconda dell'obiettivo del programma di prova, la scala del campionamento può essere uguale alle dimensioni delle singole particelle dei rifiuti (per i rifiuti particolati), alle dimensioni della sotto-popolazione o persino dell'intera popolazione.

La scala può essere definita anche in termini di tempo: se la popolazione è la quantità totale di rifiuti prodotta in un anno, la scala può essere un anno (l'intera popolazione) ma anche un mese, una settimana o un giorno, a seconda dell'obiettivo del programma di prova.

La definizione della scala è importante, in quanto l'eterogeneità è una caratteristica dipendente dalla scala. Si presuma un particolare materiale di rifiuti formato da particelle di dimensioni ridotte che variano solo per colore. Le particelle nei rifiuti sono completamente mischiate.

In una serie di campioni, ciascuno con le dimensioni di una singola particella, ogni campione ha un colore diverso; pertanto, l'eterogeneità di colore osservata tra questi campioni è alta.

Tuttavia, il grado di eterogeneità su una scala, per esempio, di 1 kg, formata da diverse migliaia di particelle, è basso.

Ciascuno di questi campioni ha circa la stessa miscela di colori e – osservandoli dalla distanza (quindi effettivamente su una scala di 1 kg i campioni hanno lo stesso colore mischiato. Dunque l'eterogeneità osservata è ora bassa.

Come conseguenza della relazione diretta tra scala ed eterogeneità, i risultati del campionamento sono validi solo per la scala che è uguale alla scala di campionamento o a scale più alte. In generale, il grado di eterogeneità è più alto per una scala di campionamento più piccola mentre è più basso per una scala di campionamento più grande.

Esempio: Definizione della scala di campionamento

A seguire sono forniti tre esempi specifici per i quali è definita una scala:

a) Se si deve analizzare un lotto di 2000 t che rappresenta una singola popolazione in quanto costituito da materiale sufficientemente omogeneo, si possono prelevare casualmente 50 incrementi da 200g producendo un campione composito pari a 10 kg. Da questo campione dovrà essere preparato il campione di laboratorio (ad es. 1 kg per riduzione dimensionale) ed il campione di prova (50g) su cui verranno eseguite un certo numero di analisi (per esempio 5). Nel caso in cui il campione composito risultante rappresenta una buona stima della concentrazione media dell'intera popolazione la scala di campionamento è di 2000 t. Non si ottengono informazioni circa la variabilità (scarto tipo) della popolazione.

b) Se si deve analizzare un lotto di 2000 t al cui interno sono rappresentate diverse sottopopolazioni stimate di circa 50 t ciascuna, da ogni sottopopolazione vengono prelevati 50 incrementi da 200g ciascuno che insieme producono un campione composito da 10 kg, ognuno di questi campioni composti rappresenta una sottopopolazione e quindi la scala per ogni campione composito è 50 t. Il valore medio dei campioni di prova derivati da altrettanti campioni composti produce una stima della concentrazione media dell'intera popolazione di 2000 t valutando la variabilità all'interno dell'intera popolazione su una scala di 50 t.

c) Se si deve analizzare un lotto di 2000 t che rappresenta una singola popolazione si possono prelevare più di un campione composito da 10 kg formato ognuno da 50 incrementi da 200g prelevati casualmente sull'intera massa di popolazione. La scala di ogni campione composito è 2000 t ma il valore medio di tutti i campioni di prova prodotti fornisce una stima della concentrazione media e la variabilità dell'intera popolazione (lo scarto tipo) è stimata su una scala di 200g.

Prospetto 2 Esempio di definizione della scala di campionamento

Dimensione rifiuto da campionare (popolazione)	Sotto-popolazione	scala	incrementi	Dimensione incrementi	Campione composito	Dimensione campione composito	Campione di laboratorio	Dimensione campione di laboratorio
2000 t	-	2000	>50	200 gr	1	10 Kg	1	1 Kg
2000 t	50 t	50	>50 ogni sottopop.	200 gr	40	10 Kg	40	1 Kg
2000 t	-	2000	>50	200 gr	> 2	10 kg	> 2	1 kg

L'esempio seguente illustra gli effetti delle diverse definizioni della scala del campionamento. Le parti interessate devono fare una scelta a seconda dell'obiettivo del programma di prova.

Esempio: Effetti delle diverse definizioni della scala di campionamento

Si considerino le tre sotto-popolazioni illustrate in Figura 7.

Ogni sotto-popolazione consiste di tredici parti individuali che hanno una 'qualità' simbolizzata da un numero compreso tra 0 e 99. L'eterogeneità è quantificata dal coefficiente di variazione: un coefficiente di variazione alto indica un'eterogeneità elevata.

Quando la scala di campionamento è uguale alle dimensioni della sotto-popolazione, il risultato del campionamento è solo una stima della concentrazione media per ogni sotto-popolazione. Confrontando

le sotto-popolazioni in figura 7, le sotto-popolazioni 1 e 2 sono confrontabili mentre la sotto-popolazione 3 ha una media più alta.

Quando la scala di campionamento è uguale alle singole parti interne ad ogni sotto-popolazione, otteniamo non solo una stima della concentrazione media della sotto-popolazione, ma anche una stima dell'eterogeneità interna a tale sottopopolazione.

Confrontando le sotto-popolazioni in figura 7 si ottiene ora lo stesso risultato per la media dell'intera sotto-popolazione, ma si scopre anche che la sotto-popolazione 2 ha un livello maggiore di variabilità rispetto alle sotto-popolazioni 1 e 3.

Figura 7 – Esempio di tre diverse sotto-popolazioni, caratterizzate sui singoli campioni, la media e il coefficiente di variazione (CV). Un CV elevato indica un campione eterogeneo.

Infine, quando la scala di campionamento è uguale alla popolazione totale, si ottiene solo una stima della media per l'intera popolazione.

Diverse scelte possono ora essere effettuate sulla scala del campionamento:

a) La scala del campionamento è uguale alla scala delle singole parti. Non è possibile definire una scala di campionamento più piccola. Il risultato di questa definizione della scala è che le informazioni sull'eterogeneità all'interno delle sotto-popolazioni sono ottenibili mediante il calcolo (per esempio) del coefficiente di variazione.

Inoltre è possibile calcolare l'eterogeneità tra sotto-popolazioni e all'interno della popolazione. In questo approccio è possibile verificare i presupposti che portano all'identificazione della sotto-popolazione come parte relativamente omogenea della popolazione.

– b) Per esempio, si può arguire che la sotto-popolazione 2 in Figure 7 è così eterogenea che almeno una sua parte non sia conforme a determinati riferimenti di qualità, sebbene il valore medio rientri nell'intervallo di qualità. Molte sotto-popolazioni di elevata eterogeneità possono portare a una rivalutazione

del piano di campionamento. Un importante svantaggio è rappresentato dai costi di misurazione delle singole parti, in questo caso tredici per sotto-popolazione.

– c) La scala del campionamento è uguale alla scala delle sotto-popolazioni. Pertanto non è raccolta alcuna informazione sulle singole parti all'interno di una sotto-popolazione. La caratterizzazione della sotto-popolazione è eseguita per mezzo di un campione composito per sotto-popolazione in cui più di uno dei singoli elementi è raggruppato prima dell'analisi. Se questo campione composito è preso e analizzato correttamente, il risultato del campione composito è una buona stima della vera media della sotto-popolazione. Un importante vantaggio di questo approccio sono costi ridotti di misurazione. Un importante svantaggio è il supporre che si possa ottenere un campione

composito senza incorrere in un considerevole errore di campionamento. L'analisi di un campione composito potrebbe porre problemi

perché la quantità di materiale nel campione è (molto) più grande della quantità di materiale necessario per l'analisi ed è quindi necessario un adeguato pre-trattamento del campione per ottenere un campione analitico rappresentativo da un campione composito – potenzialmente – altamente eterogeneo. Inoltre, non sono disponibili informazioni sull'eterogeneità all'interno di una sotto-popolazione.

– d) La scala del campionamento è uguale alla scala della popolazione

Nell'esempio (Figura 7), la popolazione è definita come la combinazione di tre sottopopolazioni.

Le singole parti sono raccolte dalle sotto-popolazioni interessate e riunite in un campione composito.

Non sono disponibili informazioni su una scala più piccola della scala della popolazione. Un importante vantaggio sono i costi di misurazione (molto) contenuti, mentre, purché sia tecnicamente possibile mischiare un alto numero di queste parti, il risultato del campione composito è ancora rappresentativo della vera media della popolazione totale.

Ma la popolazione deve essere trattata come un'entità unica.

Nel caso di una popolazione eterogenea (per esempio la sotto-popolazione 2 in Figura 7) il campionamento sulla scala delle sotto-popolazioni o delle singole parti fornirebbe alle parti interessate informazioni che porterebbero a scelte diverse per la destinazione delle sottopopolazioni di diversa qualità.

Data la relazione tra la scala e il grado di eterogeneità incontrata, la scala di campionamento applicata potrebbe determinare se un rifiuto è considerato omogeneo (ovvero vi è una scarsa variazione tra i singoli risultati dei campioni) o eterogeneo (ovvero alta variazione tra i risultati dei campioni).

Si dovrebbe notare che non è necessario (né pratico) misurare ogni singolo elemento all'interno di una sotto-popolazione. Un sondaggio campione potrebbe essere sufficiente.

Il tipo di informazioni desiderate, la destinazione possibile, i mezzi finanziari disponibili e le possibilità tecniche di lavorare con i campioni composti determinano la scelta della scala di campionamento.

Esempio: Scala di campionamento

Per l'esempio della polvere sul filtro risultante dall'incenerimento dei rifiuti di carta, la popolazione è definita come la quantità di polveri sul filtro prodotte in un anno (circa 13.000 t). È stato deciso di definire la sottopopolazione come la produzione di una settimana. Ciò implica che ogni sottopopolazione consiste di (circa) 250 t (13.000 t in 52 settimane) o circa 9 carichi di camion (250 t/30 t). La scala del campionamento è in via di principio uguale a questa quantità di materiale.

Poiché è tecnicamente possibile prelevare 10 campioni da ogni carico di camion e mischiarli in un unico campione composito (totale di 90 incrementi), la scala di campionamento è di fatto 250 t, la produzione settimanale.

Quando unire così tanti incrementi produce un errore analitico inaccettabile, un possibile approccio potrebbe essere quello di mischiare i campioni di ogni carico in un campione composito per camion, producendo 9 campioni composti per settimana. In questo caso la scala di campionamento sarebbe un carico di camion, fornendo inoltre informazioni sull'eterogeneità interna alla sotto-popolazione (sulla scala dei singoli carichi). Ovviamente, i costi di analisi sarebbero più elevati in quest'ultimo scenario.

In aggiunta alla prospettiva tecnica dalla quale è stata definita la scala nel testo precedente, la scala di campionamento può anche (o persino dovrebbe) essere definita da considerazioni strategiche.

Esempio: Definizione della scala di campionamento in base alla strategia

Sulla base del raggio di azione dei piccoli animali che vivono nel terreno, la concentrazione media di un volume di terreno di 25 m³ è considerata pertinente per la valutazione della gravità della contaminazione del suolo. Si presuma che questi animali per tutta la loro durata di vita siano esposti alla concentrazione media degli inquinanti nel volume di terreno. Quindi, quando si valuta il grado di inquinamento del terreno, si è interessati alla concentrazione media all'interno di questo volume di 25 m³. Quando l'esposizione acuta a concentrazioni (molto) elevate è considerata irrilevante, non è necessario raccogliere informazioni su una scala più piccola di 25 m³. La scala di campionamento è pertanto 25 m³ ed è ottenuta prendendo un numero di incrementi all'interno di questo volume; si può pertanto ottenere una stima della concentrazione media effettiva sulla scala di 25 m³.

4.5.5 Definizione dell'affidabilità associata ai risultati del campionamento

4.5.5.1 Generalità

I rifiuti sono materiali eterogenei per diversi motivi:

- la variabilità del processo dal quale derivano i rifiuti;

- la variabilità delle materie prime che costituiscono gli elementi in ingresso del processo dal quale derivano i rifiuti;
- i rifiuti possono essere una miscela di materiali da smaltire;
- ecc.

Il fatto che la maggior parte dei rifiuti siano eterogenei ha serie conseguenze per il piano di campionamento. In via teorica, è impossibile conoscere l'esatta composizione dei materiali eterogenei. Nella progettazione del programma di prova occorre considerare se si conosce la composizione del materiale, sia essa costante o irregolare. I risultati del campionamento sono sempre una stima della composizione effettiva dei rifiuti considerati. Due tipi di errore di campionamento influenzano la rappresentatività dei risultati del campionamento: l'errore sistematico e l'errore casuale.

Poiché uno o entrambi questi errori si verificano, esiste sempre la possibilità che la caratteristica stimata dei rifiuti porti a una valutazione errata della composizione dei rifiuti.

Qualora una valutazione errata possa avere gravi conseguenze dal punto di vista sociale, economico o ambientale, l'affidabilità dei risultati del campionamento deve o essere elevata. L'affidabilità necessaria dipende anche dalla 'distanza' tra la caratteristica del misurando e i livelli di qualità pertinenti (livello di conformità). Più prossima è la caratteristica specifica dei rifiuti al livello di conformità e migliore dovrebbe essere l'affidabilità, al fine di impedire una valutazione errata.

D'altronde, quando la caratteristica (attesa) è molto al di sotto del livello di conformità, l'affidabilità della misurazione può comunque essere bassa, senza che il livello di conformità sia superato.

La statistica ci consente di specificare l'affidabilità della stima e le possibilità di una valutazione errata in base ai risultati del campionamento. È possibile calcolare i limiti di confidenza per qualsiasi campione casuale. I limiti di confidenza specificano che il valore "vero" della caratteristica misurata rientra in un determinato intervallo (intervallo di confidenza) prossimo alla sua stima. Più ristretto è questo intervallo di confidenza (distanza tra il limite di confidenza superiore e inferiore) migliore è la stima della media che rappresenta la media del valore "vero" della popolazione.

Tutte le attività necessarie per ottenere i risultati di analisi sono fonti di variabilità. Finché la misurazione di per sé è corretta, ma i risultati variano a causa della coincidenza, questi errori dovrebbero essere considerati come errore casuale. Quando tuttavia, per esempio a causa della tecnica di misurazione applicata, i risultati sono per definizione troppo alti o troppo bassi, questi errori sono noti come errori sistematici. Sebbene sia essenziale che l'errore sistematico sia basso per una corretta valutazione del materiale dei rifiuti, la prevenzione degli errori sistematici non rientra nello scopo e nel campo di applicazione della presente norma. Si tratta di una responsabilità di pertinenza del responsabile di progetto.

Le dimensioni dell'intervallo di confidenza sono descritte nel CEN/TR 15310-1 e dipendono:

- dall'eterogeneità della popolazione;
- dal numero di campioni;
- dal livello di confidenza desiderato.

Considerando un determinato campionamento, una popolazione eterogenea ha un intervallo di confidenza maggiore rispetto a una popolazione omogenea. I limiti di confidenza diminuiscono quando sono prelevati più campioni, di conseguenza per un intervallo di confidenza più ristretto è necessario un numero maggiore di campioni rispetto a un intervallo di confidenza più ampio.

Figura 8 – L'intervallo di confidenza aumenta con il livello di confidenza desiderato e con l'eterogeneità della popolazione. L'intervallo di confidenza si riduce prelevando un numero maggiore di campioni. Più ristretto è l'intervallo di confidenza e meglio la stima della media rappresenta la media effettiva della popolazione.

La quantità di campioni è determinata direttamente dall'affidabilità desiderata. Può essere necessaria la consulenza di esperti di statistica e ulteriori ricerche al fine di quantificare la relazione tra eterogeneità dei rifiuti, affidabilità della stima e quantità di campioni.

È molto importante che le parti interessate siano consapevoli dell'impatto delle loro scelte sui costi e l'affidabilità del campionamento e che specifichino l'affidabilità desiderata della stima prima della realizzazione di un piano di campionamento.

Nella maggior parte dei casi, l'affidabilità dei risultati di campionamento migliora aumentando il numero di campioni (figura 8).

Ciò porta invariabilmente a costi di campionamento e analisi più elevati. Esistono due possibili approcci principali per bilanciare affidabilità e aspetti finanziari:

- molti campioni in campo rispetto a molti incrementi uniti in un campione composito (punto 4.5.5.3);
- aumento della scala di campionamento (4.5.4).

Questi due approcci possono essere anche combinati.

4.5.5.2 Campionamento probabilistico e campionamento a giudizio esperto

Quando l'affidabilità del campionamento è un fattore importante, il tipo di campionamento dovrebbe essere conforme a tale esigenza. Si distinguono due diversi tipi principali di campionamento: il campionamento probabilistico e il campionamento a giudizio esperto (vedere anche il CEN/TR 15310-1).

La differenza essenziale tra campionamento probabilistico e campionamento a giudizio esperto sta nel fatto che con il campionamento probabilistico ogni singola parte dei rifiuti ha un'uguale possibilità di essere campionato. Al contrario, nel campionamento a giudizio esperto, parte della popolazione non è presa in considerazione durante il campionamento. Di conseguenza, i campioni ottenuti con il campionamento a giudizio esperto non si possono mai considerare come (pienamente) rappresentativi dell'intera popolazione.

Quando l'obiettivo del programma di prova è quello di determinare il tipo di materiale di un rifiuto, che ovviamente differisce dal resto dei rifiuti, il campionamento a punti rappresenta spesso il metodo più appropriato. Si tratta di un tipo specifico di campionamento a giudizio esperto: sono considerate per il campionamento solo le parti che appaiono diverse. Nella maggior parte degli altri casi, si dovrebbe considerare per primo il campionamento probabilistico e sostituirlo con il campionamento a giudizio esperto solo in presenza di solide argomentazioni in tal senso. In ogni caso, il tipo di campionamento a giudizio esperto dovrebbe essere il più vicino possibile al campionamento probabilistico al fine di garantire un buon grado di rappresentatività dei campioni.

4.5.5.3 Molti campioni in campo rispetto a molti incrementi uniti in un campione composito

Quando si preleva un grande numero di campioni in campo, il costo dell'analisi di tali campioni è elevato rispetto ai costi di campionamento. D'altro canto, quando questi incrementi sono uniti in un campione composito, la variabilità dei rifiuti campionati è riassunta efficacemente all'interno del campione composito. In questo caso, la quantità dei campioni e i costi di analisi risultanti sono relativamente bassi, ma si deve compiere uno sforzo maggiore (e sostenere i relativi costi) di pretrattamento dei campioni per ottenere la miscelazione completa degli incrementi. Inoltre, vanno perse le informazioni sull'intervallo di concentrazioni che ci si potrebbe attendere. L'importanza o meno di queste informazioni dipende dall'obiettivo del campionamento.

I risultati di entrambe le opzioni differiscono. Attraverso l'analisi di molti campioni in campo si ottengono informazioni sulla variabilità dei rifiuti, mentre l'analisi di un campione composito produce solo una buona stima della caratteristica media. Sono naturalmente possibili soluzioni intermedie quando un numero limitato di incrementi è unito in un numero limitato di campioni composti.

NOTA Non solo il numero, ma anche le dimensioni dei campioni o degli incrementi influenzano l'affidabilità. È possibile calcolare le dimensioni minime dei campioni (vedere CEN/TR 15310-1).

Esempio: Definizione della confidenza desiderata e della stima del numero di campioni risultante

Le parti interessate hanno eseguito ricerche preliminari sulla quantità di campioni necessaria per raggiungere intervalli di confidenza del 90% e del 95% per una stima con un intervallo di confidenza del $\pm 5\%$ per i costituenti (TOC, Pb e Cu). I risultati dell'esperimento sono indicati nel prospetto seguente.

Numero di campioni compositi (10 incrementi ciascuno)

Livello di confidenza

TOC Pb Cu

90% 15 6 1

95% 21 9 1

Le parti interessate concordano che il numero di campioni necessario per un intervallo di confidenza del 95% comporterebbe costi inaccettabili per il programma di prova. Decidono pertanto che la stima dovrebbe essere determinata con una confidenza del 90%. Ciò significa che devono essere rispettivamente prelevati 15, 6 e 1 campioni compositi per TOC, Pb e Cu.

4.6 Lista di controllo per il responsabile di progetto

Nel processo interattivo di definizione dei traguardi tecnici dall'obiettivo del programma di prova, le parti coinvolte devono formulare le risposte alle domande poste nel punto 4.4. Tuttavia, non tutti i piani di campionamento sono formati dagli stessi elementi, a seconda della complessità dell'obiettivo. Questo paragrafo contiene un elenco di domande utili per il responsabile di progetto (e per le parti interessate) durante tutto il processo di definizione del piano di campionamento.

NOTA L'ordine di trattamento delle domande può variare. La scala di campionamento, per esempio, può essere definita in diversi momenti del processo.

Domanda: Dovrebbero essere coinvolte tutte le parti interessate?

Vedere il punto 4.3

Domanda: L'obiettivo è chiaro e concordato tra tutte le parti interessate?

Vedere il punto 4.4

Domanda: I costituenti da determinare sono definiti?

Vedere il punto 4.5.2

Domanda: La popolazione è definita?

Vedere il punto 4.5.3

Domanda: È necessario identificare delle sotto-popolazioni?

L'identificazione delle sotto-popolazioni è consigliabile quando:

☐ parti della popolazione devono essere trattate in modo diverso. Per esempio, nel caso di un processo di produzione continuo in cui parte della produzione annua è trasportata ogni settimana a un responsabile della gestione dei rifiuti e la qualità di questa produzione settimanale (=sottopopolazione) debba essere nota;

☐ si prevede che parti identificabili della popolazione siano notevolmente diverse da altre.

Domanda: La scala di campionamento è definita?

In alcuni casi, la scala di campionamento è indicata esplicitamente nella legislazione (vedere l'esempio: Definizione della scala di campionamento in base alla strategia). Nella maggior parte dei casi, tuttavia, non è definita esplicitamente dalla legislazione.

A volte la scala può essere derivata dall'obiettivo. Per esempio, quando sono necessarie informazioni sull'eterogeneità interna alla popolazione, dovrebbe essere nota la scala di queste informazioni. In altri casi, la scala non è definita a priori, ma diviene chiara dopo la derivazione del piano di campionamento. In queste situazioni è inoltre importante identificare la scala per controllare se sia possibile raggiungere l'obiettivo con il piano di campionamento scelto. Vedere il punto 4.5.4.

NOTA O sotto-popolazione o scale minori: per esempio le particelle primarie.

Domanda: L'affidabilità desiderata è definita?

Vedere il punto 4.5.5

- intervallo di confidenza;
- livello di confidenza;
- campionamento probabilistico o campionamento a giudizio esperto.

Domanda: Campioni in campo o campioni compositi?

Vedere il punto 4.5.5.3.

☐ (molti) campioni in campo: Buona stima dell'eterogeneità interna alla popolazione (o alla sottopopolazione).

È possibile calcolare il valore medio della popolazione. L'affidabilità dipende dal numero di campioni in campo;

☐ campione composito di (molti) incrementi: Buona stima della media dell'intera popolazione (o sottopopolazione).

L'affidabilità della stima dipende dal numero di incrementi e dalla qualità del pretrattamento dei campioni.

4.7 Ulteriori passi che il responsabile di progetto deve intraprendere

Una volta identificate le parti interessate, l'obiettivo e la traduzione di quest'ultimo in traguardi tecnici, il responsabile di progetto può realizzare il piano di campionamento. Poiché le decisioni relative alla strategia sono state prese, gli aspetti rimanenti sono puramente tecnici e procedurali. Essi includono:

- il parametro statistico da determinare;
- le dimensioni dei campioni;
- la tecnica di campionamento adeguata;
- il tipo di pretrattamento dei campioni necessario in campo al fine di ottenere una quantità di materiale trasferibile in laboratorio.

4.8 Esempi di piani di campionamento per situazioni specifiche

1. Caratterizzazione degli oggetti a contenuto predominante di alluminio dalla separazione di rifiuti domestici e correlati

1.1 Introduzione

Il quadro di riferimento della legislazione per i rifiuti domestici e correlati promuove la separazione dei rifiuti per il riciclaggio. Sono necessari metodi di valutazione normalizzati per verificare la qualità della separazione dei rifiuti domestici e correlati. Un comitato nazionale di normazione ha sviluppato un piano di campionamento generico per caratterizzare le pile di rifiuti provenienti dalla separazione dei rifiuti domestici e correlati.

1.2 Descrizione del processo

Tabella **diventa rospetto 3**

2. Caratterizzazione di base e prove di conformità da un processo di produzione continuo

2.1 Introduzione

Un processo di produzione genera un flusso continuo di un tipo di rifiuti durante tutto il corso dell'anno. La quantità annua di rifiuti prodotta è maggiore di 10.000 t l'anno. In base agli esami preliminari e alle informazioni sul processo, si prevede che la qualità dei rifiuti sia costante con variazioni entro taluni limiti durante l'anno.

Secondo la legislazione nazionale, la qualità dei rifiuti deve essere caratterizzata prima dello smaltimento in discarica.

Non è possibile immagazzinare i rifiuti prodotti entro un anno prima del campionamento. Per facilitare l'accettazione e lo smaltimento in discarica dei rifiuti durante il periodo annuale, la caratterizzazione di base segue regole specifiche.

Prospetto 4 – Descrizione del processo

TABELLA 4

3. Terreno contaminato da smaltire in discarica e da sottoporre a prova in forma di rifiuti granulari per la caratterizzazione di base

3.1 Introduzione

La legislazione nazionale consente lo smaltimento in discarica del terreno contaminato unicamente quando sia impossibile riutilizzare o bonificare tale terreno. Il governo nazionale ha iniziato lo sviluppo di un piano di campionamento generico per caratterizzare il terreno al fine di valutare se lo smaltimento in discarica sia l'unica soluzione possibile.

3.2 Descrizione del processo

TABELLA 5 Prospetto 5

4. Concentrato di zinco da sottoporre a prova in forma di rifiuti granulari per la caratterizzazione di base e le prove di conformità

4.1 Introduzione

Il concentrato di zinco era stato spedito al trattamento in un altro paese, ma la spedizione era stata interrotta perché si prevedeva che superasse i regolamenti sui rifiuti e dovesse essere considerato come rifiuti pericolosi. Dopo l'investigazione e l'analisi preliminare il concentrato di zinco, originariamente caricato su una nave, era stato immagazzinato temporaneamente in un silo. In base ai risultati dell'investigazione preliminare, il concentrato di zinco era stato sottoposto a prova di conformità sul contenuto di zinco nonché alla caratterizzazione di base per un alto numero di altri costituenti al fine di valutare il potenziale trattamento dei rifiuti.

4.2 Descrizione del processo

PROSPETTO 6

CAP.5 OPERAZIONI DI CAMPIONAMENTO: DESCRIZIONE DELLE APPARECCHIATURE PER IL CAMPIONAMENTO PIÙ UTILIZZATE

5.1 Indicazioni generali

Nella scelta dell'apparecchiatura di campionamento, occorre prendere in considerazione alcune informazioni, quali:

- la pericolosità del rifiuto e la relativa procedura di sicurezza da adottare;
- lo stato fisico del rifiuto;
- dove e come il rifiuto è conservato;
- l'accessibilità dei punti di campionamento;
- la dimensione del campione di laboratorio da prelevare.

In genere, nel caso di rifiuti liquidi e semiliquidi, può essere utilizzata l'apparecchiatura normalmente dedicata alla raccolta di campioni acquosi.

In caso di rifiuti solidi vengono generalmente utilizzati trivelle, pale, badili, vanghe, cazzuole, palette da giardiniere, sessole, perforatori e carotatori.

Le apparecchiature utilizzate per tutta la catena di campionamento, così come stabilita dal piano di campionamento, devono essere realizzate in materiali chimicamente inerti nei confronti del rifiuto che deve essere campionato e/o non produrre contaminazioni accidentali dei campioni raccolti.

Prima dell'uso, tutte le apparecchiature e gli strumenti dovrebbero essere puliti al fine di ridurre il rischio di contaminazione incrociata. Nella registrazione di campionamento è necessario indicare se non è possibile pulire l'apparecchiatura di campionamento tra campioni diversi.

5.2 Campionatori per liquidi

Questi campionatori (vedere prospetto 6 **diventa 7**) sono normalmente conosciuti con il termine inglese "bailer" e comprendono campionatori a bicchiere (compreso i comuni mestoli), bottiglie zavorrate e campionatori a tubo (in pratica delle grosse pipette).

Di seguito è riportata una breve descrizione dei campionatori più comuni con i corrispondenti termini inglesi che possono risultare utili per il loro reperimento commerciale.

Prospetto 6 diventa 7 Applicazione dei più comuni campionatori di rifiuti

5.2.1 Bottiglie zavorrate (weighted bottle samplers) e campionatori di fondo (bottom samplers)

Il campionatore consiste in una bottiglia di metallo, vetro o materiale plastico, una zavorra o gabbia zavorrata che permette l'affondamento della bottiglia vuota, un tappo rimuovibile dalla superficie tramite catena metallica, filo o valvola apribile a distanza, un cavo (acciaio o altro materiale) per la calata e il recupero del sistema [figura 6 a) e b)] (**diventa fig 9 a) e b)**).

Questo tipo di campionatore è adatto al campionamento di liquidi o di fanghi fluidi, mentre non è raccomandabile per liquidi particolarmente viscosi.

In alcuni modelli la bottiglia di campionamento può essere direttamente il contenitore finale del campione. La bottiglia può essere calata alla profondità voluta prima dell'apertura (per esempio per prelevare campioni superficiali, a media altezza e di fondo), oppure utilizzata per campionamenti "integrati" sulla colonna, aprendo la bottiglia sul fondo del recipiente da campionare e ritraendola ad una velocità costante, tale da permettere il suo riempimento progressivo (al massimo per 3/4 della capacità) dal fondo del recipiente alla superficie.

Nel prospetto 8 vengono riassunte le caratteristiche essenziali delle più comuni bottiglie zavorrate reperibili in commercio.

In linea generale occorre tenere presente che il vetro non è compatibile con soluzioni fortemente

alcaline o acide per acido fluoridrico; l'acciaio inossidabile, il rame ed il bronzo non sono compatibili con alcuni acidi minerali; le materie plastiche possono essere non adatte al campionamento di liquidi contenenti particolari sostanze organiche.

prospetto 7 **diventa** 8 **Bottiglie zavorrate e campionatori di fondo (ex 10802)**

inserire

figura 6 **diventa** 9 **Bottiglia zavorrata**

inserire

figura 7 **diventa** 10 **Barattolo zavorrato**

inserire

figura 8 **diventa** 11 **Gabbia zavorrata per bottiglia**

inserire

figura 9 **diventa** 12 **Cilindro a valvola**

inserire

figura 10 **diventa** 13 **Campionatori di fondo con valvola a molla e con valvola a peso morto**

inserire

5.2.2 Campionatori a tubo (tube sampler)

I campionatori a tubo (prospetto 8) sono in pratica delle grosse pipette, solitamente comandabili con valvole di chiusura, che permettono il campionamento di rifiuti liquidi contenuti in barili e fusti di altezza minore di 1 m.

A parte il modello più semplice che è costituito da una grossa pipetta che si chiude manualmente con il pollice (guantato), i campionatori a tubo sono costituiti da un tubo di vetro o di materiale plastico nel quale è inserito un cavo o un'asta coassiale collegata ad un tappo (solitamente di neoprene). Il campionatore viene calato aperto nel liquido da campionare, contro il fondo del recipiente, ad una velocità tale che i livelli interno ed esterno di liquido rimangano alla stessa altezza. Dopo chiusura della valvola (per sollevamento e/o torsione del cavo/asta interni), il campionatore viene recuperato ed aperto in una bottiglia di campionamento.

La tecnica di campionamento è piuttosto semplice (anche se a volte un po' lenta) e permette, in alcuni casi, di effettuare campionamenti indisturbati di liquidi polifasici.

Nel prospetto 9 vengono riassunte le caratteristiche essenziali dei più comuni campionatori a tubo reperibili in commercio.

Alcuni modelli (vedere figura 16) sono adatti al campionamento di liquidi, rifiuti pastosi ed anche polveri. Questi funzionano sostanzialmente come quelli descritti nel punto 6.3.1.

In linea generale occorre tenere presente che il PVC non è compatibile con chetoni, nitrobenzene, dimetilformammide, ossido di mesitile e tetraidrofurano; il vetro non è compatibile con soluzioni fortemente alcaline o acide per acido fluoridrico; l'acciaio inossidabile non è compatibile con alcuni acidi minerali (per esempio acido cloridrico).

prospetto 8 **diventa** 9 **Campionatore a tubo**

inserire

figura 11 **diventa** 14 **Campionatore a tubo (Coliwas)**

inserire

figura 12 **diventa** 15 **Campionatore generico a tubo singolo e a tubo con valvola**

inserire

5.2.3 Campionatori a baccello (pond/dipper sampler)

Questi campionatori (figura 16) sono costituiti da un baccello di vetro, acciaio inossidabile

o materiale plastico, collegati ad un manico telescopico di alluminio o fibra di vetro che permette campionamenti fino a circa 4 m di profondità.

Nel campionamento di liquidi statici il bicchiere è calato rovesciato nel liquido da campionare e viene raddrizzato solo al raggiungimento della profondità voluta.

Il campionamento di liquidi fluenti è effettuato passando il bicchiere a velocità costante attraverso il flusso in maniera che si riempia completamente alla fine del passaggio. Nel caso in cui con un solo passaggio del bicchiere non si riesca a coprire l'intera ampiezza del flusso di liquido, occorrerà ripetere l'operazione un numero sufficiente di volte.

figura 13 **diventa** 16 **Campionatore a bicchiere**

inserire

5.2.4 Pompe e sifoni

Per il campionamento di rifiuti liquidi non volatili si può ricorrere ad una pompa a vuoto munita di polmone (vedere figura 17).

In alcuni casi l'utilizzo di un sifone può risultare ugualmente utile.

figura 14 **diventa** 17 **Campionatore a pompa**

inserire

5.3 Campionatori per solidi

Per il campionamento di suoli, sabbia, polveri impaccate, materiali granulari o facilmente perforabili, vengono usualmente impiegati dei campionatori a sonda. Il termine inglese comune per questo tipo di campionatori è "auger" (vedere figura 18), lo stesso termine viene anche utilizzato per identificare un particolare tipo di sonda campionatrice (succhiello).

Di seguito viene fornita una breve descrizione dei campionatori più comuni, riportando i corrispondenti termini inglesi, che possono risultare utili per il loro reperimento commerciale.

figura 15 **diventa** 18 **Succhiello**

inserire

5.3.1 Sonde campionatrici

Questi campionatori (vedere prospetto 10) sono costituiti da tubi concentrici, solitamente metallici, che possono essere muniti di una punta adatta a favorirne l'inserimento nel materiale da campionare. Ruotando i due tubi concentrici è possibile aprire e chiudere il campionatore semplicemente sovrapponendo o oscurando la/e fessura/e ricavata/e nel corpo dei due tubi. Il campionamento avviene inserendo il campionatore chiuso alla profondità voluta, aprendolo ed attendendo che il campione fluisca nel campionatore (eventualmente scuotendolo leggermente), ruotando il tubo interno in maniera da chiudere il campionatore e ritraendolo dalla massa del campione. Solitamente il campionatore viene inserito diagonalmente, dall'alto verso il basso, dirigendolo verso il centro del contenitore.

Il campione viene estratto aprendo il campionatore o sfilando il tubo interno.

È solitamente possibile campionare materiale grossolano di diametro massimo pari ad 1/3 della sezione del campionatore. Alcuni campionatori (per esempio il succhiello) sono costituiti da alette ritorte e devono essere opportunamente ruotati per poter essere inseriti nel materiale da campionare (in questo caso non è possibile ottenere un campione indisturbato).

prospetto 9 **diventa** 10 **Sonde campionatrici**

inserire

figura 16 **diventa** 19 **Perforatore a tubo**
inserire

figura 17 **diventa** 20 **Perforatore a tubi concentrici**
inserire

5.3.2 Pompe

Per il campionamento di rifiuti solidi secchi in polvere fine o grossolani si può ricorrere ad una pompa a vuoto munita di polmone (vedere figura 17).

5.3.3 Palette (scoops)

Questo tipo di campionatori (vedere prospetto 10) che comprende sessole, spatole, palette da giardiniere, ecc., viene utilizzato per il campionamento di solidi in polvere o granulati da sacchi e contenitori di dimensioni limitate in altezza.

Un campionatore particolare è il cosiddetto "trier" che è costituito da un tubo (solitamente metallico) tagliato a metà della sezione per quasi tutta la sua lunghezza e dotato di una punta. È adatto al campionamento di solidi con una granulometria massima pari alla metà della sua sezione, può anche essere utilizzato per rifiuti pastosi fino a profondità di circa 60 cm. Esistono modelli di "trier" (solitamente di PVC) di lunghezza fino a 2 m ed oltre (il termine inglese è "waste pile sampler") che possono essere utilizzati per campionare solidi da mucchi e pile di sezione trasversale maggiore di 1 m.

La scelta del materiale (acciaio al carbonio, acciaio inossidabile o polipropilene) deve essere effettuata in base alle caratteristiche ed all'aggressività del rifiuto da campionare.

Da un punto di vista della minimizzazione dell'errore di campionamento, sono preferibili strumenti con spalle laterali alte che limitino le perdite della parte più grossolana del campione. In ogni caso la dimensione della palette dipende dalla granulometria del materiale da campionare (vedere prospetto 11 e figura 21).

prospetto 10 **diventa** 11 **Palette**
inserire

figura 18 **diventa** 21 **Sessola**
inserire

figura 19 **diventa** 22 **Palette a tubo e a colonna**
inserire

prospetto 11 **diventa** 12 **Dimensioni della sessola in funzione della granulometria del materiale da campionare** (vedere figura 21)
inserire

6. CAMPIONAMENTO DI RIFIUTI LIQUIDI

Si tratta di rifiuti normalmente liquidi a temperatura ambiente e comprendono liquidi volatili, liquidi viscosi ed emulsioni.

Vengono prese in considerazione le seguenti tipologie di giacitura:

- fusti o botti;

- piccoli contenitori;
- serbatoi;
- tubazioni in flusso;
- vasche o fosse.

Le procedure di campionamento descritte, adatte per i liquidi mobili, sono in genere appropriate anche per i liquidi viscosi. A causa però della difficoltà di miscelamento di questi ultimi, per una completa caratterizzazione potrebbe essere necessario un numero maggiore di incrementi. Ciò dovrà essere preso in considerazione in sede di stesura del piano di campionamento.

Nel caso dei liquidi viscosi, se il prelievo viene eseguito per mezzo di un campionatore a tubo, questo dovrà essere munito di valvola di fondo.

I tempi necessari per scolare il liquido che aderisce all'esterno del dispositivo di prelievo e per trasferire il liquido alla bottiglia di raccolta aumentano in proporzione alla viscosità del liquido stesso.

A seconda della giacitura e del tipo di campione da prelevare la presente norma considera le possibilità elencate nel prospetto 13.

Nel caso di campionamento da piccoli contenitori (capacità minore di 20 l) procedere come indicato per il campionamento da fusti o botti, considerando però l'opportunità di prendere il contenuto di un intero contenitore come campione primario.

Per questioni pratiche, i serbatoi vengono suddivisi in poco profondi (fino a 2 m di profondità) e profondi (oltre i 2 m).

prospetto 12 **diventa 13 Modalità di campionamento di rifiuti liquidi (nella quarta colonna vanno cambiati il prospetto F.1 etc. con D.1 etc.)**

6.1 Precauzioni particolari

Se si sospetta la presenza di sostanze infiammabili, instabili agli agenti atmosferici, alla temperatura o alla luce, procedere tenendo in considerazione quanto riportato nel piano di campionamento.

Considerare sempre la possibile presenza di vapori esplosivi, o di sovrappressioni nei contenitori o tubature da campionare e porre ogni attenzione al fine di evitare che gli operatori vengano colpiti da schizzi di liquido.

6.2 Fusti o botti

6.2.1 Apparecchiatura

Pinze o giratubi, cunei di legno, cavi di messa a terra, campionatore a tubo di materiale trasparente di lunghezza adeguata all'altezza del contenitore e sezione adeguata alla viscosità del campione (vedere punto 5.2.2), imbuto, bottiglia trasparente a bocca larga.

6.2.2 Selezione dei contenitori da campionare

Stimare la condizione di tutti i contenitori per accertare l'eventuale presenza di corrosione.

Se i contenitori sono raggruppati, ogni raggruppamento deve essere trattato come singolo lotto.

Selezionare un numero adeguato di contenitori per ogni lotto.

6.2.3 Operazioni preliminari al campionamento

Non salire in alcun caso sui fusti.

Sigare il contenitore da campionare con una sigla corrispondente a quella indicata dal piano di campionamento.

Esaminare e registrare lo stato esterno del contenitore selezionato (danneggiato, corrosivo, presenza di perdite).

Individuare e registrare eventuali marchi o etichette identificativi.

Se il contenitore è sigillato, ispezionare la sigillatura ed il tappo per assicurarsi che siano intatti.

Posizionare il contenitore in modo che il tappo sia nella parte superiore. Lasciare depositare il contenuto.

Se il contenitore deve essere campionato in posizione orizzontale, fare in modo di impedirne il rotolamento utilizzando dei cunei o altro dispositivo adatto. Pulire la parte esterna del tappo e la zona circostante.

Se il contenitore è di metallo occorre prevenire i rischi derivanti dall'accumulo di cariche elettrostatiche mediante opportuna messa a terra.

Rimuovere lentamente il tappo con una pinza o un giratubi.

Se il tappo è bloccato, valutare la possibilità di campionare un altro contenitore oppure rimuovere completamente il coperchio.

Se si sospetta la presenza di liquidi volatili ed il contenitore è sigillato, considerare la presenza di un'eventuale sovrappressione interna.

Annotare ogni circostanza anormale o significativa.

6.2.4 Indicazioni generali per il campionamento

Il campionamento deve essere eseguito lentamente dall'alto verso il basso operando (se possibile) nel centro del contenitore.

I campioni raccolti da ogni singolo lotto dovranno essere tenuti distinti.

I campioni prelevati dallo stesso lotto possono essere tenuti distinti o raggruppati se il contenuto dei vari contenitori è identico e/o chimicamente compatibile.

Procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento e secondo la/e procedura/e appropriata/e (vedere prospetti da D.1 a D.5).

6.2.5 Verifica dell'omogeneità del campione

Procedere come indicato nel prospetto D.3 ed unire al campione così ottenuto un campione di fondo raccolto come indicato nel prospetto D.2.

Chiudere la bottiglia, rovesciarla più volte per miscelare il contenuto e lasciare stratificare per 2 min.

Se non si osserva stratificazione il liquido può essere considerato omogeneo.

Se si osserva stratificazione il liquido deve essere considerato eterogeneo.

In questo ultimo caso, registrare l'altezza relativa di ogni singolo strato.

Se è possibile l'omogeneizzazione sul sito (per esempio, miscelazione), il campionamento può essere eseguito come per i liquidi omogenei.

6.3 Piccoli contenitori

6.3.1 Apparecchiatura

Pinze o giratubi, cavi di messa a terra, cunei di legno, tubo di campionamento di materiale trasparente, di lunghezza adeguata all'altezza del contenitore e sezione adeguata alla viscosità del campione (vedere punto 5.2.2), imbuto, bottiglia trasparente a bocca larga.

6.3.2 Selezione dei contenitori da campionare

Stimare la condizione di tutti i contenitori per determinare l'eventuale grado di corrosione.

Se i contenitori sono raggruppati, ogni raggruppamento deve essere trattato come singolo lotto.

Selezionare un numero adeguato di contenitori per ogni lotto.

6.3.3 Operazioni preliminari al campionamento

Sigare il contenitore da campionare con un codice corrispondente a quello indicato dal piano di campionamento.

Esaminare e registrare lo stato esterno del contenitore selezionato (danneggiato, corrosivo, presenza di perdite).

Individuare e registrare eventuali elementi di identificazione (etichette o altro).

Se il contenitore è sigillato, ispezionare la sigillatura ed il tappo per assicurarsi che siano intatti.

Posizionare il contenitore in modo che il tappo sia nella parte superiore. Lasciare depositare il contenuto.

Se il contenitore deve essere campionato in posizione orizzontale, fare in modo di impedirne il rotolamento utilizzando dei cunei o altro dispositivo adatto. Pulire la parte esterna del tappo e la zona circostante.

Se il contenitore è di metallo occorre prevenire i rischi derivanti dall'accumulo di cariche elettrostatiche mediante opportuna messa a terra.

Rimuovere lentamente il tappo con una pinza o un giratubi.

Se il tappo è bloccato, valutare la possibilità di campionare un altro contenitore oppure rimuovere completamente il coperchio.

Se si sospetta la presenza di liquidi volatili ed il contenitore è sigillato, considerare la presenza di un'eventuale sovrappressione interna.

Annotare ogni circostanza anomala o significativa rispetto al piano di campionamento.

6.3.4 Indicazioni generali per il campionamento

In considerazione delle piccole dimensioni dei contenitori, l'intero contenuto può essere usato come campione primario.

In ogni altro caso, il campionamento deve essere eseguito lentamente dall'alto verso il basso operando (se possibile) nel centro del contenitore.

I campioni raccolti da ogni singolo lotto dovranno essere tenuti distinti.

I campioni prelevati dallo stesso lotto possono essere tenuti distinti o raggruppati se il contenuto dei vari contenitori è identico e/o chimicamente compatibile.

Procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento e secondo la/e procedura/e appropriata/e (vedere prospetti da D.1 a D.5 oppure D.6).

6.3.5 Verifica dell'omogeneità del campione

Agitare il contenitore e trasferirne l'intero contenuto in una bottiglia trasparente.

Lasciare stratificare per 2 min.

Se non si osserva stratificazione il liquido può essere considerato omogeneo.

Se si osserva stratificazione il liquido deve essere considerato eterogeneo.

In questo ultimo caso, registrare l'altezza relativa di ogni singolo strato.

6.4 Serbatoi

6.4.1 Apparecchiatura

Pinze, giratubi o altri utensili, cavi di messa a terra, tubo di campionamento di materiale trasparente, di lunghezza adeguata all'altezza del serbatoio e sezione adeguata alla viscosità del campione o bottiglia zavorrata o altro campionatore adatto allo scopo (vedere punti 5.2.1 e 5.2.2), imbuto, bottiglia trasparente a bocca larga.

6.4.2 Operazioni preliminari al campionamento

Stimare la condizione di tutti i serbatoi per determinarne l'eventuale grado di corrosione.

Sigare il serbatoio da campionare con un codice corrispondente a quello indicato dal piano di campionamento.

Esaminare e registrare lo stato esterno del serbatoio selezionato (danneggiato, corrosivo, presenza di perdite).

Individuare e registrare eventuali marchi o etichette identificativi.

Se il serbatoio è sigillato, ispezionare la sigillatura ed il tappo per assicurarsi che siano intatti.

Se il serbatoio è stato riempito da poco, attendere il tempo necessario perché gli eventuali componenti del liquido si separino.

Se il serbatoio è di metallo occorre prevenire i rischi derivanti dall'accumulo di cariche elettrostatiche mediante opportuna messa a terra.

Se si sospetta la presenza di liquidi volatili ed il serbatoio è sigillato, considerare la presenza di un'eventuale sovrappressione interna.

Pulire la parte esterna del sistema di chiusura e la zona circostante.

Aprire lentamente il sistema di chiusura con gli utensili opportuni.

Se la chiusura è bloccata, valutare la possibilità di accesso da un'altra apertura oppure interrompere l'operazione di campionamento riportando il problema al diretto responsabile (se non già previsto dal piano di campionamento).

Annotare ogni circostanza anomala o significativa rispetto al piano di campionamento.

6.4.3 Indicazioni generali per il campionamento

Per motivi di praticità, i serbatoi vengono divisi in tre tipologie:

6.4.3.1 Serbatoi poco profondi (≤ 2 m)

Possono essere assimilati a fusti o botti, procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento e secondo la/e procedura/e appropriata/e (vedere prospetti da D.1 a D.5 oppure da D.7 a D.12).

6.4.3.2 Serbatoi profondi (> 2 m)

Procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento e secondo la/e procedura/e appropriata/e (vedere prospetti da D.7 a D.12).

6.4.3.3 Cisterne per il trasporto

È preferibile procedere al prelievo del/dei campione/i durante le operazioni di travaso e/o svuotamento della cisterna, prelevando dal flusso di liquido secondo la/e procedura/e specificata/e per le tubazioni in flusso (vedere prospetti da D.13 a D.15); è comunque possibile operare come indicato nei punti 6.4.3.1 e 6.4.3.2.

Nei punti 6.4.3.1 e 6.4.3.2 il campionamento deve essere eseguito lentamente e dall'alto verso il basso operando (se possibile) nel centro del contenitore.

Se il serbatoio è diviso in compartimenti, deve essere eseguito un campionamento per ogni compartimento.

I serbatoi di maggiori dimensioni possono avere più di un punto di accesso; in tal caso, il procedimento di campionamento adottato potrà essere ripetuto per ciascuno di essi, secondo quanto previsto dal piano di campionamento.

Se un serbatoio orizzontale è in pendenza, considerare la possibilità di sedimentazione nel punto più basso ed eventualmente procedere al prelievo di un campione di fondo.

6.4.4 Verifica dell'omogeneità del campione

6.4.4.1 Serbatoi poco profondi (≤ 2 m)

Possono essere assimilati a fusti o botti, procedere come indicato nel prospetto D.3 ed unire al campione così ottenuto un campione di fondo raccolto come indicato nel prospetto D.2.

Chiudere la bottiglia, rovesciarla più volte per miscelare il contenuto e lasciare stratificare per 2 min.

Se non si osserva stratificazione il liquido può essere considerato omogeneo.

Se si osserva stratificazione il liquido deve essere considerato eterogeneo. In questo ultimo caso è utile registrare l'altezza relativa di ogni singolo strato.

6.4.4.2 Serbatoi profondi (>2 m)

Prelevare un campione superficiale come indicato nel prospetto D.7.

Prelevare un campione di fondo come indicato nel prospetto D.9. Trasferire entrambi i campioni in una bottiglia trasparente e lasciare stratificare per 2 min.

Se non si osserva stratificazione il liquido può essere considerato omogeneo.

Se si osserva stratificazione il liquido deve essere considerato eterogeneo.

In questo ultimo caso, registrare l'altezza relativa di ogni singolo strato.

6.5 Tubazioni in flusso

6.5.1 Apparecchiatura

Pinze, giratubi o altri utensili equivalenti, imbuto, bottiglia trasparente a bocca larga.

6.5.2 Operazioni preliminari al campionamento

Esaminare la tubazione e in modo particolare la valvola da cui si intende effettuare il campionamento per determinare l'eventuale presenza di corrosione.

Nel caso di prelievo da una valvola, pulire la parte esterna e la zona circostante.

Annotare ogni circostanza anomala o significativa rispetto al piano di campionamento.

6.5.3 Indicazioni generali per il campionamento

Nel caso di campionamenti ripetuti nel tempo con frequenza prestabilita, esiste la possibilità di utilizzo di sistemi di campionamento automatici; le indicazioni riportate nella presente norma si riferiscono solo al campionamento manuale.

Evitare di prelevare da tubazioni secondarie, non in servizio o interessate da un flusso troppo basso per garantire la rappresentatività del campione.

Quando la tubazione presenta un'estremità di scarico libero, procedere al prelievo del/dei campione/i secondo il procedimento appropriato (prospetto D.13) così come stabilito dal piano di campionamento.

Quando si intende campionare da una valvola, il punto di prelievo deve essere posto in una sezione orizzontale della tubazione, lontano da curve o giunti e il flusso di prelievo deve essere continuo e costante. Procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento, secondo il procedimento descritto nel prospetto D.14.

Quando la tubazione non ha estremità aperte ed è di diametro troppo piccolo per l'installazione di una valvola, derivare l'intero flusso per un tempo prefissato e procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento, secondo il procedimento descritto nel prospetto D.15.

Un esempio di campionamento in flusso da tubazioni è riportato nella UNI 9815.

6.6 Vasche o fosse

6.6.1 Apparecchiatura

Bottiglia zavorrata e/o campionatore a bicchiere con asta telescopica di lunghezza sufficiente (vedere dal punto 5.2.1 al punto 5.2.3), imbuto, bottiglia trasparente a bocca larga.

6.6.2 Operazioni preliminari al campionamento

Localizzare un punto di accesso dal quale sia possibile procedere al campionamento.
Annotare ogni circostanza anomala o significativa rispetto al piano di campionamento.

6.6.3 Indirizzi generali per il campionamento

Nel caso di vasche o fosse di grandi dimensioni, l'ottenimento di un campione rappresentativo è a volte ostacolato a causa di problemi di accessibilità e di sicurezza.

In ogni caso, durante le eventuali operazioni di svuotamento è possibile prelevare un campione primario operando come per le tubazioni in flusso ad estremità libera (prospetto D.13).

In tutte le altre situazioni si ricorrerà al prelievo di un certo numero di campioni selettivi, dal bordo della vasca mediante bottiglia zavorrata (prospetto D.16) oppure dal centro della vasca, per mezzo di un campionatore a bicchiere munito di asta telescopica (prospetto D.17).

7. CAMPIONAMENTO DI RIFIUTI LIQUEFATTIBILI PER RISCALDAMENTO

I materiali compresi in questa categoria sono quelli che possono essere resi mobili per mezzo del calore o che sono stati convertiti in liquidi mobili per facilità di manipolazione. Comprendono liquidi viscosi, liquidi parzialmente solidificati e solidi liquefattibili, che possono essere stati trasformati in uno di questi stati fisici a causa dei valori bassi di temperatura.

Le procedure descritte nel presente paragrafo sono applicabili solo a quei materiali (per esempio grassi animali o vegetali) le cui caratteristiche sono perfettamente note e non presentano rischi per la sicurezza degli operatori.

Vengono prese in considerazione le seguenti tipologie di giacitura:

- fusti o piccoli contenitori;
- tubazioni in flusso.

A seconda della giacitura e del tipo di campione da prelevare, nel prospetto 14 sono indicate le differenti modalità di campionamento.

Prospetto 13 **diventa** **14** **Differenti modalità di campionamento di rifiuti liquefattibili per riscaldamento**

Inserire e cambiare: prospetto F.1 con D.1

7.1 Precauzioni particolari

Se si sospetta la presenza di sostanze infiammabili, volatili, instabili agli agenti atmosferici, alla temperatura o alla luce, procedere tenendo in considerazione quanto riportato nel piano di campionamento.

Considerare sempre la possibile presenza di vapori esplosivi, o di sovrappressioni nei contenitori o nelle tubature da campionare e porre attenzione al fine di evitare che gli operatori vengano colpiti da schizzi di liquido.

Si sconsiglia di riscaldare materiali ignoti o non caratterizzati qualora non sia stata eseguita una valutazione dei pericoli. Il campionamento da una tubazione in flusso può essere eseguito solo quando si può presumere che il materiale al suo interno sia omogeneo. Se non si può presumere l'omogeneità del materiale, non è possibile ottenere un campione rappresentativo da una tubazione in flusso e si dovrebbe utilizzare un altro metodo di campionamento o posizione di campionamento.

7.2 Fusti e piccoli contenitori

7.2.1 Apparecchiatura

Mantello riscaldante alimentato elettricamente, pinze e giratubi, cunei di legno, cavi di messa a terra, pennarello con inchiostro indelebile, campionatore a tubo di materiale trasparente di lunghezza adeguata all'altezza del contenitore e sezione adeguata alla viscosità del campione (vedere punto 5.2.2), imbuto, bottiglia trasparente a bocca larga.

7.2.2 Selezione dei contenitori da campionare

Stimare la condizione di tutti i contenitori per determinare l'eventuale grado di corrosione. Se i contenitori sono raggruppati, ogni raggruppamento deve essere trattato come singolo lotto. Selezionare un numero adeguato di contenitori per ogni lotto.

7.2.3 Operazioni preliminari al campionamento

Sigare il contenitore da campionare con un codice corrispondente a quello indicato dal piano di campionamento.

Esaminare e registrare l'aspetto esterno del contenitore selezionato (danneggiamento, corrosione, perdite). È essenziale che il contenitore che dovrà essere riscaldato sia integro e senza alcun segno di corrosione o danneggiamento.

Se il contenitore è sigillato, ispezionare la sigillatura ed il tappo per assicurarsi che siano intatti. Posizionare il contenitore in modo che il tappo sia nella parte superiore. Lasciare depositare il contenuto.

Se il contenitore deve essere campionato in posizione orizzontale, fare in modo di impedirne il rotolamento utilizzando dei cunei o altro dispositivo adatto. Pulire la parte esterna del tappo e la zona circostante.

Se il contenitore è di metallo occorre prevenire i rischi derivanti dall'accumulo di cariche elettrostatiche mediante opportuna messa a terra.

Allentare lentamente il tappo con una pinza o un giratubi in modo da permettere lo sfiato dei vapori durante il riscaldamento.

Se il tappo è bloccato, valutare la possibilità di campionare un altro contenitore oppure rimuovere completamente il coperchio.

Riscaldare il contenitore fino a che il contenuto sia trasformato in un liquido in grado di fluire liberamente.

Annotare ogni circostanza anomala o significativa rispetto al piano di campionamento.

7.2.4 Indicazioni generali per il campionamento

In ogni caso il campionamento deve essere eseguito lentamente e dall'alto verso il basso operando (se possibile) nel centro del contenitore.

I campioni raccolti da ogni singolo lotto devono essere tenuti distinti.

I campioni prelevati dallo stesso lotto possono essere tenuti distinti o raggruppati se il contenuto dei vari contenitori è identico e/o chimicamente compatibile.

I dispositivi di campionamento devono essere riscaldati, prima dell'uso, fino a raggiungere circa la stessa temperatura del materiale liquefatto da campionare; essi devono venire introdotti nel materiale liquefatto lentamente, e qui lasciati per alcuni minuti in modo che si condizionino termicamente.

Procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento e secondo la/e procedura/e appropriata/e per i liquidi mobili in fusti o piccoli contenitori (vedere prospetti da D.1 a D.5).

7.3 Tubazioni in flusso

7.3.1 Apparecchiatura

Imbuto, bottiglia trasparente a bocca larga, dispositivo di riscaldamento.

7.3.2 Operazioni preliminari al campionamento

Esaminare la tubazione e in modo particolare la valvola da cui si intende prelevare per determinare l'eventuale grado di corrosione.

Nel caso di prelievo da una valvola, pulire la parte esterna la zona circostante e, immediatamente

prima del campionamento, riscaldare la valvola e la linea di prelievo fino a raggiungere circa la stessa temperatura del materiale liquefatto da campionare.
Annotare ogni circostanza anomala o significativa rispetto al piano di campionamento.

7.3.3 Indicazioni generali per il campionamento

Nel caso di campionamenti ripetuti nel tempo con frequenza, sono applicabili anche sistemi di campionamento automatici; le indicazioni riportate nella presente norma si riferiscono solo al campionamento manuale.

Evitare di prelevare da tubazioni secondarie, non in servizio o interessate da un flusso troppo basso per garantire la rappresentatività del campione.

Quando la tubazione presenta un'estremità di scarico libero, procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento, secondo la procedura appropriata (vedere prospetto D.13).

Quando si intende prelevare da una valvola, il punto di prelievo deve essere posto in una sezione orizzontale della tubazione, lontano da curve o giunti, e il flusso di prelievo deve essere continuo e costante; procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento, secondo la procedura appropriata (prospetto D.14).

Quando la tubazione non ha estremità aperte ed è di diametro troppo piccolo per l'installazione di una valvola, derivare l'intero flusso per un tempo prefissato e procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento, secondo la procedura appropriata (prospetto D.15).

8. CAMPIONAMENTO DI FANGHI LIQUIDI

La definizione di fanghi copre un ampio spettro di materiali di natura diversa.

In genere è presente una fase solida non disciolta nella fase liquida, e le due fasi sono difficilmente distinguibili. La fase solida può essere sospesa o sedimentare rapidamente.

In ogni caso, la viscosità e la densità di un fango sono tali che esso costituisce un materiale in grado di fluire liberamente.

Nella maggior parte dei casi, perciò, i fanghi possono essere campionati in maniera appropriata con le stesse procedure previste per i rifiuti liquidi (vedere punto 6).

Occasionalmente, quando hanno subito un qualche tipo di pre-trattamento (deidratazione, essiccazione, ecc.) possono essere più appropriate le procedure prescritte per i fanghi pastosi (vedere punto 9).

Vengono prese in considerazione le seguenti tipologie di giacitura:

- fusti o botti;
- piccoli contenitori;
- serbatoi;
- vasche o fosse;
- tubazioni in flusso.

A seconda della giacitura e del tipo di campione da prelevare, nel prospetto 15 sono indicate le differenti modalità di campionamento.

prospetto 14 **diventa 15** **Differenti modalità di campionamento di fanghi liquidi**
inserire e cambiare: prospetto F.3 con D.3 etc.

8.1 Precauzioni particolari

Se si sospetta la presenza di sostanze infiammabili, instabili agli agenti atmosferici, alla temperatura o alla luce, procedere tenendo in considerazione quanto riportato nel piano di campionamento.

Considerare sempre la possibile presenza di vapori esplosivi, o di sovrappressioni nei contenitori o tubature da campionare e porre ogni attenzione al fine di evitare che gli operatori vengano colpiti da schizzi di liquido.

8.2 Fusti, botti e piccoli contenitori

8.2.1 Apparecchiatura

Pinze o giratubi, cavi di messa a terra, cunei di legno, miscelatore manuale o meccanico, sonda di materiale inerte, campionatore a tubo o bottiglia zavorrata (vedere punti 5.2.1, 5.2.2 e 5.3.1), barattolo a bocca larga di materiale opportuno.

8.2.2 Selezione dei contenitori da campionare

Stimare la condizione di tutti i contenitori per determinare l'eventuale grado di corrosione. Se i contenitori sono raggruppati, ogni raggruppamento deve essere trattato come singolo lotto.

Selezionare un numero adeguato di contenitori per ogni lotto.

8.2.3 Operazioni preliminari al campionamento

Sigilare il contenitore da campionare con un codice corrispondente a quello indicato dal piano di campionamento.

Esaminare e registrare lo stato esterno del contenitore selezionato (danneggiato, corrosivo, presenza di perdite).

Individuare e registrare eventuali marchi o etichette identificatrici.

Se il contenitore è sigillato, ispezionare la sigillatura ed il tappo per assicurarsi che siano intatti.

Posizionare il contenitore in modo che il tappo sia nella parte superiore. Lasciare depositare il contenuto.

Se il contenitore deve essere campionato in posizione orizzontale, fare in modo di impedirne il rotolamento utilizzando dei cunei o altro dispositivo adatto. Pulire la parte esterna del tappo e la zona circostante.

Se il contenitore è di metallo occorre prevenire i rischi derivanti dall'accumulo di cariche elettrostatiche mediante opportuna messa a terra.

Rimuovere lentamente il tappo. Se il tappo è bloccato, valutare la possibilità di campionare un altro contenitore oppure rimuovere completamente il coperchio.

Se si sospetta la presenza di liquidi volatili ed il contenitore è sigillato, considerare la presenza di un'eventuale sovrappressione interna.

Annotare ogni circostanza anomala o significativa rispetto al piano di campionamento.

8.2.4 Esame preliminare del materiale

Il materiale deve essere preventivamente esaminato per accertare la presenza di una eventuale pellicola superficiale. Se una tale pellicola è presente, se ne deve registrare la natura e lo spessore, dopodiché essa deve essere rimossa con cautela.

Quando si deve campionare un contenitore che sia stato lasciato sedimentare per un certo tempo, esso deve venire esaminato con una sonda (vedere punti 5.2.2 e 5.3.1) per determinare la presenza, l'eventuale profondità e durezza di qualunque materiale possa essersi depositato sul fondo.

Se presente, tale deposito deve venire frammentato con la sonda e disperso per mescolamento manuale o meccanico.

In alternativa, il liquido surnatante può venire lentamente decantato in un contenitore separato e il solido sedimentato venire frantumato e mescolato fino ad ottenere una pasta omogenea. Il liquido decantato viene quindi lentamente aggiunto alla pasta sotto agitazione continua.

Se il materiale sedimentato risulta così compatto che non può essere ridisperso, registrare la profondità di ogni singola fase.

8.2.5 Indirizzi generali per il prelievo di un campione primario

Nel caso di piccoli contenitori, l'intero contenuto può essere usato come campione.

Se possibile, il materiale deve essere tenuto sotto agitazione continua durante l'intera procedura di campionamento. Se il materiale tende a sedimentare rapidamente, utilizzare un agitatore meccanico.

Se non è possibile mantenere l'agitazione continua, il campione deve essere prelevato il più rapidamente possibile dopo la cessazione del mescolamento.

Il prelievo del campione deve essere rapido, perciò impiegare bottiglie di campionamento

a bocca larga.

Se si usano campionatori a tubo (punto 5.2.2), questi devono essere del tipo con valvola di fondo, per evitare la perdita di materiale solido. Porre attenzione che la chiusura della valvola sia effettivamente ermetica.

I campioni raccolti da ogni singolo lotto devono essere tenuti distinti.

I campioni prelevati dallo stesso lotto possono essere tenuti distinti o raggruppati se il contenuto dei vari contenitori è identico e/o chimicamente compatibile.

Procedere al prelievo del campione primario così come stabilito dal piano di campionamento e secondo la procedura descritta per i rifiuti liquidi (prospetto D.3 oppure prospetto D.6).

8.3 Vasche o fosse

8.3.1 Apparecchiatura

Bottiglia zavorrata o campionatore a bicchiere munito di asta telescopica di lunghezza sufficiente (vedere punti 5.2.1 e 5.2.3), imbuto, bottiglia trasparente a bocca larga.

8.3.2 Operazioni preliminari al campionamento

Localizzare un punto di accesso dal quale sia possibile procedere al campionamento.

Annotare ogni circostanza anomala o significativa rispetto al piano di campionamento.

8.3.3 Indicazioni generali per il campionamento

Nel caso di vasche o fosse di grandi dimensioni, l'ottenimento di un campione rappresentativo è ostacolato a causa di problemi di accessibilità e di sicurezza.

In ogni caso, durante le operazioni di svuotamento è possibile prelevare un campione primario operando come per le tubazioni in flusso ad estremità libera (prospetto D.13).

In tutte le altre situazioni si ricorrerà al prelievo di un certo numero di campioni selettivi, dal bordo della vasca mediante bottiglia zavorrata a bocca larga (prospetto D.16) oppure dal centro della vasca, per mezzo di un campionatore a bicchiere (prospetto D.17).

9. **CAMPIONAMENTO DI FANGHI PASTOSI (andava bene prima “Fanghi palabili e sostanze pastose”; mentre i fanghi palabili sono definiti anche in altre normative, i fanghi pastosi non si sa da dove vengono Chiedere conferma a Spinosa è una sua proposta derivante dal TC308**

La verifica operativa sullo stato fisico del fango deve comunque essere effettuata in accordo alla procedura riportata nell'appendice C.

A volte, il loro punto di fusione può essere prossimo alla temperatura ambiente, nel qual caso vanno conservate e trasportate in contenitori adatti per i liquidi.

Allo scopo di facilitare il campionamento, questi materiali possono venire riscaldati fino a diventare completamente liquidi, purché il riscaldamento non pregiudichi la sicurezza degli operatori o non influenzi alcuno dei parametri da misurare. Se la liquefazione per riscaldamento viene considerata applicabile, allora riferirsi alle procedure prescritte per i materiali liquefattibili (vedere punto 7).

Per i materiali in contenitori, comprese le sostanze pastose che non è possibile riscaldare fino a fusione, si deve procedere al prelievo di un campione composito per ciascun contenitore, prelevando i singoli incrementi per mezzo di una sonda campionatrice o una paletta (vedere punti 5.3.1 e 5.3.3).

I materiali sfusi (per esempio in ammassi o su nastri trasportatori) devono venire campionati con procedure simili a quelle per i materiali granulari in movimento (vedere punto 10 e 11).

Per motivi pratici, tutte le diverse giaciture in cui queste sostanze si possono presentare, vengono raggruppate nelle due seguenti tipologie:

- materiali statici (contenitori, fusti, serbatoi, ammassi, blocchi);
- materiali in movimento (nastri trasportatori, barre estrarre).

A seconda della giacitura e del tipo di campione da prelevare, nel prospetto 16 sono indicate le differenti modalità di campionamento.

prospetto 15 **diventa 16** **Differenti modalità di campionamento di fanghi palabili e sostanze pastose inserire e cambiare: prospetto F.18 con D.18 etc**

9.1 Precauzioni particolari

Se si sospetta la presenza di sostanze infiammabili, instabili agli agenti atmosferici, alla temperatura o alla luce, procedere tenendo in considerazione quanto riportato nel piano di campionamento. Considerare sempre la possibile presenza di vapori esplosivi, o di sovrappressioni nei contenitori.

In nessun caso tentare di prelevare campioni da nastri trasportatori o macchinari in movimento. Tutti i macchinari devono venire fermati durante le attività di campionamento.

9.2 Materiali statici

9.2.1 Apparecchiatura

Pinze o giratubi, cunei di legno, cavi di messa a terra, paletta (vedere punto 5.3.3), sonda campionatrice o campionatore a tubo di lunghezza adeguata all'altezza del contenitore e sezione adeguata alla viscosità del campione (vedere punti 5.2.2 e 5.3.1), estrusore, coltello, filo da taglio, barattolo a bocca larga.

9.2.2 Selezione dei contenitori da campionare

Stimare la condizione di tutti i contenitori per determinare l'eventuale presenza ed estensione di corrosione.

Se i contenitori o blocchi sono raggruppati, ogni raggruppamento deve essere trattato come singolo lotto.

Selezionare un numero adeguato di contenitori o blocchi per ogni lotto.

9.2.3 Operazioni preliminari al campionamento

Sigare il contenitore o il segmento da campionare con un codice corrispondente a quello indicato dal piano di campionamento.

Esaminare e registrare l'aspetto esterno del contenitore selezionato (danneggiamento, corrosione, perdite).

Individuare e registrare eventuali marchi o etichette identificatrici.

Se il contenitore è sigillato, ispezionare la sigillatura ed il tappo per assicurarsi che siano intatti.

Posizionare il contenitore in modo che il tappo sia nella parte superiore. Lasciare depositare il contenuto.

Se il contenitore deve essere campionato in posizione orizzontale, fare in modo di impedirne il rotolamento utilizzando dei cunei o altro dispositivo adatto. Pulire la parte esterna del tappo e la zona circostante.

Se il contenitore è di metallo occorre prevenire i rischi derivanti dall'accumulo di cariche elettrostatiche mediante opportuna messa a terra.

Rimuovere lentamente il tappo con una pinza o un giratubi.

Se il tappo è bloccato, valutare la possibilità di campionare un altro contenitore oppure rimuovere completamente il coperchio.

Se si sospetta la presenza di liquidi volatili ed il contenitore è sigillato, considerare la presenza di un'eventuale sovrappressione interna.

Annotare ogni circostanza anormale o significativa rispetto al piano di campionamento.

9.2.4 Indicazioni generali per il campionamento

Nel caso di piccoli contenitori, valutare la possibilità di usare l'intero contenuto come campione.

I campioni raccolti da ogni singolo lotto dovranno essere tenuti distinti.

I campioni prelevati dallo stesso lotto possono essere tenuti distinti o raggruppati se il contenuto dei vari contenitori è identico e/o chimicamente compatibile.

Procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento e secondo la/e procedura/e appropriata/e (vedere prospetti D.18, D.19 o D.20).

9.3 Materiali in movimento

9.3.1 Apparecchiatura

Paletta (vedere punto 5.3.3), sonda campionatrice o tubo di campionamento di sezione adeguata alla viscosità del campione (vedere punti 5.2.2 e 5.3.1), estrusore, coltello, filo da taglio, barattolo a bocca larga.

9.3.2 Indicazioni generali per il campionamento

I materiali pastosi possono venire estrusi in forma di barre continue, oppure movimentati su nastri trasportatori.

Procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento e secondo la/e procedura/e appropriata/e (vedere prospetti D.21 o D.22).

10. CAMPIONAMENTO DI POLVERI O RIFIUTI GRANULARI

Si intendono compresi in questa categoria i solidi per i quali la dimensione dei granuli non ha alcuna influenza, dal punto di vista pratico, sulla dimensione dell'incremento necessario al fine di ottenere un campione rappresentativo (la pezzatura è solitamente minore di 5 mm).

Perciò la quantità da prelevare viene dettata solo dalle esigenze delle determinazioni da eseguire (in linea di principio non deve comunque essere minore di 1 kg).

Per questa tipologia di rifiuti vengono prese in considerazione le seguenti possibili giaciture:

- piccoli contenitori, sacchi, fusti, tini, "big-bags", ecc.;
- ammassi, silos e tramogge;
- materiali in movimento (nastri trasportatori, scivoli, cascate, ecc.).

A seconda della giacitura e del tipo di campione da prelevare, nel prospetto 17 sono indicate le differenti modalità di campionamento.

prospetto 16 **diventa 17** **Differenti modalità di campionamento di polveri e granulati**

inserire e cambiare: prospetto F.23 con D.23 etc

10.1 Precauzioni particolari

Se si sospetta la presenza di sostanze infiammabili, instabili agli agenti atmosferici, alla temperatura o alla luce, procedere tenendo in considerazione quanto riportato nel piano di campionamento. Considerare sempre la possibile presenza di vapori esplosivi, o di sovrappressioni nei contenitori.

In nessun caso tentare di prelevare campioni da nastri trasportatori o macchinari in movimento. Tutti i macchinari devono essere fermati durante le operazioni di campionamento.

10.2 Piccoli contenitori, fusti, sacchi, tini, "big-bags"

10.2.1 Apparecchiatura

Pinze o giratubi, cunei di legno, cavi di messa a terra, paletta o sessola di dimensioni adeguate (vedere punto 5.3.3), imbuto o tramoggia, barattolo a bocca larga (vedere punto 5.3.2).

10.2.2 Selezione dei contenitori da campionare

Stimare la condizione di tutti i contenitori per determinare l'eventuale presenza di corrosione.

Se i contenitori sono raggruppati, ogni raggruppamento deve essere trattato come singolo lotto. Selezionare un numero adeguato di contenitori per ogni lotto.

10.2.3 Operazioni preliminari al campionamento

Non salire in alcun caso sui contenitori.

Sigare il contenitore da campionare con un codice corrispondente a quello indicato dal piano di campionamento.

Esaminare e registrare l'aspetto esterno del contenitore selezionato (danneggiamento, corrosione, usura, strappi, perdite).

Individuare e registrare eventuali marchi o etichette identificatrici.

Se il contenitore è sigillato, ispezionare la sigillatura ed il tappo per assicurarsi che siano

intatti.

Posizionare il contenitore in modo che l'apertura sia nella parte superiore.

Se un fusto deve essere campionato in posizione orizzontale, fare in modo di impedirne il rotolamento utilizzando dei cunei o altro dispositivo adatto. Pulire la parte esterna del tappo e la zona circostante.

Se il contenitore è di metallo occorre prevenire i rischi derivanti dall'accumulo di cariche elettrostatiche mediante opportuna messa a terra.

Rimuovere lentamente il tappo dei fusti con una pinza o un giratubi. Se il tappo è bloccato, valutare la possibilità di campionare un altro contenitore oppure rimuovere completamente il coperchio.

Annotare ogni circostanza anomala o significativa rispetto al piano di campionamento.

10.2.4 Indicazioni generali per il campionamento

Nel caso di piccoli contenitori, valutare la possibilità di utilizzare l'intero contenuto come campione.

I campioni raccolti da ogni singolo lotto dovranno essere tenuti distinti.

Procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento e secondo la/e procedura/e appropriata/e (vedere prospetti D.23 o D.24).

10.3 Ammassi, silos o tramogge

10.3.1 Apparecchiatura

Pennarello ad inchiostro indelebile, paletta o sessola di dimensioni adeguate (vedere punto 5.3.3), sonda campionatrice o succhiello (vedere punti 5.3 e 5.3.1), imbuto o tramoggia, barattolo a bocca larga.

10.3.2 Operazioni preliminari al campionamento

Localizzare un punto di accesso dal quale sia possibile procedere al campionamento secondo quanto previsto dal piano di campionamento.

Annotare ogni circostanza anomala o significativa rispetto al piano di campionamento.

10.3.3 Indicazioni generali per il campionamento

L'ottenimento di un campione rappresentativo da grandi quantità di materiale granulare richiede, almeno teoricamente, che il materiale venga movimentato e suddiviso in una serie di ammassi più piccoli (sotto-lotti), da ognuno dei quali si dovrà prelevare un incremento. In caso contrario si otterrebbe un campione costituito solo da un piccolo strato del materiale nelle immediate vicinanze del punto di accesso.

Il campionamento di materiale particellato da grandi ammassi o silos richiede perciò una qualche forma di movimentazione e preparazione.

Qualora siano disponibili numerosi punti di accesso (per esempio lungo il perimetro di un ammasso), potrà essere accettabile il prelievo di un campione composito costituito da più incrementi selettivi, prelevati dal bordo dell'ammasso, mediante una comune paletta, e/o dal centro dell'ammasso, per mezzo di una paletta fissata su di un'asta sufficientemente lunga o di una sonda campionatrice. In tali casi, per l'ottenimento di un campione rappresentativo riveste un'importanza fondamentale il processo di riduzione dimensionale e di omogeneizzazione dei diversi incrementi prelevati (vedere anche punti 14 e 16).

Nel caso di silos o tramogge, l'ottenimento di un campione rappresentativo è a volte ostacolato a causa di problemi di accessibilità e di sicurezza.

In ogni caso, durante le operazioni di svuotamento è possibile prelevare un campione primario raccogliendo diversi incrementi come per i materiali in movimento (vedere prospetti da D.27 a D.32).

Altrimenti procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento e secondo la/e procedura/e appropriata/e (vedere prospetti D.25 o D.26).

10.4 Materiali in movimento (nastri trasportatori, scivoli, cascate, coclee, viti senza fine)

10.4.1 Apparecchiatura

Paletta o sessola di dimensione adeguata (vedere punto 5.3.3), imbuto o tramoggia, barattolo a bocca larga.

10.4.2 Indicazioni generali per il campionamento

La situazione migliore per il prelievo di materiali granulari in movimento è nel punto in cui essi cadono in un flusso libero.

Poiché questo non è sempre applicabile, vengono fornite anche procedure per il campionamento dai più comuni macchinari impiegati per la movimentazione dei rifiuti granulari.

Procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento e secondo la/e procedura/e appropriata/e (vedere prospetti da D.27 a D.32).

Dispositivi particolari per il campionamento da nastri trasportatori e coclee sono descritti nella ISO 11648-2.

11. CAMPIONAMENTO DI RIFIUTI GROSSOLANI

La pezzatura influenza significativamente la qualità e la rappresentatività del campionamento, perciò la quantità da prelevare viene dettata non solo dalle esigenze delle determinazioni da eseguire, ma anche dalla pezzatura del materiale (vedere TR 15310-1).

Per questa tipologia di rifiuti vengono prese in considerazione le seguenti possibili giaciture:

- sacchi, fusti, tini, "big-bags", ecc.;
- ammassi, silos e tramogge;
- materiali in movimento (nastri trasportatori, scivoli, cascate, ecc.).

A seconda della giacitura e del tipo di campione da prelevare, nel prospetto 18 sono indicate le differenti modalità di campionamento.

prospetto 17 **diventa 18** **Differenti modalità di campionamento di rifiuti grossolani**

inserire e cambiare: prospetto F.23 con D.23 etc

11.1 Precauzioni particolari

Se si sospetta la presenza di sostanze infiammabili, instabili agli agenti atmosferici, alla temperatura o alla luce, procedere tenendo in considerazione quanto riportato nel piano di campionamento.

Considerare sempre la possibile presenza di vapori esplosivi, o di sovrappressioni nei contenitori.

In nessun caso tentare di prelevare campioni da nastri trasportatori o macchinari in movimento.

Tutti i macchinari devono venire fermati durante le attività di campionamento.

11.2 Sacchi, fusti, tini, "big-bags"

11.2.1 Apparecchiatura

Pinze o giratubi, cunei di legno, cavi di messa a terra, paletta o sessola di dimensioni adeguate (vedere punto 5.3.3), utensile da taglio, imbuto o tramoggia, barattolo a bocca larga.

11.2.2 Selezione dei contenitori da campionare

Stimare la condizione di tutti i contenitori per determinare l'eventuale grado di corrosione o logoramento.

Se i contenitori sono raggruppati, ogni raggruppamento deve essere trattato come singolo lotto.

Selezionare un numero adeguato di contenitori per ogni lotto.

11.2.3 Operazioni preliminari al campionamento

Sigare il contenitore da campionare con un codice corrispondente a quello indicato dal piano di campionamento.

Esaminare e registrare l'aspetto esterno del contenitore selezionato (danneggiamento, corrosione, usura, strappi, perdite).

Individuare e registrare eventuali marchi o etichette identificatrici.

Se il contenitore è sigillato, ispezionare la sigillatura ed il tappo per assicurarsi che siano

intatti.

Posizionare il contenitore in modo che l'apertura sia nella parte superiore.

Se un fusto deve essere campionato in posizione orizzontale, fare in modo di impedirne il rotolamento utilizzando dei cunei o altro dispositivo adatto. Pulire la parte esterna del tappo e la zona circostante.

Se il contenitore è di metallo occorre prevenire i rischi derivanti dall'accumulo di cariche elettrostatiche mediante opportuna messa a terra.

Rimuovere lentamente il tappo dei fusti con una pinza o un giratubi. Se il tappo è bloccato, valutare la possibilità di campionare un altro contenitore oppure rimuovere completamente il coperchio.

Annotare ogni circostanza anomala o significativa rispetto al piano di campionamento.

11.2.4 Indicazioni generali per il campionamento

I campioni raccolti da ogni singolo lotto dovranno essere tenuti distinti.

Procedere al prelievo di un campione selettivo secondo la procedura prevista per i materiali granulari (prospetto D.23), con la sola accortezza che, al fine di ottenere un campione rappresentativo, la quantità da prelevare sarà in funzione della pezzatura del materiale e della sua omogeneità (vedere TR 15310-1).

Procedere al prelievo di un campione direzionale secondo la procedura indicata nel prospetto D.33.

11.3 Ammassi, silos, tramogge

11.3.1 Apparecchiatura

Paletta, pala o altro attrezzo per il campionamento di dimensioni adeguate (vedere punto 5.3.3), imbuto o tramoggia, barattolo a bocca larga.

11.3.2 Operazioni preliminari al campionamento

Localizzare un punto di accesso dal quale sia possibile procedere al campionamento secondo quanto previsto dal piano di campionamento.

Annotare ogni circostanza anomala o significativa rispetto al piano di campionamento.

11.3.3 Indicazioni generali per il campionamento

In genere, per questo tipo di giacitura, è accessibile per il prelievo solo lo strato alla superficie del materiale in vicinanza del punto di accesso.

Per limiti di ordine pratico, quindi, il campione deve venire prelevato da questo strato e può non essere rappresentativo di tutto il materiale.

Nel caso di silos o tramogge, il prelievo del campione è a volte ostacolato a causa di problemi di accessibilità e di sicurezza.

Qualora siano disponibili numerosi punti di accesso (per esempio lungo il perimetro di un ammasso), potrà essere accettabile il prelievo di un campione composito costituito da più incrementi selettivi, prelevati dal bordo dell'ammasso (vedere anche punto 14 e 16).

La quantità da prelevare deve essere funzione della pezzatura del materiale e della sua omogeneità (vedere TR 15310-1).

In alcune situazioni, le normali pale o palette possono non essere adeguate allo scopo o non pratiche da usare; in tali casi potrà essere possibile impiegare benne, trivelle, carotatori o altri utensili. Nel caso di silos potrebbe essere necessario procedere alla realizzazione di un attrezzo di campionamento opportuno che possa essere calato dall'alto fino alla superficie del materiale.

Procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento e secondo la/e procedura/e appropriata/e (vedere prospetti D.34 o D.35).

11.4 Materiali in movimento (nastri trasportatori, scivoli, cascate)

In casi particolari e attentamente valutati, può essere possibile prelevare campioni di materiali grossolani in movimento con le stesse procedure prescritte per i materiali granulari (vedere prospetti da D.27 a D.32), con l'accortezza di impiegare attrezzature adatte a maneggiare maggiori quantità di materiale di pezzatura elevata.

12. CAMPIONAMENTO DI RIFIUTI MONOLITICI O MASSIVI

A seconda del tipo di campione da prelevare nel prospetto 19 sono indicate le differenti modalità di campionamento.

prospetto 18 **diventa 19** **Differenti possibilità di campionamento di materiale in pezzi massivi**
inserire e cambiare: prospetto F.36 con D.36

12.1 Precauzioni particolari

Se si sospetta la presenza di sostanze infiammabili, instabili agli agenti atmosferici, alla temperatura o alla luce, procedere tenendo in considerazione quanto riportato nel piano di campionamento.

12.2 Apparecchiatura

Pala, paletta (vedere punto 5.3.3), segaccio, coltello, lama o altro utensile adatto a staccare una parte o frammento del materiale, imbuto o tramoggia, barattolo a bocca larga o sacco di polietilene.

12.3 Selezione dei pezzi da campionare

Valutare la condizione di tutti i pezzi massivi per determinare l'eventuale presenza di fenomeni di erosione, coesione o altri possibili cause di fragilità.

Se i pezzi sono raggruppati, ogni segmento deve essere trattato come singolo lotto.

Selezionare un numero adeguato di pezzi per ogni lotto.

Se il materiale consiste di una sola massa continua, trattarlo come un singolo pezzo massivo.

12.4 Operazioni preliminari al campionamento

Identificare il pezzo massivo da campionare con una sigla corrispondente a quella indicata dal piano di campionamento.

Esaminare e registrare l'aspetto esterno del pezzo selezionato.

Le operazioni con pezzi massivi possono comportare particolari problemi di sicurezza, legati al peso e alla resistenza meccanica dei pezzi stessi, che devono essere attentamente valutati.

Se necessario, movimentare i pezzi massivi con apparecchiature meccaniche operate da personale autorizzato al loro uso.

Nel caso di pezzi massivi di grandi dimensioni, è accessibile al campionamento solo la parte più superficiale di essi.

Annotare ogni circostanza anomala o significativa rispetto al piano di campionamento.

12.5 Indicazioni generali per il campionamento

I campioni raccolti da ogni singolo lotto devono essere tenuti distinti.

Procedere al prelievo del/dei campione/i così come stabilito dal piano di campionamento e secondo la/e procedura/e appropriata/e (vedere prospetti D.36, D.37 o D.38).

13. DOCUMENTAZIONE PER LE OPERAZIONI DI CAMPIONAMENTO

13.1 Introduzione

Documentare ogni aspetto del processo di campionamento, identificare univocamente ogni contenitore contenente il campione, registrare la catena di custodia fino alla consegna dei campioni al laboratorio di prova può essere un'attività tediosa. Eseguire queste operazioni all'aperto con materiale non sempre all'altezza può aggiungere difficoltà. Occorre tuttavia pensare che la registrazione dei dati è condizione preliminare per rendere significativa l'intera campagna d'indagine, per poter leggere i risultati eliminando una possibile fonte di incertezza, per poter ricostruire l'intero percorso di campionamento in caso di dubbi dimostrando a chiunque la nitidezza dell'operato mediante la rintracciabilità.

13.2 Informazioni contenute nel documento di registrazione del campionamento o verbale di campionamento:

Di seguito viene proposta una lista di informazioni utili alla descrizione delle operazioni di campionamento anche se non esaustiva; può essere compilato un unico verbale per l'intera campagna o, in alternativa, un verbale per ogni campione giunto in laboratorio

Aggiungere esempi di modulo (prospetto 1,2,3,4,5 ex 10802 che diventano 20,21,22,23,24)

NOTA Qualora le informazioni richieste nei moduli descritti siano già presenti in altri documenti (quali, ad esempio, il piano di campionamento, moduli predisposti presso il laboratorio di analisi etc.) può essere evitata la duplicazione.

13.2.1 Elementi identificativi del luogo di campionamento

- Codice del campione in funzione della località del campionamento, del materiale campionato e della data del campionamento
- Data di campionamento (eventualmente ora del campionamento)
- Produttore del rifiuto e contatto
- Organizzazione che detiene il rifiuto e contatto
- Organizzazione che conduce il campionamento e contatto
- Luogo del campionamento

13.2.2 Elementi del piano di campionamento

- Motivi del campionamento
- Indicazione del materiale da campionare (comprensivo della definizione della popolazione)
- Descrizione del materiale da campionare (colore, odore, consistenza o stato fisico, presenza di fasi, grado di omogeneità, distribuzioni granulometriche presunte, umidità presunta)

13.2.3 Metodologia di campionamento

- Descrizione delle sottopopolazioni campionate
- Area e punto della presa di ogni campione (se necessario segnando su una piantina adeguata o metodo equivalente)
- Segnalazione di problemi di accesso all'area o problemi di volume del materiale campionato
- Procedura adottata facendo riferimento al documento "piano di campionamento" utilizzato
- Strumentazione utilizzata per il campionamento
- Numero degli incrementi o campioni e descrizione degli incrementi, dei compositi, delle aliquote e della modalità della loro etichettatura
- Dimensioni di ciascun incremento o campione raccolto
- Osservazioni sugli eventi avvenuti durante il campionamento (es. degassamento, reazioni, sviluppo di calore ed altro)
- Misure di sicurezza adottate

13.2.4 Riduzione in campo del campione e pretrattamento

- Descrizione del luogo dove è avvenuta la riduzione specificando se all'aperto
- Procedura di riduzione o pretrattamento

13.2.5 Confezionamento, conservazione, stoccaggio e trasporto

- Modalità di confezionamento
- Modalità di conservazione
- Modalità di immagazzinamento

- Modalità di trasporto

13.2.6 Variazioni rispetto al piano di campionamento

- Dettagli
- Firma dei campionatori e dei rappresentanti delle parti interessate (*se presenti*)

13.2.7 Trasporto al laboratorio di prova

- Organizzazione che ha effettuato il trasporto
- Date di trasporto
- Campioni ricevuti da firma.....

13.3 Etichetta

Vedere 15.1.3. Nell'etichetta possono essere indicati:

- Estremi dell'organizzazione che ha effettuato il campionamento
- Brevissima descrizione del campione ed eventuale identificazione dei rischi connessi alla sua manipolazione
- Codice del campione come riportato sul verbale
- Data del prelievo
- Indicazioni sull'area dove si è svolto il prelievo
- Dati del prelevatore (può essere prevista la firma)

13.4 Catena di custodia

Si tratta di un documento a più scomparti organizzato in modo che ciascuno che riceve i campioni in custodia compili una parte del documento in successione temporale.

Ciascuna parte deve contenere la data di presa in carico e la data di scarico, le indicazioni del responsabile e la sottoscrizione che le condizioni di stoccaggio (esplicitate) siano state rispettate.

All'inizio del documento deve essere indicato se la catena si riferisce ad un solo contenitore, ad un solo campione, a tutti i campioni (elencati così come ciascun contenitore) di una data campagna di prelievo.

13.5 Modulo per il conferimento dei campioni in laboratorio

Anche questo modulo va allegato ai campioni conferiti in laboratorio

Con questo documento si crea un collegamento tra ogni singola aliquota di campione e il percorso analitico in laboratorio. Si pongono le premesse per la costruzione del rapporto di prova.

Per ciascuna aliquota, indicata in modo univoco, descritta in termini di quantitativi conferiti e nelle caratteristiche del contenitore (in plastica, vetro, bottiglia, sacchetto ed altro) occorre indicare

- i parametri da analizzare (anche eluati),
- il metodo di analisi,
- il limite di rivelabilità da raggiungere (ed altre misure quantitative del metodo, quando necessario)
- se l'aliquota sia stata sottoposta a pretrattamenti (riduzione di volume, filtraggio, trattamenti di conservazione ed altro)

13.6 Modulo per le analisi in campo

Le analisi in campo possono venire eseguite in modo qualitativo su materiale campionato ovvero sulla popolazione da indagare lasciandone inalterata la giacitura o non interferendo sul flusso nel tempo.

Si specifichino

- parametro analizzato
- strumento utilizzato (in quali condizioni operative)
- taratura della strumentazione utilizzati o relativi riferimenti a documentazione presente nel laboratorio preposto al campionamento e analisi
- modalità di “campionamento” (alla tocca, senza modifica della giacitura, dato istantaneo o media temporale, campionatori passivi o altro)
- metodo di misura

14. RIDUZIONE DEL CAMPIONE IN CAMPO

14.1 INTRODUZIONE

Nel presente paragrafo vengono descritte le procedure di riduzione dimensionale del campione finalizzate a facilitare il trasporto in laboratorio. Tali procedure non hanno nulla a che vedere con il sotto-campionamento eseguito in laboratorio che serve per ottenere una quantità di campione utile per le analisi, e nemmeno con il pretrattamento del campione effettuato prima delle analisi.

Il metodo di sotto-campionamento scelto deve innanzitutto minimizzare i possibili cambiamenti della composizione chimico-fisica del campione. E' necessario porre attenzione ad assicurare l'integrità di campione e sotto-campione, operando in un ambiente adatto ad evitare la perdita di umidità o dei componenti volatili, per evaporazione, o la "contaminazione incrociata" del campione.

I sotto-campionamenti devono essere svolti in campo solo se questo serve a ridurre la dimensione del campione per il trasporto.

I campioni devono essere inviati al laboratorio senza procedere al sotto-campionamento di campo, qualora i singoli incrementi non possano essere adeguatamente miscelati in campo per produrre un campione omogeneo, oppure quando deve essere mantenuta la stratificazione.

Se un volume eterogeneo di campione non può essere adeguatamente miscelato in campo, il sotto campionamento può essere demandato al laboratorio, al fine di produrre un campione omogeneo.

Quando sono richiesti due o più campioni di laboratorio da un volume iniziale, il processo di sotto-campionamento dovrebbe essere definito in modo tale da generare due o più sotto campioni di uguali dimensioni e pari composizione prevista.

Le procedure e le modalità con cui viene eseguito il sotto campionamento in campo nonché tutte le altre informazioni relative al campione (**peso approssimato o volume del sotto campione finale**) devono essere accuratamente documentate all'interno del piano di campionamento e riportate nella documentazione per le operazioni di campionamento (vedi punto 13).

NOTA: Il sotto-campionamento può essere realizzato con o senza riduzione dimensionale delle particelle. Le procedure finalizzate alla riduzione sono particolarmente suscettibili alla perdita di particelle dovuta al trascinamento in un ambiente di campo ed alcune procedure devono essere intraprese solo per facilità analitica.

14.2 APPARECCHIATURA

- Bilancia
- Derivatore
- Ripartitore "tyler"
- Piatto rotante meccanizzato/ ripartitori a rotazione.

Possono essere utilizzate altre apparecchiature, purché permettano lo svolgimento delle operazioni descritte ai paragrafi successivi. **Alcuni esempi di apparecchiature sono riportati nel 14.12 con le relative foto.**

14.3 PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

14.3.1 RIFIUTI GRANULARI

Le seguenti operazioni devono essere eseguite, ove possibile, **prima di qualsiasi attività di pretrattamento del campione**:

- A. Identificare una zona, all'interno di un'area coperta o stabilmente riparata dagli effetti del vento e della pioggia, preferibilmente piatta e abbastanza grande da consentire un facile accesso attorno all'intero campione distribuito sulla superficie;
- B. Collocare una copertura pulita, preferibilmente materiale in fogli di plastica resistente, sul pavimento del laboratorio o sul terreno, in modo da proteggere il campione;
- C. Tutte le apparecchiature e gli strumenti devono essere puliti al fine di ridurre il rischio di contaminazione incrociata.

14.3.2 PREPARAZIONE PER LIQUIDI, FANGHI E RIFIUTI PASTOSI

Le seguenti operazioni devono essere eseguite, ove possibile, **prima di qualsiasi attività di pretrattamento del campione**:

- A. Identificare un'area riparata, preferibilmente a terra, e larga abbastanza da permettere l'accesso intorno ai contenitori del campione.
- B. Tutte le apparecchiature e gli strumenti devono essere puliti al fine di ridurre il rischio di contaminazione incrociata.

14.4 PREPARAZIONE DI UN CAMPIONE COMPOSITO

14.4.1 MISCELAZIONE DEI RIFIUTI I GRANULARI

14.4.1.1 Generalità

La miscelazione dei campioni omogenei e di piccoli volumi può essere eseguita in campo. Diversamente, se in campo non è possibile eseguire la miscelazione è necessario conferirlo in laboratorio per la miscelazione meccanica.

E' necessario:

- preparare un campione composito contenente quantità equivalenti (m/m o v/v) dei singoli incrementi;
- determinare la quantità di incremento da miscelare insieme per peso secco.

NOTE: È possibile che il contenuto di umidità di più incrementi di campione vari considerevolmente. In questa situazione, la miscelazione degli incrementi dei rifiuti con uguale peso o volume produrrebbe un campione primario con un errore sistematico. La miscelazione degli incrementi con contenuto di umidità variabile dovrebbe pertanto, se possibile, essere eseguita in laboratorio dopo la determinazione del contenuto di materia secca di ogni incremento. Nella maggior parte dei casi in cui gli incrementi sono presi dallo stesso strato, il contenuto di umidità dei singoli incrementi dovrebbe essere circa lo stesso e gli incrementi possono essere miscelati in campo su base di pari volume o peso.

14.4.1.2 Metodologia

- eseguire le operazioni preliminari (14.3.1)
- miscelare il materiale formando un cumulo conico.
- prelevare una badilata o una pala piena di materiale e depositarla a terra; le successive badilate andranno mano mano depositate sulla precedente. Le dimensioni della pala o del badile dovrebbero essere tali da poter ripetere questa azione **almeno 20 volte** al fine di trasferire la quantità totale del materiale.

14.4.2 MISCELAZIONE DI FANGHI E LIQUIDI

Se è necessario miscelare liquidi e fanghi seguire la procedura seguente:

- A. eseguire le operazioni preliminari (14.3.2);
- B. il contenitore in cui sono collocati tutti i campioni per la miscelazione dovrebbe essere abbastanza grande da garantire che non vi sia perdita di campione durante la miscelazione;

- C. determinare la grandezza degli incrementi da miscelare assieme per volume, collocarli nel contenitore di miscelazione e mescolare.

NOTA: La miscelazione in contenitori aperti all'aria non è appropriata per i materiali con componenti volatili o semi-volatili. È consigliabile che i materiali con tali costituenti siano riportati in laboratorio per la miscelazione.

14.4.3 MISCELAZIONE DI FANGHI E RIFIUTI PASTOSI

Se è richiesto il mescolamento di materiali pastosi seguire la procedura seguente:

- A. eseguire le operazioni preliminari (14.3.2);
- B. il contenitore in cui sono collocati tutti i campioni per la miscelazione dovrebbe essere abbastanza grande da garantire che non vi sia perdita di campione durante la miscelazione;
- C. determinare la grandezza degli incrementi da miscelare assieme per volume, collocarli nel contenitore di miscelazione e mescolare.

NOTA: La miscelazione in contenitori aperti all'aria non è appropriata per i materiali con componenti volatili o semi-volatili. È consigliabile che i materiali con tali costituenti siano riportati in laboratorio per la miscelazione.

14.5 Sotto-campionamento di rifiuti a temperatura ambiente (compresi liquidi volatili, liquidi viscosi ed emulsioni)

14.5.1 Metodo del singolo campione

- Miscelare il campione primario accuratamente (con rulli, agitazione, mescolamento)
- Trasferire la quantità richiesta in un contenitore più piccolo, facendo attenzione a minimizzare la perdita di componenti volatili.

14.5.2 Metodo del campione composito

- Mescolare accuratamente ogni incremento (14.4.2)
- Versare un volume da ogni incremento (specificato nel Piano di Campionamento) in un contenitore per campioni separato, facendo attenzione a non perdere componenti volatili.
- Mescolare accuratamente le porzioni combinate con rulli, mediante agitazione o mescolamento.

14.6 SOTTO CAMPIONAMENTO DI RIFIUTI SOLIDI LIQUEFATTIBILI PER RISCALDAMENTO

14.6.1 METODO DEL SINGOLO CAMPIONAMENTO

- rendere il rifiuto liquido attraverso l'innalzamento della temperatura;
- vedere la procedura al punto 14.5.1

14.6.2 METODO DEL CAMPIONE COMPOSITO

- rendere il rifiuto liquido attraverso l'innalzamento della temperatura;
- vedere la procedura al punto 14. 5.2

14.7 GENERICO SOTTO CAMPIONAMENTO DEI FANGHI

14.7.1 FANGHI LIQUIDI

14.7.1.1 METODO DEL SINGOLO CAMPIONAMENTO

- vedere la procedura al punto 14.4.1

14.7.1.2 METODO DEL CAMPIONE COMPOSITO

- vedere la procedura al punto 14.4.2

14.7.2 FANGHI SOLIDI (CAKES)

Seguire la procedura indicata al punto 14.10

14.7.3 FANGHI PASTOSI

- eseguire le operazioni preliminari (14.3.2)
- preparare i fanghi pastosi utilizzando un procedimento di miscelazione come quello utilizzato per la preparazione manuale o meccanica di un campione con la consistenza della malta di cemento.
- La divisione in sotto campioni può essere realizzata come sopra indicato (punto 14. 6.1)
- Trasferire il sotto campione in un appropriato contenitore (come previsto al capitolo 9 e come specificato nel piano di campionamento).

NOTA: il riscaldamento dovrebbe essere adottato solo quando non vi sia impatto sulla composizione del campione o quando ciò non comporti rischi per la sicurezza. Applicare solo il calore necessario a rendere la sostanza sufficientemente mobile per la miscelazione e il sotto-campionamento.

14.8 GENERICO SOTTO-CAMPIONAMENTO DI RIFIUTI PASTOSI

15.8.1 METODO DEL SINGOLO CAMPIONAMENTO

Da un contenitore

- Mescolare come indicato al punto 14.4.3
- Utilizzando una paletta prelevare la quantità richiesta

Da una barra estrusa

- tagliare il campione in un numero uguale di parti (specificare nel piano di campionamento);
- selezionare in modo casuale una serie di pezzi (indicare nel piano di campionamento).

14.8.2 METODO DEL CAMPIONE COMPOSITO

Mescolare in accordo con il punto 14.4.3

14.9 GENERICO SOTTO CAMPIONAMENTO DI RIFIUTI GRANULARI

14.9.1 RIDUZIONE DEGLI AGGREGATI

14.9.1.1 Riduzione manuale di aggregati

- eseguire le operazioni preliminari (14.3.1);
- collocare il campione sulla copertura del pavimento e spalmarlo uniformemente per identificare tutti gli aggregati di grandi dimensioni all'interno del campione;
- utilizzando la base di un badile o la testa di una mazza, ridurre le dimensioni degli aggregati procedendo con cautela fino a che il materiale di dimensioni eccessive sia minore o uguale alle dimensioni delle particelle richieste.

NOTA: quando un materiale è fortemente aggregato e qualora i metodi di campionamento o pretrattamento non rendano possibile campionare parti degli aggregati, gli stessi aggregati possono essere visti come parti individuali.

Tuttavia, poiché le dimensioni delle particelle determinano le dimensioni minime del sotto-campione, è preferibile ridurre le dimensioni degli aggregati prima o durante la fase di sotto campionamento.

Poiché il campionamento manuale di aggregati comporta un prolungato e intenso contatto tra il campione e l'aria, questo metodo deve essere utilizzato quando l'integrità del campione non è compromessa.

14.9.1.2 Riduzione degli aggregati utilizzando dispositivi meccanici

È inoltre possibile ottenere la riduzione delle dimensioni dell'aggregato utilizzando dispositivi meccanici.

Laddove l'uso di un dispositivo meccanico sia vantaggioso, il responsabile di progetto deve

documentare l'uso di tale dispositivo nel piano di campionamento.

Il dispositivo meccanico deve essere pulito per prevenire la contaminazione incrociata. È possibile che non sia ottenibile la pulizia completa del dispositivo; in questo caso, prima di procedere alla riduzione del campione in esame, collocare un volume ridotto del campione stesso nel dispositivo e poi scartarlo.

14.10 PROCEDURA DI SOTTO CAMPIONAMENTO MANUALE E MECCANICO

14.10.1 INFORMAZIONI SULLA SELEZIONE DEI PROCEDIMENTI DI SOTTO CAMPIONAMENTO

Un campione può essere suddiviso in sotto-campioni con mezzi manuali o meccanici. Quando è secco sono preferibili le tecniche meccaniche in quanto forniscono sotto-campioni più rappresentativi.

Un ripartitore meccanico dovrebbe essere evitato quando le particelle del campione sono umide; comportandosi in modo coesivo il ripartitore potrebbe non funzionare correttamente e bloccarsi.

14.10.2 METODO DELLA LUNGA STRISCIA E DEL BADILE ALTERNATO

14.10.2.1 Riduzione di un campione in cumulo

NOTA: Questo metodo di sotto-campionamento è idoneo per la riduzione dei **campioni superiori a 100 kg circa**.

- eseguire le operazioni preliminari (14.3.1);
- eseguire tutte le necessarie riduzioni degli aggregati in modo da ottenere un campione adatto al sotto-campionamento secondo il punto 14.9.1;
- con la pala, creare una pila a forma di cono sulla copertura di protezione del pavimento, depositando ogni “badilata” di materiale su quella precedente. Per i campioni superiori a 500 kg, è necessaria una pala meccanica;
- quando l'intero campione è sul pavimento, mischiarlo accuratamente rivoltandolo in modo da formare un nuovo cono adiacente al primo. Ripetere questa operazione tre volte. Per formare nuovi coni, depositare ogni pala di materiale sulla cima del nuovo cono in modo tale che il campione scenda lungo i lati del cono e sia distribuito uniformemente, in maniera da mischiare le particelle di dimensioni diverse;
- *trasformare il cono in una pila lunga* procedendo come segue:
 - prelevare una pala piena di materiale dalla base del cono e distribuirlo in una striscia con larghezza iniziale uguale a quella della pala e lunghezza compresa tra 1,5 m e 3,0 m;
 - prelevare la pala di materiale successiva da un punto diverso alla base del cono e distribuirlo direttamente su quella precedente, ma nella direzione opposta.
 - ripetere la fase precedente fino a formare una lunga pila;
 - *scartare* metà del campione nel modo seguente:
 - prelevare una pala di materiale dal fondo di un'estremità della pila e metterlo da parte;
 - prelevare la pala di materiale successiva dal punto immediatamente adiacente al primo avanzando lungo il lato della pila a una distanza uguale alla larghezza della pala e scartarla;
 - di nuovo, avanzando nella stessa direzione a distanza della larghezza di una pala, prelevare la terza pala di materiale e aggiungerla alla prima;
 - continuare lungo la pila in base alla procedura precedente, scartando pale alterne di materiale in modo che la pila si riduca in modo graduale e uniforme.
 - ripetere la procedura precedente (dalla formazione del cono al dimezzamento della pila) fino a che la quantità trattenuta di materiale sia uguale alle dimensioni desiderate del sotto-campione.
 - trasferire il sotto-campione in un contenitore appropriato.

14.10.2.2 RIDUZIONE DEGLI INCREMENTI CAMPIONATI

Quando gli incrementi di campionamento sono stati mantenuti separati, utilizzare il procedimento descritto nel punto 14.10.2.1 per ridurre ciascun incremento.

Se richiesto, combinare gli incrementi di campionamento ridotti in modo da formare un sotto-campione primario.

14.10.3 CREAZIONE DI CONI E QUARTATURA

14.10.3.1 RIDUZIONE DI UN CAMPIONE IN CUMULO

NOTA: Il presente procedimento è adatto alla produzione di **sotto-campioni fino a 1 kg circa**.

- eseguire le operazioni preliminari (14.3.1);
- eseguire tutte le necessarie riduzioni degli aggregati in modo da ottenere un campione adatto al sottocampionamento, secondo il punto 14.9.1.1 e 14.9.1.2
- con la pala, creare una pila a forma di cono sulla copertura di protezione del pavimento, depositando ogni “badilata” di materiale su quella precedente. Per i campioni maggiori di 500 kg, si utilizza in genere una pala meccanica. La manipolazione manuale è preferibile per i campioni di dimensioni minori di 100 kg.
- quando l'intero campione è sul pavimento, mischiarlo accuratamente rivoltandolo in modo da formare un nuovo cono adiacente al primo. Ripetere questa operazione tre volte. Per formare nuovi coni, depositare ogni pala di materiale sulla cima del nuovo cono in modo tale che il campione scenda lungo i lati del cono e sia distribuito uniformemente in maniera da mischiare le particelle di dimensioni diverse;
- appiattire il terzo cono inserendo la pala ripetutamente e in verticale sul picco del cono in modo da formare un cumulo piatto, di spessore e diametro uniformi. L'altezza dovrebbe essere minore o uguale all'altezza della pala o del badile utilizzato;
- **quartare** il mucchio piatto lungo le due diagonali ad angolo retto utilizzando uno dei seguenti metodi:
 - **metodo 1**
 - collocare il centro di una croce di metallo laminato, al centro del cono appiattito e premere i bordi inferiori della croce di metallo attraverso il campione di rifiuti. L'altezza delle lame che formano la croce dovrebbe essere maggiore di quella del cono appiattito.
 - con la croce di metallo lasciata in posizione scartare i quarti di diagonale opposti e spazzare lo spazio occupato;
 - rimuovere la croce di metallo e mischiare assieme i due quarti rimanenti;
 - controllare se la massa del materiale scartato è uguale a metà della massa del sotto-campione prima della suddivisione, consentendo una variazione di $\pm 10\%$ (m/m). Quando questa condizione non è soddisfatta, il materiale scartato dovrebbe essere ricombinato e miscelato di nuovo, per poter continuare la suddivisione.
 - creare nuovamente i coni e suddividerli in quattro parti utilizzando i passaggi precedenti fino a che il volume del materiale rimanente sia uguale alle dimensioni desiderate del sotto-campione.
 - **metodo 2**
 - dividere in quattro parti il cumulo piatto lungo le due diagonali che si intersecano agli angoli retti utilizzando un badile inserito verticalmente nel materiale.
 - scartare una coppia di quarti opposti e depositare con il badile il materiale rimasto formando una scorta;
 - controllare se la massa del materiale scartato è uguale a metà della massa del (sotto-) campione prima della suddivisione, consentendo una variazione di $\pm 10\%$ (m/m). Quando questa condizione non è soddisfatta, il materiale scartato dovrebbe essere ricombinato e miscelato di nuovo, per poter continuare la suddivisione;
 - ripetere il processo di miscelazione e suddivisione in quattro parti fino a che il volume del sotto-campione rimanente sia uguale alle dimensioni desiderate.
 - trasferire il sotto campione in un appropriato contenitore.

14.10.4 DERIVAZIONE

L'uso di un derivatore è possibile quando il materiale dei rifiuti è abbastanza secco da consentire il libero flusso delle particelle attraverso l'apparecchiatura. La suddivisione del campione con un derivatore è in genere di uso pratico per i **campioni minori di 100 kg circa**.

La suddivisione del campione con un derivatore comporta la riduzione fino a metà o a un quarto (a seconda della derivazione) ad ogni operazione.

NOTA: Il materiale non dovrebbe essere aggregato o fibroso.

14.10.4.1 RIDUZIONE DI UN CAMPIONE PRIMARIO

- Eseguire la preparazione del campione (14.3)
- Eseguire ogni necessaria riduzione degli aggregati per ottenere un campione adatto per il sotto campionamento (14.9.1)
- controllare che le larghezze delle fenditure del derivatore siano almeno 3 volte più larghe della dimensione massima delle particelle del materiale che deve essere ridotto
- caricare il materiale in maniera uniforme in un badile o in un contenitore e riversare il materiale dal centro di uno dei contenitori e collocare gli altri due in posizione (14.12). È essenziale che il badile o il contenitore siano mantenuti perpendicolari rispetto all'asse del derivatore e che il materiale sia depositato uniformemente sul derivatore per impedire l'errore sistematico di campionamento.
- scartare il materiale che cade in uno degli altri due ricettacoli;
- ripetere la procedura di derivazione fino a che il volume del materiale di rifiuti rimanente sia pari alla quantità desiderata di sotto campione;
- trasferire il sotto campione in un appropriato contenitore.

14.10.4.2 Riduzione degli incrementi di campionamento

Quando gli incrementi sono tenuti separati, utilizzare la procedura descritta al punto 14.10.4.1 per ridurre ogni incremento attraverso lo stesso numero di fasi di derivazione. Se richiesto, combinare gli incrementi risultanti in modo da formare un sotto campione da consegnare al laboratorio.

14.11 SOTTO CAMPIONAMENTO DI SOLIDI GROSSOLANI E RIFIUTI MONOLITICI

- se è richiesta la riduzione dimensionale delle particelle prima di poter eseguire il sotto-campionamento, il campione dovrebbe essere trasportato in un laboratorio idoneo al pretrattamento dei campioni.
- Seguire la procedura appropriata (14.9)

NOTA: I procedimenti completi di riduzione delle dimensioni delle particelle sono particolarmente soggetti alla perdita dei componenti fini delle particelle in un ambiente in campo e tali procedimenti dovrebbero essere eseguiti solo in un laboratorio mobile adeguatamente attrezzato o in un laboratorio in campo per salvaguardare l'integrità dei campioni.

14.12 ESEMPI DI ATTREZZATURE PER IL SOTTO CAMPIONAMENTO

1 RIFFLE BOX foto

1 Riffle Box – Il numero di fenditure del derivatore di solito non è inferiore a 8. La loro ampiezza deve essere almeno tre volte più grande dimensione massima delle particelle del materiale da campionare.

2 ROTARY SAMPLE DIVIDER foto

Un divisore meccanico suddivide il campione in sotto campioni che sono rappresentativi del materiale. Il divisore rotante consiste in un numero di contenitori prismatici, di ugual dimensione, montati attorno al perimetro di un cerchio, passato sotto il flusso di caduta del campione e alimentato attraverso una tramoggia montata sopra la piattaforma girevole.

3 DIVISORE TYLER foto

In un divisore tyler il materiale fluisce sopra una piastra e viene ridotta successivamente in step, a ciascuna stazione, sotto la piastra per mezzo di slot o cavità situate sulla piastra. Ogni piastra riduce di metà la quantità di materiale che passa.

4 CROCE CON LASTRE DI METALLO

Una croce con lastre di metallo è fatta con quattro lame unite insieme al centro a formare angoli di 90 gradi.

CAP.15 PROCEDURE PER IL CONFEZIONAMENTO, CONSERVAZIONE E TRASPORTO DEL CAMPIONE

15.1 Confezionamento

15.1.1 Scelta del contenitore

15.1.1.1 Generalità

I contenitori per il confezionamento dei campioni possono essere realizzati utilizzando numerosi tipi di materiali differenti, alcuni dei quali possono reagire a uno specifico tipo di sostanza e contaminare il campione. Per evitare contaminazioni accidentali da parte del contenitore del campione o il declassamento del campione stesso, il responsabile del progetto dovrebbe acquisire, solitamente da parte del laboratorio ricevente, consulenza scientifica relativamente al tipo e alla dimensione del/i campione/i e del/i contenitore/i, al/i metodo/i appropriato/i di conservazione, se applicabile, al tempo massimo di stoccaggio prima dell'etichettatura e dell'analisi. Il tempo massimo di stoccaggio prima dell'analisi indica il periodo di tempo entro il quale il campione deve pervenire al laboratorio per essere sottoposto ad analisi. In generale, questo periodo deve essere quanto più possibile breve. Una volta concordati i dettagli, il soggetto campionatore dovrebbe seguire i metodi descritti in dettaglio nel piano di campionamento.

La finalità del contenitore dei campioni è quella di proteggere i campioni stessi durante il trasporto e lo stoccaggio sino al loro trattamento o analisi. Un contenitore dovrebbe essere compatibile con la natura del materiale campionato e con i componenti da analizzare. In generale, si dovrà:

- raccogliere campioni per l'analisi inorganica in contenitori di plastica;

NOTA È prassi comune utilizzare bottiglie o vaschette di polietilene a bassa densità. Sacchetti di plastica di polietilene pesante sono utili per i campioni solidi più ingombranti. I campioni per l'analisi organica dovrebbero essere raccolti in contenitori di vetro scuro.

- utilizzare un contenitore avente una dimensione paragonabile al volume del campione richiesto;
- scegliere un contenitore dotato di chiusura ermetica. Sigilli anti-manomissione devono essere utilizzati quando si eseguono campionamenti per controlli legali/normativi.

Se sono consigliati conservanti e/o contenitori specifici, i laboratori di analisi dovrebbero essere invitati a fornire contenitori conformi alle caratteristiche della procedura analitica da utilizzare.

15.1.1.2 Tipo di contenitore

Quando si scelgono e si preparano i contenitori per i campioni si dovrebbe tenere conto dei punti seguenti:

- assorbimento nelle pareti del contenitore;
- contaminazione del contenitore prima del campionamento dovuta a pulizia inappropriata;
- contaminazione del campione da parte del materiale del contenitore;

- reazione tra i componenti del campione e del contenitore;
- resistenza a temperatura estreme;
- resistenza alla rottura;
- tenuta all'acqua e al gas;
- facilità di riapertura;
- dimensioni, forma e volume;
- disponibilità;
- costo.

15.1.1.3 Forma e dimensione del contenitore

Il laboratorio di analisi dovrebbe essere consultato in relazione al tipo e alle dimensioni dei contenitori per campioni. Le dimensioni del campione sono una funzione della massa necessaria per completare la serie di analisi e di qualsiasi ulteriore necessità di stoccaggio per attività analitiche da eseguirsi in data successiva. Il responsabile di progetto dovrebbe, quindi, scegliere tipo e dimensione del contenitore e definire questi aspetti nell'ambito del piano di campionamento. Pertanto, si dovrà:

- ottenere istruzioni dal laboratorio di analisi sullo spazio di testa appropriato da lasciare libero sopra il campione;
- scegliere forma e dimensione del contenitore in modo tale che il volume dello spazio di testa non impedisca modificazioni di forma. I contenitori rigidi a collo largo sono utili per facilitare la manipolazione dei campioni;
- riempire completamente il contenitore oppure lasciare uno spazio libero di testa appropriato al materiale campionato e alle determinazioni da effettuare.

NOTA Occorre lasciare un certo volume di spazio di testa sopra i campioni che sono biologicamente reattivi o che possono generare gas o cambiare di volume in modo significativo a seguito di cambiamenti di temperatura relativamente contenuti. Lo spazio libero dovrebbe essere ridotto al minimo, per impedire significative reazioni di ossidazione e/o carbonatazione, sia nella parte superiore del contenitore sia, per i materiali granulari, tra le particelle solide. Se come metodo di conservazione si utilizza il congelamento, occorre predisporre ulteriore spazio all'interno del contenitore per consentire l'espansione. L'uso del vetro non è consigliabile quando si congelano soluzioni acquose.

15.1.1.4 Preparazione dei contenitori

Solitamente, le istruzioni sui protocolli di pulizia appropriati sono disponibili presso il laboratorio stesso di analisi.

NOTA La scelta del metodo di pulizia dipende dai componenti da analizzare. I contenitori possono essere puliti con miscele di acidi seguiti da risciacquo con acqua deionizzata. I campioni che devono essere analizzati per i composti organici possono essere conservati in contenitori risciacquati con solvente e asciugati in forni di calcinazione. Le procedure di pulizia possono differire a seconda del tipo di rifiuti da conservare e dai composti da analizzare. Si dovrebbe consultare il laboratorio di analisi, o altri esperti, per stabilire la procedura più adeguata per ciascun caso. In generale, è sconsigliato il riutilizzo dei contenitori per campioni.

IL PROSPETTO 15.A (diventa 25) descrive nel dettaglio i tipi di contenitore, le condizioni di conservazione e quelle di stoccaggio per i differenti tipi di parametro associati ad una particolare analisi o determinazione.

[Aggiungere anche il Prospetto 15.A e 15.B della norma vecchia? NO solo le tabelle alla fine del capitolo](#)

15.1.2 Imballaggio per tipi specifici di rifiuto

Usando le linee guida fornite nel prospetto informativo **25** scegliere un contenitore compatibile con le caratteristiche del campione e le determinazioni analitiche da effettuare. Per rifiuti specifici seguire le precauzioni di seguito riportate, facendo comunque sempre riferimento alle citate linee guida di cui al prospetto informativo **25**.

15.1.2.1 Rifiuti pericolosi

Esperti dovrebbero essere consultati prima della manipolazione di rifiuti pericolosi; inoltre, occorrerà seguire scrupolosamente tutte le normative relative a salute e sicurezza.

15.1.2.2 Rifiuti liquidi e solidi resi mobili dal calore

Quando si procede all'imballaggio dopo il pre-riscaldamento, collocare il campione nel contenitore e lasciarlo raffreddare prima di sigillare il contenitore stesso.

15.1.2.3 Liquidi viscosi

Collocare in contenitori sigillabili a collo largo i campioni con punto di fusione che rientrano nella gamma di temperature ambiente previste

15.1.2.4 Sostanze pastose

Collocare i campioni con punto di fusione rientrante negli intervalli di temperature ambiente previste in contenitori sigillabili a collo largo

15.1.2.5 Rifiuti solidi

Collocare rifiuti solidi a grana fine contenenti composti organici volatili in bottiglie di vetro e sigillare con tappo di PTFE. Per particelle di grandi dimensioni che non possono essere conservate in contenitori di vetro:

- a) collocare il campione in qualsiasi contenitore (con potenziale perdita di volatili) e analizzarlo il prima possibile, oppure;
- b) prelevare una piccola porzione del campione e collocarla nel contenitore di vetro (con il rischio che il campione analizzato non sia completamente rappresentativo del materiale campionato).

I materiali solidi, senza una fase liquida o componenti volatili possono essere collocati in contenitori di plastica.

NOTA I sacchetti di plastica dovrebbero essere abbastanza spessi da impedire al materiale di strapparli o penetrare la plastica e dovrebbero essere sigillati in modo che nessuna quota di campione possa fuoriuscire. Per ulteriore sicurezza è prassi comune collocare il sacchetto contenente il campione in un secondo sacchetto di plastica.

Collocare in fusti di plastica o metallo i materiali granulari grossolani, o molto grossolani, per i quali occorra determinare i composti organici,. Collocare in fusti di plastica i campioni per i quali debba

essere determinato il contenuto di metalli o la lisciviabilità.

Collocare i campioni con punto di fusione compreso nell'intervallo di temperature ambiente prevedibili in contenitori sigillabili a collo largo.

15.1.3 Etichettatura

Associare un codice chiaramente leggibile, unico e non ambiguo a ciascun contenitore per campioni:

- a) scrivendolo direttamente sul contenitore usando un marcatore permanente, oppure;
- b) scrivendolo su un'etichetta adesiva da applicare al contenitore del campione.

Applicare l'etichetta al corpo principale del contenitore. Se si affiggono etichette al coperchio, alla sommità o al tappo del contenitore, applicare identica etichetta al corpo del contenitore.

Scegliere un'etichetta di qualità tale che le consenta di rimanere fermamente affissa al contenitore del campione per periodi di qualsiasi durata e in qualsiasi condizione prevalente. Se esiste la possibilità che l'etichetta si stacchi, per esempio come risultato di condensazione provocata da raffreddamento, collocare il contenitore in un sacchetto di plastica e sigillarlo.

Marcare sull'etichetta tutte le informazioni necessarie per l'identificazione non equivoca del campione(v.13.3).

NOTA 1 Si dovrebbe usare inchiostro indelebile e le indicazioni delle etichette devono essere concise e semplici per evitare errori durante la trascrizione.

NOTA 2 Se possibile, l'uso di etichette prestampate ed etichette con codici a barre è vantaggioso.

I campioni di laboratorio di cui è prevista la spedizione o il trasporto da parte di terzi ed i campioni di laboratorio riservati dovrebbero essere sigillati in modo da proteggerne l'integrità. La chiusura ermetica dei campioni può essere necessaria quando si prelevano campioni per potenziali controlli fiscali. A tutte le eventuali terze parti deve essere notificata la presenza di sostanze pericolose.

15.2. *Conservazione*

15.2.1 Generalità

Idealmente, i campioni dovrebbero essere analizzati immediatamente dopo la loro raccolta. Tuttavia, questo è solo raramente possibile per cui si rende necessario adottare tecniche di conservazione sia in campo sia durante il trasporto al laboratorio. I componenti da determinare e la lunghezza del periodo intercorrente tra la raccolta ed l'analisi influenzano la scelta del metodo di conservazione. Il metodo di conservazione scelto è spesso il metodo utilizzato per tutto il periodo precedente l'analisi, anche quando si esegue un pre-trattamento del campione precedente alle analisi di laboratorio. Un cambiamento del metodo di conservazione all'arrivo al laboratorio spesso dà luogo a un re-imballaggio del campione, che può danneggiare il campione stesso modificandone le caratteristiche da analizzare.

Il metodo di conservazione è correlato alla stabilità dei campioni. I metodi di conservazione sono classificati in base alle seguenti categorie generali:

- materiali stabili;
- materiali non stabili ma che possono essere stabilizzati applicando un metodo di conservazione;
- materiali non stabili che non possono essere stabilizzati facilmente.

Per i composti/matrici non stabili, è importante ridurre al minimo possibili perdite o modificazioni (chimiche o biologiche) dei composti. Le modificazioni possono essere il risultato di vari fattori ambientali, fra cui:

- attività microbiologica nel campione stesso;
- ossidazione di composti da parte dell'ossigeno atmosferico;
- perdita di composti volatili disciolti causata da variazioni di pressione e/o temperatura durante il campionamento;
- reazioni fotochimiche;
- modificazioni della natura chimica di certe sostanze causate da variazioni di temperatura, pressione e perdita della fase vapore;
- modifica di pH, conducibilità, solubilità e biossido di carbonio dovuto ad assorbimento della CO₂ dall'aria;
- reazione con biossido di carbonio o acqua;
- assorbimento irreversibile sulla superficie dei contenitori di metalli in soluzione o in stato colloidale e di certi composti organici.

La scelta del metodo di conservazione dipende dalla sostanza da conservare e dalle proprietà del materiale e/o dalle concentrazioni del costituente da determinare.

Il tempo intercorrente tra il campionamento e le analisi è particolarmente importante per i campioni nei quali è probabile che si verifichi una degradazione biologica o nei quali si devono determinare componenti organici volatili e (semi-) volatili. Per questi tipi di campioni, forti ritardi tra il campionamento e le analisi possono dare luogo a perdite significative di composti biodegradabili, volatili e (semi-) volatili che, conseguentemente, inficiano la rappresentatività del campione. È consigliabile che il tempo intercorrente tra il campionamento e l'analisi sia ridotto al minimo, comunque non ecceda i 7 giorni.

Metodi comuni di conservazione comprendono:

- stoccaggio a tenuta d'aria;
- stoccaggio al buio;
- stoccaggio refrigerato ($< 4 \pm 2$ °C) (ma può dare luogo a precipitazioni);
- in atmosfera azotata;
- congelamento (può modificare le proprietà per segregazione);
- essiccamento (può modificare le proprietà per perdita di volatili);
- conservazione chimica.

Questi metodi sono ulteriormente discussi al punto 15.2.3.

15.2.2 Istruzioni generali per la conservazione

Ci si dovrebbe rivolgere al laboratorio di analisi, o ad altri esperti, per ottenere consigli sul metodo di

conservazione più adatto per i parametri identificati.

È prassi comune provvedere a:

- evitare con il/i metodo/i di conservazione l'introduzione di contaminazioni non accettabili;
- incorporare il/i metodo/i di conservazione selezionato/i nel piano di campionamento;
- predisporre l'analisi dei campioni entro un periodo di tempo concordato con il laboratorio di analisi e specificare questo aspetto nel piano di campionamento.

Esempi delle misure minime di conservazione sono elencati nel prospetto informativo 15.B (diventa 26).

NOTA Si possono applicare misure ulteriori (per esempio stoccaggio per l'analisi di composti inorganici non volatili in ambiente freddo).

15.2.3 Conservazione di tipi specifici di campioni

Oltre alle misure indicate nel prospetto informativo 26, adottare quelle riportate nel seguito per tipi specifici di campioni.

15.2.3.1 Liquidi mobili

Conservare i liquidi mobili refrigerati e al buio alla temperatura di 4 ± 2 °C.

15.2.3.2 Liquidi e solidi resi mobili dal calore

Conservare i liquidi e i solidi resi mobili dal calore refrigerati e al buio alla temperatura di 4 ± 2 °C.

15.2.3.3 Liquidi viscosi

Conservare i liquidi viscosi refrigerati e al buio alla temperatura di 4 ± 2 °C.

15.2.3.4 Fanghi

E' possibile conservare i fanghi refrigerati e al buio alla temperatura di 4 ± 2 °C, ma non è possibile dare indicazioni generali in quanto un metodo di conservazione usato per un gruppo di parametri può interferire con l'analisi di altri gruppi di parametri. Per superare tale problema può essere consigliabile derivare più sub-campioni dallo stesso campione, ciascuno da sottoporre al metodo di conservazione adatto al tipo di analisi da effettuare.

Se si è riscontrata una considerevole attività batterica prima del campionamento (per esempio, nei fanghi degli impianti di trattamento delle acque), la degradazione biologica può avvenire a distanza di giorni dal campionamento stesso. In questi casi le analisi dovrebbero essere eseguite non appena possibile dopo il campionamento o i campioni devono essere essiccati immediatamente dopo il campionamento.

Nel caso di determinazioni relative a parametri fisici, è necessario assicurare l'integrità della struttura fisica del campione che non deve essere modificata dal metodo di conservazione (come ad es. avviene per le tecniche termiche) e dal trasporto e stoccaggio.

Inoltre, per ulteriori precauzioni da adottarsi per fanghi e sedimenti fare riferimento alla norma **prEN** ISO 5667-15 "Guidance on the preservation and handling of sludge and sediment samples".

15.2.3.5 Rifiuti pastosi

Conservare i rifiuti pastosi refrigerati e al buio alla temperatura di 4 ± 2 °C.

Se lo stoccaggio del campione dura più di sette giorni deve essere previsto l'essiccamento del campione.

NOTA L'essiccamento è consigliabile soltanto per certi tipi di paste. Per esempio, l'essiccamento non è appropriato se il materiale è una pasta con un costituente/solvente organico. L'essiccamento è appropriato se il materiale ha un elevato contenuto di acqua e l'analisi non richiede il mantenimento delle proprietà fisiche.

15.2.3.6 Solidi

Conservare i campioni solidi refrigerati e al buio alla temperatura di 4 ± 2 °C.

Se si sospetta che l'attività batterica possa cambiare la concentrazione di alcuni dei parametri di interesse, deve essere considerato l'essiccamento del campione.

NOTA 1 L'essiccamento è appropriato se il materiale ha un elevato contenuto di acqua e l'analisi non richiede il mantenimento delle proprietà fisiche dei rifiuti. Non è appropriato se è necessaria la quantificazione di parametri volatili o semi-volatili. Per dettagli aggiuntivi sull'idoneità dell'essiccamento fare riferimento al prospetto informativo **15 A**.

NOTA 2 La conservazione con aggiunta di acido, eseguita sui campioni acquosi per prevenire la precipitazione dei metalli, non è adatta per rifiuti solidi in quanto può dare luogo a modificazioni di struttura.

NOTA 3 Questo metodo di conservazione può indurre la segregazione dell'acqua dei rifiuti solidi.

15.2.4 Metodi di conservazione

15.2.4.1 A tenuta d'aria

Quando occorre la conservazione a tenuta d'aria, i materiali liquidi, pastosi e a grana fine devono essere conservati in bottiglie di vetro con tappo di PTFE.

NOTA 1 La plastica non è considerata a tenuta d'aria.

NOTA 2 La giacitura a tenuta d'aria previene la volatilizzazione dei componenti e riduce la degradazione biologica. Tuttavia, per i materiali granulari il volume dell'aria all'interno del campione è sempre abbondante, indipendentemente dal riempimento del contenitore del campione. La conservazione a tenuta d'aria di questi tipi di campione, quindi, non costituisce mai una garanzia della costanza delle caratteristiche del campione durante il periodo di conservazione stesso.

NOTA 3 In alcuni casi, lavaggio con gas inerti (per es. azoto) può essere usato per limitare lo sviluppo di reazioni chimiche (ossidazione, carbonatazione). Il lavaggio con gas inerti può dare luogo a perdite di composti volatili/semi-volatili: si deve, pertanto, consultare il laboratorio di analisi riguardo la necessità ed i potenziali effetti dannosi sul

campione di tali procedure.

15.2.4.2 Al buio

La conservazione al buio si ottiene usando contenitori dei campioni di colore scuro, oppure conservando i contenitori in un luogo scuro. Per esempio, un refrigeratore portatile con pacchi di refrigerazione può fornire un ambiente scuro e fresco. È prassi comune conservare tutti i campioni al buio.

15.2.4.3 Refrigerata

Quando occorre la refrigerazione, usare un refrigeratore portatile o un veicolo con cella refrigerante. È prassi comune refrigerare tutti i campioni a una temperatura di 4 ± 2 °C e ridurre al minimo il tempo intercorrente tra il campionamento e la refrigerazione, in modo che non sia superiore alle 12 ore.

NOTA 1 La refrigerazione a 4 ± 2 °C rallenta in modo sufficiente l'attività biologica tale da consentire il mantenimento dell'integrità del campione per almeno 24 ore.

NOTA 2 Per campioni liquidi, la refrigerazione può dare luogo a modificazioni fisiche (cristallizzazione, precipitazione, segregazione) generalmente irreversibili quando sono riportati a temperatura ambiente. Questa procedura può dare luogo a problemi nel caso siano richiesti sottocampionamenti.

15.2.4.4 In atmosfera azotata

Se si deve mantenere il carattere riducente del campione, l'esposizione all'ossigeno dopo il campionamento deve essere limitata. È prassi comune lavare in campo sia il contenitore del campione sia il campione stesso con azoto (la qualità tecnica del gas è accettabile). L'imballaggio a tenuta d'aria è quindi sufficiente per la conservazione a breve termine.

Quando il lavaggio con azoto in campo non è possibile, è prassi comune che l'intervallo di tempo intercorrente tra campionamento e lavaggio con azoto all'arrivo in laboratorio sia ridotto al minimo e comunque non sia maggiore di 24 ore.

Collocare il campione in un contenitore a tenuta di gas.

NOTA 1 Sono contenitori adatti quelli che agevolano il lavaggio, per esempio, i contenitori dotati di connettori per l'ingresso/uscita del gas.

- far passare l'azoto attraverso il contenitore, applicando un volume di almeno 10 volte quello del contenitore;
- lavare ancora il campione dopo un intervallo di 24 ore (per rimuovere l'ossigeno ancora diffuso dal campione).

NOTA 2 La conservazione a lungo termine usando azoto è possibile solo nei contenitori con chiusura ermetica a tenuta di gas, quali contenitori di vetro saldato. Altri contenitori, in particolare quelli in plastica, hanno una tenuta di gas insufficiente ed espongono all'ossigeno il campione conservato.

Il lavaggio con gas inerte può dare luogo a perdite di composti volatili/semi-volatili.

15.2.4.5 Congelamento

Usare azoto liquido per l'immediato congelamento dei campioni.

NOTA Questo metodo di conservazione è difficile da eseguire in-campo:

- per il congelamento in-situ, sigillare i campioni in sacchetti di plastica e conservare nel ghiaccio, oppure imballare in refrigeratori portatili con pacchi refrigeranti immediatamente dopo il campionamento;
- è prassi comune assicurarsi che tutti i campioni siano trasferiti quanto prima in un congelatore al ritorno dalle attività di campo.

15.2.4.6 Chimica

La conservazione chimica è adatta solo in un numero limitato di situazioni. Si dovrebbe consultare il laboratorio di analisi o altri esperti per ottenere indicazioni sul tipo di metodo di conservazione richiesti per i parametri identificati. Per i campioni di liquido è ora prassi comune dei laboratori fornire contenitori dotati dell'agente chimico conservante più appropriato.

NOTA 1 Nessun metodo individuale di conservazione chimica è compatibile con la gamma di parametri che può essere richiesta da un singolo campione. Per una simile gamma di parametri può essere necessario raccogliere un numero di sottocampioni, ciascuno conservato usando un metodo differente.

NOTA 2 Si dovrebbe prestare attenzione a evitare reazioni non quantificabili che possono verificarsi tra il campione e gli additivi durante la preparazione del campione (per esempio essiccamento o macinazione). È comune ottenere queste informazioni dal laboratorio di analisi.

NOTA 3 Quando sono richiesti campioni per la determinazione dei livelli estraibili (per esempio per prove di lisciviazione), l'aggiunta di agenti chimici stabilizzanti può influenzare la lisciviabilità di altri componenti e, se non è scelta appropriatamente, può rendere difficoltosa la quantificazione delle reali concentrazioni di quei parametri all'interno dei rifiuti.

NOTA 4 È molto difficile tenere un solvente di qualità analitica esente da qualsiasi contaminazione. Pertanto è necessario limitare l'uso in campo di solventi per la conservazione dei campioni.

15.2.4.7 Essiccamento

Idealmente, i campioni che richiedono determinazioni della attività biologica dovrebbero essere analizzati quanto prima dopo la raccolta per ridurre al minimo le possibilità di eventuali modificazioni. Tuttavia, se questo non è possibile ed è necessario preservare l'attività biologica del campione oppure si sospetta che l'attività batterica possa modificare la concentrazione di alcuni dei parametri di interesse, si dovrebbe considerare l'essiccamento del campione. L'essiccamento non dovrebbe essere eseguito a temperatura superiore ai 30 °C in modo da ridurre al minimo possibili perdite di componenti volatili. Se si procede all'essiccamento, si dovrebbe calcolare il contenuto di materia essiccata valutando la perdita di umidità mediante pesatura del campione prima e dopo l'essiccamento.

NOTA L'essiccamento è appropriato se il materiale ha un elevato contenuto di acqua e l'analisi non richiede il mantenimento delle proprietà fisiche dei rifiuti. Non è appropriato se i parametri volatili o semi-volatili richiedono la quantificazione. Per informazioni addizionali sull'idoneità dell'essiccamento fare riferimento al prospetto 15A. Si dovrebbe consultare il laboratorio di analisi o altri esperti per ottenere le necessarie indicazioni sul potenziale effetto dell'essiccamento sui composti di interesse. Si possono utilizzare temperature di essiccamento maggiori di 30 °C, se si può assicurare ogni eventuale effetto negativo sui componenti potenziali e se la temperatura non influenza la matrice e le caratteristiche da determinare (quali la lisciviabilità).

15.3. Trasporto e consegna

I campioni devono essere accompagnati da un modulo di catena di custodia (v. 13.4).

Il modulo di catena di custodia deve essere verificato e firmato per ciascun trasferimento dei campioni.

L'imballaggio deve soddisfare i requisiti delle autorità o di altra/e organizzazione/i che si occupano del trasporto del campione (vedere il punto 15.1.2).

La/e procedura/e di stoccaggio, conservazione e trasporto, nonché la relativa necessaria attrezzatura, dovrebbero essere specificate dal responsabile del progetto nel piano di campionamento (vedere la EN 14899) prima di iniziare il campionamento stesso.

Quando l'integrità del campione è importante, agitazione e vibrazioni durante il trasporto vanno ridotti al minimo possibile.

In ogni caso, tutte le informazioni relative alla manipolazione e conservazione del campione devono essere riportate nel rapporto di campionamento.

Infine, per ulteriori informazioni da adottarsi nel trasporto e consegna di fanghi e sedimenti fare riferimento alla norma **(UNI) EN ISO 5667-15** "Water quality - Sampling - Part 15: Guidance on preservation and handling of sludge and sediment samples"

prospetto 15.A – Contenitori per campioni, condizioni di conservazione e stoccaggio per differenti parametri misurati nei sedimenti, nei fanghi e nei liquidi.

Tabella Prospetto 25

Analisi o prova	Contenitore	Conservazione	Condizioni di stoccaggio	Durata massima dello stoccaggio
Acidità	Polietilene/ vetro	Refrigerazione	(da 2 a 5°C al buio e a tenuta d'aria)	14 giorni
Alcalinità	Polietilene/ vetro	Refrigerazione	(da 2 a 5°C al buio e a tenuta d'aria)	14 giorni
pH	Dispositivo di Campionamento	Umidità Indisturbato	Determinato sul campo	Nessuna
pH (con correzione della temperatura)	Polietilene/ vetro	Refrigerazione	(da 2 a 5 °C al buio e a tenuta d'aria)	24 h
Conducibilità	Polietilene/ vetro	Refrigerazione	(da 2 a 5 °C al buio e a tenuta d'aria)	24 h
Residuo secco	Vetro	Refrigerazione	(da 2 a 5 °C al buio e a tenuta d'aria)	1 mese
Anioni	Polietilene/	Refrigerazione	(da 2 a 5 °C	28 giorni

(per esempio solfato)	vetro		al buio e a tenuta d'aria	
Nitrato	Polietilene/ vetro	Refrigerazione	(da 2 a 5 °C al buio e a tenuta d'aria	2 giorni
Nitrito	Polietilene/ vetro	Refrigerazione	(da 2 a 5 °C al buio e a tenuta d'aria	Quanto più breve possibile
Solfuro	Polietilene/ vetro	Refrigerazione	(da 2 a 5 °C al buio e a tenuta d'aria	24h
Solfuro	Polietilene/ vetro	5 ml di zinco acetato al 10%	(da 2 a 5 °C al buio e a tenuta d'aria	7 giorni
Fosforo	Vetro	Refrigerazione	(da 2 a 5 °C al buio e a tenuta d'aria	1 mese
Ortofosfato	Vetro	Refrigerazione	(da 2 a 5 °C al buio e a tenuta d'aria	2 giorni
Cianuri	Polietilene/	Congelamento	<-20 °C al buio e a tenuta d'aria	1 mese
Metalli (tranne Hg)	Polietilene/ vetro	Refrigerazione	2-5 °C al buio e a tenuta d'aria	8 giorni

Analisi o prova	Contenitore	Conservazione	Condizioni di stoccaggio	Durata della giacitura
Metalli (tranne Hg)		Congelamento	<-20 °C al buio e a tenuta d'aria	6 mesi
		Essiccamento (30°C)	A temperatura ambiente al buio e a tenuta d'aria	6 mesi
Cromo (VI)	Polietilene/ vetro	Refrigerazione	(da 2 a 5 °C al buio e a tenuta d'aria	2 giorni
Mercurio	Vetro/PTFE	Refrigerazione	(da 2 a 5 °C al buio e a tenuta d'aria	8 giorni
		Congelamento	<-20 °C al buio e a tenuta d'aria	1 mese
Analisi granulometrica	Polietilene/ vetro/metallo	Refrigerazione	(da 2 a 5) °C al buio e a	

			tenuta d'aria	
TOC	Vetro con tappo con battenti in PTFE	Refrigerazione	(da 2 a 5) °C al buio e a tenuta d'aria <-20 °C al buio	1 mese
		Congelamento	e a tenuta d'aria	6 mesi
Composti organici semi e non volatili	Vetro con tappo con battenti di PTFE	Refrigerazione	(da 2 a 5) °C al buio e a tenuta d'aria	1 mese
		Congelamento	<-20 °C al buio e a tenuta d'aria	6 mesi
PCB, PAH, pesticidi, idrocarburi a elevato peso molecolare	Vetro con tappo rivestito di alluminio	Refrigerazione	(da 2 a 5 °C al buio e a tenuta d'aria	1 mese
		Congelamento essiccazione con Sodio solfato	<-20 °C al buio e a tenuta d'aria	6 mesi
Olio minerale	Vetro con tappo con battenti di PTFE	Refrigerazione	(da 2 a 5) °C al buio e a tenuta d'aria	1 mese
Composti organici volatili come ricevuti	Anelli di vetro/metallo con tappo con battenti di PTFE	Refrigerazione/aggiunta di metanolo	(da 2 a 5 °C al buio e a tenuta d'aria	Quanto più breve possibile

Analisi o prova	Contenitore	Conservazione	Condizioni di stoccaggio	Durata dello stoccaggio	Norma internazionale
		Congelamento	<-20 °C al buio e a tenuta d'aria	1 mese	
Prove ecotossicologiche	Polietilene/vetro	Refrigerazione	(da 2 a 5) °C al buio e a tenuta d'aria	2 mesi	EN 14735
Esame batteriologico	Vetro sterile	Refrigerazione	(da 2 a 5) °C al buio e a tenuta d'aria	6 h	
Attività microbica	Vetro sterile	Nessuna	Nessuna	Nessuna	

Esame ecologico	Polietilene/ vetro	70% (v/v) etanolo 4% (v/v) formaldeide	(da 2 a 5) °C al buio e a tenuta d'aria	1 anno 1 anno	ISO 5667-3
-----------------	-----------------------	--	---	------------------	------------

PROSPETTO 26 - Esempio di misure di conservazione minime per differenti tipi di componenti

Componenti volatili	Componenti semi-volatili	Componenti inorganici non- volatili	Riduzione o rifiuti rapidamente ossidati
+ ^e	+	-	+
+	+	-	-
+	+	-	+
-	-	-	+
-	-	-	-
-	-	+ ^d	-
+ ^f	+ ^f	-	-
< 7	7	7 ^b	< 7 ^c

a Se immagazzinato con il metodo di conservazione appropriato b Nessun periodo massimo se essiccato prima della giacitura c La durata effettiva del periodo massimo di giacitura dipende dalla tenuta d'aria del contenitore del campione, ma la durata massima è di 7 giorni d Necessario soltanto per la giacitura prolungata (>> 7 giorni) e Lasciare una quantità appropriata di spazio di testa f Aggiungendo il corretto solvente di qualità analitica

16. PREPARAZIONE DEL CAMPIONE PER LA DETERMINAZIONE DI PARAMETRI CHIMICO-FISICI

16.1 Generalità

La preparazione di campioni di analisi partendo dal campione di laboratorio o dal campione primario, comprende operazioni generalmente diverse in funzione dello stato fisico del rifiuto. Nel caso di rifiuti solidi queste sono a volte precedute dall'essiccamento del campione.

In particolare, le più comuni operazioni sono:

- a) riduzione granulometrica (applicata quasi esclusivamente ai rifiuti solidi);
- b) miscelazione ed omogeneizzazione;
- c) riduzione dimensionale.

Come regola generale la riduzione di granulometria deve sempre precedere la riduzione dimensionale e la ripartizione.

I rifiuti possono presentarsi in diversi stati fisici, i più comuni dei quali sono:

- liquido monofasico;
- liquido polifasico;
- liquido in presenza di solidi;
- pastoso;
- solido.

La fase di preparazione della porzione da sottoporre ad analisi a partire dal campione di laboratorio viene descritta dalla norma UNI EN 15002:2006.

Tale norma può essere di supporto per la preparazione del campione di laboratorio in funzione degli obiettivi del piano di campionamento redatto secondo la UNI-EN 14899:2006.

16.1.1 Campioni liquidi

La riduzione dimensionale di campioni liquidi non presenta particolari problemi in quanto si può ragionevolmente presumere che un liquido monofasico sia omogeneo per tutte le sostanze in esso disciolte, indipendentemente dal volume del campione di analisi. Solitamente è necessaria la sola agitazione del campione prima del prelievo.

Se si ha a che fare con un liquido polifasico non omogeneizzabile per agitazione, occorre procedere alla separazione fisica delle singole fasi e registrarne il peso relativo rispetto al campione di laboratorio tal quale.

Le determinazioni analitiche saranno quindi effettuate su ognuna delle fasi separate (dalle quali è possibile effettuare prelievi dopo sola agitazione). I risultati analitici, in dipendenza delle richieste del cliente o dello scopo della caratterizzazione, potranno essere riferiti alle singole fasi (di ognuna delle quali deve essere specificata la percentuale in peso relativa nel campione di laboratorio), o al campione originale, ricostruendo matematicamente il risultato.

Nel caso di campioni liquidi contenenti una fase solida, si deve preventivamente separarla per filtrazione o centrifugazione e quindi procedere separatamente alla caratterizzazione analitica del liquido (che può essere monofasico o polifasico) e del solido. Anche in questo caso, i risultati possono essere riferiti alle singole fasi separate o al campione originale.

Prospetto 27 Liquidi monofasici

	Idonea	Non idonea	Strumenti impiegati
Omogenizzazione manuale	Per campioni omogenei e privi di particelle sospese	Per liquidi polifasici e/o emulsioni o sospensioni compresi i fanghi	Agitare con agitatore idoneo o agitare la bottiglia chiusa
Omogenizzazione meccanica	<ul style="list-style-type: none"> • Per campioni omogenei anche le sospensioni che non decantano nell'arco di diversi minuti • per campioni che contengono uno o più strati che tendono a separarsi lentamente 	<ul style="list-style-type: none"> • Per campioni contenenti particelle che decantano velocemente • per campioni che contengono più strati che si separano velocemente 	<p>Esistono diverse tipologie di agitatore in funzione della tipologia di liquido.</p> <p>Il sottocampione va raccolto velocemente per evitare la formazione delle fasi</p>

Liquidi polifasici

Nel caso di campioni polifasici, a seconda dell'analisi di interesse è possibile applicare diverse tecniche di separazione delle fasi in modo da ottenere due sub-campioni distinti che possono essere analizzati separatamente. In taluni casi la separazione delle fasi risulta essere necessaria (presenza di ciotoli, pietre, ecc.). Il report finale deve contenere le indicazioni circa la metodologia di separazione impiegata ed i pesi dei singoli sub-campioni ottenuti.

Le tabelle seguenti esemplificano i casi più frequenti e le metodologie proposte.

Prospetto 28 Separazione solido-liquido

Metodologia	idonea	Non idonea	strumenti
Decantazione	Per tutti i campioni compresi	<p>Per campioni nei quali il tempo di decantazione è troppo lungo.</p> <p>Per campioni nei quali risulta fondamentale il recupero della maggior parte della frazione liquida, per campioni nei quali risulta fondamentale il recupero della frazione solida secca.</p> <p>Per campioni nei quali può esserci una alterazione chimica o biologica durante la decantazione</p>	Contenitori (bottiglie) da riporre in ripiani

Filtrazione	Quando non sono applicabili altre tecniche Quando la separazione deve avvenire in tempi ridotti od in modo quantitativo. Quando prescritto dalle metodiche (es. DOC, AOX)	Quando le proprietà del campione impediscono una corretta separazione o quando si possono alterare le caratteristiche di interesse (assorbimento da parte del filtro dell'analita)	Esistono diverse tipologie di filtrazione (sottovuoto, in pressione..) e con diverse tipologie di filtro (carta, fibra...) e diversi gradi di porosità. Informazioni sulla tecnica più appropriata saranno indicate nella metodologia d'analisi.
Centrifugazione	Quando le altre tecniche si dimostrano inefficaci o applicabili in tempi non ragionevoli	Quando gli analiti di interesse sono dei composti volatili	Applicare la centrifugazione andando ad aumentare il tempo o il numero di rpm quando il primo tentativo si dimostra inefficace. Nel caso di analiti volatili si può operare in condizioni di temperatura controllata.

Prospetto 29 Separazione liquido-liquido

Metodologia	idonea	Non idonea	strumenti
Imbutto separatore	In tutti i casi nei quali la separazione delle fasi avviene in tempi ridotti e senza perdite di analiti di interesse	Quando ci sono perdite per fenomeni tipo adsorbimento o la separazione delle fasi avviene in tempi lunghi	Imbutto separatore
Centrifugazione	In tutti i casi in cui altri metodi non sono applicabili	Quando le proprietà dei liquidi non permettono l'uso della centrifuga. Quando si hanno elevate perdite di composti volatili.	Centrifuga

16.1.2 Rifiuti pastosi

Se possibile, compatibilmente con le determinazioni analitiche da effettuare, i rifiuti pastosi devono essere essiccati fino all'ottenimento di un materiale solido liberamente fluente (non coesivo) e quindi trattati come campioni solidi.

Se questa operazione non risulta possibile e se il rifiuto pastoso è costituito da particelle solide molto fini omogeneamente disperse lo si può trattare come un liquido, curando in modo particolare la fase di

omogeneizzazione per agitazione prima del prelievo dei campioni di analisi destinati alle determinazioni analitiche (il campione richiederà un trattamento di digestione per solubilizzarlo prima delle analisi).

In generale ai campioni pastosi è possibile applicare alcune tecniche di miscelazione e riduzione dimensionale per rifiuti solidi (divisione in aliquote, miscelazione e ripartizione a striscia, miscelazione meccanica tramite betoniera o altro miscelatore meccanico e, a volte, la ripartizione mediante pala), eventualmente contenendo il campione (se non si autosostiene) in recipienti adatti.

In generale la riduzione granulometrica risulta problematica per rifiuti pastosi: risultano applicabili solo poche tecniche manuali (per esempio mortaio).

16.1.3 Rifiuti solidi

Le metodologie di riduzione granulometrica di miscelazione e di riduzione dimensionale riportate nel presente punto, sono applicabili di regola ai soli rifiuti solidi non coesivi. Le metodologie riportate, tuttavia, sono derivate da quelle applicate ai cosiddetti "bulk materials" (relativamente a quelli solidi), vale a dire materiali non discreti nei quali le singole fasi non risultano facilmente distinguibili.

In presenza di materiali solidi che presentano elevata disomogeneità o nei quali le singole fasi sono chiaramente distinguibili (per esempio diverso colore, densità, granulometria), si deve procedere ad una loro preliminare separazione attraverso una analisi merceologica preliminare e ad un loro trattamento e caratterizzazione separati, così come descritto per i liquidi polifasici.

Uno schema generale di procedura di preparazione del campione (applicabile a rifiuti solidi), è fornito nella figura 23a e 23b.

figura 20a diventa 23a Schema di procedura di preparazione del campione da rifiuti solidi (da campione grezzo)

inserire

figura 20b diventa 23b Schema di procedura di preparazione del campione da rifiuti solidi (da incremento o sotto-lotto)

inserire

Prospetto 30 Rifiuti solidi

	Idonea	Non idonea	Strumenti impiegati
Omogenizzazione manuale	Generalmente utilizzabile	Per campioni composti da particelle di diversa densità che tendono a stratificarsi Per campioni composti da particelle le cui dimensioni sono molto piccole	Agitare con strumenti idonei (pestello mortaio, ...). in caso di campioni contenuti composti volatili l'omogeneizzazione manuale deve essere effettuata con attenzione
Omogenizzazione meccanica	Generalmente utilizzabile, specie per campioni di grandi dimensioni per campioni composti da particelle di densità simile	Per campioni che tendono a stratificarsi dopo l'omogeneizzazione. Quando il macchinario impiegato tende a scaldarsi e ciò potrebbe essere fonte di perdite di	Operare in accordo alle prescrizioni dello strumento

composti volatili

16.2 Quantità minima di campione derivante da riduzione dimensionale

La preparazione del campione deve essere condotta in due o più stadi. La massa di campione derivante da ogni operazione di riduzione dimensionale dipende dalla pezzatura del materiale di partenza e deve essere in accordo con la massa minima del campione grezzo determinata come specificato in UNI CEN TR 15310-1(determinazione della massa minima).

16.3 Essiccamento

I campioni destinati a determinazioni analitiche diverse dal contenuto di acqua devono essere essiccati all'aria o in stufa prima di ogni operazione, al fine di minimizzare perdite per adesione alle superfici dei materiali delle apparecchiature utilizzate per la riduzione granulometrica o dimensionale e, nel contempo, ridurre le possibilità di contaminazione per dissoluzione di parti delle apparecchiature stesse.

La scelta del metodo di essiccamento deve tenere in considerazione possibili perdite per volatilizzazione e alterazione del campione per riscaldamento o esposizione alla radiazione luminosa.

L'essiccamento all'aria è condotto, compatibilmente con il materiale da essiccare, a temperatura non maggiore di 40 °C, stendendo il materiale in maniera da formare uno strato di spessore non maggiore di due volte la sua pezzatura e rimescolandolo di tanto in tanto.

Nel caso di essiccamento in stufa non deve essere superata la temperatura di 105 °C.

Prospetto 31 Essiccamento

	Idonea	Non idonea	Strumenti impiegati
Essiccamento a Temperatura ambiente	In tutti i casi in cui l'essiccamento sia ricercato in un tempo appropriato e senza perdite od alterazioni degli analiti.	Quando il tempo di essiccamento è troppo lungo e quando un essiccamento a temperatura più elevata non altera il campione. Quando le reazioni biologiche o chimiche possono alterare il campione. Quando l'aria può essere fonte di alterazione o contaminazione	Disporre il campione in sottili strati assicurandosi si ridurre al minimo la contaminazione da polveri. L'uso di essiccatori può ridurre i tempi, nel caso di piccoli campioni
Forno a 40 °C	Quando non vi sia perdita di composti volatili. Quando il fattore tempo è fondamentale e le proprietà del campione non permettono di essiccare all'aria	Quando l'essiccamento a temperature superiori è possibile senza compromettere il campione.	Disporre il campione in piccoli strati. Eventuali ricambi d'aria possono favorire l'essiccamento ma occorre assicurarsi che non ci siano perdite di analiti o polveri del campione.
Forno a 105 °C	Nel caso in cui non si	Nel caso in cui si	Disporre il campione in

	abbiano perdite di composti volatili	sospetti la volatilizzazione di composti di interesse Nel caso in cui si possano avere fenomeni di autocombustione	piccoli strati. Eventuali ricambi d'aria possono favorire l'essiccamento ma occorre assicurarsi che non ci siano perdite di analiti o polveri del campione.
Essiccamento a freddo	Nel caso in cui non si abbiano perdite di composti volatili	Nel caso in cui ci siano procedure di essiccamento più sicure Quando l'operare sotto vuoto possa provocare la perdita di analiti di interesse	Operare secondo le istruzioni fornite dal produttore dello strumento
Essiccamento chimico		Nel caso in cui ci siano procedure di essiccamento più sicure. Quando l'aggiunta di composti chimici possa provocare la perdita o l'alterazione di analiti di interesse Per campioni ricchi in acqua (ad es. Fanghi)	Procedura applicabile solo a sottocampioni per la determinazione dei composti organici. Aggiungere i sali e mescolare preferibilmente in ambiente refrigerato. Annotare il quantitativo di sali aggiunti e lasciare agire per il tempo indicato dalla procedura di analisi.

16.4 Riduzione granulometrica

Le più comuni apparecchiature utilizzate per questa operazione (vedere figura 24) comprendono:

- frantoi a mascella (jaw crusher);
- frantoi a rulli (roll crusher);
- mulini a piatti (plate mill);
- mulini a martelli (hammer mill);
- mulini ad anelli (ring mill);
- mulini a palle (ball mill).

Le parti delle apparecchiature che vengono in contatto con il materiale da frantumare devono essere costituite da materiale resistente all'abrasione durante il trattamento del campione.

Le ultime tre apparecchiature sono particolarmente indicate per l'operazione finale di macinatura.

L'operazione di riduzione dimensionale di campioni di massa limitata destinati alla determinazione di parametri chimici, può anche essere eseguita utilizzando un mortaio di agata o di porcellana.

Le apparecchiature che frantumano principalmente per impatto (mulino a martelli) o per compressione (frantoi) sono da preferirsi a quelle che lavorano per attrito sotto pressione (mulino a piatti).

I mulini a martelli sono in genere quelli più versatili e più ampiamente utilizzabili; risultano tuttavia sensibili alla presenza di materiali metallici o comunque di durezza notevole, che tendono ad usurarli rapidamente. In alcuni casi (se il campione non presenta proprietà magnetiche) è possibile posizionare un separatore magnetico prima dell'ingresso dell'apparecchiatura al fine di separare i materiali ferrosi.

Ovviamente il campione ridotto dimensionalmente deve poi essere ricostituito, o macinando separatamente i materiali ferrosi, o analizzandoli a parte e combinando matematicamente i risultati.

In presenza di materiali plastici o fibrosi possono essere utilizzati dispositivi particolari che prevedono il congelamento in azoto liquido prima delle operazioni di riduzione granulometrica.

I mulini a martelli (e in genere tutti i polverizzatori ad alta velocità) tendono a produrre polvere che viene trasportata dal vortice d'aria che generano durante il funzionamento. Se non è possibile evitare la formazione di pulviscolo (riducendo la quantità di aria in entrata), questo deve essere recuperato con l'utilizzo di manichette di tela o facendo ricircolare l'aria in uscita nelle bocchette di aspirazione dell'apparecchiatura. La polvere recuperata deve essere riunita al campione finale.

Ogni apparecchiatura accetta materiale con una pezzatura definita, per cui, all'inizio dell'operazione di riduzione granulometrica è a volte necessario spezzare manualmente le parti più voluminose.

Alcune apparecchiature (mulini a martelli ad alta velocità, mulini ad anelli, a pale e a piatti) tendono a scaldarsi durante il funzionamento; in caso di trattamento di materiale termosensibile o contenente composti volatili, è bene ricorrere ad altri tipi di apparecchiature o ridurre al minimo il tempo di permanenza del materiale al loro interno. Ovviamente tali apparecchiature risultano poco adatte per la preparazione di campioni destinati alla determinazione del contenuto di acqua.

Prima di riutilizzare l'apparecchiatura per un nuovo campione occorre permetterne il completo raffreddamento.

figura 21 diventa 24 Apparecchiature per riduzione granulometrica

Prospetto 32 Riduzione granulometrica

	Idonea	Non idonea	Procedura
Schiacciamento, molatura	Quando non possa essere creato un sottocampione a causa delle dimensioni delle particelle. Quando le dimensioni delle particelle sono tali da impedire le operazioni di macinazione	Per materiali pastosi o soffici Qualora la strumentazione possa inquinare il campione	Rompere i pezzi attraverso strumenti idonei (ad es. Martello, pinze, cesoie)
Schiacciamento a freddo	Quando composti moderatamente volatili sono di interesse analitico. Quando la dimensione	Qualora il raffreddamento possa inquinare il campione	Porre il campione in un contenitore in polipropilene. Riempire il Dewar con un contenuto idoneo di

	delle particelle impedisce l'uso delle altre tecniche		Azoto Liquido ed immergete il campione per circa 10 min. Dopo il raffreddamento estraete il campione ed frantumate con appositi strumenti.
Macinazione	Quando viene richiesto un campione con granulometria minore di 1 cm	Quando le particelle sono troppo grossolane. Qualora la strumentazione possa inquinare il campione. Quando il campione abbia una natura che impedisce la macinazione(materiali pastosi, soffici..)	Operare secondo le indicazioni fornite dal produttore del mulino.
Taglio	Quando il campione non può essere trattato in modi alternativi	Quando si possa avere la perdita di composti volatili od inquinamento del campione	Operare secondo le indicazioni fornite dal produttore del mulino.

16.5 Miscelazione ed omogeneizzazione

Prima di procedere alla riduzione dimensionale, derivazione o ripartizione, è necessario miscelare accuratamente il campione. La procedura di miscelazione deve essere scelta sulla base delle caratteristiche fisiche del materiale: si deve infatti tenere presente che non esiste una procedura universalmente applicabile e che alcune procedure di miscelazione (per esempio mediante apparecchi meccanici rotanti, quali betoniere, o conatura) possono a volte portare all'effetto opposto di quello desiderato, favorendo la separazione di materiali di granulometria o di densità maggiori.

Se il campione è destinato alla misura del contenuto di acqua, la miscelazione deve essere effettuata nel minor tempo possibile.

Possono essere utilizzati i seguenti metodi:

a) passare per almeno tre volte il campione in un derivatore manuale (figura 25) o in un ripartitore meccanico (vedere figura 26), ricomponendo ogni volta il campione;

b) miscelazione a striscia (strip mixing, figura 27):

- su un foglio di polietilene preparare, con l'aiuto di una sessola, una striscia di materiale tale che la sua lunghezza sia almeno 10 volte la sua larghezza,
- suddividere la striscia in almeno 20 sezioni trasversali,
- prelevare casualmente ed in successione ognuna delle 20 sezioni trasversali e riposizionarle in modo da ricomporre una nuova striscia di materiale identica alla precedente, nella quale ognuna delle 20 sezioni originali formino 20 strati sovrapposti della nuova striscia,
- ripetere le operazioni precedenti per altre due volte;

c) utilizzo di miscelatori meccanici (figura 28).

figura 22 diventa 25 Derivatore manuale
 figura 23 diventa 26 Derivatore meccanico
 figura 24 diventa 27 Esempio di miscelazione a striscia
 figura 25 diventa 28 Esempio di miscelatore meccanico

16.6 Riduzione dimensionale e ripartizione

La riduzione dimensionale del campione e la sua ripartizione possono essere condotte con una serie di metodi sia manuali che meccanici.

Per la preparazione del campione di analisi destinato alla determinazione del contenuto di acqua (dal campione primario o di laboratorio) sono preferibili i metodi meccanici; sono anche utilizzabili metodi manuali quali la suddivisione in aliquote oppure il ricorso a un derivatore chiuso.

I metodi meccanici permettono la ripartizione del campione in un numero di aliquote generalmente superiore al numero minimo consentito (20).

I più comuni ripartitori meccanici sono (vedere figura 29 e ISO 8213):

- cono rotante (rotating cone);
- ripartitore a rotazione (rotary sample divider);
- tramoggia rotante (rotating chute).

La procedura da adottare è la seguente:

- assicurarsi che l'ampiezza delle parti del ripartitore attraverso le quali fluisce il materiale sia almeno 3 volte la sua pezzatura;
- assicurarsi che la velocità massima di rotazione del ripartitore sia costante e minore o uguale a 0,6 m/s;
- posizionare il campione nella tramoggia del ripartitore, assicurandosi che la pezzatura del materiale da trattare sia compatibile con l'apparecchiatura utilizzata e fluisca liberamente dal fondo della tramoggia;
- avviare il ripartitore ed iniziare l'alimentazione dell'apparecchiatura;
- assicurarsi che il ripartitore esegua almeno 20 giri durante il passaggio del campione;
- continuare l'alimentazione fino ad esaurimento del materiale;
- eventualmente ripetere le operazioni precedenti fino alla raccolta della massa minima di campione grezzo nel caso di riduzione dimensionale (UNI CEN TR 15310-1 determinazione della massa minima) e/o del numero minimo di aliquote (20) nel caso di ripartizione del campione.

Un'apparecchiatura manuale che permette la suddivisione del campione in due parti di uguale massa (una delle quali è solitamente scartata) è il derivatore (riffle, figura 25).

Questo è alimentato attraverso un piatto la cui inclinazione non deve eccedere i 30° verso la verticale ed è provvisto di uno o due contenitori di raccolta posizionati in maniera da limitare perdite di materiale polverulento. Le fenditure di derivazione devono avere una luce di almeno il doppio della pezzatura del materiale da trattare e il numero deve essere di almeno 8 per ognuna delle due posizioni di derivazione (fenditure adiacenti alimentano contenitori opposti).

La riduzione dimensionale o la ripartizione del campione può essere eseguita manualmente utilizzando una delle quattro seguenti procedure:

a) divisione in aliquote (figura 30):

- miscelare il campione e stenderlo uniformemente su un telo di polietilene in modo da formare un parallelepipedo di altezza uniforme, congruentemente con quanto riportato nel prospetto 33,
- ricavare una rete di almeno 20 maglie uguali (rapporto tra i lati non maggiore di 5:4) in maniera tale che sia assicurata all'interno della maglia la massa minima UNI CEN TR 15310-1(determinazione della massa minima).
- prelevare da ogni maglia un incremento di massa maggiore o uguale alla massa minima, utilizzando una sessola di dimensioni appropriate. L'operazione si esegue inserendo verticalmente una lastra (metallica o di materiale plastico a seconda del tipo di determinazioni analitiche da effettuarsi sul campione), di

ampiezza superiore a quella della bocca della sessola, fino a toccare il foglio di polietilene su cui poggia il campione; si inserisce la sessola nel medesimo modo davanti alla lastra e la si manovra portandola prima in posizione orizzontale e quindi muovendola orizzontalmente fino a toccare la lastra con la bocca. Si rimuove infine la sessola mantenendo la lastra premuta contro la sua bocca, avendo cura di raccogliere tutto il materiale campionato,

- se la massa totale degli incrementi (vale a dire del campione grezzo) è minore di quella minima stabilita come descritto nel **UNI CEN TR 15310-1 determinazione della massa minima**, ripetere un intero ciclo di raccolta di incrementi e così via fino al superamento della massa minima;

b) derivazione (riffing, figura 25):

- miscelare il materiale ed introdurlo nel piatto di alimentazione,
- spargere uniformemente il materiale all'interno del piatto,
- alimentare il derivatore in maniera da non intasare la luce delle fenditure,
- tenere una delle due porzioni di campione, scegliendola casualmente,
- se necessario procedere ripetendo le operazioni precedenti ma raccogliendo il materiale dal contenitore opposto;

c) ripartizione a striscia (strip slitting, figura 27):

- su un foglio di polietilene preparare, con l'aiuto di una sessola, una striscia di materiale tale che la sua lunghezza sia almeno 10 volte la sua larghezza,
- suddividere la striscia in almeno 20 sezioni trasversali,
- isolare casualmente da ognuna di queste sezioni una sezione trasversale di materiale di massa almeno uguale alla massa minima (**UNI CEN TR 15310-1 determinazione della massa minima**) utilizzando due lastre (metalliche o di plastica a seconda del tipo di caratterizzazione che il campione deve subire) unite nella parte superiore con distanziatori (figura 27),
- raccogliere con una paletta tutto il materiale delimitato dalle lastre,
- ripetere l'operazione precedente per almeno 20 volte;

d) ripartizione mediante pala (fractional shovelling, figura 31):

- miscelare il campione e posizionarlo su un foglio di polietilene in modo da formare una pila a forma di cono smussato,
- prelevare con una sessola di dimensioni appropriate un incremento dalla base della pila e posizionarlo in vicinanza della pila principale,
- lavorando attorno alla base della pila, ripetere l'operazione precedente fino a formare tante nuove pile quante sono le parti in cui si vuole ripartire il campione o a seconda di quanto si vuole ridurre il campione,
- alimentare a turno ogni nuova pila con un minimo di 20 palettate (assicurando la massa minima del campione grezzo),
- selezionare casualmente la pila o le pile che si vogliono tenere e scartare le rimanenti.

La ripartizione mediante pala può essere utilizzata per materiali di pezzatura fino a 45 mm.

Prospetto 19 **diventa** 33 Riduzione per divisione in aliquote: spessore del parallelepipedo in relazione alla pezzatura

pezzatura	Massa minima degli incrementi	Spessore del parallelepipedo
mm	TR 15310,punto	mm
11,2		Da 30 a 35
16,0		Da 40 a 50
22,4		Da 55 a 65
31,5		Da 80 a 90

45,0

Da 110 a120

figura 26 **diventa** 29 Ripartitori meccanicifigura 27 **diventa** 30 Divisione in aliquotefigura 28 **diventa** 31 Ripartizione mediante pala

16.7 Precisione ed accuratezza dell'operazione di preparazione dei campioni

La precisione e l'accuratezza dell'operazione di preparazione dei campioni deve essere periodicamente determinata secondo quanto previsto dalle ISO 3085 e ISO 3086 (sviluppate per i minerali ferrosi, ma applicabili anche ad altri tipi di materiali).

La contaminazione del materiale trattato rappresenta una delle maggiori cause di in accuratezza ed è attribuibile direttamente alle apparecchiature utilizzate o a contaminazione trasversale derivante dal trattamento sequenziale di materiali di diversa natura (cross contamination).

Le parti delle apparecchiature che entrano in contatto con il rifiuto devono essere realizzate in materiale resistente all'abrasione.

Potenziali cause di contaminazione sono riportate nel prospetto 34.

Prospetto 20 **diventa** 34 Contaminanti potenziali derivati dalle apparecchiature per la riduzione granulometrica del campione

Apparecchiatura	Materiale	Contaminanti potenziali
setaccio	Ottone brasato o saldato	Cu, Pb, Sn, Zn
	Acciaio inox austenitico brasato o saldato	Ag, Pb, Fe, Ni, Cr
Frantoio a mascella		Fe, Mn
Frantoio a rulli		Fe, Mn
Mulino ad anelli o a palle	Carburo di tungsteno	Co, Ti, W, C
	Acciaio inox ferritico	Fe, Ni, Cr
	Metallo monel	Cr, Ni, Cu
	agata	Si
Mulino a piatti ^{1,2}		Fe, Cr, Co, Cu, Mo, Mn, Ni, V
Mulino a martelli ^{1,2}		Mn, Fe, C

1.L'entità della contaminazione dipende dalla durezza dei materiali trattati

2.L'entità della contaminazione è proporzionale alla durata del trattamento

Potenziali cause di contaminazione trasversale sono rappresentate da depositi di materiale che aderiscono alle apparecchiature (o si accumulano all'interno di queste), derivanti da lavorazioni precedenti o dall'ambiente

esterno. Prima di procedere ad ogni operazione occorre effettuare una accurata pulizia delle apparecchiature (dopo averle disinserite dalla rete elettrica) seguendo quanto indicato nel prospetto 35.

prospetto 21 **diventa** 35 Procedimento di pulizia delle più comuni apparecchiature per la riduzione granulometrica del campione

Apparecchiatura	procedimento
Frantoio a mascella ¹	Pulire con aria compressa filtrata tra un campione ed un altro Rimuovere il materiale che ristagna tra i piatti o nelle cavità dell'apparecchio
Frantoio a rulli ¹	Rimuovere e pulire i rulli con aria compressa nel caso pulire i rulli con un panno umido ed asciugarli
Mulino ad anelli o palle ¹	Pulire le parti che vengono a contatto con il rifiuto con aria compressa filtrata e/o un panno umido
Mulino a piatti ¹	Pulire con aria compressa e/o un panno umido
Mulino a martelli ¹	Pulire l'interno e la porta di accesso con aria compressa filtrata

1. Precondizionare l'apparecchiatura prima dell'utilizzo mediante macinatura di una parte di campione che poi viene scartata.

16.8 Esempi di procedure di preparazione del campione

Di seguito vengono riportati alcuni esempi di procedure di preparazione del campione che coprono i casi più frequenti (determinazione del contenuto di acqua, caratterizzazione fisica e caratterizzazione chimica).

In ogni caso sono applicabili gli schemi della figura 23.

16.8.1 Preparazione del campione per la determinazione del contenuto di acqua

Ci si riferisce alla determinazione del contenuto di acqua per essiccamento, in campioni quindi che non contengono quantità significative di altri composti volatili.

La massa del campione primario per la determinazione del contenuto di acqua deve essere comunque congruente con quanto riportato nel prospetto 36.

prospetto 22 **diventa** 36 Massa del campione primario per la determinazione del contenuto di acqua

Pezzatura	Spessore massimo dello strato da essicare	Massa minima	Differenza massima tra le pesate	Accuratezza della pesata	Tempo minimo di essiccamento
(mm)	(mm)	(Kg)	(g)	(g)	(h)
63	70	11	11	10	16
45	50	40	40	4	12
31,5	35	14	14	1	8
22,4	25	5	5	0,5	6

16	20	2	2	0,2	4
11,2	13	1	1	0,1	4
8	10	0,3	0,3	0,03	3
5	7	0,1	0,1	0,01	3
≤2	4	0,015	0,015	0,0015	2

I campioni primari di pezzatura fino a 10 mm non richiedono la riduzione dimensionale.

I campioni primari di pezzatura maggiore che non siano troppo coesivi o umidi devono essere macinati sotto i 10 mm, minimizzando la perdita di acqua in questa fase (vedere punto 16.4).

I campioni primari di pezzatura maggiore di 10 mm che sono troppo coesivi o umidi devono essere preventivamente pesati ed essiccati all'aria (vedere punto 16.3) fino all'ottenimento di un materiale che fluisce liberamente. Sono quindi ripesati ed infine macinati sotto i 10 mm. Nel calcolo del contenuto di acqua si deve tenere conto di entrambe le fasi di essiccamento.

È consigliabile sottoporre a quest'ultima procedura anche i campioni primari di pezzatura maggiore di 22,4 mm.

Ovviamente occorre prendere ogni precauzione affinché i campioni non perdano acqua per evaporazione durante la loro conservazione, omogeneizzazione, riduzione granulometrica e dimensionale (punti 15, 16.4, 16.5 e 16.6).

Il prospetto 22 fornisce le indicazioni necessarie per l'esecuzione pratica delle procedure di essiccamento.

In caso di preparazione del campione che preveda l'operazione di riduzione dimensionale di campioni particolarmente umidi, risulta più adatto lo schema illustrato nella figura 23b.

16.8.2 Preparazione del campione per la determinazione di parametri chimici

In generale sono applicabili gli schemi illustrati nella figura 23.

Se non si devono determinare sostanze volatili o termolabili il campione di analisi per la determinazione dei parametri chimici può essere rappresentato dal campione di analisi essiccato per la determinazione del contenuto di acqua dopo la verifica della massa minima del campione grezzo. Per le determinazioni analitiche è comunque preferibile utilizzare il campione di laboratorio tal quale (dopo opportuna riduzione granulometrica e dimensionale) oppure lo stesso campione eventualmente essiccato all'aria.

In pratica, dopo eventuale essiccamento all'aria, tutto il campione di laboratorio è sottoposto alle procedure di riduzione granulometrica, miscelazione e riduzione dimensionale (vedere punti 16.4, 16.5 e 16.6).

La frazione selezionata è quindi ulteriormente ridotta alla granulometria richiesta per la/e determinazione/i analitica/analitiche e sottoposta a riduzione dimensionalmente e/o ripartizione fino all'ottenimento del/dei campione/i di analisi.

In ogni caso la massa di ogni singolo campione di analisi non deve essere minore di 50 g.

16.8.3 Preparazione del campione per la determinazione di parametri fisici

Per la determinazione di parametri fisici (per esempio granulometria) il campione di analisi può essere rappresentato dal campione di analisi essiccato in stufa o all'aria, destinato alla determinazione del contenuto di acqua, dopo la verifica della massa minima del campione grezzo, tranne nel caso che ciò possa portare ad artefatti (per esempio presenza di argille e materiale fine che tende a raggrumarsi con l'essiccamento).

Nel caso di preparazione del campione per la determinazione della granulometria si deve utilizzare il campione di laboratorio tal quale (o un suo replicato). Ovviamente nel caso di campioni destinati alla determinazione della granulometria o della massa volumetrica apparente (bulk density) non sono ammissibili operazioni di riduzione granulometrica del campione. In ogni caso è sempre preferibile eseguire le singole caratterizzazioni fisiche direttamente su un campione di laboratorio prelevato in replicato e destinato

ad una sola particolare caratterizzazione.

Per il prelievo della massa minima di campione in funzione della granulometria si può fare riferimento al prospetto 36 (che è valido a rigore solo per minerali metallici), o meglio eseguire i calcoli come indicato nell' **UNI CEN TR 15310-1 determinazione della massa minima**.

CAPITOLO 17 SALUTE E SICUREZZA

Il piano di campionamento dovrebbe identificare tutte le procedure di sicurezza che l'addetto al campionamento deve adottare.

Per ulteriori informazioni relative aspetti generali relativi su rischio e sicurezza durante le fasi di campionamento fare riferimento alla legislazione vigente in materia di sicurezza.

Qualora sia noto il processo produttivo che ha generato il rifiuto, si utilizzino le schede di rischio e sicurezza al fine di ottenere informazioni sui materiali costituenti il rifiuto. Tali informazioni devono essere portate a conoscenza dell'operatore

Le normative nazionali e i protocolli sito-specifici sulla esposizione degli operai alle sostanze pericolose per la salute devono essere rese note e rispettate dagli addetti al campionamento.

Tutte le attività di campionamento sono potenzialmente pericolose.

Una valutazione del rischio dovrebbe venire effettuata prima dell'attività di campionamento al fine di adottare tutte le precauzioni necessarie per la protezione dell'addetto al campionamento e alla minimizzazione dei rischi.

Ogni organizzazione implicata nelle fasi di campionamento deve adottare delle politiche che precisino i requisiti di sicurezza necessari al corretto svolgimento delle operazioni.

La conoscenza ed il rispetto delle politiche di sicurezza dovrebbero essere parte delle condizioni contrattuali per tutto il personale impiegato.

Le politiche di sicurezza vengono attuate per mezzo di procedure standard che precisino i requisiti necessari per operare in condizioni di sicurezza sia in termini generali sia in condizioni particolari come i luoghi chiusi o confinati o in particolari ambienti esterni.

Le procedure standard dovrebbero includere le modalità di fornitura ed utilizzo dei dispositivi di protezione individuale (vestiario ed equipaggiamento) nonché il numero minimo di addetti che deve essere impiegato nel luogo di lavoro.

Le procedure standard dovrebbero inoltre indicare i requisiti ed i metodi da attuare per avvisare i servizi di emergenza locali nonché i metodi di lavaggio e decontaminazione.

In merito alla sorveglianza sanitaria degli operatori, secondo la normativa vigente, coinvolti nel piano di campionamento ed analisi dei campioni, è necessario:

- Verificare se sono già sottoposti, in ragione delle loro attività lavorative, ad un sistematico programma di sorveglianza sanitaria;
- Verificare se tale sorveglianza sanitaria è congruente con i rischi connessi con le attività previste; in caso contrario ed in particolare per i rischi chimici, biologici o cancerogeni, gli operatori coinvolti dovranno essere sottoposti a sorveglianza sanitaria, prima dell'inizio delle operazioni;

- Verificare che Il giudizio di idoneità abbia una validità per tutta la durata delle operazioni; qualora le operazioni avessero una durata superiore, dovrà essere acquisito nuovo giudizio di idoneità;
- Verificare se dopo il termine delle operazioni, il “Medico Competente” richieda, a fronte dei rischi a cui sono stati esposti gli operatori, accertamenti diagnostici supplementari;
- La documentazione relativa alla sorveglianza sanitaria dovrà essere conservata secondo le modalità disposte dalla normativa in materia di sicurezza e di protezione dei dati personali.

APPENDICE A – Prove di eluizione (prova di conformità) per rifiuti granulari e monolitici di forma regolare e irregolare

A.1 Introduzione

Le prove per la caratterizzazione del comportamento dei rifiuti solidi sono generalmente divise in tre categorie:

Categoria 1: prove di "caratterizzazione di base" che danno informazioni sul comportamento alla lisciviazione a lungo termine e sulle proprietà tipiche dei rifiuti stessi. In questo tipo di prove vengono valutati parametri chimico-fisici.

Categoria 2: prove di "conformità" caratterizzate da una facile e veloce esecuzione tecnica, con possibilità di variare alcuni parametri operativi e destinate a determinare se il rifiuto è conforme allo specifico comportamento previsto dalla caratterizzazione di base o a valori di riferimento quali quelli legislativi.

Categoria 3: prove di "verifica sul campo", ovvero prove veloci per confermare la congruenza del rifiuto con il campione sottoposto alla prova di conformità.

A.2 Prova di eluizione per rifiuti granulari (UNI EN 12457-2)

La prova di eluizione per i rifiuti solidi granulari di seguito descritta rientra nella categoria 2.

Lo stato solido del rifiuto deve essere determinato secondo l'appendice B della UNI EN 12457-2 (prova per determinare lo stato liquido del rifiuto); la granularità o monoliticità del rifiuto deve essere stabilita secondo quanto di seguito riportato.

L'eluato prodotto da questa prova deve essere caratterizzato fisicamente e chimicamente con i metodi riportati al punto 10 del presente capitolo.

Questa prova non serve per caratterizzare in modo esaustivo tutte le proprietà e le caratteristiche del rifiuto.

Questa procedura è applicabile solo a rifiuti granulari con una pezzatura minore di 4 mm.

Questa procedura non può essere applicata per valutare la lisciviabilità di composti organici non polari.

A.2.1 Principio

Vedere UNI EN 12457-2, punto 4.1.

A.2.2 Reagenti e apparecchiature

Vedere UNI EN 12457-2, punto 4.2.

A.2.3 Preparazione del campione

Vedere UNI EN 12457-2, punto 4.3.

A.2.4 Condizioni di prova

Vedere UNI EN 12457-2, punto 5.1.

A.2.5 Procedimento

Vedere UNI EN 12457-2, punto 5.2.

A.2.6 Calcoli

Vedere UNI EN 12457-2, punto 6.

A.2.7 Rapporto di prova

Vedere UNI EN 12457-2, punto 7.

A.3 Prova di eluizione per rifiuti monolitici

APPENDICE B prEN 15862

La procedura descritta per stabilire le modalità di preparazione di una prova di eluizione per i rifiuti monolitici, rientra nella categoria delle prove di "conformità" (categoria 2).

L'eluato prodotto da questa prova deve essere caratterizzato fisicamente e chimicamente con i metodi riportati nel capitolo 15.

Questa prova non consente la caratterizzazione in modo esaustivo di tutte le proprietà e le caratteristiche del rifiuto.

Questa procedura prevede tre rinnovi sequenziali di lisciviazione (nel rapporto 1:10 tra volume del lisciviante e area geometrica del campione per analisi) sullo stesso campione monolitico con una dimensione minima in tutte le direzioni di 4 cm. I tempi del rinnovo del lisciviante sono scelti considerando quale meccanismo di rilascio quello diffusivo.

Questa procedura non è applicabile a rifiuti granulari o con pezzatura minore di 4 cm. Questa procedura non può essere applicata per investigare la lisciviabilità di composti organici non polari.

16.10.1 Principio

Il campione di materiale monolitico, di dimensione minima in tutte le direzioni di 4 cm, e con rapporto minimo volume/superficie pari a 0,67 cm, viene preventivamente saturato sotto vuoto con acqua demineralizzata e, quindi, messo in contatto con il lisciviante (acqua demineralizzata), ad un rapporto volume lisciviante/area del campione di analisi di 10, in 3 successivi cicli di rinnovo nell'arco di 48 h. La prova si basa sull'assunzione che il rilascio dal monolito avvenga dall'area della superficie esposta; i risultati devono quindi a rigore essere espressi in milligrammi al centimetro quadrato, ma considerato che il lisciviante viene aggiunto in rapporto 1:10 rispetto all'area del campione per analisi, i risultati possono essere espressi in mg/l di eluato congruentemente con i limiti di legge. Le proprietà dell'eluato sono misurate mediante le procedure descritte al punto 15 del presente capitolo.

I parametri da valutare subito dopo la fine della prova sono: pH e conducibilità.

16.10.2 Criterio di monoliticità

L'assegnazione di un rifiuto alla categoria dei "granulari" o dei "monolitici" non può essere fatta su semplici criteri dimensionali ma occorre considerare la cosiddetta "durabilità" del rifiuto.

Un rifiuto apparentemente monolitico può infatti non risultare tale una volta posto in discarica per esempio per il fatto che tende a sgretolarsi per effetto della compressione.

Ai fini dell'applicazione della presente norma, si considerano monolitici i rifiuti che presentano contemporaneamente le seguenti caratteristiche:

- dimensione in ogni direzione di almeno 4 cm;
- non sono palesemente frantumabili per compressione manuale;
- risultano ancora integri alla fine della prova di eluizione (48 h), ovvero, per immersione in acqua demineralizzata per 48 h non subiscono una sgretolazione in materiale granulare e polverulento maggiore del 30% in peso del campione di analisi originale;
 - presentano un contenuto di materiale di granulometria minore di 4 cm (determinata per staccatura su staccio con luce di maglia di 4 cm o per via indiretta sulla base delle dimensioni e della densità dei grani) minore del 30% in peso.

Rifiuti apparentemente monolitici che non ottemperino ad una o più delle condizioni elencate devono essere sottoposti alla prova di lisciviazione per rifiuti granulari dopo opportuna macinazione (vedere 14.4 e UNI EN 12457-2, punto 4.3.2).

16.10.3 Reagenti e apparecchiature

- Recipienti di vetro (con tappo di materiale inerte) o polietilene ad alta densità (HDPE) o polipropilene (PP), secondo la UNI EN ISO 5667-3, di volume tale da minimizzare il volume morto.
- Apparato di lisciviazione (vedere figura A.1) costituito da un contenitore cilindrico di vetro o di materiale plastico rigido di spessore elevato (resistente al vuoto) di diametro di circa 13 cm e altezza compresa fra 20 cm e 21 cm per un volume totale compreso fra 2 650 ml e 2 800 ml, munito di un sistema magnetico di agitazione con barretta magnetica ricoperta di PTFE e ingabbiata.
- Apparato di levigazione.
- Resina epossidica preventivamente verificata per il rilascio di contaminanti.

Nota Il rilascio deve essere determinato mediante prova simulata con un campione di analisi di materiale inerte (per esempio polipropilene, polietilene, ecc.).

- Apparato di filtrazione sotto vuoto (da 2 500 Pa a 4 000 Pa) o ad alta pressione (>0,5 MPa).
- pH-metro.
- Conduttimetro.
- Asta graduata con divisioni ogni millimetro o calibro.
- Termometro con divisioni ogni decimo di grado.
- Bilancia con accuratezza almeno di 0,1 g (bilancia tecnica).
- Filtri a membrana da 0,45 µm condizionati con HNO₃ 0,1 M e acqua deionizzata o di purezza equivalente.
- Lisciviante: acqua con pH compreso tra 5 e 7 e conducibilità <0,5 mS/m (UNI EN ISO 3696, grado 3).
- Acido nitrico 0,1 (HNO₃) moli/l di grado analitico.
- Acido nitrico (HNO₃) 10% (V/V).

figura 1710.1 Apparato di lisciviazione

16.10.4 Preparazione del campione di analisi

Il campione sottoposto alla prova (campione di analisi) deve essere rappresentativo del campione di laboratorio (vedere punto 14).

Nel caso di rifiuti stabilizzati, il campione di analisi può essere preparato in laboratorio, in condizioni analoghe alla situazione "in situ", anche se è preferibile un campione reale.

Misurare la superficie geometrica del campione di analisi utilizzando un metro con divisione millesimale o un calibro.

Nel caso di campioni monolitici di forma geometrica irregolare, il campione di analisi è costituito da un frammento, rappresentativo del campione di laboratorio, la cui superficie geometrica sia misurabile e di almeno 4 cm in ogni direzione.

Il rapporto minimo volume/area deve essere 0,67 cm.

Se la misurazione della superficie geometrica risulta incerta o difficoltosa, il campione di analisi deve essere levigato in maniera da ottenere una faccia piana di superficie misurabile.

La parte del campione di analisi che presenta ancora difficoltà di misurazione dell'area superficiale deve essere impermeabilizzata con resina epossidica. Anche in questo caso il campione di analisi deve avere dimensioni in ogni direzione di almeno 4 cm ed un rapporto volume/area di almeno 0,67 cm.

A titolo di esempio nel prospetto A.1 sono riportate le dimensioni, i volumi, le superfici e il rapporto volume di lisciviante/area di campioni di analisi di forma geometrica regolare.

tabella A.1? Esempio di campioni per analisi di differente forma

16.10.5 Condizioni di prova

La prova viene condotta a temperatura compresa tra 15 °C e 25 °C.

16.10.6 Procedimento

16.10.7 Fase di lisciviazione e filtrazione

- a) Lavare i contenitori con acido nitrico diluito al 10% e risciacquare abbondantemente con acqua demineralizzata (fino a $\text{pH} \geq 5$).
 - b) Pesare il campione e determinarne la superficie totale di lisciviazione, determinarne il volume ed il rapporto volume/area.
 - c) Porre il campione di analisi in un volume di lisciviante pari a 10 volte la sua area (rapporto volume del lisciviante/area = 10) in un contenitore di volume tale che almeno 3 cm lo separino dalle pareti e/o dagli angoli del campione di analisi e che almeno 5 cm separino il campione di analisi dalla parte superiore del contenitore (incluso il volume morto) e dal fondo dello stesso (incluso lo spazio per ospitare l'agitatore) (vedere figura 14.1).
 - d) Applicare il vuoto al recipiente per 5 min e quindi riportare a pressione atmosferica.
 - e) Dopo $2 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ separare l'eluato, riporlo in un contenitore e chiudere ermeticamente.
 - f) Rinnovare il lisciviante senza risciacquare il contenitore ed il campione di analisi.
 - g) Filtrare l'eluato come indicato nella UNI EN 12457-2, punto 5.2.2.
- Ripetere le operazioni da c) a g) dopo $16 \text{ h} \pm 20 \text{ min}$ e dopo ulteriori $30 \text{ h} \pm 35 \text{ min}$ per un totale di durata della prova di 48 h (dopo 48 h la prova è terminata e non è quindi necessario rinnovare il lisciviante). Tenere separati i tre eluati.

16.10.8 Preparazione dell'eluato per le analisi

Dividere ognuno dei 3 eluati in un appropriato numero di aliquote per le differenti analisi chimiche e conservarlo in accordo con la UNI EN ISO 5667-3.

Determinare gli analiti di interesse usando i metodi per le analisi di eluati riportati nel capitolo 15.

Nota Per le analisi di metalli in traccia l'eluato deve essere acidificato a $\text{pH} = 2$ mediante acido nitrico. Se avviene una precipitazione di sali, l'eluato deve essere diluito da 5 a 10 volte prima dell'acidificazione. Tale diluizione deve essere considerata nei calcoli finali. Un'aliquota di eluato non diluito deve essere acidificata e conservata per determinare quei costituenti che risultano presenti sotto al limite di rilevabilità.

16.10.9 Bianco

Deve essere determinato il contributo del bianco dato dal lisciviante, dagli apparati di lisciviazione e filtranti e dai reagenti, sottoponendo lo stesso volume di lisciviante all'intera procedura.

La concentrazione di ogni singolo analita nel bianco deve essere minore del 20% di quella rinvenuta nell'eluato o del valore limite con il quale deve essere comparato l'eluato stesso.

Se ciò non si verificasse si deve provvedere ad una pulizia generale delle apparecchiature e ripetere la prova.

Il bianco ha esclusivo valore di controllo di qualità della procedura adottata.

I valori di bianco non devono essere sottratti da quelli dell'eluato.

16.10.10 Calcoli

Dall'analisi degli eluati ricavare i valori di concentrazione totale (C_{tot}), espressi in milligrammi al litro, utilizzando la formula seguente:

$$C_{tot} = \sum C_i$$

dove:

C_i è la concentrazione (milligrammi al litro) dell'analita di interesse nell'eluato a ciascuna delle tre fasi della prova (2 h, 16 h e 30 h).

16.10.11 Rapporto di prova

Il rapporto di prova deve contenere almeno le informazioni seguenti:

16.10.11.1 Informazioni generali

- Riferimento della presente norma.
- Natura del rifiuto.
- Riferimento al campione di laboratorio.
- Data di ricevimento del campione di laboratorio.

16.10.11.2 Informazioni sulla prova di eluizione

- Indirizzo del laboratorio dove è stato preparato l'eluato e nome del responsabile.
- Massa in grammi del campione di laboratorio.
- Massa in grammi del campione di analisi, metodo di preparazione e sua rappresentatività.
- Forma e dimensioni del campione di analisi.
- Superficie del campione di analisi.
- Volume del lisciviante aggiunto per ognuna delle tre fasi, in litri.
- Rapporto volume/area del campione di analisi.
- Descrizione della procedura di separazione liquido/solido.
- Data dell'esecuzione dell'ultimo bianco.
- Eventuali scostamenti dalla presente norma e relativa giustificazione.

16.10.11.3 Informazioni sulla caratterizzazione analitica dell'eluato

- Indirizzo del laboratorio dove è stato analizzato l'eluato e nome del responsabile.
- Eventuali alterazioni riscontrate sull'eluato (intorbidimento, formazione di precipitati) e metodi adottati per evitarli (diluizione, filtrazione ed analisi separata delle fasi, ecc.).

- Eventuali scostamenti dalla presente norma e relativa giustificazione.
- Risultati delle determinazioni analitiche sull'eluato.
- Risultati e data delle determinazioni analitiche sull'ultimo bianco.

APPENDICE B – Procedimento per la determinazione di analiti negli eluati

Ai fini del presente punto si applicano la **UNI EN 13370** e la **UNI EN 12506**.

APPENDICE C - PROCEDIMENTO PER DETERMINARE SE IL RIFIUTO SI TROVA NELLO STATO LIQUIDO (ex appendice E della UNI 10802)

Vedere prEN 15862

APPENDICE D – SCHEDE DI CAMPIONAMENTO (ex appendice F della ex 10802)

La presente appendice fornisce indicazioni pratiche applicative relative all'attrezzatura e alla procedura di campionamento per varie tipologie di rifiuto in funzione del loro stato fisico, della giacitura e del tipo di campione da prelevare.

aggiungere schede

APPENDICE E – BIBLIOGRAFIA

La presente appendice riporta un elenco (non esaustivo) di norme UNI e ISO esistenti alla data di pubblicazione della presente norma relative a procedure di campionamento specifiche per differenti materiali.

UNI ISO 123 Lattice di gomma - Campionamento

UNI 6631 Analisi chimica dei minerali di manganese - Campionamento del minerale caricato su carri ferroviari

UNI 6702 Analisi chimica dei minerali - Campionamento

UNI 7410 Elastomeri - Materie prime ed ingredienti - Nero di carbonio – Procedimenti per il campionamento delle spedizioni

UNI ISO 1795 Gomma grezza naturale e gomma grezza sintetica - Campionamento e ulteriori procedure di preparazione

UNI 9903-3 Combustibili solidi non minerali ricavati da rifiuti (RDF) – Indicazioni di base per il campionamento sistematico dei combustibili

UNI 10244 Cereali - Campionamento dei prodotti macinati

UNI EN ISO 3170 Prodotti petroliferi liquidi - Campionamento manuale

UNI EN ISO 5555 Oli e grassi animali e vegetali - Campionamento

UNI EN ISO 15528 Pitture, vernici e materie prime per pitture e vernici - Campionamento

UNI ISO 4296-2 Minerali di manganese - Campionamento - Preparazione dei campioni

ISO 1988 Hard coal - Sampling

ISO 2309 Coke - Sampling

ISO 3082 Iron ores - Sampling and sample preparation procedures

ISO 3085 Iron ores - Experimental methods for checking the precision of sampling, sample preparation and measurement

ISO 3086 Iron ores - Experimental methods for checking the bias of sampling

ISO 3165 Sampling of chemical products for industrial use - Safety in sampling

ISO 3954 Powders for powder metallurgical purposes - Sampling

ISO 4296-1 Manganese ores - Sampling - Increment sampling
ISO 5500 Oilseed residues - Sampling
ISO 8213 Chemical products for industrial use - Sampling techniques – Solid chemical products in the form of particles varying from powders to coarse lumps
ISO 8633 Solid fertilizers - Simple sampling method for small lots
ISO 8634 Solid fertilizers - Sampling plan for the evaluation of a large delivery
ISO/TR 7553 Fertilizers - Sampling - Minimum mass of increment to be taken to be representative of the total sampling unit
UNI EN 15308 Caratterizzazione dei rifiuti – Determinazione di alcuni congeneri di bifenili policlorurati (PCB) in rifiuti solidi mediante gascromatografia capillare con rivelatore a cattura di elettroni o a spettrometria di massa
UNI EN 15527 Caratterizzazione dei rifiuti - Determinazione degli idrocarburi policiclici aromatici (IPA) nei rifiuti mediante gascromatografia con rivelazione a spettrometria di massa (GC/MS)
UNI CEN/TR 15310-1-2-3-4-5 Caratterizzazione dei rifiuti – campionamento dei rifiuti
UNI 9815 Campionamento manuale di idrocarburi alogenati liquidi
ISO 11648-2 Statistical aspects of sampling from bulk materials – Sampling of particulate materials
UNI EN ISO 5667-15 “Guidance on the preservation and handling of sludge and sediment samples”
UNI EN 3170 prodotti petroliferi liquidi – Campionamento manuale
UNI EN ISO 3696 Acqua per uso analitico in laboratorio – Requisiti e metodi di prova
UNI EN ISO 5555 Oli e grassi animali e vegetali – Campionamento
UNI EN ISO 5667-3 Qualità dell’acqua – Campionamento – Guida per la conservazione e il vaneggiamento di campioni
UNI EN ISO 15528 Pitture, vernici e materie prime per pitture e vernici – Campionamento
UNI EN ISO/IEC 17025 Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura
Manuale UNICHIM N. 202 Incertezza di misura nel campionamento del comparto ambientale