

LINEE GUIDA
PER IL CAMPIONAMENTO DEL CEMENTO
AI FINI DELLA DETERMINAZIONE DELLA FRAZIONE
DI CROMO ESAVALENTE IDROSOLUBILE

La Dirigente del Servizio PATP
Dott.ssa Giovanna Labate

INDICE

1. Scopo e campo di applicazione
2. Riferimenti normativi
3. Quando campionare
4. Dove campionare
5. Metodi per il prelievo di campioni
6. Definizioni
7. Attrezzature per il campionamento
8. Quantità e preparazione dei campioni
 - 8.1 Campionamento da sacco con sessola
 - 8.2 Omogeneizzazione e suddivisione in caso di campione composito
 - 8.3 Campionamento da sacco con sonda
 - 8.4 Campionamento da silos
9. Imballaggio e conservazione
10. Resoconto di campionamento

1. Scopo e campo di applicazione

Il campionamento costituisce la prima fase di ogni processo analitico che porterà a risultati la cui qualità è strettamente correlata a quella del campione prelevato. Per tal motivo, il campionamento è una fase estremamente complessa e delicata che condiziona i risultati di tutte le operazioni successive e che di conseguenza incide in misura non trascurabile sulla incertezza totale dei risultati analitici. Lo scopo della presente procedura è definire la tecnica di campionamento adatta al cemento per la determinazione della frazione idrosolubile del cromo VI. La finalità del campionamento del cemento è quello di verificare che l'immissione sul mercato ovvero l'utilizzazione dello stesso siano rispondenti a quanto previsto dall'art. 67 e allegato XVII, voce 47, del Regolamento (CE) n.1097 del 18 dicembre 2006 (REACH).

L'allegato XVII del REACH alla voce 47 riporta il seguente testo:

1. Il cemento e le miscele contenenti cemento non possono essere immessi sul mercato o utilizzati se contengono, una volta mescolati con acqua, oltre 2 mg/kg (0,0002 %) di cromo VI idrosolubile sul peso totale secco del cemento.
2. Qualora si impieghino agenti riducenti, ferma restando l'applicazione di altre disposizioni comunitarie relative alla classificazione, all'imballaggio ed all'etichettatura di sostanze e miscele, i fornitori devono garantire prima dell'immissione sul mercato che l'imballaggio del cemento o delle miscele contenenti cemento rechi informazioni visibili, leggibili e indelebili riguardanti la data di confezionamento, così come le condizioni di conservazione e il periodo di conservazione adeguati a mantenere attivo l'agente riducente e a mantenere il contenuto in cromo VI solubile al di sotto del limite indicato al paragrafo 1.
3. A titolo di deroga, i paragrafi 1 e 2 non si applicano all'immissione sul mercato e all'uso di prodotti fabbricati mediante processi controllati chiusi e interamente automatizzati, in cui il cemento e le miscele contenenti cemento sono manipolati unicamente da macchinari e nei quali non esiste alcuna possibilità di contatto con la pelle.

2. Riferimenti normativi

Regolamento CE del 18 dicembre 2006 n. 1907

Regolamento CE del 22 giugno 2009 n. 552 (modifica allegato XVII del Reg. REACH)

Decreto del Ministero della salute del 10 maggio 2004

Circolare del Ministero della salute del 24 luglio 2009 n. 0033899-P-24

Norma UNI EN 196-7, Metodi di prova dei cementi – Parte 7: Metodi di prelievo e di campionatura del cemento, revisione del 6 marzo 2008.

3. Quando campionare

Il campionamento del cemento (cemento confezionato in piccoli contenitori, sacchi, fusti, tini, "big bags") deve essere effettuato in tutti quei casi, in cui sull'imballaggio è riportata la seguente indicazione:

1. "Contiene Cromo (VI). Può produrre una reazione allergica", o è classificato ed etichettato con la frase R43 (D. Lgs. 65/2003) o con la frase EUH203 "Contiene Cromo (VI). Può provocare una reazione allergica", o è classificato ed etichettato con l'indicazione di pericolo H317 "Può provocare una reazione allergica della pelle" (Regolamento CE n. 1272/2008 - obbligatorio dal 01.06.2015) e l'utilizzo non avviene in processi controllati e chiusi o interamente automatizzati.
2. Quando non viene riscontrato sull'imballaggio alcuna indicazione.

4. Dove campionare

I luoghi da sottoporre a verifica e controllo per il rispetto della restrizione del cromo VI contenuto nel cemento sono:

1. il produttore di cemento,
2. il detentore (deposito e/o magazzino di cemento),
3. l'utilizzatore di grossi quantitativi di cemento,
4. il cantiere edile,

prestando attenzione allo stato di conservazione dei sacchi di cemento, poiché l'agente riducente utilizzato, con l'esposizione all'aria e all'umidità potrebbe aver perso il suo potere riducente.

5. Metodi per il prelievo di campioni

Il campionamento del cemento e delle miscele contenenti cemento, per la determinazione della frazione di Cr VI idrosolubile, viene effettuato secondo la norma tecnica UNI EN 196-7, Metodi di prova dei cementi – Parte 7: Metodi di prelievo e di campionatura del cemento, revisione del 6 marzo 2008, che definisce a tale scopo:

Termini e definizioni

Attrezzature di campionamento

Procedure per il prelievo di campioni

Quantità e preparazione dei campioni

Imballaggio e conservazione

- Resoconto di campionamento.

Prelevare e formare i campioni quanto più rapidamente possibile prendendo le precauzioni necessarie a garantire che essi siano rappresentativi del cemento campionato. Le superfici, i recipienti e gli strumenti impiegati devono essere puliti ed asciutti.

Scegliere a caso, uno o più sacchi, da uno stock di dimensioni sufficientemente grande.



Verificare che sull'imballaggio siano riportate le indicazioni previste dalla vigente normativa per l'etichettatura.



Fotografare, se possibile, le indicazioni riportate sul sacco di cemento.

6. Definizioni

Lotto: quantità di cemento prodotto in condizioni presumibilmente uniformi.

Presa: quantità di cemento prelevata in una singola operazione dall'attrezzatura di campionamento usata.

Campione: quantità di cemento prelevata a caso, o in base a un programma di campionamento, da una quantità maggiore (silos, stock di sacchi, camion, ecc.) o da un determinato lotto, in relazione alle prove previste. Un campione può essere composto da una o più prese.

Campione puntuale: campione prelevato in breve tempo e in un punto prefissato da una quantità maggiore, in relazione alle prove previste. Può essere ottenuto combinando una o più prese immediatamente successive.

Campione composito: miscela omogenea di campioni puntuali prelevati:

- a) In punti differenti; oppure
- b) In momenti differenti;

da una massa maggiore dello stesso cemento, ottenuta mediante omogeneizzazione dei campioni puntuali combinati e, eventualmente, riducendo la quantità della miscela ottenuta.

7. Attrezzatura di campionamento

L'attrezzatura da utilizzare per il campionamento deve avere i seguenti requisiti:

- a. essere di materiale non corrodibile e non deve reagire con il cemento.
- b. essere mantenuta sempre pronta al funzionamento e pulita.

Si deve prestare attenzione affinché l'attrezzatura sia pulita con cura dopo ogni operazione di campionamento. Non è necessario procedere alla pulitura tra le prese successive dallo stesso cemento destinate a formare il campione.

Per effettuare il campionamento di cemento, il personale incaricato dovrà dotarsi dei seguenti materiali:

- a. Sessola in acciaio/plastica (PET), sonda “ad ago” in acciaio o sonda tipo Nobbe in acciaio.
- b. Telo pulito e asciutto, una pala.
- c. Contenitori in plastica (PET), con apertura “a bocca larga”, con doppio tappo di chiusura, di almeno capacità 1 Kg.
- d. Etichette adesive o cartellini indicativi del campionamento effettuato.
- e. Buste di plastica di idonea dimensione per contenere due contenitori in plastica.
- f. Sacchi di plastica per chiudere i sacchi di cemento prescelti.
- g. Gomitolo di spago.
- h. Suggelli in plastica blocca spago, da punzonare.
- i. Guanti monouso
- j. Pinza con suggello riportante le indicazioni dell’ufficio che ha disposto il campionamento.
- k. Forbice/taglierino.
- l. Contenitore isoteramico per il trasporto del campione.

I materiali indicati dal punto c) al punto i) sono materiali di consumo e devono essere disponibili in adeguata quantità in base ai campioni da effettuare.

8. Quantità e preparazione dei campioni

Ogni campione deve essere di dimensioni tali da permettere di eseguire due volte la prova prevista. Nel campionamento, effettuato per la sola verifica del contenuto di cromoesavalente, deve essere prelevata una quantità di cemento pari a 2 Kg, suddivisa in due contenitori da 1 Kg, in modo da permettere di eseguire due volte la prova prevista.

Il campione deve pervenire da un campione puntuale (un sacco) o da un campione composito (più sacchi) scelti con modalità casuale.

Se il campione viene prelevato da un campione composito (più sacchi) si dovrà procedere ad un’accurata omogeneizzazione.

8.1 Campionamento da sacco con sessola

Stendere un telo di plastica sul pavimento sopra il quale andrà aperto il sacco da un operatore con DPI. Aprire il sacco con un taglierino prelevare più prese, mediante un cucchiaio (sessola), opportunamente pulito, per costituire un campione puntuale.

Inserire una busta di plastica nuova dentro il contenitore e riempire con il cemento.



Riempire n. 8 o 10 contenitori puliti fino al colmo (orlo), che vengono chiusi rapidamente per ridurre al minimo il contatto con l'aria.

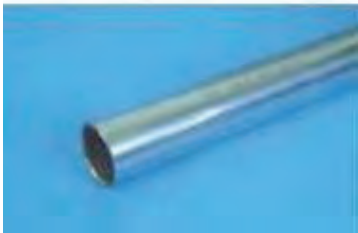
8.2 Omogeneizzazione e suddivisione in caso di campione composito

Subito dopo il campionamento, si procede ad omogeneizzazione mediante l'uso di una "mixing machine". In assenza di "mixing machine" si procede ponendo la massa totale campionata su un telo pulito e asciutto e mischiando con una pala. Tale procedura può essere utilizzata solo se l'umidità relativa è $< 85\%$ e se non ci sono rischi di perturbazione del campione da parte di agenti atmosferici o polvere. La procedura deve essere effettuata il più velocemente possibile per minimizzare l'esposizione del campione all'aria. Verifica dell'efficienza di omogeneizzazione. Miscelare e omogeneizzare uguali quantità di due cementi di caratteristiche fisiche e chimiche differenti prendendo nota del tempo di omogeneizzazione. Ad operazione completata, prendere 15 microcampioni. Determinare la caratteristica scelta tre volte su ciascun microcampione. L'omogeneizzazione risulta soddisfacente se non esistono differenze significative tra i 15 microcampioni. In caso di risultati non soddisfacenti va migliorato il processo di omogeneizzazione (ad es. allungando il tempo di omogeneizzazione). Tale procedura va eseguita una sola volta e vanno conservati i dati relativi a tale procedura. A seguito della omogeneizzazione il campione deve essere suddiviso nel numero richiesto di aliquote. Se per la omogeneizzazione è stata usata una "mixing machine" allora si procede direttamente al riempimento delle aliquote richieste nei rispettivi contenitori. Se per la omogeneizzazione non è stata usata una "mixing machine" allora si procede al riempimento delle aliquote richieste nei rispettivi contenitori mediante un ripartitore meccanico o mediante quartatura ed estraendo con una paletta incrementi di circa 0.5 Kg da ciascun quarto per versarli nei relativi contenitori sino al raggiungimento della massa desiderata.

8.3 Campionamento da sacco con sonda

Introdurre la sonda nel sacco, con un'inclinazione di circa 30° , per una profondità massima pari a 28 cm e quindi si estrae e il campione viene trasferito in un apposito contenitore. Ultimato il prelievo si

deve chiudere immediatamente il foro praticato, sulla parete del sacco, applicando un nastro adesivo, per evitare contaminazioni, assorbimento di umidità.



A

B

C

8.4 Campionamento da silos

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

In caso di campionamento da silos, bisogna scartare una appropriata quantità di cemento. Tale quantità è a discrezione del proprietario o di eventuale rappresentante. Il campione viene poi raccolto in contenitori puliti e asciutti.

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 F.27 a F.32 – cascate, nastri trasportatori).

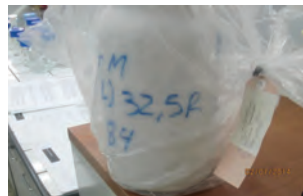
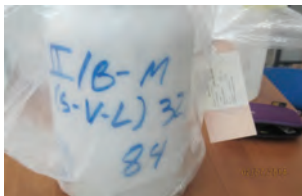
Altrimenti procedere al prelievo del/dei campione/i secondo la/e procedura/e appropriata/e (vedere prospetti F.25 o F.26 – ammassi, silos).



9. Imballaggio e conservazione

Identificazione dei contenitori: i contenitori vanno chiusi e contrassegnati in maniera chiara e indelebile in almeno un punto. Se si sceglie di contrassegnare in un punto solo lo si fa sul corpo del contenitore e non sul tappo.

Sul contenitore va identificato la tipologia del cemento campionato (es: . CEM I, CEM II/B-P, CEM III/A ecc.) e le classi di resistenza (es. 32,5 N, 32,5 R , 42,5 N, 52,5 R ecc.).



I contenitori vengono ripartiti in n. 4 - 5 aliquote, (il numero delle aliquote 4 oppure 5 varia se il campionamento avviene presso il produttore oppure presso l'utilizzatore) ognuna costituita da due contenitori confezionati in buste di plastica. Le buste vengono chiuse con un cordino in modo inamovibile, ai capi del quale viene assicurato il cartellino di identificazione del campione, recante gli estremi del prelievo nonché la firma dei verbalizzanti e della parte che ha assistito alle

operazioni di prelievo. Il tutto viene reso inviolabile per mezzo dell'apposizione di un piombo suggellato con la pinza recante impressa la dicitura dell'ufficio che ha disposto il prelievo, per evitare l'apertura dell'aliquota da parte di personale non autorizzato.



Il metodo di confezionamento e di conservazione deve essere tale preservare le caratteristiche del cemento campionato: contenitori rigidi di materiale inerte (plastica con spessore adeguato > 0.1 mm), asciutti, impermeabili all'aria e all'umidità, puliti, possibilmente nuovi. Per minimizzare il contatto con l'aria i contenitori devono essere riempiti sino all'orlo e sigillati con doppio tappo. Il campione va conservato a $T < 30^{\circ}\text{C}$.

Una delle aliquote viene predisposta e consegnata, a garanzia della difesa, al produttore o importatore o fornitore o un suo rappresentante legalmente individuato come rappresentante del responsabile dell'immissione sul mercato.

Una delle aliquote viene consegnata al detentore della merce (utilizzatore a valle o distributore) che non ha la responsabilità diretta del contenuto dell'imballaggio. E' colui che ha assistito a tutte le fasi del campionamento in rappresentanza, di fatto, del responsabile dell'immissione sul mercato.

Le tre restanti aliquote vengono introdotte in contenitore isotermico per avviarle entro 48 ore al laboratorio del Dipartimento Provinciale di Taranto (D.A.P.) dell' ARPA Puglia, sito in Taranto alla Contrada Rondinella, c/o Presidio Sanitario "G. Testa", tel. 099/4520175 per analisi di prima istanza, eventuale analisi di revisione, eventuali impreviste esigenze o a disposizione della Magistratura.

I campioni, prime delle prove, vengono conservati a una temperatura minore di 30 °C.

Trattandosi di analisi non ripetibili e con risvolti di rilevanza penale, si darà avviso alla parte, del luogo, giorno e ora di inizio degli accertamenti analitici, per poter presenziare di persona o delegare un consulente tecnico, al fine di garantire il diritto di difesa della stessa, di cui all'art. 223 del D. Lgs. 28 luglio 1989 n. 271 (Norme di attuazione, di coordinamento e transitorie del codice di procedura penale – Titolo II). A tali persone spettano i poteri previsti dall'articolo 230 del codice di procedura penale.

10. Resoconto di campionamento

Terminato il campionamento viene redatto, in triplice copia, il verbale di prelievo di campione di cemento, adottato dalla D.G.R. 2816/2011 (pubblicata su B.U.R.P. n. 199/2011), in cui riportare tutte le indicazioni indispensabili all'identificazione del campione, alle modalità di campionamento, di trasporto.

Gruppo di lavoro

- Dott. Raffaello Maria BELLINO (ASL BA-Autorità Competente Regionale REACH-CLP)
- Dott. TdP Mario ESPOSITO (ASL LE);
- Dott. TdP Bruno GIORDANO (ASL TA);
- Dott. TdP Domenico PISTILLO (ASL BA);
- Dott.ssa TdP Annamaria PREZIOSA (ASL BT);
- Dott. Pietro Luca MARTINO (ARPA PUGLIA – DAP Taranto).

REGIONE PUGLIA
Assessorato alle Politiche della Salute
Autorità competente in materia di REACH-CLP

A.S.L. _____ -DIPARTIMENTO DI PREVENZIONE
Articolazione Organizzativa Territoriale dell'Autorità Competente
di cui alla D.G.R. 15.03.2010, n. 729 e s.m.i. (Allegato 1, par. 4, c. 1)
Via _____ - _____ - tel. _____



VERBALE PRELIEVO CAMPIONI

di cemento della tipologia _____

(es: Cemento portland EN 197-1 – CEM I 42.5 R)

Verbale n. _____/_____

L'anno _____, il giorno _____ del mese di _____ alle ore _____ circa, i sottoscritti _____,

in qualità di personale autorizzato alla vigilanza in materia di REACH e CLP, per quanto di competenza territoriale, nominati con Determinazione Dirigenziale del 13 luglio 2010, n. 246, del Dirigente Servizio P.A.T.P. dell'Assessorato alle Politiche della Salute della Regione Puglia (Autorità Competente in materia di REACH e CLP ai sensi della D.G.R. del 15.03.2010, n. 729 e s.m.i.), unitamente a: _____

_____, al fine di provvedere all'attuazione delle disposizioni dell'Autorità regionale in intestazione, si sono recati presso:

Ubicazione: _____

Ditta soggetta al controllo: _____

Sede legale: _____

Telefono: _____ fax: _____ e-mail: _____

Dati relativi al titolare o legale rappresentante dell'impresa

Cognome e Nome: _____ nat_ a _____

il _____ residente in _____ alla Via / P.za

_____, in qualità di _____

Identificato a mezzo di: _____ n. _____

rilasciat_ da _____ in data _____

Al sopralluogo è presente, per la parte, __1__ sig. __

Cognome e Nome: _____ nat_ a _____

il _____ residente in _____ alla Via / P.za

_____, in qualità di _____

Identificato a mezzo di: _____ n. _____

Rilasciat_ da _____ in data _____

(segue a pag. 2)

Verbale Prelievo Campioni _____/_____

pag. 2

Motivo del prelievo:

Si dà atto che nel Verbale di Accesso ed Accertamento n. _____/_____, viene indicato il motivo e la descrizione dell'ispezione effettuata, mentre con il presente Verbale si procede ad effettuare un Prelievo di campione di cemento, da sottoporre ad analisi per verificare il rispetto dei limiti di Cromo esavalente idrosolubile, per come indicato dal D.M. 10.5.2004 del Ministero della Salute ed il punto 47 dell'Allegato XVII del Regolamento CE 1907/2006 (REACH).

Alle operazioni di prelievo ha assistito per la parte : _____

Modalità di prelevamento

(da inserire volta per volta, in base al tipo di campionamento e su indicazione dell'ARPA)

Indicare nella modalità di prelevamento:

1. informazioni sulla dimensione del lotto di cemento,
2. tipologia di conservazione (3000 ton. in sacchi da 25 Kg in un deposito),
3. tipi di contenitori utilizzati per il campionamento,
4. tipo di campione puntuale o composito,
5. attrezzatura utilizzata.
6. procedura di omogeneizzazione e suddivisione del campione composito.

Una delle _____ aliquote, precisamente quella contrassegnata con il numero _____, è stata consegnata su sua scelta, al _____ sig. _____, mentre le restanti tre aliquote sono state introdotte in contenitore isotermico per avviarle al laboratorio competente per l'effettuazione, su una prima aliquota, degli accertamenti analitici e per la ripetizione, su una seconda aliquota, delle analisi limitatamente ai parametri eventualmente risultati non conformi. L'ultima aliquota, infine, resta di riserva presso il laboratorio per un'eventuale perizia ordinata dall'autorità giudiziaria.

La quinta aliquota viene predisposta e consegnata al produttore o importatore o fornitore legalmente individuato come responsabile dell'immissione sul mercato del cemento.

Comunicazioni:

Trattandosi di analisi non ripetibili, ove non è prevista revisione d'analisi, si dà avviso alla parte che:

Le analisi sui campioni verranno effettuate il giorno _____, con inizio alle ore _____ circa, presso il del D.A.P. di Taranto dell'ARPA-Puglia, sito in Taranto alla Via Anfiteatro n. 8 tel. 099.4520175.

Della data e ora il DAP dell'ARPA-PUGLIA informerà, almeno 48 ore prima, a mezzo fax al n. _____ relativamente al luogo data e ora di inizio degli accertamenti analitici.

(segue a pag. 3)

Verbale Prelievo Campioni _____/_____

pag. 3

Al fine di esercitare il diritto di difesa, di cui all'art. 223 del D.Lgs. 271/1989, si comunica che l'interessato, o persona di sua fiducia appositamente designata, possono presenziare alle analisi, eventualmente con l'assistenza di un consulente tecnico. A tali persone spettano i poteri previsti dall'articolo 230 del codice di procedura penale.

Si descrivono di seguito:

le indicazioni riportate sugli imballaggi contenenti il cemento di cui al prelievo effettuato: Lotto _____ data _____

gli identificativi apposti sui contenitori _____

la presenza di materiali estranei ed eventuale rimozione _____

possibilità di compromissione del campione _____

__l__ sig. _____, ha chiesto di verbalizzare quanto segue :

__l__ suddett__, a precisa richiesta, dichiara : di approvare di non approvare

la scelta dell'apparecchiatura utilizzata per il prelievo. _____

Di quanto precede è stato redatto il presente verbale di prelievo campioni, rilasciato in tre copie, di cui una viene consegnata alla parte, che ha firmato dopo averne dato lettura, con impegno di consegnarla al titolare/responsabile, una per il Laboratorio D.A.P. di Taranto dell'ARPA-PUGLIA e l'ultima che rimarrà agli atti d'Ufficio. Fatto, letto e sottoscritto in data _____ e chiuso alle ore _____.

La parte

La persona che ha assistito

I Prelevatori

(timbro e firma)

(firma)

(firma)

(segue a pag. 4)

Verbale Prelievo Campioni _____/_____

pag. 4

Relata di Consegna al Laboratorio A.R.P.A-PUGLIA

In data _____, alle ore _____ circa, i campioni suindicati vengono consegnati al Dipartimento Provinciale di Taranto dell'A.R.P.A.-PUGLIA, sito in Taranto alla Via Anfiteatro n. 8.

D.A.P. TARANTO

Incaricat_ ASL _____

Note: _____ _____ _____ _____

Codice identificativo LIMS
