

APPENDICE A CAMPIONAMENTO DI GAS INTERSTIZIALI (SOIL GAS SURVEY) IN MODALITÀ ATTIVA

Autori

Madela Torretta, Sara Puricelli (ARPA Lombardia - Coordinamento del documento)

Gruppo di Lavoro 9 Bis – Sottogruppo 1 “Campionamento”

Antonella Vecchio (ISPRA)

Lucina Luchetti (ARTA Abruzzo)

Fabrizio Cacciari, Adele Lo Monaco, Maria Grazia Scialoja, Renata Emiliani (ARPAE Emilia Romagna)

Lucrezia Belsanti, Daniela Fanutza, Maurizio Garbarino (ARPA Liguria)

Paolo Fornetti, Cristina Bertello, Maurizio Di Tonno (ARPA Piemonte)

Federico Fuin (ARPA Veneto)

Ringraziamenti

Giuseppe Del Carlo (ARPAE Emilia Romagna),

Laura Clerici, Antonietta De Gregorio, Mauro Scaglia (ARPA Lombardia)

Maria Radeschi (ARPA Piemonte)

Gianni Formenton, Giorgia Giraldo (ARPA Veneto)

Simona Berardi (INAIL)

INDICE

A1	ACRONIMI	3
A2	PREMESSA	4
A3	TIPOLOGIE	5
A3.1	Campionamento attivo	5
A3.2	Campionamento passivo	5
A4	REALIZZAZIONE DELLE SONDE	7
A4.1	Esecuzione delle sonde di campionamento	7
A4.2	Profondità di campionamento	8
A5	TEMPI DI EQUILIBRIO	11
A6	SPURGO DEL SISTEMA	12
A7	ACCORGIMENTI E CONTROLLI DA ATTUARE NEL CORSO DELL'INDAGINE	13
A7.1	Tenuta del sistema	13
A7.2	Umidità	13
A7.3	Registrazione parametri fisici dei soil gas	14
A8	CAMPIONAMENTO	16
A8.1	Campionamento con canister	16
A8.2	Campionamento con fiale	16
A8.2.1	Indicazioni generali	16
A8.2.2	Parametri di campionamento	17
A8.2.3	Processamento dei campioni	19
A8.2.4	Campionamenti in serie o su più linee	19
A8.2.5	Fiale di bianco di campo e custodia	20
A9	VERIFICHE DEL CORRETTO MONITORAGGIO	21
A9.1	Verifiche pulizia supporto	21
A9.2	Contraddittorio	21
A10	ELABORAZIONE DEI DATI ACQUISITI	23
	BIBLIOGRAFIA	25

A1 ACRONIMI

AdR:	Analisi di Rischio
C:	Concentrazione
CSC:	Concentrazione Soglia di Contaminazione
CSR:	Concentrazione Soglia di Rischio
DS:	Desorbimento con Solvente
DT:	Desorbimento Termico
Δt:	Durata del campionamento
LOQ:	Limite di Quantificazione
LR:	Limite di Rilevabilità
M:	Massa rilevata sulle fiale adsorbenti
PM:	Peso Molecolare
Q:	Portata di campionamento
V:	Volume di aria campionato
VOC:	Volatile Organic Compound (Composto Organico Volatile)

A2 PREMESSA

Lo scopo del presente documento è la definizione delle modalità di installazione delle sonde per il campionamento di soil gas (gas interstiziali nel sottosuolo) e di esecuzione del relativo monitoraggio in siti potenzialmente inquinati o contaminati da composti volatili/semivolatili, al fine di fornire una procedura uniforme sull'intero territorio nazionale, eseguita da soggetti differenti e controllata dalle diverse Agenzie/Istituti territorialmente competenti.

Il rilievo dei soil gas può avere diverse finalità:

- essere di supporto ad altre tecniche di indagine;
- in fase di investigazione iniziale essere utile per rilevare la presenza sul sito di contaminanti volatili e per effettuare una preliminare mappatura della contaminazione nel terreno e/o nelle acque sotterranee, anche qualitativa, allo scopo di finalizzare al meglio i campionamenti della successiva fase di caratterizzazione;
- in fase di caratterizzazione finalizzata all'implementazione o revisione dell'Analisi di Rischio (AdR), per valutare il potenziale impatto sul recettore umano dovuto alla via di esposizione "inalazione vapori";
- in fase di bonifica per verificare, in corso d'opera, l'efficacia degli interventi.

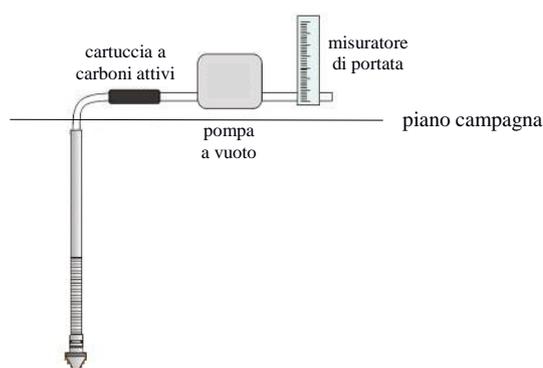
A3 TIPOLOGIE

È possibile acquisire campioni di gas interstiziali secondo due modalità, attiva e passiva, come descritto di seguito. Le indicazioni riportate nella presente appendice fanno riferimento alla modalità di campionamento attiva.

A3.1 Campionamento attivo

Il campionamento attivo si realizza captando i soil gas dal terreno per mezzo di un sistema aspirante. Il prelievo può essere effettuato in modalità diretta, raccogliendo un campione di aria in idonei contenitori (ad esempio i canister, le vacuum bottle,...), oppure in modalità indiretta per ad-/as-sorbimento dell'inquinante su un opportuno substrato (ad esempio fiale a desorbimento con solvente, fiale a desorbimento termico) abbinato ad un sistema di aspirazione che deve essere adeguatamente regolato e controllato; per questi supporti l'inquinante ad-/as-sorbito viene recuperato, una volta in Laboratorio, per desorbimento (termico o con solvente, a seconda dei casi) e avviato all'analisi quali-quantitativa strumentale. Un esempio di realizzazione di tale sistema di monitoraggio è riportato in Fig. 1.

Figura 1 – Schema del sistema di campionamento indiretto di soil gas in modalità attiva



I sistemi di campionamento attivi permettono di stimare quantitativamente il contenuto delle sostanze ricercate nei gas interstiziali, possono essere abbinati a sonde di diversa profondità al fine di ricavare il profilo verticale della contaminazione, e permettono di prelevare ed analizzare molti campioni in un giorno. Tuttavia, come svantaggio, necessitano dell'installazione di sistemi di estrazione dei gas interstiziali e non sono utilizzabili in terreni con bassa permeabilità (indicativamente con valori inferiori a 10^{-6} m/sec) o con elevato tenore di umidità il cui valore è funzione della granulometria del terreno a causa della carenza di vuoti interconnessi nella matrice solida.

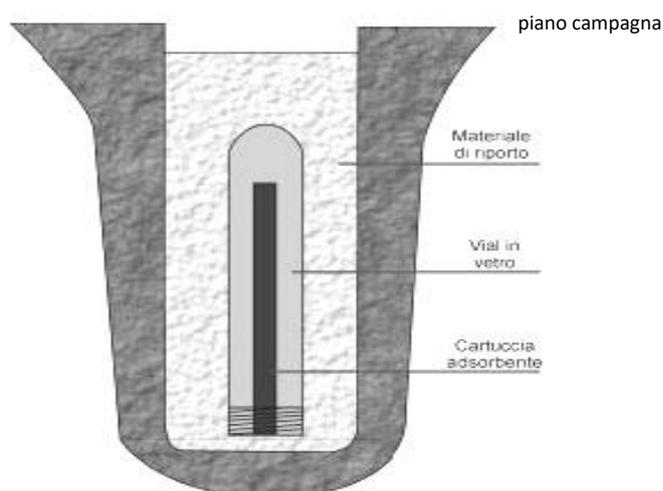
A3.2 Campionamento passivo

Con il campionamento passivo gli analiti di interesse vengono raccolti mediante trappole di materiale ad-/as-sorbente che possono essere alloggiati in perfori praticati nel terreno a profondità dell'ordine di 1 m o, per profondità superiori, all'interno di sonde costituite del tutto o in parte di materiali permeabili ai vapori. I campionatori sono in genere costituiti da vial in vetro contenente un materiale adsorbente (resine polimeriche o carbonatiche) sigillato all'interno di una membrana in politetrafluoroetilene (PTFE) porosa, che consente ai vapori contaminanti di migrare dagli interstizi del terreno al materiale adsorbente, bloccando al contempo le particelle di terreno e l'acqua eventualmente presente. Le trappole sono raccolte

dopo un periodo di tempo sufficientemente lungo e l'inquinante ad-/as-sorbito viene recuperato per desorbimento ed analizzato in laboratorio.

I sistemi passivi sono caratterizzati da semplicità e rapidità di installazione, non richiedono una particolare manutenzione, comportano un minimo disturbo alle caratteristiche del sottosuolo e possono essere utilizzati anche in terreni poco permeabili e/o con tenori elevati di umidità, tuttavia presentano elevati rischi di subire fenomeni di saturazione (*breakthrough*), retrodiffusione o "svuotamento" dei pori (effetto *starvation*, ovvero un iniziale eccessivo adsorbimento in corrispondenza della zona campionata, che porta ad alterare l'equilibrio di fase e ad una sottostima delle concentrazioni attese nel soil gas). Ad oggi, per i sistemi commercializzati, danno spesso solo informazioni di tipo qualitativo o al più semi-quantitativo; i risultati sono infatti in genere espressi come quantità di contaminante rilevato da ogni campionatore e non come concentrazione di contaminante, essendo difficilmente quantificabile la portata effettiva di gas presente in un mezzo poroso che entra in contatto con il materiale adsorbente. Ulteriori dettagli sono riportati nell'Appendice C, redatta a cura dell'Università degli studi di Roma "Tor Vergata" che sta sperimentando, in un gruppo di ricerca più esteso, un sistema per restituire una stima quantitativa della concentrazione di VOC nei gas interstiziali anche con tali sistemi.

Figura 2 – Schema sistema di campionamento soil gas in modo passivo



A4 REALIZZAZIONE DELLE SONDE

A4.1 Esecuzione delle sonde di campionamento

Nel campionamento attivo la sonda è costituita da un tubo inserito nel terreno insaturo, fessurato nel tratto inferiore per consentire l'aspirazione ed il trasporto dei gas fino alla superficie.

Possono essere predisposte postazioni temporanee o permanenti (ricampionabili) in relazione alla finalità del monitoraggio: nei casi in cui sia necessario garantire la ripetibilità del campionamento nell'arco dell'anno (ad esempio per i rilievi effettuati in fase di caratterizzazione finalizzata all'applicazione dell'AdR) è utile posizionare delle sonde fisse; nella fase di indagine iniziale può invece essere più opportuno installare postazioni temporanee.

Queste ultime si realizzano, ad esempio mediante metodi *direct-push*, infiggendo nel terreno un'asta cava fino alla profondità predeterminata, nella quale viene calata la sonda per il prelievo dei soil gas. Successivamente l'asta cava viene estratta per esporre la sonda ai gas interstiziali. Dopo la raccolta del campione la struttura viene rimossa.

Per l'installazione delle sonde permanenti o semipermanenti non si consigliano i metodi di perforazione con rotazione a fluido, ad aria (per esempio a risucchio) o sonici, perché possono perturbare eccessivamente il mezzo poroso costituito dal terreno, sia durante che dopo la perforazione, e quindi compromettere gli esiti del monitoraggio, richiedendo pertanto un tempo di riequilibrio lungo prima del campionamento. Laddove, per motivi di sicurezza fosse necessaria l'esecuzione di scavi a risucchio (per es. presso PV carburanti) si ritiene accettabile tale modalità di scavo purché la fenestrazione delle sonde installate vada ad interessare profondità superiori alla quota del fondo foro di installazione e venga adeguatamente ripristinato e compattato il materiale movimentato.

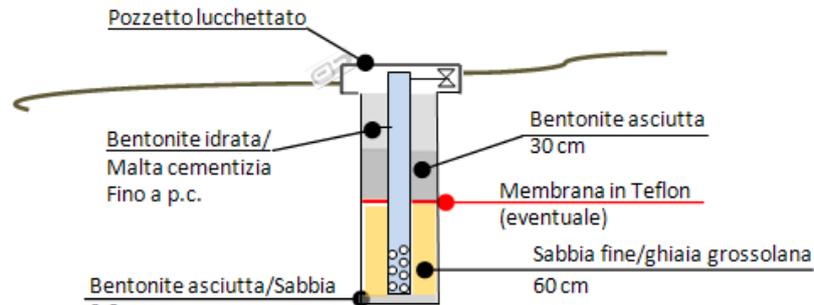
Il foro viene condotto fino a qualche cm (indicativamente circa 5-10 cm) al di sotto della quota della base della zona di campionamento desiderata, viene quindi posto del ghiaietto (per uno spessore indicativo di 10-30 cm) o della bentonite non idrata per drenare il fondo e non aspirare piccole particelle di particolato, e successivamente installata alla base la sonda di prelievo di diametro compreso tra 3 e 6,3 mm fino ad un massimo di 19 mm (tra 1/8" e 1/4", al più 3/4") (ASTM D7663, CalEPA 2015), fessurata per circa 20-30 cm (ASTM D7663) in funzione della collocazione, in profondità, di tale tratto fenestrato. In generale si suggerisce una fenestrazione di 30 cm per sonde che hanno la metà della zona fenestrata a profondità superiori a 1,5 m da p.c.. Non sono comunque idonee fenestrazioni superiori ai 50 cm (ISO 18400-204, 2017). Si osserva che lo spessore del tratto filtrante consente di mettere in relazione i risultati ottenuti dal campione di soil gas con la profondità del punto di prelievo.

Si segnala che scegliere diametri ridotti sfavorisce il rimescolamento dell'aria all'interno della linea di campionamento richiedendo un minore volume d'aria di spurgo, mentre i diametri di dimensioni maggiori sono indicati per terreni tendenzialmente più umidi o fini (CalEPA, 2015), comunque compatibili con la tipologia di campionamento attivo.

Viene quindi posto del dreno (sabbia grossolana o ghiaietto di granulometria adeguata tale da non intasare la zona fenestrata) fino a circa 30 cm al di sopra della zona fessurata, segue uno strato di bentonite granulare non idrata per i primi 30 cm sopra il dreno (per evitare che quella liquida occupi le porosità del dreno), eventualmente separata da una membrana di PTFE, ed infine bentonite idrata o miscela cementizia fino a piano campagna.

In Figura 3 si riporta un esempio di schema del materiale di riempimento da utilizzare nell'intercapedine foro di sondaggio – sonda.

Figura 3 – Esempio di installazione del materiale di completamento impiegato tra la sonda di soil gas ed il foro di installazione della stessa



Per ogni tipo di sonda (anche temporanea) al fine di evitare richiamo di aria ambiente durante la fase di aspirazione dei gas interstiziali, si dovrà prevedere di sigillare, con molta cura, la testa dei pozzetti con miscele bentoniche/cementizie.

Il tratto dalla parte sommitale della sonda alla superficie dovrebbe essere chiuso ermeticamente (con tappi a pressione/a sfera o rubinetti a vite) per prevenire le infiltrazioni. Le sonde devono essere adeguatamente contrassegnate in superficie per individuare la loro posizione e la loro profondità nel tempo e da diversi operatori.

A4.2 Profondità di campionamento

Le quote di campionamento devono essere valutate in relazione alle caratteristiche litologiche e idrologiche dell'area nonché alla profondità della sorgente di contaminazione. Per tale ragione è importante valutare preventivamente la profondità della falda eventualmente anche attraverso indagini dirette pre-monitoraggio. La profondità di campionamento deve essere scelta in modo tale da minimizzare gli effetti dovuti alle variazioni di pressione, di temperatura, alla velocità del vento a p.c. ed al richiamo di aria ambiente nel terreno, tenendo conto anche delle sostanze chimiche di interesse e della litologia del terreno (nel caso di composti clorurati, per esempio, compatibilmente con le condizioni idro-geologiche locali è consigliabile considerare profondità elevate). Sulla base di queste informazioni è possibile determinare le profondità di campionamento che devono avvenire sempre nel non saturo, preferibilmente a non meno di 1-1,5 m dal piano campagna (ASTM D7663, CalEPA 2015, ISO 18400-204 2017) e comunque almeno 1 m sopra il livello massimo del livello freaticometrico, in generale fra il top della sorgente ed il piano campagna. Nel caso di siti con soggiacenza bassa, prossima alla quota delle sonde di soil gas, dovrà essere valutata la fattibilità di installazione in funzione dell'umidità (che deve essere inferiore, indicativamente al 70% nei soil gas aspirati da tale quota) e comunque riportato nel verbale di campionamento il dato relativo alla soggiacenza della falda.

Qualora la sorgente secondaria sia ubicata entro il primo metro dal piano campagna si può valutare se effettuare un rilievo di soil gas all'interno della sorgente stessa o prevedere altri tipi di tecniche di monitoraggio, dandone evidenza nella proposta di indagine.

Indicativamente la sonda di prelievo andrà allocata, osservando le indicazioni precedenti, nel primo strato omogeneo non rimaneggiato/alterato rinvenuto da piano campagna.

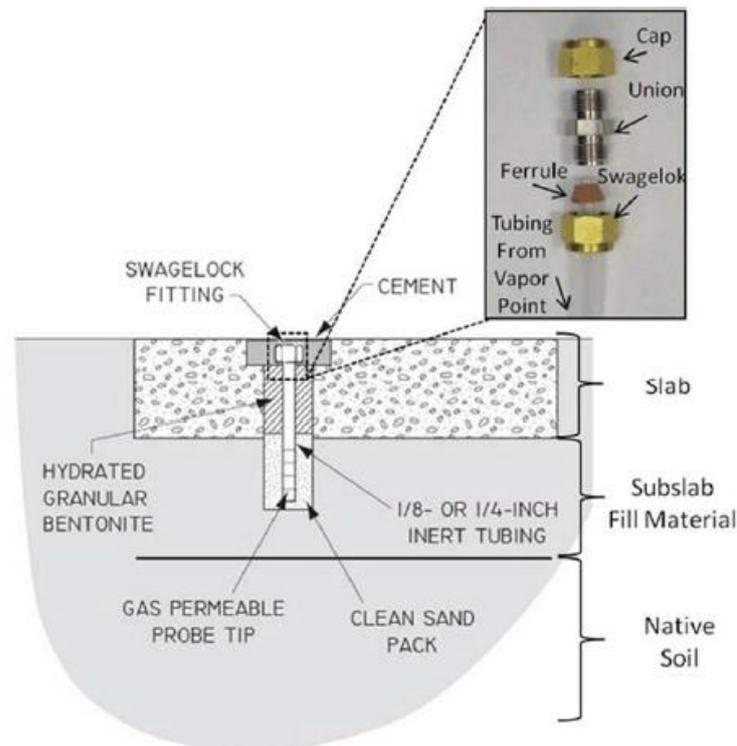
Anche in presenza della matrice materiale di riporto si ritiene ugualmente possibile procedere con l'installazione delle sonde.

Nei casi in cui, per motivi naturali (litologia) o artificiali (pozzi, sorgenti, ecc.), si hanno condizioni di disomogeneità del terreno, si raccomanda di svolgere campionamenti a diverse profondità del non saturo. Si osserva che, in linea generale, i dati relativi alle sonde più superficiali possono presentare una maggiore variabilità temporale per effetto di una maggiore

efficacia dei processi biodegradativi aerobici e dell'influenza degli agenti atmosferici, ma essendo più vicini al recettore danno risultati più reali, meno conservativi. I valori di concentrazione dei VOC misurati nei campioni superficiali risultano, infatti, tendenzialmente inferiori ai valori misurati nei campioni profondi, poiché i vapori, giunti in prossimità della superficie del terreno (ove le concentrazioni di ossigeno e sostanza organica sono più elevate), hanno già subito, durante il loro percorso attraverso la zona vadosa, processi diffusivi e di biodegradazione. Talvolta campionamenti profondi sono invece opportuni per valutare la stima di vapori, per lo scenario futuro, in ingresso a locali interrati di futura realizzazione. I campionamenti profondi presentano invece bassa variabilità temporale e concentrazioni più elevate, ma spesso è difficile valutare in maniera sito-specifica fenomeni di trasporto quali la diffusione, la dispersione e la biodegradazione. E' possibile inoltre realizzare sonde multilivello, che prelevano a diverse profondità, utili per poter ricostruire dei profili verticali e dare evidenza di eventuali fenomeni di biodegradazione.

Quando la soggiacenza della falda non consente l'installazione di sonde tradizionali (profondità < 1 m) oppure qualora sia necessario attuare verifiche in ambienti indoor nei quali la realizzazione di *nesty probe* sarebbe difficilmente praticabile, è possibile ricorrere all'installazione di sonde sotto soletta, *sub slab probe*, (Fig. 4) della profondità generalmente tra 10 cm e 1 m. L'installazione di tali sonde non può prescindere dalla presenza di una soletta di cemento di adeguata estensione ed integra al fine di escludere cortocircuitazioni di aria dalla superficie. Nel caso di presenza di un vespaio/strato drenante è possibile realizzare sonde di 1 m al di sotto di tale strato drenante. In alternativa è possibile acquisire campioni di soil gas indicativamente a 1,5 m (fino a un massimo di 3 m) dalle pareti delle strutture (esternamente alle stesse), *near slab probe*, ad una profondità analoga a quella delle fondazioni (è inoltre possibile collocarle ad una distanza variabile tra 2÷10 m dalle pareti delle strutture ad una profondità superiore alla metà della distanza tra le fondazioni e la sorgente).

Figura 4 – Schema di sonda sotto soletta



Le sonde sottosoletta devono ovviamente attraversare la soletta ed attestarsi per il campionamento al di sotto di essa. Le sonde sono posizionate in funzione delle dimensioni della soletta ed alla tipologia e posizione della contaminazione, ed in generale, per il monitoraggio indoor, si suggerisce di allontanarsi dalle pareti esterne al fine di evitare intrusioni di aria dalla superficie.

Successivamente all'installazione, in corrispondenza di ogni punto, deve essere eseguito un test di tenuta con mezzi meccanici ai fini della verifica dell'assenza di fenomeni di cortocircuitazione che può essere eseguito collegando la sonda ad una pompa di prelievo per aria, riempiendo l'area attorno alla sonda con acqua e verificando, una volta accesa la pompa, che il livello dell'acqua rimanga tale e/o che non si formino delle bolle, parimenti possono essere eseguiti test indiretti mediante la misura di O_2 e CO_2 , verificando che non si abbia un incremento delle concentrazioni di O_2 ed una diminuzione di CO_2 .

Per le sonde sottosoletta (ad es. VaporPin®, Fig. 5) sono necessari minimi volumi di spurgo a causa del piccolo volume di aria contenuto. In particolare lo spurgo può coincidere con le misure preliminari di VOC e gas a stabilizzazione dei parametri.

Figura 5 – Installazione di Vapor Pin ®.



Si deve prestare attenzione che i materiali che costituiscono la linea di campionamento non interagiscano con la sostanza da controllare (sia in termini di ad/as-sorbimento che di dispersione per diffusione). Si suggeriscono materiali (indicativamente riportati in ordine di preferenza) come politetrafluoroetilene (PTFE, teflon, Fluon, Hostaflon), acciaio inossidabile (non adeguato in presenza di idrogeno solforato ed in linea di massima poco adatto per il campionamento di mercurio), poliarileterchetone (PEEK), rilsan, rame, nylaflo (non per campionare naftalene), nylon o chemfluor. Sono sconsigliati tubi in polietilene (per esempio LDPE), silicone, neoprene, gomma o PVC (soprattutto in presenza di composti clorurati) in quanto permeabili ai gas o costituiti da materiali potenzialmente adsorbenti i contaminanti (ISO 18400-204, 2017). Per i collegamenti, da realizzare necessariamente con materiale morbido, si dovrebbero usare tubi in tygon mantenendo comunque al minimo la loro lunghezza (indicativamente minore di 10 cm, cfr ASTM D7663). Si deve inoltre cercare di mantenere la lunghezza dei tubi di campionamento al minimo possibile, indicativamente pari ad 1 m (ISO 18400-204, 2017).

Dopo ogni utilizzo, tutti i componenti riutilizzabili devono essere adeguatamente decontaminati tramite 3 fasi di lavaggio e risciacquo (per esempio un lavaggio con un detergente, un risciacquo con acqua di rubinetto ed infine un risciacquo con acqua distillata) e/o con un processo di pulizia con vapore. In alternativa è consigliabile usare tubi monouso.

A5 TEMPI DI EQUILIBRIO

Le operazioni di installazione della sonda alterano le condizioni del sottosuolo. Al fine di permettere un riequilibrio delle condizioni iniziali si raccomanda di condurre le prove di spurgo di volume, le prove di tenuta ed il campionamento dei gas, alcune ore (indicativamente 12 ore) dopo l'installazione della sonda per le sonde installate direttamente nel terreno con tecniche *direct push*, 48 ore per quelle installate con metodi di perforazione (a rotazione o percussione) e almeno 7 giorni in caso di trincee/prescavi. L'ora di installazione della sonda deve essere registrata nel report di campo.

A6 SPURGO DEL SISTEMA

Al fine di garantire la rimozione di aria stagnante o di aria ambiente dal sistema di campionamento e per assicurare la rappresentatività dei campioni raccolti, prima di iniziare le operazioni di campionamento dei soil gas, si deve prevedere lo spurgo di adeguati volumi d'aria. Il volume di spurgo condiziona la rappresentatività del successivo campione: se eccessivo potrebbe aumentare il raggio di influenza del campionamento ed incrementare il rischio di esaurire il contaminante nell'intorno del punto di prelievo, in quanto il campionamento avviene subito a valle dello spurgo e questo non consente di garantire il tempo di riequilibrio tra solido-liquido e gas.

Il volume di spurgo da applicare è calcolato come 1-3 volte (tipicamente 2, meglio 3 per diametri della sonda maggiori di 1/2") il volume morto del sistema, definito come la somma del volume interno del tubo della sonda di campionamento, del volume interno dei tubi usati per le connessioni fuori terra (inclusi eventuali gorgogliatori/impinger, cfr § A7.2) e lo spazio vuoto dei pori di dreno attorno alla punta della sonda e della bentonite non idrata. Da tale valore bisogna sottrarre il volume di gas aspirato dal sensore per la determinazione di ossigeno / anidride carbonica ed eventualmente VOC effettuato pre e post-spurgo ($V_{\text{misura biogas}}$) pre-campionamento e per tal fine è necessario avere a disposizione la scheda tecnica di tale sonda riportante la portata di aspirazione.

La portata adottata nello spurgo deve essere preferibilmente pari a quella di campionamento e comunque non superiore al doppio di quella di campionamento.

In presenza di terreni a matrice fine o in condizioni di ridotta permeabilità del suolo bisogna porre particolare attenzione alla procedura limitando i volumi aspirati. In tal caso si raccomanda di spurgare al massimo 2 volte il volume morto del sistema e, nel caso di volumi ridotti, lo spurgo potrà essere completato utilizzando la strumentazione automatica da campo per le misure dei parametri caratteristici (O_2 , CO_2 , VOC).

A titolo esemplificativo e per chiarezza si riporta una formula utile per definire il tempo di spurgo, con i simboli indicati in Fig. 6, raffigurante la base della sonda di campionamento:

$$\Delta t_{\text{spurgo}} = \frac{n_{\text{spurgo}} \cdot \left[L \cdot \frac{\pi}{4} \cdot d^2 + L_{\text{connessioni}} \cdot \frac{\pi}{4} (d_{\text{tubo}})^2 + V_{\text{impinger}} + \theta \cdot \left(L_{\text{dreno base}} \cdot \frac{\pi}{4} \cdot (D^2 \cdot d^2) \right) \right] - V_{\text{misura biogas}}}{Q_{\text{spurgo}}} \quad (1)$$

Figura 6 – Schema elementi rientranti nel calcolo del volume di spurgo



A7 ACCORGIMENTI E CONTROLLI DA ATTUARE NEL CORSO DELL'INDAGINE

A7.1 Tenuta del sistema

Il verificarsi di perdite lungo la linea di campionamento può alterare il risultato, portando ad una sottostima delle concentrazioni reali a causa di una diluizione dei campioni di gas per l'intrusione di aria ambiente o a possibili contaminazioni dei campioni con inquinanti esterni. I potenziali punti di accesso di aria ambiente sono: le connessioni (tubazioni, valvole, connettori, giunzioni) del sistema di campionamento, la sigillatura di bentonite in superficie posta intorno al tubo di prelievo e la testa della sonda temporanea di campionamento.

Si suggerisce di effettuare un test di mantenimento del vuoto sulla linea/delle giunture di campionamento (*shut-in test*) da effettuare secondo le seguenti procedure: installazione di un manometro sull'apparato da testare, chiusura della valvola/rubinetto in testa alla sonda di soil gas, applicazione tramite pompa, ad un'estremità dell'apparato da testare, di una depressione minima di 2,5 kPa e successiva chiusura della valvola, verifica dell'assenza di perdite monitorando nel tempo le variazioni nella depressione indotta all'interno dell'apparato. Indicativamente riduzioni fino al 5% nei valori di pressione/depressione indotte nell'apparato di campionamento, osservate nei 5 minuti successivi allo spegnimento della pompa, sono ritenute accettabili.

E' comunque sempre necessario svolgere almeno il seguente test sulla linea fuori terra, bloccando con la mano l'ingresso della linea di aspirazione non ancora collegata alla sonda e verificando lo sforzo della pompa aspirante attiva.

È opportuno inoltre eseguire delle prove di tenuta delle sonde (*leak test*) per determinare se sono presenti delle perdite, sia di tipo speditivo che tramite l'uso di traccianti (in alternativa o ad integrazione dei precedenti).

Per test speditivo si intende il monitoraggio di ossigeno e di anidride carbonica e, se rilevati in quantitativi significativi VOC, presenti nei gas interstiziali prima/dopo lo spurgo e dopo il campionamento: un incremento significativo della concentrazione di ossigeno e/o una diminuzione significativa del tasso di anidride carbonica o dei VOC possono essere indicatori di un'avvenuta diluizione per aspirazione di aria ambiente (CalEPA, 2015).

La verifica di tenuta del sistema può essere accertata anche tramite l'impiego di traccianti che devono avere caratteristiche tali da non interferire con la determinazione analitica delle sostanze ricercate nei soil gas e devono sempre essere attentamente valutati e supportati da materiale bibliografico di valore scientifico riconosciuto, al fine di scongiurare potenziali contaminazioni del sistema di campionamento. Si possono utilizzare sia traccianti liquidi, come alcool propilico o difluoroetano, che gassosi, come esafluoruro di zolfo (CalEPA 2015) o elio (ITRC 2007). I traccianti utilizzati vengono distribuiti a piano campagna in prossimità della testa del pozzo sigillata: quelli gassosi vengono introdotti in un contenitore che copre la parte superficiale della linea di campionamento, quelli liquidi invece vengono in genere utilizzati per impregnare dei panni che vengono poi disposti intorno alle giunture della linea di campionamento ed intorno alla sonda stessa in corrispondenza della superficie del terreno. La rilevazione nel campione di soil gas prelevato della sostanza impiegata come tracciante mostra una non perfetta tenuta del sistema.

A7.2 Umidità

Si deve prestare attenzione che i tubi di collegamento siano puliti ed asciutti durante le operazioni di prelievo del gas dal sottosuolo, prevedendone la sostituzione qualora si dovesse osservare la presenza di umidità.

Tra tubicino e sistema di raccolta è opportuno inserire un sistema di filtrazione della condensa, come un filtro in PTFE (indicativamente con pori da 0,45 µm, da considerare come materiale di campionamento a perdere) che presenta il vantaggio di non adsorbire gli inquinanti organici, essere idrofobico e raccogliere l'eventuale particolato aspirato; in alternativa è possibile adottare sistemi di separazione della condensa (per esempio un gorgogliatore/impinger di materiale inerte, come vetro o PTFE, immerso in un bagnetto refrigerato) che deve essere analizzata se presente in quantitativi significativi; a tal fine si suggerisce di munirsi di piccole vial di vetro con setto forabile di PTFE per eventuale raccolta (il volume minimo analizzabile dipende dalla tecnica analitica utilizzata dal proprio laboratorio di riferimento). Questi accorgimenti sono in particolare rilevanti in presenza di terreno a granulometria fine e di falda sub-affiorante perché la presenza di condensa sul sistema di campionamento potrebbe essere causa di invalidazione del processamento analitico dello stesso.

A7.3 Registrazione parametri fisici dei soil gas

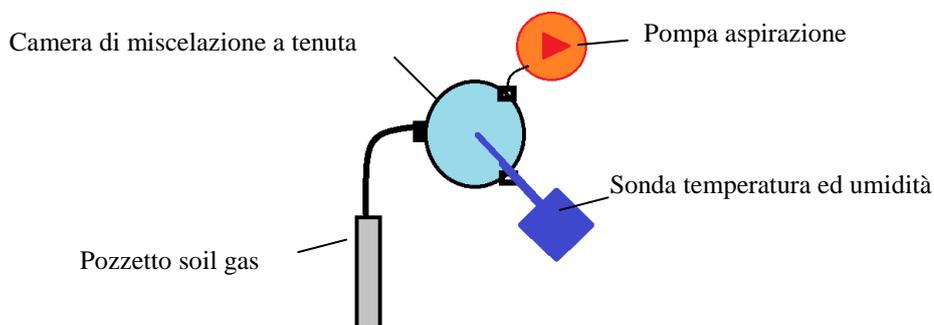
È sempre necessaria la registrazione della concentrazione di ossigeno ed anidride carbonica (eventualmente anche metano) tramite rilevatore portatile di gas leggeri, e se presenti in quantitativi significativi si suggerisce anche dei composti organici volatili complessivi tramite PID ad elevata sensibilità, dell'ordine dei ppb (CalEPA 2015) per la valutazione qualitativa dei gas interstiziali e per le prove di tenuta (cfr § A7.1). È possibile effettuare misure in linea, avendo l'accortezza di ridurre il più possibile il volume di gas prelevato, o raccogliere il gas in una sacca ed effettuare su quella delle misure, collegandola alla sonda.

Si suggerisce di registrare inoltre i valori di temperatura, pressione e se possibile umidità dei gas interstiziali per ogni punto di prelievo al termine del campionamento (in modo da non alterare il campione acquisito ai fini della analisi chimiche), e pertanto è richiesta la disponibilità di un termometro, di un manometro ed eventualmente di un igrometro.

Per la pressione si può considerare quella ambiente in quanto l'aumento di pressione legato all'aspirazione del campione è irrisorio rispetto alla pressione barometrica (cfr § A8.2.1). Tale valore è da registrare più volte, indicativamente ogni ora, durante il monitoraggio.

Per la misura della temperatura (ed eventualmente dell'umidità), poiché le sonde comunemente utilizzate per il monitoraggio dell'aria ambiente non hanno una forza di aspirazione, si suggerisce di adottare un deviatore a tre vie o una camera di miscelazione a tenuta (Fig. 7) di volume il più possibile limitato (indicativamente con volume minore di 0,5 l), collegata da una parte al pozzetto di soil gas e da un'altra ad una pompa in aspirazione, in cui inserire le sonde di temperatura e di umidità come da figura seguente.

Figura 7 – Schema sistema per misurare umidità e temperatura dei soil gas



In alternativa, per la sola misura della temperatura, considerando che comunque i vapori da terreno vengono alterati, come temperatura durante il loro assaggio nella linea fuori terra, è possibile utilizzare il dato di temperatura ambiente registrato più volte, indicativamente ogni ora, durante il monitoraggio.

I dati di pressione, temperatura ed umidità dei gas sono utili per confrontare dati di diverse campagne di monitoraggio trasformando i dati di concentrazione ricavati dai campionamenti in modo standardizzato.

Nello specifico la concentrazione misurata (nelle condizioni di pressione temperatura e umidità dei gas interstiziali registrati durante il campionamento, ovvero P_{misurata} , T_{misurata} e U_{misurata}) viene ricondotta alle condizioni standard (pressione di 1 atm, pari a 101325 Pa, temperatura di 298,15 K, pari a 25 °C e senza umidità), utilizzando la seguente formula:

$$C_{\text{s tan dard sec ca}} = \frac{C_{\text{misurata}} \cdot \frac{T_{\text{misurata}}}{T_{\text{s tan dard}}} \cdot \frac{P_{\text{s tan dard}}}{P_{\text{misurata}}}}{1 - \frac{U_{\text{misurata}}}{100}} \quad (2)$$

dove la temperatura deve essere espressa in K (pari a 273,15 + temperatura indicata in °C) e l'umidità deve essere espressa in percentuale v/v.

Spesso la trasformazione relativa all'umidità viene trascurata per la difficoltà di acquisire dei dati significativi relativi a tale parametro e pertanto viene considerata la formula (2) considerando U_{misurata} pari a 0.

Si fa presente, però, che ai fini della valutazione del rischio a partire dalle misure di soil gas, come indicato nel documento “Procedura operativa per la valutazione e l'utilizzo dei dati derivanti da misure di gas interstiziali nell'analisi di rischio dei siti contaminati”, tale standardizzazione non è necessaria in quanto si fa riferimento al dato tal quale.

Tutta la strumentazione sopra citata deve essere adeguatamente gestita e tarata garantendone la tracciabilità.

A8 CAMPIONAMENTO

Come accennato al § 2.1 l'acquisizione del campione, in modalità attiva, può avvenire:

- a) mediante raccolta di un fissato volume di aria in un idoneo contenitore (canister, vacuum bottle) definiti in funzione del tempo di conservazione del campione, della dotazione strumentale del laboratorio di analisi e dell'analita di interesse;
- b) per ad-/as-sorbimento dell'inquinante su un opportuno substrato (fiale, gorgogliatore, puf, schiuma) definito in funzione dell'analita di interesse. Più comunemente vengono utilizzate fiala a Desorbimento con Solvente (DS) (quali a carbone attivo, carbon sieve, XAD-2, gel di silice, florisil...), fiala ad attacco acido (es. hopcalite per mercurio) o fiala a Desorbimento Termico (DT) (a strato unico o multisorbent).

A8.1 Campionamento con canister

Ogni canister impiegato durante il campionamento deve essere pulito, posto sottovuoto a pressione inferiore a circa 0,05 mm Hg secondo corretta procedura, a cura del Laboratorio di riferimento che deve essere in grado di consegnare il tracciato cromatografico e/o certificato analitico attestante lo stato di pulizia. E' consigliabile aspirare ad una portata tra 0,5 e 80 ml/min e di svolgere un campionamento mediato nel tempo, tramite l'utilizzo di appositi ugelli regolatori (restrictor), in funzione del volume del canister (per una durata indicativa di circa 1÷6 ore) per essere rappresentativi di una condizione media dei soil gas. Nel caso in cui il canister a fine campionamento dovesse evidenziare una depressione residua non bisogna assolutamente scollegare il canister dalla linea di campionamento, senza avere prima chiuso il rubinetto, per annullarla (si introdurrebbe infatti aria ambiente che altererebbe il campione), ma tale depressione residua deve essere segnalata nel verbale di campionamento.

E' comunque, opportuno terminare il campionamento lasciando nel canister (in acciaio o in vetro) una leggera depressione, pari indicativamente a 50÷100 mm Hg (CalEPA, 2015).

Il campionamento può essere realizzato anche con canister in vetro (*vacuum bottle*), che consentono, in caso di concentrazioni di COV elevate, superiori ai 5 ppm, procedure di pulizia più agevoli dei campionatori stessi.

Si tratta di bottiglie in vetro inertizzato poste sottovuoto, con capacità, in genere, non superiori ad 1 litro, chiuse con una valvola a spillo. La valvola si apre automaticamente nel momento in cui le bottiglie sono collegate ad un'apposita linea di campionamento, la quale può essere composta da diversi moduli, fra i quali devono essere presenti almeno un manometro ed un riduttore di flusso. Le *vacuum bottle* sono adatte ai casi in cui sia necessario ridurre i volumi aspirati e/o la durata del campionamento. Si raccomanda, comunque, di adottare portate di campionamento non superiori a 50 ml/min, meglio a 10 ml/min per garantire il campionamento con un tempo rappresentativo.

A8.2 Campionamento con fiale

A8.2.1 Indicazioni generali

Le fiale di campionamento devono essere collegate in modo opportuno al sistema di aspirazione (pompa o campionatore personale da collocare a valle della fiala), secondo la direzione di flusso indicata sulle stesse tramite una freccia.

Per evitare lo strappaggio delle sostanze e/o il richiamo di aria ambiente si raccomanda di settare una portata (Q) bassa, indicativamente tra 0,02 l/min e 2 l/min (ISO 18400-204, 2017) in funzione degli analiti da ricercare, del tipo di fiala collegata (differente per esempio per fiale a Desorbimento Termico e per quelle a Desorbimento con Solvente; queste ultime possono inoltre avere diverse dimensioni -small, medium, large, jumbo- con specifiche

riportate sulla scheda tecnica delle fiale stesse) e dei metodi di campionamento ed analitici validati che verranno utilizzati, con valore consigliato inferiore a 0,5 l/min. È opportuno avere a disposizione le schede tecniche delle fiale per verificare la compatibilità del mezzo di campionamento con gli analiti da ricercare e delle metodiche di campionamento/analisi, che giustifichino la scelta della portata adottata in funzione degli analiti ricercati, ed in particolare per i composti molto volatili (come i clorurati) che richiedono in genere portate più basse (indicativamente non superiori a 0,1 l/min). La portata di campionamento deve essere costante, garantita da idonea pompa aspirante (da collegare in coda alla linea di campionamento, controllando che la portata di monitoraggio impiegata sia all'interno del range di funzionamento dello strumento, non ai suoi estremi) e monitorata, preferibilmente, in continuo in campo mediante l'installazione in linea di flussimetro di idonea scala di misura (da collocare sempre dopo la fiala di campionamento, prima o dopo la pompa, vista la rilevanza che ha il flusso sul calcolo delle concentrazioni determinate) (ISO 18400-204, 2017).

A tal fine è necessario prendere visione delle schede tecniche delle pompe e dei flussimetri impiegati, e della documentazione attestante la loro corretta taratura. Ai fini logistici si richiede alla Parte di indicare il numero di pompe e flussimetri disponibili in campo.

Al fine di accertare che la portata di campionamento selezionata non determini un turbamento eccessivo delle condizioni di equilibrio dei vapori in sito (forzando la ripartizione dei vapori dei contaminanti dalla fase liquida o solida alla fase gassosa) con conseguente strippaggio dei contaminanti, è consigliabile verificare in campo la differenza di pressione rispetto al valore atmosferico indotta dal campionamento. La portata idonea al campionamento deve essere tale da esercitare a testa sonda una differenza di pressione rispetto al valore atmosferico indicativamente inferiore a 25 kPa (CalEPA, 2015), meglio inferiore a 2,5 kPa (ASTM D7663). E' opportuno effettuare tale verifica durante lo spurgo o al termine dello stesso, mettendosi nelle condizioni di portata selezionata per il campionamento e misurando la differenza di pressione indotta inserendo un adeguato vacuometro in linea prima del sistema di captazione (mediante una connessione a "T").

Durante il campionamento è opportuno ricoprire le fiale con pellicola di alluminio al fine di evitarne l'esposizione diretta ai raggi solari, anche perché alcuni supporti come l'XAD2 sono fotosensibili.

A8.2.2 Parametri di campionamento

In linea generale i tempi di campionamento devono essere sufficientemente ridotti per ottenere un'indicazione puntuale del punto di prelievo (si assuma una profondità di riferimento, ai fini dell'elaborazione dei dati, pari alla quota della metà della zona fenestrata), ma comunque essere rappresentativi di una condizione media del suolo e dei tempi di esposizione (indicativamente pari a 1÷6 ore di campionamento).

Per quanto riguarda la definizione dei parametri di monitoraggio, generalmente in siti "sconosciuti", la cui "storia" non dà nessuna informazione certa sull'entità di contaminazione, sarà utile procedere, prima delle quattro campagne di monitoraggio (attraverso un test ad-hoc) o direttamente durante tale campagna, ad una campagna di screening del sito, mediante campionamento del soil gas su fiale a Desorbimento con Solvente, da cui trarre le informazioni necessarie per la pianificazione delle campagne successive circa la scelta del supporto più idoneo e/o parametri di campionamento: volume e flusso. Al fine di dare utile informazione sulla scelta del supporto si indica, in linea generale, che le fiale a Desorbimento Termico risultano utili per campi di applicazione di solito non superiori a circa 1000 ng/campione per la maggior parte dei VOC e non superiore ai circa 3000 ng/campione (in base alla frazione) per le frazioni idrocarburiche, garantendo una maggiore sensibilità

analitica rispetto alle fiale a Desorbimento con Solvente, a loro volta indicate per campi di applicazione superiori a quanto sopra descritto.

I parametri di campionamento devono essere tali da garantire il raggiungimento delle C_{soglia} indicate nell'Allegato 1 del documento "Procedura operativa per la valutazione e l'utilizzo dei dati derivanti da misure di gas interstiziali nell'Analisi di Rischio dei siti contaminati", che costituiscono pertanto i limiti di rilevabilità (LR).

Nel caso delle fiale il calcolo della durata di campionamento (Δt) è funzione della massa minima quantificabile con la tecnica analitica impiegata (LOQ), indicata per ogni analita, e del LR.

$$\Delta t \text{ (min)} = \frac{1000(l/m^3) \cdot LOQ(\mu g)}{LR(\mu g/m^3) \cdot Q(l/min)} \quad (3)$$

Si ricorda che per la determinazione di LOQ è necessario avere indicazione, riportata nella scheda tecnica dei supporti di campionamento, della massa di materiale adsorbente contenuto nelle fiale (sia la parte A che la parte B).

Il tempo di campionamento è dato dal massimo valore ricavato, dopo aver applicato la formula (3) per tutti i composti da ricercare nella miscela di soil gas. Si evidenzia che anche nel caso di applicazione della formula sopra riportata il tempo di campionamento ed i volumi di soil gas aspirati dovranno comunque essere compatibili con le metodiche analitiche al fine di poter raggiungere i limiti di quantificazione ed i valori soglia riportati nei documenti "Procedura operativa per la valutazione e l'utilizzo dei dati derivanti da misure di gas interstiziali nell'analisi di rischio dei siti contaminati" e "Metodiche analitiche per le misure di aeriformi nei siti contaminati".

Per tale ragione è opportuno effettuare una verifica in campo dei dati progettuali mediante misura diretta con PID ad alta sensibilità (ai ppb) dei COV totali e confrontare i tempi di campionamento stimati con la formula (3) con le indicazioni empiriche riportate in Tabella 1, derivate dai risultati delle attività di campo svolte nell'ambito delle misure di aeriformi condotte nel corso degli anni. Si rileva tuttavia che le indicazioni col PID sono solo qualitative e danno una valutazione della miscela di composti espressa come un organico di riferimento (in genere isobutilene) che dipende anche dal tipo di lampada utilizzata nella fotoionizzazione dei gas (per es. per i composti clorurati non sono idonee le tradizionali lampade da 10,6 eV, ma è più opportuno usare quelle da 11,7 eV). Per le conversioni da ppm/ppb a concentrazioni in massa si faccia riferimento alle formule (5) e (5bis).

Tabella 1 – Indicazioni empiriche sui tempi di campionamento e sulle tipologie di fiale a DS da utilizzare in funzione delle indicazioni dei VOC totali rilevate con il PID¹

Misura di COV mediante PID [ppm]	Tempo di campionamento [min]	Portata aspirazione soil gas [l/min]	Volume totale di soil gas [l]	Tipo di Fiala e massa del supporto adsorbente (parte A e parte B)
>430	30'	0,2-0,5	6-15	JUMBO (800-200)/LARGE (400-200)
216-430	60'	0,2-0,5	12-30	JUMBO (800-200)/LARGE (400-200)
87-215	90'	0,2-0,5	18-45	LARGE (400-200)
22-86	120'	0,2-0,5	24-60	LARGE (400-200)

¹ Si precisa che l'indicazione di campionare per 30 min per concentrazioni elevate è solo di tipo qualitativo e vale per una campagna di screening; ai fini delle valutazioni per AdR devono essere abbassate adeguatamente le portate di aspirazione per garantire un tempo di campionamento di almeno 1 ora. Per il significato delle dimensioni delle fiale si faccia riferimento al § A8.2.1.

13-21	150'	0,2-0,5	30-75	LARGE (400-200)
4-12	180'	0,2-0,5	36-90	LARGE (400-200)
1-4	210'	0,2-0,5	42-105	SMALL (150-50)
0	240'	0,2-0,5	48-120	SMALL (150-50)

A8.2.3 Processamento dei campioni

I campioni tipo fiale devono essere chiusi con gli appositi tappi di plastica avvolti con pellicola di alluminio (per evitare alterazioni dei composti fotosensibili) e chiusi singolarmente in contenitori di vetro o metallo puliti e con tappo a vite, al fine di evitarne la contaminazione (ASTM D6196; ISO 18400-204, 2017). Alla fine delle operazioni di campionamento ogni campione viene etichettato (attenzione a non apporre direttamente l'etichetta sulla fiala ma sul contenitore, cfr ASTM D6196) indicando il punto di prelievo, la località (area o indirizzo), il Comune e la data. Non devono essere utilizzati pennarelli.

I campioni vanno quindi conservati ad una temperatura indicativamente inferiore a 4°C (in un frigorifero dedicato esclusivamente ai campioni di soil gas) prima delle analisi di Laboratorio. I campioni tipo canister/vacuum bottle devono essere chiusi avvitando l'apposito ugello al termine del campionamento.

Le norme di riferimento suggeriscono di effettuare gli accertamenti analitici il prima possibile in caso di campionamento con fiale ed entro trenta giorni in caso di campionamento con canister/vacuum bottle.

A8.2.4 Campionamenti in serie o su più linee

Nel caso di fiale a DS, si suggerisce di evitare, se non necessario, il campionamento a priori con due fiale poste in serie, in quanto tale scelta comporta inutili costi analitici e difficoltà di gestione dei dati in modo univoco. La struttura delle fiale in due compartimenti, ovvero una parte principale (parte A) ed una sicurezza (parte B) permette già di verificare se si sono presentati fenomeni di saturazione (*breakthrough*) da verificare secondo quanto indicato al § A9. Nella scheda tecnica delle fiale viene spesso indicata la massa adsorbente di entrambe le parti, specificando una accanto all'altra quella della parte principale e quella della parte di sicurezza (per es. fiale large da 400-200 mg). In caso di fiale costituite da un corpo unico (per esempio fiale a DT o hopcalite comunemente utilizzate) è invece vivamente suggerito di collocare, per almeno il 10% dei campioni, una fiala in serie di sicurezza (UNI 13649:2015).

Anche nel caso di campionamento di Cloruro di Vinile Monomero (CVM), Clorometano, 1,1-DCE e MTBE tramite fiale a DS, che potrebbero strappare dalla parte A della prima fiala per fenomeni di retrodiffusione, si suggerisce di utilizzare due fiale in serie. Lo stesso può essere adottato per sostanze caratterizzate in generale da volatilità elevata e per quelle caratterizzate da limiti di rilevabilità (LR) molto bassi. Nello specifico per il campionamento di cloruro di vinile è opportuno utilizzare due fiale in serie ponendo prima una fiala a carbone attivo seguita da una fiala *carbon sieve* e utilizzando portate di campionamento non superiori a 0,1 l/minuto (facendo sempre riferimento a quanto riportato nelle schede tecniche delle fiale), determinando il CVM in entrambe le fiale. Si suggerisce di effettuare nuove misure in campo solo nei casi in cui, utilizzando come massa complessiva quella ottenuta sommando la Parte A e la Parte B, si ottenga una valutazione con rischio non accettabile; in tali casi è opportuno utilizzare fiale con maggiore supporto adsorbente o collocare supporti in serie.

In caso di sospetta elevata concentrazione, soprattutto per sostanze a media volatilità come i BTEXS, si ritiene invece opportuno utilizzare fiale a DS con maggiore massa adsorbente e ridurre portate e/o tempi di campionamento.

Nel caso di campionamenti che richiedono più tipi di supporti, al fine di gestire difficoltà logistiche di campo e scongiurare potenziali rischi di tenuta delle linee, riducendo le difficoltà

di verificare puntualmente le portate di prelievo, si suggerisce di prevedere due linee in parallelo (al più una terza per contraddittorio) e gestire il monitoraggio su due turni garantendo il ripristinarsi delle condizioni iniziali di equilibrio prima di iniziare il secondo campionamento, per esempio svolgendo misure con PID ad elevata sensibilità verificando il ricostituirsi delle condizioni antecedenti all'inizio del primo turno di campionamento (CalEPA 2015). Su ogni linea deve comunque essere garantita la presenza di un flussimetro di controllo.

A8.2.5 Fiale di bianco di campo e custodia

Durante l'esecuzione del campionamento devono essere prodotti dei bianchi di campo e custodia che devono essere manipolati nello stesso modo dei tubi di campionamento con l'eccezione di non essere esposti al flusso dei gas interstiziali, seguendo la stessa catena di custodia. Nello specifico deve essere utilizzato lo stesso tipo di supporto impiegato per le misure, aperto e subito richiuso in campo (simulando le operazioni di collegamento alle linee di campionamento), trasportato, conservato e analizzato con gli stessi criteri adottati per il campione (ISO 18400-204, 2017).

Ne devono essere acquisiti in numero di: uno al giorno fino a tre giorni o, per campagne di più giorni, almeno tre per settimana (in giorni diversi).

La valutazione della contaminazione del bianco-campione è da ritenersi caso-specifica, sulla base di un numero consistente di dati, e l'eventuale sottrazione del bianco dal valore dei campioni (in genere, se non ben supportata, sconsigliabile) sarà da valutare da parte dell'Ente di controllo a seguito di proposta presentata dalla Parte.

A9 VERIFICHE DEL CORRETTO MONITORAGGIO

A9.1 Verifiche pulizia supporto

Nel caso di uso di canister o vacuum bottle, prima dell'immissione in campo, i Laboratori devono pulire ogni contenitore impiegato per campionamento e analisi. Sarebbe auspicabile testare ogni canister/vacuum bottle o, se impossibilitati, va garantita la verifica su almeno un campionatore per lotto di pulizia; per ogni composto di interesse le concentrazioni sui bianchi dovranno avere valori inferiori ai rispettivi LOQ. In casi particolari legati alle specificità del sito, possono essere accettate concentrazioni fino ad un massimo del 5% sopra il valore del LOQ.

Nel caso di fiale a DS, prima delle attività di campo, è necessario testare il background dei tubi per ogni lotto di fornitura interessato al prelievo dei campioni effettivi (aprendoli in laboratorio e processandoli immediatamente in analogia ai campioni): deve essere campionato ed analizzato il 5% (ove non applicabile la percentuale almeno due) delle fiale costituenti il lotto. Lo strato adsorbente principale e lo strato adsorbente di sicurezza di un tubo adsorbente devono presentare per ogni composto di interesse le concentrazioni sui bianchi dovranno avere valori inferiori ai rispettivi LOQ. In casi particolari legati alle specificità del sito, possono essere accettate concentrazioni fino ad un massimo del 5% sopra il valore del LOQ. L'accertamento della "bontà" dei lotti è esclusivamente a carico della Parte.

Per le fiale a DT, in caso di contraddittorio, per evitare eventuali problemi di incompatibilità strumentale tra tubi e sistema di desorbimento, i Laboratori (Laboratorio di Parte o Laboratorio ARPA) devono fornire i propri tubi di campionamento ed analisi. Immediatamente prima dell'immissione in campo (circa 24-48 ore), i Laboratori devono pulire e testare ogni tubo impiegato per campionamento e analisi. Ogni tubo adsorbente dovrà presentare, per ogni composto di interesse, valori inferiori ai rispettivi LOQ. In casi particolari legati alle specificità del sito, possono essere accettate concentrazioni fino ad un massimo del 5% sopra il valore del LOQ. In caso contrario è necessario ripetere l'operazione di rigenerazione per la pulizia del tubo.

I tutti i casi i dati relativi a tale accertamento devono essere forniti ad ARPA.

A9.2 Contraddittorio

In linea generale ARPA realizza il contraddittorio in tutte le situazioni ritenute più critiche, prelevando indicativamente, almeno il 10% dei campioni e nei casi critici comunque non meno di due campioni per campagna. In caso di campionamento con diversi tipi di supporto si suggerisce di fare il contraddittorio, per ogni tipo di fiala, su diversi punti al fine di garantire una maggiore copertura areale delle verifiche di ARPA, evitare eccessive duplicazioni della linea di campionamento e di incrementare inutilmente il bulbo di prelievo dei gas.

Il supporto di campionamento selezionato deve essere il medesimo sia per ARPA che per la Parte al fine di garantire la confrontabilità dei dati analitici risultanti. Laddove l'ARPA competente non avesse la possibilità di svolgere il contraddittorio analitico dovrà partecipare all'esecuzione delle analisi presso il Laboratorio di Parte.

Nelle sonde in cui è previsto il contraddittorio dovranno essere realizzate due linee in parallelo, prevedendo due tubi di uscita con relative pompe e flussimetri in linea, riducendo la portata di ciascuna alla metà e raddoppiando i tempi di campionamento, per avere una portata, nell'unità di tempo, coerente con quella di campionamento effettuata dalla sola Parte e pertanto le medesime condizioni di depressione esercitate dai sistemi di aspirazione. Nel caso in cui sia disponibile un'unica pompa, in alternativa, è possibile collegarla in uscita ad entrambe le fiale, tramite un raccordo a Y, regolata alla portata di campionamento usata dalla Parte, e su ogni linea deve essere collegato un flussimetro di controllo e un sistema di

controllo del flusso (strozzatura, eventualmente già inserita nei flussimetri), in modo che su ogni fiala venga aspirata metà della portata.

A10 ELABORAZIONE DEI DATI ACQUISITI

Al termine delle analisi il Laboratorio restituirà i dati analitici sul Rapporto di Prova in diverse forme in dipendenza del tipo di supporto impiegato; per le fiale il risultato sarà espresso in unità di massa (es. ng, µg per campione) o in concentrazione fornendo al laboratorio i dati utili all'elaborazione.

Qualora la restituzione dei dati attesti un valore “fuori dal campo di applicazione del metodo” il Rapporto di Prova dovrà riportare il parametro in questa forma: “nome analita > limite superiore campo applicazione”.

Si riportano di seguito alcune indicazioni specifiche nel caso di fiale a Desorbimento con Solvente.

Il Rapporto di Prova riporta in modo distinto i risultati in µg/campione ottenuti sullo strato adsorbente principale (parte A) e sullo strato adsorbente di sicurezza (parte B) per singolo analita (anche il Laboratorio di Parte è tenuto a fornire entrambe le informazioni). Secondo quanto riportato dalla norma UNI CEN/TS 13649:2015 per un campione valido, la quantità di singolo composto organico sullo strato di sicurezza del tubo adsorbente non dovrebbe essere maggiore del 5% della somma della quantità presente sullo strato adsorbente principale e su quello di sicurezza; in tale caso si ritiene pertanto non necessario procedere alla somma delle quantità in massa per singolo analita riscontrate nello strato adsorbente principale e strato adsorbente di sicurezza (il 5% può reputarsi infatti trascurabile e compreso nella variabilità analitica e di campionamento).

In caso di superamenti della predetta percentuale (5%) sullo strato adsorbente di sicurezza, si potrà ritenere ancora accettabile un superamento fino a un massimo del 10%. La valutazione è da considerarsi caso-specifica. A questo punto, dunque, sarà possibile non invalidare il campione ma sarà necessario procedere alla somma delle quantità in massa rilevate per singolo analita su tutti gli strati adsorbenti (principale e di sicurezza).

Nel caso di campionamento tramite fiale in serie è necessario considerare come massa campionata (M) la somma delle Parti A e B della prima fiala con la Parte A della seconda fiala; per il controllo della validità di campionamento si deve confrontare la Parte B e la Parte A della seconda fiala: la Parte B deve essere inferiore al 10% della somma della Parte A e della Parte B.

Di seguito si riportano le formule di calcolo per ricavare il dato di concentrazione (C) a partire dalla massa rilevata M (espressa quest'ultima in µg o ng):

$$C(\mu\text{g}/\text{l} = \text{mg}/\text{m}^3) = \frac{M(\mu\text{g})}{V(\text{l})} = \frac{M(\mu\text{g})}{\Delta t(\text{min}) \cdot Q(\text{l}/\text{min})} \quad (4)$$

oppure

$$C(\text{ng}/\text{l} = \mu\text{g}/\text{m}^3) = \frac{M(\text{ng})}{V(\text{l})} = \frac{M(\text{ng})}{\Delta t(\text{min}) \cdot Q(\text{l}/\text{min})} \quad (4 \text{ bis})$$

Nel caso dei canister/vacuum bottle spesso i risultati di ogni singolo analita vengono indicati in ppb mol. Per praticità si riportano anche le formule di conversione della concentrazione espressa in ppm o ppb (come rapporti volumetrici o molari) a quella in massa su volume, utili per le corrispondenze in caso di impiego di canister/vacuum bottle. E' necessario conoscere il peso molecolare PM delle sostanze quantificate (rinvenibile nella tabella delle proprietà chimico-fisiche della Banca Dati di ISS-INAIL), eventualmente utilizzando un valore medio tra i componenti della miscela analizzata. Tali formule sono idonee a dati riferiti alle condizioni di 1 atm e 25°C:

$$C(\text{ppm}) = \frac{C(\text{mg} / \text{m}^3) \cdot 24,45(\text{l} / \text{mol})}{\text{PM}(\text{g} / \text{mol})} \quad (5)$$

$$C(\text{ppb}) = \frac{C(\mu\text{g} / \text{m}^3) \cdot 24,45(\text{l} / \text{mol})}{\text{PM}(\text{g} / \text{mol})} \quad (5 \text{ bis})$$

Per le indicazioni inerenti la trattazione dei dati si rimanda al documento “Procedura operativa per la valutazione e l’utilizzo dei dati derivanti da misure di gas interstiziali nell’analisi di rischio dei siti contaminati”.

BIBLIOGRAFIA

Air Force Center for Environmental Excellence AFC, 2001 – Final Guidance on Soil Vapor Extraction Optimization

Andrews DG, 2010 – An Introduction to Atmospheric Physics – Cambridge University Press

APAT, 2008 – ‘Criteri metodologici per l’applicazione dell’analisi assoluta di rischio ai siti contaminati – <http://www.isprambiente.gov.it/files/temi/siti-contaminati-02marzo08.pdf>

ARPA Emilia Romagna, 2015 – Linea guida operativa per il campionamento, il trasporto e l’analisi dei gas interstiziali nei siti contaminati – Allegato a D.G.R. 4/5/15 n. 484 – http://bur.regione.emilia-romagna.it/bur/area-bollettini/bollettini-in-lavorazione/n-111-del-14-05-2015-parte-seconda.2015-05-13.0568787941/approvazione-della-linea-guida-operativa-per-il-campionamento-il-trasporto-e-lanalisi-dei-gas-interstiziali-nei-siti-contaminati-per-il-loro-utilizzo-a-supporto-dellanalisi-di-rischio/allegato-a-dgr-4842015_parte-i.2015-05-13.1431521064

ARPA Liguria, 2010 – Istruzione Operativa – Esecuzione di indagini geognostiche, prove e campionamenti – Criteri per il campionamento e l’analisi dei gas interstiziali

ARPA Lombardia, 2016 – Modalità di campionamento dei soil gas in ambito di bonifica e relativi controlli – <http://www.arpalombardia.it/Pages/Arpa-per-le-imprese/Servizi%20e%20procedure/Consulta-procedure-ARPA-Lombardia.aspx>

ARPA Piemonte, 2013 – Campionamento dei gas interstiziali e rilievo delle emissioni di vapori dal terreno in corrispondenza dei siti contaminati – http://www.arpa.piemonte.it/approfondimenti/temi-ambientali/siti-contaminati/approfondimenti-tecnici/linea_guida_gas_interstiziali

ARPA Veneto, 2011 – Linee guida per il monitoraggio attivo dei gas interstiziali del terreno (soil gas) – <http://www.arpa.veneto.it/temi-ambientali/siti-contaminati/file-e-allegati/documenti/DOC7%20-%20Linee%20guida%20ARPA%20VENETO%20monitoraggio%20soil%20gas.pdf/view>

ARTA Abruzzo, 2014 – Protocollo tecnico per il campionamento e l’analisi dei soil-gas – https://www.artaabruzzo.it/download/news/433/20150302_approvazione_pdc_bussi_all_02.pdf

ASTM D6196, 2009 – Standard Practice for Selection of Sorbents, Sampling, and Thermal Desorption Analysis Procedures for Volatile Organic Compounds in Air

ASTM D7663, 2012 – Standard Practice for Active Soil Gas Sampling in the Vadose Zone for Vapor Intrusion Evaluations

California Environmental Protection Agency CalEPA, 2015 – Advisory active soil gas investigations

EC Directive 1999/13/EC – Council Directive 1999/13/EC on the limitation of emissions of volatile organic compounds due to the use of organic solvents in certain activities and installations –

<http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=CONSLEG:1999L0013:19990329:EN:PDF>

EPI Suite – <http://www2.epa.gov/tsca-screening-tools/epi-suitetm-estimation-program-interface>

ISO 18400-204, 2017 – Soil quality – sampling- Part 204: Guidance on sampling gas

ISS-INAIL, 2018 – Banca Dati ISS INAIL, Documento di supporto – marzo 2018

http://www.bonifiche.minambiente.it/contenuti/gruppi/ADR/Nota_6919.zip

Interstate Technology & Regulatory Council ITRC, 2007 – Vapor Intrusion Pathway: a Practical Guideline – The Interstate Technology & Regulatory Council Vapor Intrusion Team

National Pollutant Inventory NPI, 2009 – NPI volatile organic compound definition and information, Version 2.7 – September, 1-4

<http://www.npi.gov.au/system/files/resources/1b6b7496-8e6c-4640-8081-4c640d64547f/files/voc.rtf>

Office of Environmental Health Hazard Assessment OEHHA, 2009 – Human-Exposure-Based Screening Numbers Developed to Aid Estimation of Cleanup Costs for Contaminated Soil – Integrated Risk Contaminant Vapour Emissions from Polluted Soil and Groundwater Assessment Section – California Environmental Protection Agency

Tillman FD, Weaver JW, 2005 – Review of Recent Research on Vapor Intrusion – United States Environmental Protection Agency, Office of Research and Development, Washington, DC – EPA/600/R-05/106

UNI CEN/TS 13649, 2015 – Determinazione della concentrazione in massa di singoli composti organici in forma gassosa

United States Environmental Protection Agency USEPA, 1999 – Compendium Method TO-15 – Determination of volatile organic compounds (VOCs) in air collected in specially-prepared canisters and analyzed by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS) – Cincinnati, OH 45268

United States Environmental Protection Agency USEPA, 2015 – Assessing and Mitigating the Vapor Intrusion Pathway from Subsurface Vapor Sources to Indoor Air – <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-09/documents/oswer-vapor-intrusion-technical-guide-final.pdf>