

Il campionamento

- “Operazione di prelevamento da una massa maggiore di una parte di materiale di dimensione sufficiente alla determinazione, tale che la proporzione della proprietà misurata nel campione rappresenti, entro un limite accettabile d’errore, la proporzione della stessa proprietà nella massa d’origine.”
- Il campionamento è la prima fase pratica della procedura analitica ed è uno stadio molto importante.
- L’obiettivo del campionamento è raccogliere una porzione del materiale da analizzare abbastanza piccola, tale da poter essere trasportata e maneggiata in laboratorio. Tale porzione deve essere rappresentativa delle caratteristiche del materiale iniziale.

BASI SISTEMATICHE DI UN QUALSIASI PROGRAMMA DI CAMPIONAMENTO

1. definizione dell'obiettivo;
2. determinazione del tipo di analisi: scopo e accuratezza;
3. identificazione del tipo di campione che deve essere raccolto;
4. individuazione dei luoghi e dei punti di campionamento;
5. definizione dei parametri accessori da inserire nel programma di raccolta (ad es. temperatura dell'aria e dell'acqua, ecc.);
6. individuazione delle precauzioni di sicurezza e di igiene;
7. preparazione di un piano ottimale di prelievo (numero di campioni, tempo richiesto e durata della raccolta in relazione alla distanza ed alla accessibilità del luogo);

8. selezione di un equipaggiamento per la raccolta dei campioni e per le misure in campo;
9. individuazione delle procedure di manipolazione dei campioni, degli appropriati sistemi per il trasporto e lo stoccaggio e le catene del freddo richieste per un'adeguata conservazione;
10. considerazioni sui metodi di analisi in campo disponibili e sulla loro validità rispetto ai metodi di laboratorio,
11. condizioni operative necessarie per un immediato uso dei risultati e della loro archiviazione per utilizzi futuri;
12. la definizione del metodo di documentazione che deve essere utilizzato durante tutto il programma di campionamento.

Le procedure di custodia hanno un'importanza pari a quelle della scelta del punto di prelievo e del metodo di raccolta dei campioni (scambio di campioni!).

E' necessario:

- tenere un quaderno di campagna
- etichettare i campioni
- registrazione di tutti i campioni raccolti e identificazione di ogni contenitore con:
 - ora,
 - data,
 - nome dell'operatore,
 - numero del campione e locazione (sigla che fa riferimento ad una precisa zona indicata su una mappa).

TRATTAMENTO E CONSERVAZIONE DEI CAMPIONI

- Il tipo di contenitore usato per la raccolta del campione è di estrema importanza (plastica?, vetro?).
- si possono introdurre grandi errori durante il campionamento e lo stoccaggio, a causa del rilascio o dell'adsorbimento per esempio di metalli sulle pareti del contenitore, oppure della precipitazione di composti poco solubili.

Esempio: METALLI IN TRACCE nelle acque

I contenitori sono:

1. puliti in modo accurato con una soluzione detergente non ionica
2. risciacquati con acqua di rubinetto
3. lavati con acido diluito
4. risciacquati più volte con acqua super pura (MilliQ)
5. se di plastica, condizionati usando HNO₃ (1:1).

I campioni si preservano immediatamente dopo il prelievo, acidificandoli con acido nitrico concentrato (ad elevata purezza) fino a pH ca. 2.

Si conservano preferibilmente in frigorifero ad una temperatura compresa tra 0 e 4°C per prevenire cambi di volume in seguito all'evaporazione.

N.B.: campioni con concentrazioni di metalli dell'ordine di milligrammi/litro sono stabili anche per più di sei mesi (eccetto il mercurio). Per le parti per miliardo (ppb), i campioni vanno analizzati prima possibile.

Esempio di prelievo

Nella fase di prelievo le componenti che in generale hanno una prevalenza sulle altre sono:

1. il numero di campioni;
2. la quantità di campione;
3. il tipo di contenitori dei campioni;
4. il bianco da campo.

PROBLEMATICHE PIU' IMPORTANTI:

- Contaminazione
- Perdita analiti
- Reazioni indesiderate

Esempi:

- METALLI: polietilene (il vetro rilascia o adsorbe metalli: per es. Na o Si)
- ORGANICI: meglio utilizzare il vetro
- VOLUME GAS SOPRA IL LIQUIDO: NON lasciarne se ho composti volatili o gas da analizzare; SI, in generale, per facilitare il mescolamento prima dell'analisi