

MANUALE “METODI DI CAMPIONAMENTO DEI FERTILIZZANTI”
1° Giornata Studio sul campionamento dei fertilizzanti

Il campionamento ufficiale dei fertilizzanti

Massimiliano G. Vilardi

Dipartimento dell'Ispettorato centrale della tutela della
qualità e repressione frodi dei prodotti agro-alimentari

DG.PREF.UFF. III

m.vilardi@politicheagricole.it



Campionamento

E' l'insieme delle operazioni necessarie per ottenere, da una partita/lotto di un prodotto, un campione per laboratorio di idonee dimensioni, rappresentativo del lotto medesimo.

Il campionamento costituisce **la fase iniziale** di un'indagine tecnica finalizzata al prelevamento di una porzione significativa della partita di prodotto da sottoporre alle analisi di laboratorio al fine di:

- verificare la conformità alla prescrizioni di legge;
- verificare la corrispondenza con quanto dichiarato in etichetta e/o sui documenti di accompagnamento e/o registri, fatture ecc. dal produttore/confezionatore;
- verificare che la merce non abbia subito trattamenti o pratiche vietate.

Fattori di criticità del campionamento

DAL CAMPIONAMENTO DIPENDE L'ATTENDIBILITA' DEI RISULTATI E L'ESITO DEL PROCEDIMENTO STESSO

- ∞ **condiziona i risultati delle operazioni analitiche successive;**
- ∞ **incide in maniera apprezzabile sull'incertezza totale del risultato analitico;**
- ∞ **la maggior parte delle impugnazioni dei risultati analitici riguardano le modalità di campionamento.**

Finalità del campionamento

L'osservanza delle corrette modalità di prelevamento è finalizzata a garantire la rappresentatività della massa da cui il campione proviene:

l'aliquota soggetta ad analisi deve possedere i requisiti e la qualità dell'intera partita in modo da poter estendere i risultati analitici alla medesima.

Cause principali che possono determinare una mancata rappresentatività del campione rispetto alla partita dalla quale è stato prelevato:

∂ disomogeneità e caratteristiche chimico-fisiche della massa

∂ inquinamenti e contaminazioni nel corso del campionamento

∂ alterazione di alcuni parametri analitici del campione durante il prelevamento, il trasporto e/o la conservazione del medesimo

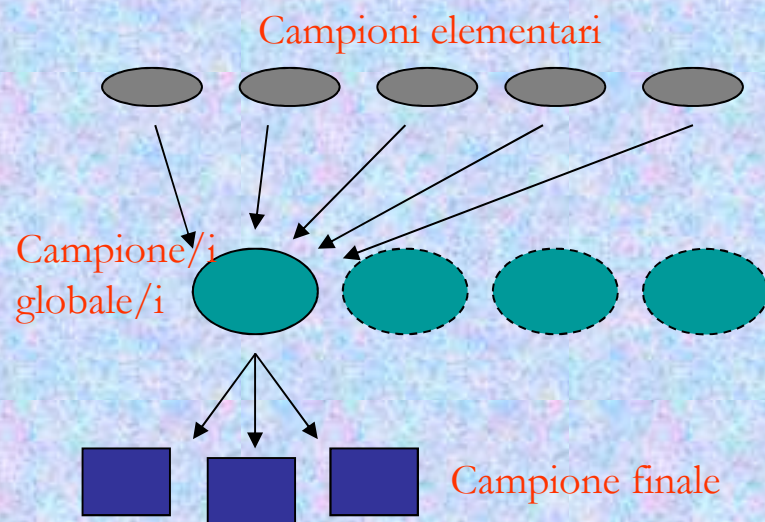
Requisiti delle operazioni di campionamento

- conformità alle disposizioni che regolano la specifica materia;
- prodotti univocamente identificati (stessa partita, stesso lotto);
- strumenti idonei e puliti;
- considerazione delle determinazioni analitiche alle quali il campione deve essere sottoposto (es. analisi microbiologiche, ricerca di contaminanti, ecc.) – e' possibile e raccomandabile in questa fase fornire eventuali suggerimenti al laboratorio che effettuerà le analisi;
- rispetto delle modalità di conservazione e tempi di consegna al laboratorio.

PROCEDURE DI CAMPIONAMENTO - DISPOSIZIONI GENERALI E SPECIFICHE

- R.D. 1 luglio 1926, n. 1361 del "Regolamento per l'esecuzione del R.D.L del 15 ottobre 1925, n. 2033, convertito con la Legge 18 marzo 1926, n. 562, concernente la repressione delle frodi nella preparazione e nel commercio di sostanze di uso agrario e di prodotti agrari“;
- D.P.R. del 26 marzo 1980, n. 327 "Regolamento di esecuzione delle norme contenute nella L. 30 aprile 1962, n. 283, e successive modificazioni, concernente la disciplina igienica della produzione e della vendita delle sostanze alimentari e delle bevande“;
- Reg. (CE) 882/04 relativo ai controlli Ufficiali nei prodotti alimentari e mangimi, i metodi di campionamento e di analisi che devono essere utilizzati nel contesto dei controlli ufficiali sono quelli conformi.
- Decreto Ministeriale 19 Luglio 1989“Approvazione dei metodi ufficiali di analisi per i fertilizzanti - Supplemento n°1”;
- Regolamento (CE) N. 2003/2003 (Allegato IV – Metodi di campionamento ed analisi);
- Dlgs. n.75 del 29/04/2010;

Campionamento – Termini e definizioni



Lotto o partita: quantitativo di prodotto, totale o parte di spedizione, che si presume abbia caratteristiche uniformi.

Campione/prelievo elementare o incremento: quantità prelevata da un punto della partita campionata.

Campione globale: insieme di campioni elementari prelevati da una stessa partita.

Campione ridotto: parte rappresentativa del campione globale, ottenuta per riduzione di quest'ultimo.

Campione finale/Ufficiale: insieme delle aliquote regolarmente sigillate e cartellate.

Aliquote (Campioni di laboratorio): parti, in cui viene suddiviso in modo equivalente il campione finale destinato al laboratorio, confezionate singolarmente, sigillate e identificate con specifico cartellino.

Scelta del campione ed identificazione del lotto

LA SCELTA DEL PRODOTTO DA CAMPIONARE E L'INDIVIDUAZIONE DELLA RELATIVA PARTITA DI APPARTENENZA NON DEVE AVVENIRE IN MODO CASUALE MA A SEGUITO DI UN'ATTENTA ANALISI DEL RISCHIO CONNESSA ALLE FINALITÀ DELLA VERIFICA.

La scelta del campione si basa:

- sull'attenta verifica del processo produttivo, delle materie prime utilizzate, dei documenti e dell'etichettatura.
- su eventuali segnalazioni.

Suggerimenti per un corretto campionamento

È UTILE:

- conoscere le potenzialità delle metodiche analitiche (è inutile campionare un prodotto per un determinato scopo qualora non sussistano i metodi ufficiali o riconosciuti validi in grado di perseguirlo);
- individuare i prodotti da campionare anche sulla base dei dati analitici già acquisiti.

Confezionamento, etichettatura e sigillamento del campione e destinazione delle aliquote

- ogni aliquota del campione deve essere chiusa in modo da impedirne la manomissione ed assicurarne l'integrità e sigillata con piombini (ceralacca) e con un suggello;
- su ognuna delle parti costituenti il campione deve figurare (anche su di un cartellino assicurato al campione, o alle parti equivalenti che lo compongono in modo da impedirne il distacco);

Consegna dei campioni e loro conferimento al laboratorio

Sono richieste (almeno) 4 aliquote:

- una, al momento del prelievo, al responsabile dell'esercizio o ad un suo rappresentante o al detentore della merce, escluso l'eventuale vettore, sempre che non trattasi di spedizioniere doganale rappresentante del proprietario della merce;
- Le altre, insieme al verbale di prelevamento, al responsabile della sala campioni che provvederà all'inoltro presso il laboratorio .

Trasporto dei campioni

ASPETTI DA PRENDERE IN
CONSIDERAZIONE DURANTE IL
TRASPORTO:

- temperatura di trasporto;
- contenitori;
- tempi di conferimento al laboratorio;
- sicurezza nel trasporto (es. possibili contaminazioni).

Laboratorio di analisi – destinazione delle aliquote

Il responsabile della sala campioni deve provvedere ad inoltrare le aliquote ai laboratori per le analisi nel più breve tempo possibile.

Queste sono destinate:

- una ad essere utilizzata per l'analisi di prima istanza;
- una per l'eventuale analisi di revisione e deve essere conservata per la durata di sessanta giorni a decorrere dalla data di comunicazione dell'esito dell'analisi all'interessato;
- una parte rimane di riserva per eventuali perizie ordinate dall'Autorità Giudiziaria;

Fertilizzanti

Per i controlli ufficiali dei fertilizzanti è necessario ottenere un **campione rappresentativo** delle partite campionate. Un corretto campionamento è un'operazione difficile che richiede la massima cura. Bisogna quindi far attenzione che le superfici, i recipienti e gli strumenti impiegati siano puliti ed asciutti. Gli strumenti utilizzati per il campionamento devono essere costruiti con materiali tali da non influenzare le caratteristiche dei prodotti da campionare.

Apparecchiatura per il campionamento

Concimi fluidi

Campionamento manuale

Pipetta, cilindro, bottiglia od altro attrezzo idoneo al prelevamento di campioni in un punto della partita scelto a caso.

Campionamento meccanico

Per il campionamento di concimi fluidi in movimento è consentito impiegare dispositivi meccanici autorizzati.

Fertilizzanti

Apparecchiatura

Concimi solidi



Campionamento manuale

Pala a fondo piatto ed a bordi laterali verticali.

Sonda a lungo setto od a partizioni: le dimensioni della sonda devono risultare adeguate alle caratteristiche della partita da campionare (profondità del recipiente, misure del sacco ecc.) ed alla granulometria del concime.

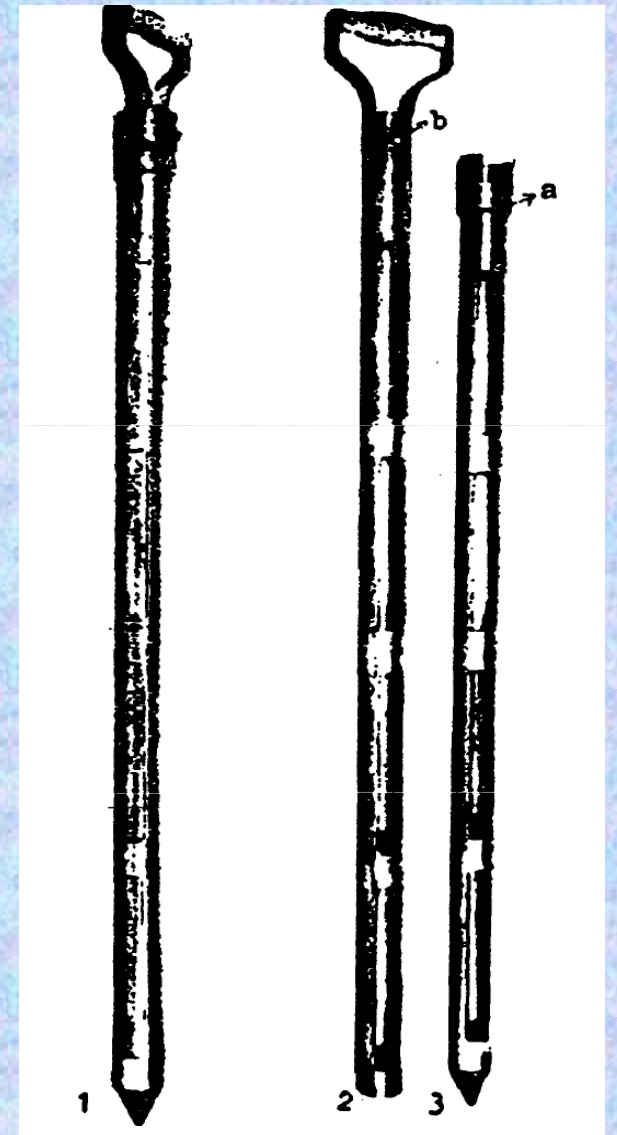
Divisore: per i prelevamenti elementari nonché per la preparazione dei campioni ridotti e dei campioni finali possono esser impiegati attrezzi progettati per dividere il campione in parti uguali.

Campionamento meccanico

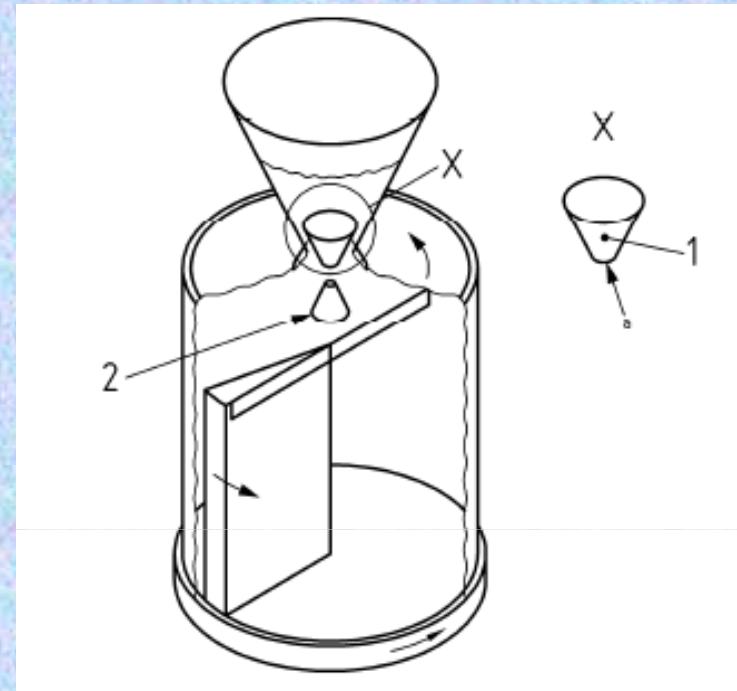
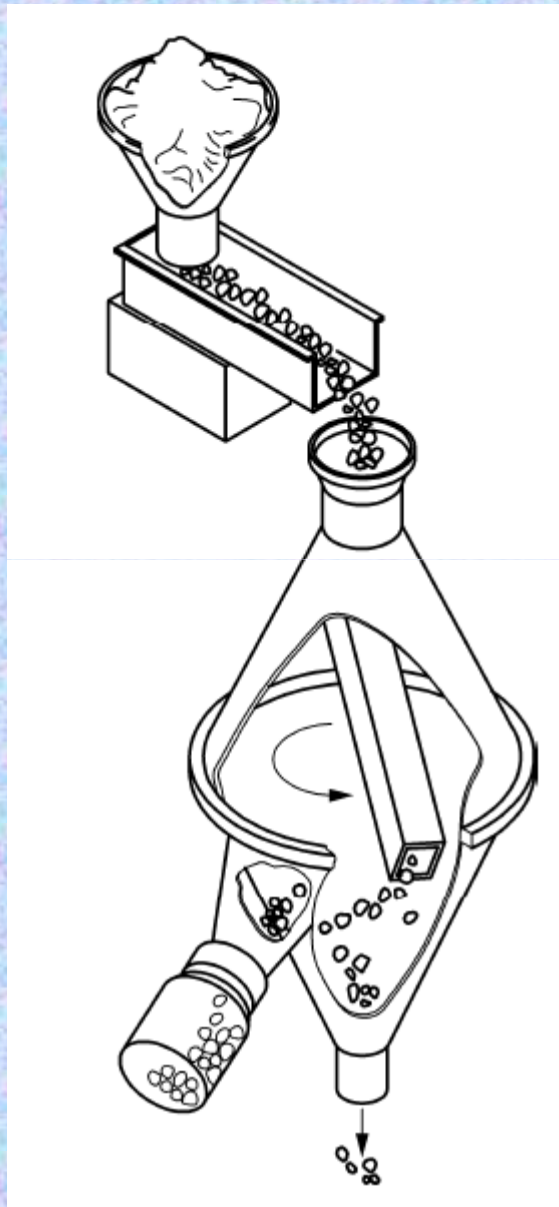
Per il campionamento di concimi in movimento è consentito impiegare dispositivi meccanici autorizzati.

SONDA PER IL PRELIEVO DEI CAMPIONI DI FERTILIZZANTI SOLIDI

- 1) - Sonda chiusa pronta per essere introdotta nel sacco. 2) - Tubo interno: b) vite a testa sporgente. 3) - Tubo esterno: a) manicotto con apertura laterale.

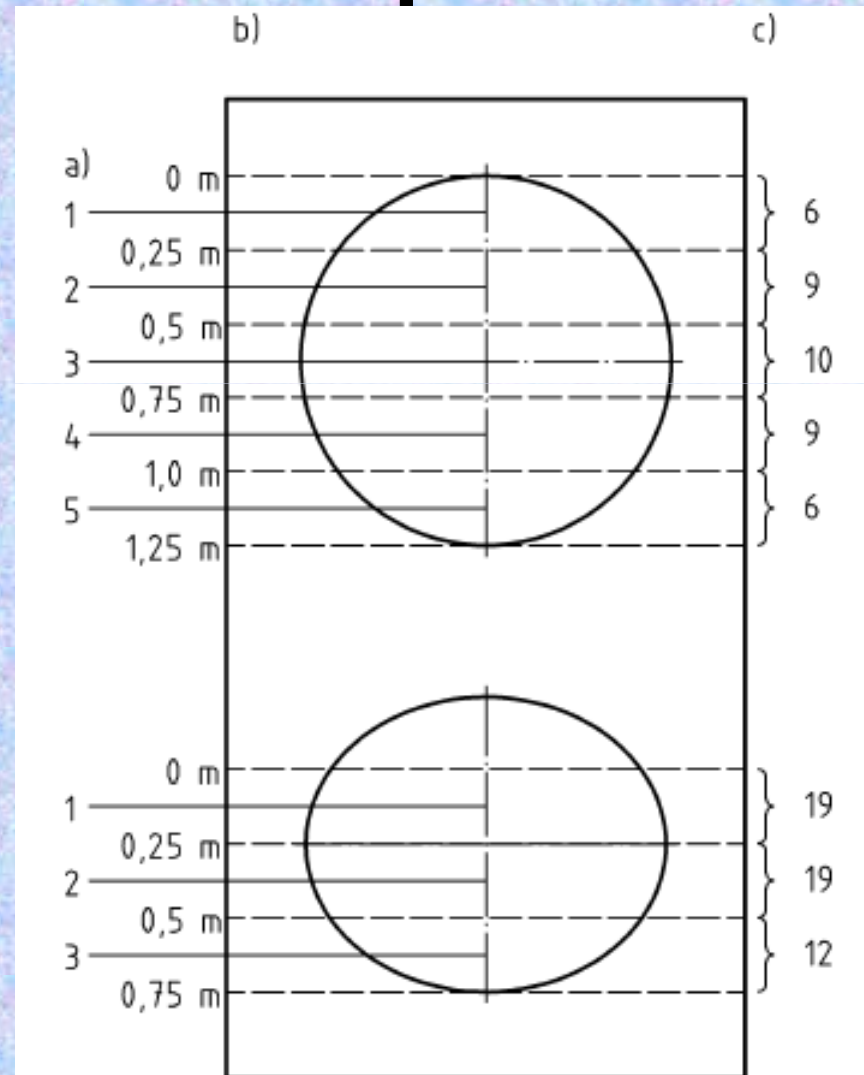


Divisori e Quartatori

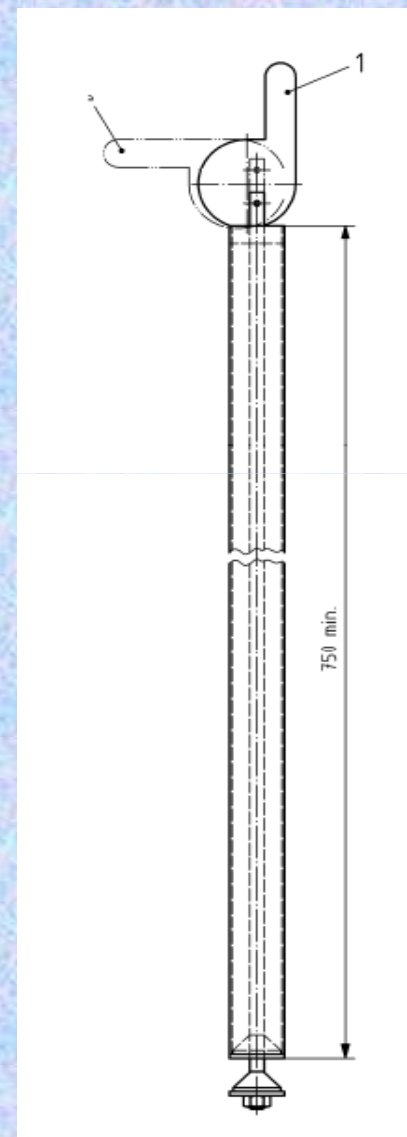
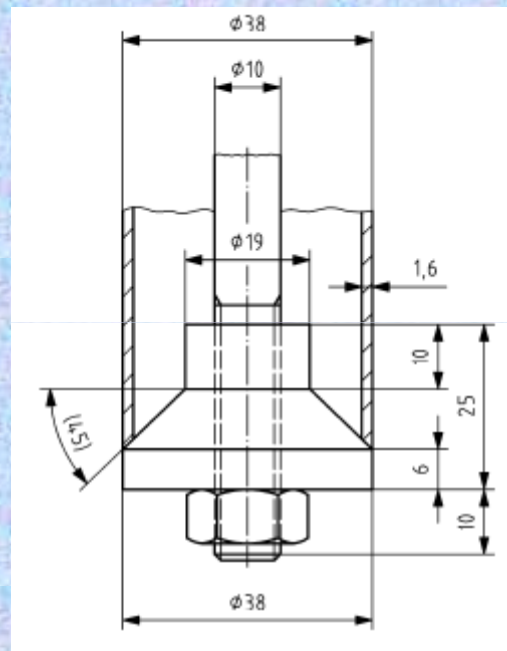
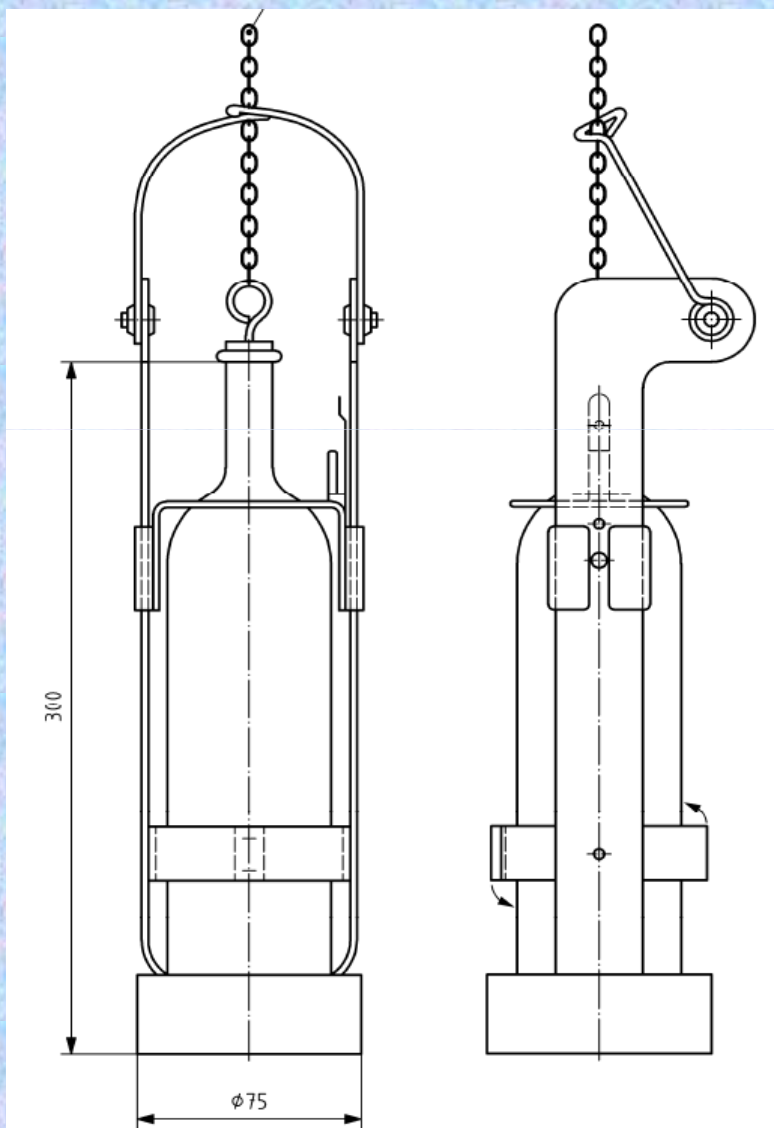


Profondità da rispettare per il campionamento di concimi fluidi sfusi stoccati in recipienti

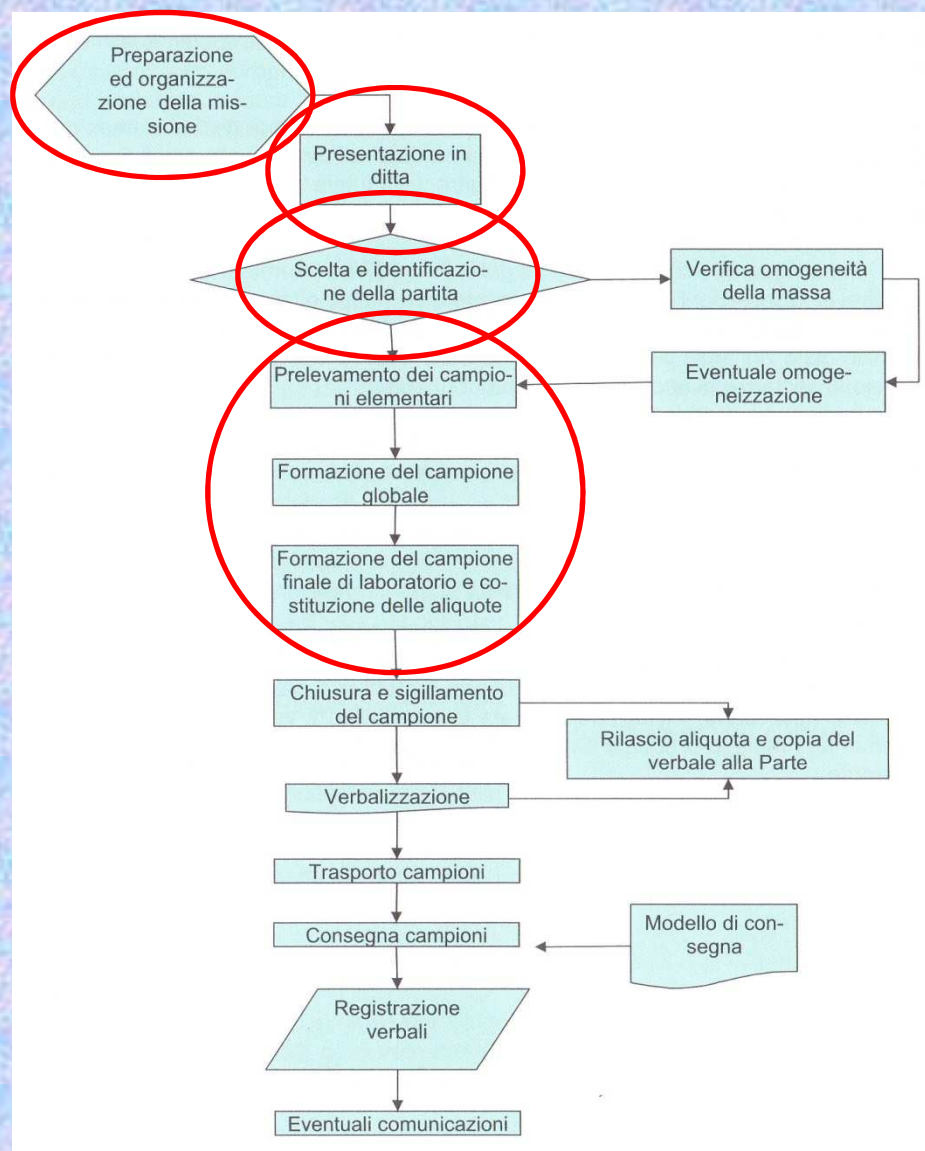
- a) Punto di campionamento
- b) Distanza dalla superficie
- c) Volume proporzionale alla distanza



Apparecchiature per il campionamento di concimi fluidi: esempi



FASI DEL PROCESSO DI CAMPIONAMENTO



2) Presentazione presso il luogo di ispezione.

3) Scelta del campione ed identificazione del lotto

La scelta del campione avviene in base alle finalità della verifica: si basa sull'attenta verifica delle materie prime utilizzate, dei documenti e dell'etichettatura, su eventuali segnalazioni o su dati analitici già acquisiti.

Il personale che assiste al prelevamento richiama l'esibizione di un documento di riconoscimento valido.

Fertilizzanti – Campioni elementari

Prescrizioni quantitative

L'entità della partita da campionare deve essere tale da consentire il prelievo di campioni in ogni sua parte.

La partita da campionare viene simbolicamente divisa in un numero di parti approssimativamente uguali. Si sceglie un numero di parti corrispondente al numero di campioni elementari e si preleva almeno un campione da ciascuna parte.

Numero di campioni elementari		
Tipo di partita	Peso/dimensione della partita	Numero minimo dei campioni elementari
A. Concimi solidi alla rinfusa o concimi fluidi in contenitori di contenuto superiore a 100 kg	≤ 2,5 t (Kg 2500)	7
	> 2,5 t e ≤ 80 t	Radice quadrata di 20 volte il numero di tonnellate costituenti la partita da campionare ¹⁵
	> 80 t	40
B. Concimi solidi imballati o concimi fluidi in contenitori, imballaggi di contenuto inferiore o uguale a 100 kg e superiore a 1 kg	<5 imballaggi	tutti gli imballaggi
	≥ 5 e ≤ 16 imballaggi	4
	≥17 e ≤ 400 imballaggi	Radice quadrata del numero di imballaggi costituenti la partita da campionare ¹³
	> 400 imballaggi	20
Concimi solidi o concimi fluidi in contenitori di contenuto non superiore ad 1 kg	NON PRESCRITTA	4 (il campione elementare è dato dal contenuto di una confezione/recipiente)

Fertilizzanti – Campionamento

Campione globale

È richiesto un solo campione globale per partita. La massa complessiva dei campioni elementari destinati a costituire il campione globale non deve risultare inferiore ai seguenti quantitativi:

CONCIMI SOLIDI ALLA RINFUSA O IMBALLATI, CONCIMI FLUIDI IN CONTENITORI (IMBALLAGGI) DI CONTENUTO :	MASSA COMPLESSIVA DEI CAMPIONI ELEMENTARI DESTINATI A COSTITUIRE IL CAMPIONE GLOBALE (KG)
Concimi solidi alla rinfusa o concimi fluidi in contenitori di contenuto superiore a 100 kg	4
Concimi solidi imballati o concimi fluidi in contenitori di contenuto superiore a 1kg	4
Concimi solidi o concimi fluidi in contenitori di contenuto non superiore ad 1 kg	Massa del contenuto di quattro imballaggi d'origine

Fertilizzanti – Campionamento

Campioni finali

Ogni campione globale va mescolato con cura per ottenere il campione omogeneo. Eventuali grumi vanno schiacciati, se necessario togliendoli dalla massa per poi riunire il tutto.

Se necessario, ridurre prima il campione globale ad almeno 2 kg (campione ridotto) con l'aiuto di un divisore meccanico o col metodo della suddivisione in quarti.

Bisogna formare almeno 4 campioni finali di entità approssimativamente uguale, ciascuno dei quali viene collocato in un recipiente idoneo ed a tenuta ermetica.

Per i concimi a base di nitrato di ammonio ad elevato tenore di azoto i campioni finali vanno conservati ad una temperatura compresa tra 0 e 25 °C.

Confezionamento, sigillamento, etichettatura del campione e destinazione delle aliquote

- ❑ Ogni aliquota del campione deve essere chiusa in modo da impedirne la manomissione ed assicurarne l'integrità, e sigillata con piombini e con un suggello recante lo Stemma di Stato, l'identificazione dell'Ufficio ed il numero della pinza
- ❑ Su ognuna delle parti costituenti il campione deve figurare (anche su di un cartellino assicurato al campione), l'intestazione dell'Ufficio, la data del prelievo, la natura della merce prelevata, il numero del verbale di prelevamento, la firma di chi esegue il prelievo e della persona che ha assistito al prelevamento
- ❑ Un'aliquota viene lasciata alla Parte, le altre, insieme al verbale di prelevamento, sono destinate al laboratorio che effettuerà le analisi

Verbalizzazione, consegna campioni

Verbalizzazione delle operazioni eseguite

Il verbale di campionamento deve descrivere dettagliatamente tutte le operazioni effettuate e le modalità eseguite per il prelievo dei campioni e deve risultare leggibile.

Accertamento di violazioni immediatamente percepibili nel corso del campionamento

Nel corso delle operazioni di campionamento possono evidenziarsi, dandone atto con il verbale di prelevamento, irregolarità “immediatamente percepibili”, per le quali non è cioè necessario attendere l'esito analitico per procedere alla contestazione dell'illecito (es. irregolarità di etichettatura).

La contestazione di tali violazioni compete ai funzionari che hanno proceduto al prelevamento, che devono informare il laboratorio di analisi di quanto accertato e contestato, mediante annotazione sul modulo di consegna del campione.

Consegna dei campioni

Le aliquote prelevate vengono consegnate: 1 alla Parte, al momento del prelievo, le altre la responsabile della sala campioni dell'Ufficio insieme con il verbale di prelevamento ed un **modulo di consegna** sul quale vengono registrate eventuali annotazioni per il laboratorio.

Il responsabile della sala campioni provvederà a far pervenire nel più breve tempo possibile le aliquote al Laboratorio.

Grazie per l'attenzione

