

ISTRUZIONE OPERATIVA 7.5-02 IO 04 rev. 8 del 20/05/2015

1 RIFERIMENTI NORMATIVI

- APAT CNR IRSA 1030 Man 29 2003
- D.Lgs. 152/06 e s.m.i.
- UNI EN ISO 19458:2006
- D.Lgs. 2 febbraio 2001 n.31

2 PREMESSA

Copia della presente istruzione operativa viene consegnata al personale abilitato ai campionamenti ed ai clienti per garantire corrette modalità di acquisizione e trasporto dei campioni ed evitare possibili dati non rappresentativi.

Si raccomanda la compilazione del Verbale di campionamento che deve accompagnare il campione presso il laboratorio.

3 ANALISI IN LOCO

Il tecnico al termine del campionamento provvede ad effettuare le analisi sul campo.

I parametri minimi richiesti sono: temperatura, pH, conducibilità, ossigeno disciolto, ossigeno disciolto saturazione, livello freaticometrico.

Per le analisi in loco vengono utilizzati idonea strumentazione portatile.

L'utilizzo degli stessi viene descritto nelle specifiche istruzioni operative.

La temperatura ambiente da riportare si riferisce a dati meteo facilmente disponibili e non necessita di strumentazione ad elevata accuratezza.

Le misure freaticometriche vengono effettuate per mezzo di un freaticometro dotato di sensore di segnalazione quando viene a contatto con l'acqua sul fondo del pozzo.

La lettura va effettuata dalla bocca del pozzo. Il valore rilevato va espresso in metri con due cifre decimali. Il digit del freaticometro è 0,01 m.

4 MODALITA' DI CAMPIONAMENTO ACQUE DI SCARICO

Il metodo di campionamento si applica a:

- **acque provenienti da scarichi aziendali**
- **acque meteoriche**
- **acque di processo**

L'operazione di campionamento viene effettuata manualmente o in modo automatico.

Il campione viene prelevato dal pozzetto fiscale definito in fase di autorizzazione.

Il chiusino del pozzetto viene rimosso dal cliente in collaborazione con il tecnico.

Qualora questo non sia possibile il tecnico dovrà dotarsi di idonea attrezzatura (vedi procedure di sicurezza movimentazione carichi).

Le modalità vengono definite in fase di offerta e comunque prima di uscire per effettuare il campionamento.

La normativa per gli scarichi industriali prevede che le determinazioni analitiche, ai fini del controllo di conformità degli scarichi di acque reflue industriali, sono di norma riferite ad un campione medio prelevato nell'arco di 3 ore, mentre per le acque reflue civili su un campione medio, prelevato nell'arco delle 24 ore.

E' previsto anche il campionamento istantaneo:

per campione istantaneo si intende un singolo campione di un opportuno volume prelevato in un'unica soluzione, in un punto determinato ed in un tempo molto breve.

Il campionamento istantaneo è da considerarsi rappresentativo limitatamente alle condizioni di scarico presenti all'atto del prelievo, salvo diversamente indicato dalla normativa vigente e/o diversamente richiesto dal cliente.

Il laboratorio è dotato di auto-campionatore idoneo ai campionamenti.

I campionatori utilizzati sono sia a batterie ricaricabili che a corrente.

Prima di effettuare un campionamento il tecnico deve assicurarsi che le batterie siano cariche ed informarsi con il cliente sull'eventuale possibilità di alimentazione elettrica (distanza pozzetto-presenza di corrente).

Per la tipologia dei contenitori da utilizzare, consultare le tabelle riportate al capitolo 8.

5 MODALITÀ DI CAMPIONAMENTO ACQUE SOTTERRANEE

Procedere prima del campionamento allo spurgo dell'acqua presente nel pozzo di monitoraggio, che non costituisce una matrice rappresentativa della qualità delle acque sotterranee per la quale si procede al campionamento stesso.

Continuare nelle operazioni di spurgo fino al conseguimento di almeno una delle seguenti condizioni:

- eliminazione di 4-6 volumi di acqua contenuta nel pozzo;
- venuta d'acqua chiarificata e stabilizzazione dei valori di parametri chimici monitorati.

Nel caso di utilizzo di campionatori muniti di pompe (campionamento dinamico) il prelievo deve avvenire con portate ridotte, possibilmente non superiori a 1 litro/minuto al fine di ridurre i fenomeni di modificazione chimico-fisica delle acque sotterranee, quali trasferimento di colloidali presenti nell'acquifero o reazioni di ossido riduzione.

Procedere al campionamento statico quando la presenza di contaminanti o le condizioni del pozzo non rendano praticabile il campionamento dinamico.

Per la tipologia dei contenitori da utilizzare, consultare le tabelle riportate al capitolo 8.

6 MODALITÀ DI CAMPIONAMENTO ACQUE POTABILI

6.1 Analisi chimica

Campionare almeno 2 litri di acqua (in due o più contenitori distinti) in contenitori di plastica e di vetro (nel caso di analisi di diserbanti e composti organici) nel punto fruibile più distante dal luogo di captazione (pozzo, sorgente).

Per la tipologia dei contenitori da utilizzare, consultare le tabelle riportate al capitolo 8.

6.2 Analisi microbiologica

Campionare almeno 0,5 litri di acqua in contenitori sterili di plastica o di vetro nel punto fruibile più distante dal luogo di captazione (pozzo, sorgente).

Note:

1. per il prelievo di acqua clorata (per esempio acqua di rete) utilizzare contenitori contenenti Sodio tiosolfato al 10 % in ragione di 1 ml/l di campione.
2. al momento del prelievo, se effettuato da un rubinetto, rimuovere filtri (se presenti) tubi di plastica o gomma.
3. nel corso del prelievo osservare le consuete norme di asepsi al fine di evitare che microrganismi estranei all'acqua da esaminare vengano accidentalmente introdotti nel contenitore.

A tale scopo:

- lavarsi accuratamente le mani prima di effettuare qualsiasi operazione;
- indossare guanti in lattice per il campionamento;
- flambare il punto di prelievo tenendo la fiamma del "bunsen" a circa 30 cm di distanza;
- prima di effettuare il prelievo, lasciare scorrere l'acqua per circa 5 minuti;
- aprire il contenitore sterile e prelevare l'acqua avendo cura di non toccare la parte interna che andrà a contatto con il campione prelevato.

Dopo il prelievo chiudere accuratamente la bottiglia.

Nota: non riempire completamente i contenitori in modo da consentire un efficiente rimescolamento al momento dell'analisi.

7 MODALITÀ DI CAMPIONAMENTO SAGGIO DI TOSSICITÀ

Il prelievo va effettuato in bottiglie di plastica da litro completamente riempite e conservate al buio e ad una temperatura tra + 4°C e + 10 °C.

Una volta effettuato il prelievo i contenitori devono essere identificati e conservati e conferiti in laboratorio nel più breve tempo possibile.

8 TIPOLOGIA DI CONTENITORI DA UTILIZZARE DURANTE I CAMPIONAMENTI

N	Contenitore	Riempimento	
1	Polietilene da 1L o 2L (per più parametri)	Raso collo	
2	Vetro da 0,5L o 1L (per più parametri)	Raso bocca	
3	Vetro 1L – Acido (5 ml HCl 1:1)	Raso collo	Attenzione! Vedi nota di sicurezza
4	Vetro 1L/250 mL – Acido (1 ml/L H ₂ SO ₄ conc.)	Raso collo	Attenzione! Vedi nota di sicurezza
5	Polietilene 250mL – Acido (5 mL/L HNO ₃ supr. 1:1)	Raso collo	Attenzione! Vedi nota di sicurezza
6	Vials da 40 ml	Raso collo	
7	Vetro 1L	Raso collo	
8	Provettoni tappo blu 50mL – Acido (5 mL/L HNO ₃ supr. 1:1)	Raso collo	Attenzione! Vedi nota di sicurezza
9	Polietilene – Basico (NaOH 10M)	Raso collo	
10	Vetro condizionato (0.25/L formaldeide 40%)	Raso collo	
11	Polietilene – Acido (HCl)	Raso collo	Attenzione! Vedi nota di sicurezza
12	Vetro pyrex – Acido (5 ml KMnO ₄ 5% + 10 ml HNO ₃ uprapur/L)	Raso collo	Attenzione! Vedi nota di sicurezza
13	Polietilene condizionato (Zn acetato + NaOH)	Raso collo	
14	Vetro scuro decontaminato (HCl, 1 ml/L)	Raso bocca	Attenzione! Vedi nota di sicurezza
15	Bottiglia pyrex sterile	Raso collo	

 Corrosivo	<p>Attenzione! Allo scopo di meglio conservare il campione, i contenitori contengono già alcune gocce di Acido di adeguata purezza per l'analisi in tracce.</p>
--	--

Si possono utilizzare contenitori di plastica a bocca stretta, con il sottotappo a tenuta ermetica (per evitare spandimenti indesiderati) e con il tappo a vite.

La quantità di acqua da campionare per l'esecuzione dell'analisi chimica e le modalità di campionamento sono riportate nelle seguenti tabelle:

- La prima tabella indica le quantità da campionare per singolo parametro, stimate in eccesso.
- La seconda tabella indica le quantità da campionare laddove, per lo stesso campione, si debbano analizzare più parametri che prevedono la medesima tipologia di contenitore.

Parametro	Cod. cont.	Contenitore	Riempimento	Quantità Camp.	Stabilizzazione	Tempo max per l'analisi
Acidità e alcalinità *	1	Polietilene da 1L o 2L (per più parametri)	Raso collo	100 ml	Refrigerazione a 4°C	24 h
Aldeidi *	2	Vetro da 0,5L o 1L (per più parametri)	Raso bocca	500 ml	Refrigerazione a 4°C	24 h
Analisi microbiologica *	15	Bottiglia pyrex sterile	Raso collo	500 ml	Refrigerazione a 4°C	Prima possibile
Ammoniaca (Azoto ammoniacale*)	4	Vetro 1L/250 mL - Acido (1 ml/L H ₂ SO ₄ conc.)	Raso collo	250 ml	Refrigerazione a 4°C e 1 ml/l H ₂ SO ₄ conc.	24 h
Azoto totale *	4	Vetro 1L/250 mL - Acido (1 ml/L H ₂ SO ₄ conc.)	Raso collo	100 ml	Refrigerazione a 4°C e	24 h
Nitrati (Azoto nitrico*)	4	Vetro 1L/250 mL - Acido (1 ml/L H ₂ SO ₄ conc.)	Raso collo	200 ml	Refrigerazione a 4°C e 1 ml/l H ₂ SO ₄ conc.	48 h
Nitriti (Azoto nitroso*)	2	Vetro da 0,5L o 1L (per più parametri)	Raso bocca	500 ml	Refrigerazione a 4°C	24 h
BOD5	2	Vetro da 0,5L o 1L (per più parametri)	Raso bocca	1 L	Refrigerazione a 4°C	Prima possibile
Cianuri totali *	9	Polietilene – Basico (NaOH 10M)	Raso collo Nota 1	500 ml	Portare a pH 12 con NaOH 10M refrigerare a 4°C al buio	24 h
Cloro attivo libero *	6	Vials da 40 ml	Raso collo Nota 1	40 ml	Refrigerazione a 4°C al buio	24 h

Parametro	Cod. cont.	Contenitore	Riempimento	Quantità Camp.	Stabilizzazione	Tempo max per l'analisi
Cloruri	1	Polietilene da 1L o 2L (per più parametri)	Raso collo	200 ml	Refrigerazione a 4°C	48 h
COD	4	Vetro 1L/250 mL - Acido (1 ml/L H ₂ SO ₄ conc.)	Raso collo	250 ml	1) Refrigerazione a 4°C e 2) Acidificazione a pH < 2 con 1 ml/l H ₂ SO ₄ conc.	1) max 24 h Prima possibile 2) 1 settimana
Colore *	2	Vetro da 0,5L o 1L (per più parametri)	Raso bocca	500 ml	Refrigerazione a 4°C	24 h
Composti organici semivolativi (IPA, fenoli, ecc...)	7	Vetro 1L	Raso collo	1 L	Refrigerazione a 4°C	48 h
Conducibilità	1	Polietilene da 1L o 2L (per più parametri)	Raso collo	250 ml	Refrigerazione a 4°C	24 h
Durezza *	1	Polietilene da 1L o 2L (per più parametri)	Raso collo	100 ml	Refrigerazione a 4°C	24 h
Fenoli	4	Vetro 1L/250 mL - Acido (1 ml/L H ₂ SO ₄ conc.)	Raso collo	1 L	Refrigerazione a 4°C acidificaz. 1 ml/l H ₂ SO ₄ conc.	Prima possibile
Fluoruri	1	Polietilene da 1L o 2L (per più parametri)	Raso collo	200 ml	Refrigerazione a 4°C	48 h
Fosforo totale *	4	Vetro 1L/250 mL - Acido (1 ml/L H ₂ SO ₄ conc.)	Raso collo	250 ml	Refrigerazione a 4°C e 1 ml/l H ₂ SO ₄ conc.	24 h
Grassi e oli an/vegetali *	3	Vetro 1L - Acido (5 ml HCl 1:1)	Raso collo Nota 1	1 L	Refrigerazione a 4°C acidificaz. con 5 ml/l HCl 1:1	1 settimana
Idrocarburi totali espressi come n-esano	3	Vetro 1L - Acido (5 ml HCl 1:1)	Raso collo	1 L	Refrigerazione a 4°C acidificaz. con 5 ml/l HCl 1:1	1 settimana
Metalli alcalini (calcio, sodio, potassio)	1	Polietilene da 1L o 2L (per più parametri)	Raso collo	100 ml	Refrigerazione a 4°C	1 settimana
Metalli disciolti	5	Polietilene 250mL - Acido (5 mL/L HNO ₃ supr. 1:1)	Raso collo	250 ml	Come Metalli totali previa filtrazione 0.45 µm	1 settimana
Metalli totali	5	Polietilene 250mL - Acido (5 mL/L HNO ₃ supr. 1:1)	Raso collo	250 ml	Refrigeraz. a 4°C e acidificaz. con 5 ml/l HNO ₃ 1:1 suprapur	1 settimana
Odore *	2	Vetro da 0,5L o 1L (per più parametri)	Raso bocca	500 ml	Refrigerazione a 4°C	24 h
Ossidabilità *	1	Polietilene da 1L o 2L (per più parametri)	Raso collo	100 ml	Refrigerazione a 4°C e per analisi oltre le 6 ore acidificaz. 5 ml/l H ₂ SO ₄ conc.	48 h
pH	1	Polietilene da 1L o 2L (per più parametri)	Raso collo	250 ml	Refrigerazione a 4°C	Se possibile sul posto
PCB	7	Vetro 1L	Raso collo	2 L	Refrigerazione a 4°C	1 settimana
Pesticidi organo fosforati *	14	Vetro scuro decontaminato (HCl, 1 ml/L)	Raso bocca	1 L	Refrigerazione a 4°C	1 settimana
Pesticidi organo clorurati *	14	Vetro scuro decontaminato (HCl, 1 ml/L)	Raso bocca	1 L	Refrigerazione a 4°C	1 settimana
Pesticidi totali *	14	Vetro scuro decontaminato (HCl, 1 ml/L)	Raso bocca	1 L	Refrigerazione a 4°C	1 settimana
Saggio di tossicità acuta *	7	Vetro 1L	Raso collo	1 L	Refrigerazione a 4°C	24 h
Solfati	1	Polietilene da 1L o 2L (per più parametri)	Raso collo	200 ml	Refrigerazione a 4°C	48 h
Solfiti cromatografici *	10	Vetro condizionato (0.25/L formaldeide 40%)	Raso collo Nota 1	300 ml	Refrigerazione a 4°C 0.25 ml/l formaldeide 40%	24 h
Solfiti iodometrici *	1	Polietilene da 1L o 2L (per più parametri)	Raso collo Nota 1	300 ml	Refrigerazione a 4°C	24 h
Solfuri *	13	Polietilene condizionato (Zn acetato + NaOH)	Raso collo Nota 1	200 ml	Refrigerazione a 4°C, zinco acetato e NaOH	1 settimana
Solidi (sospesi totali, disciolti)	1	Polietilene da 1L o 2L (per più parametri)	Raso collo	1 L	Refrigerazione a 4°C	24 h
Solventi clorurati, solventi alogenati	6	Vials da 40 ml	Raso bocca Nota 1	40 ml	Refrigerazione a 4°C	48 h
Solventi organici aromatici	6	Vials da 40 ml	Raso bocca Nota 1	40 ml	Refrigerazione a 4°C	48 h
Solventi organici azotati *	7	Vetro 1L	Raso collo	1 L	Refrigerazione a 4°C	48 h
Torbidità *	1	Polietilene da 1L o 2L (per più parametri)	Raso collo	50 ml	Refrigerazione a 4°C al buio	24 h
Tensioattivi totali *	2	Vetro da 0,5L o 1L (per più parametri)	Raso bocca	500 ml	Refrigerazione a 4°C	24 h

Nota 1: Contenitore completamente riempito sino all'orlo, senza lasciare spazi vuoti (bolle d'aria) prima del tappo. Parametri con * : non accreditati

Tabella aliquote raggruppamento parametri con il medesimo contenitore

<i>Parametro</i>	<i>Cod. cont.</i>	<i>Contenitore</i>	<i>Quantità</i>	<i>Stabilizzazione</i>
pH Solidi sospesi totali Solidi disciolti totali Solfati Cloruri Fluoruri Solfiti jodometrici	1	Polietilene da 1L o Polietilene da 2L Raso collo Per l'analisi dei Solfiti jodometrici la bottiglia deve essere completamente riempita, senza bolle d'aria.	1 L 2 L	Refrigerazione a 4°C
Colore Odore BOD5 Azoto nitroso Aldeidi Tensioattivi totali	2	Vetro da 0,5L o Vetro da 1L Raso bocca	0,5 L 1 L	Refrigerazione a 4°C
Grassi e oli an/veg. Idrocarburi totali	3	Vetro da 1L Acidificato (5 ml HCl 1:1) Raso collo	2 L	Refrigerazione a 4°C e acidificazione con 5 ml/l HCl 1:1
COD Fosforo totale Azoto ammoniacale Azoto nitrico Azoto totale	4	Vetro da 250 mL o Vetro da 1L Acidificato (1 ml/L H ₂ SO ₄ conc.) Raso collo	250 mL 1 L	Refrigerazione a 4°C e 1 ml/l H ₂ SO ₄ conc.
Metalli totali Metalli disciolti	5	Polietilene da 250mL Acidificato (5 mL/L HNO ₃ supr. 1:1) Raso collo	250 ml	Refrigerazione a 4°C e acidificaz. con 5 ml/l HNO ₃ 1:1 suprapur Previa filtrazione 0.45 µm
Solventi organici aromatici Solventi clorurati	6	Vials da 40 ml Raso bocca La bottiglia deve essere completamente riempita, senza bolle d'aria.	40 ml	Refrigerazione a 4°C
Solventi organici azotati Composti semivolatili (IPA, fenoli...) PCB	7	Vetro da 1L Raso collo	1 L 2 L	Refrigerazione a 4°C

NOTE:

Una volta effettuato il prelievo i contenitori devono essere identificati e conservati tra + 4 e + 10 °C e conferiti in laboratorio nel più breve tempo possibile.

Terminata la fase di campionamento il contenitore deve essere pulito esternamente.

Per approfondire le modalità di prelievo eventualmente diverse dal campione istantaneo (campione medio), le modalità di conservazione e il dettaglio dei contenitori specifici per ciascun parametro e di conservazione del campione in funzione delle varie analisi, e/o per eventuali chiarimenti consultare il laboratorio al n° 0432-634460.