

---

## 4 Qualità dei dati analitici nel sistema agenziale

La legge istitutiva assegna all'APAT il compito di assicurare lo sviluppo di un sistema di monitoraggio e controllo ambientale omogeneo ed armonizzato su tutto il territorio nazionale, in quanto uno dei pilastri su cui si basa la valutazione dello stato dell'ambiente è costituito dalla qualità dei risultati analitici delle azioni di monitoraggio ambientale.

La comparabilità dei dati analitici a livello nazionale ed internazionale viene generalmente garantita dall'utilizzo di metodi analitici ufficiali convalidati, dall'uso di materiali di riferimento nelle attività di controllo della qualità interne ai laboratori e dalla partecipazione a circuiti interlaboratorio (controllo di qualità esterno), in cui vengono utilizzati materiali di riferimento preparati secondo criteri definiti a livello internazionale.

In questo quadro l'APAT, con la collaborazione delle ARPA/APPA, ha quindi attuato diverse iniziative volte ad assicurare la qualità e la comparabilità dei dati analitici di monitoraggio relativi ai fitofarmaci nell'ambiente.

L'APAT ha infatti realizzato un laboratorio per la produzione e caratterizzazione di materiali di riferimento che sono resi disponibili a titolo gratuito al sistema delle agenzie ambientali per l'organizzazione di circuiti interlaboratorio, per la convalida di metodi analitici, per le procedure di controllo della qualità dei risultati analitici ed in generale per qualificare la rete di laboratori coinvolta nel sistema dei controlli ambientali.

Inoltre con la pubblicazione del Manuale n. 29/2003 "APAT – Irsa CNR: Metodi analitici per le acque", è stato definito il metodo per la determinazione dei fitofarmaci nelle acque<sup>10</sup> da utilizzare nei programmi di monitoraggio. Tale metodo "5060. Prodotti fitosanitari (Antiparassitari, pesticidi)" è stato convalidato tramite un apposito studio collaborativo, coordinato da APAT e ARPA Sicilia, realizzato nell'ambito dei progetti finalizzati al rafforzamento dei laboratori (legge 93/01 e DM del Ministero dell'Ambiente e Tutela del Territorio del 11/10/2001) a cui hanno partecipato 9 laboratori delle ARPA/APPA. Dai risultati dello studio collaborativo<sup>11</sup>, illustrati durante il workshop internazionale APAT-IUPAC "Combining and reporting analytical results. The role of metrological traceability and measurement uncertainty for comparing analytical results" tenutosi a Roma nel 2006, si evince che il metodo è adatto a determinare residui con caratteristiche chimico fisiche diverse ed inoltre mostra valori di ripetibilità conformi a quanto previsto da provvedimenti normativi quali il D.Lgs. 31/2001 o la Direttiva 98/83/CE relativi alla qualità delle acque potabili. Nell'ambito dello stesso progetto sono stati anche definiti i requisiti minimi, in termini di organizzazione, personale e strumentazione, che devono essere implementati dai laboratori di riferimento per le analisi dei fitofarmaci nell'ambiente.

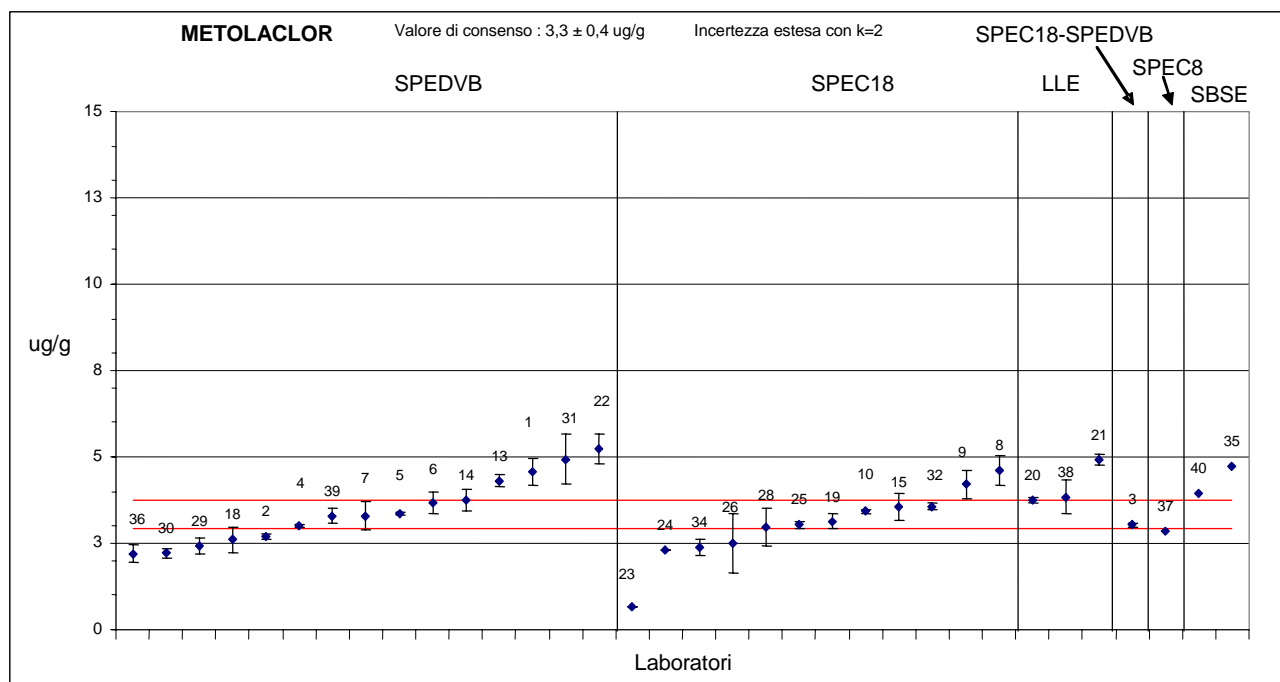
Successivamente con un altro progetto ex legge 93/01, l'APAT, in collaborazione con l'ARPA Veneto, ha realizzato uno studio collaborativo mirato allo studio di due materiali di riferimento da utilizzare per il controllo di qualità interno ed esterno dei laboratori che effettuano analisi di pesticidi. I laboratori che effettuano analisi di pesticidi sono a conoscenza della difficoltà di reperire sul mercato materiali di

---

<sup>10</sup> Belli M., Centioli D., de Zorzi P., Sansone U., Capri S., Pagnotta R., Pettine M.: "APAT e Irsa-CNR: Metodi analitici per le acque", APAT serie Manuali e Linee Guida n.29/2003.

<sup>11</sup> M. Antoci, B. Bencivenga, D. Centioli, S. Finocchiaro, M. Fiore, F. Fiume, V. Giudice, M. Lorenzin, M.C. Manca, M. Morelli, E. Sesia, M. Volante: "Collaborative study for pesticides residues determination in water samples (Method 5060 APAT- CNR Irsa) Project 4b L. 93/01", poster al Workshop internazionale APAT-IUPAC "Combining and reporting analytical results. The role of metrological traceability and measurement uncertainty for comparing analytical results", Roma, 6-8 marzo 2006.

referimento certificati di composti antiparassitari in matrice acquosa. Tale situazione è legata principalmente alla scarsa stabilità in acqua di molti di questi composti organici. Questa mancanza rende difficile la convalida dei metodi analitici e rende problematica l'organizzazione di circuiti di interconfronto con l'utilizzo di matrici simili a quelle normalmente utilizzate dai laboratori. Tuttavia i risultati di questo secondo studio collaborativo<sup>12</sup> hanno mostrato che dei materiali di riferimento, preparati dall'Istituto Pasteur di Lione, costituiti da pasticche (matrice solida) facilmente solubili in acqua contenenti alcuni principi attivi, rispondono ai requisiti di omogeneità e stabilità previsti dalle normative ISO per i materiali di riferimento da utilizzare nei circuiti interlaboratorio.



**Fig. 4.1:** valori medi delle concentrazioni di metolaclor rilevate da ciascun laboratorio nell'interconfronto APAT IC009 suddivisi per tecnica analitica e ordinati per valore crescente. (fonte Rapporto APAT IC009)<sup>14</sup>.

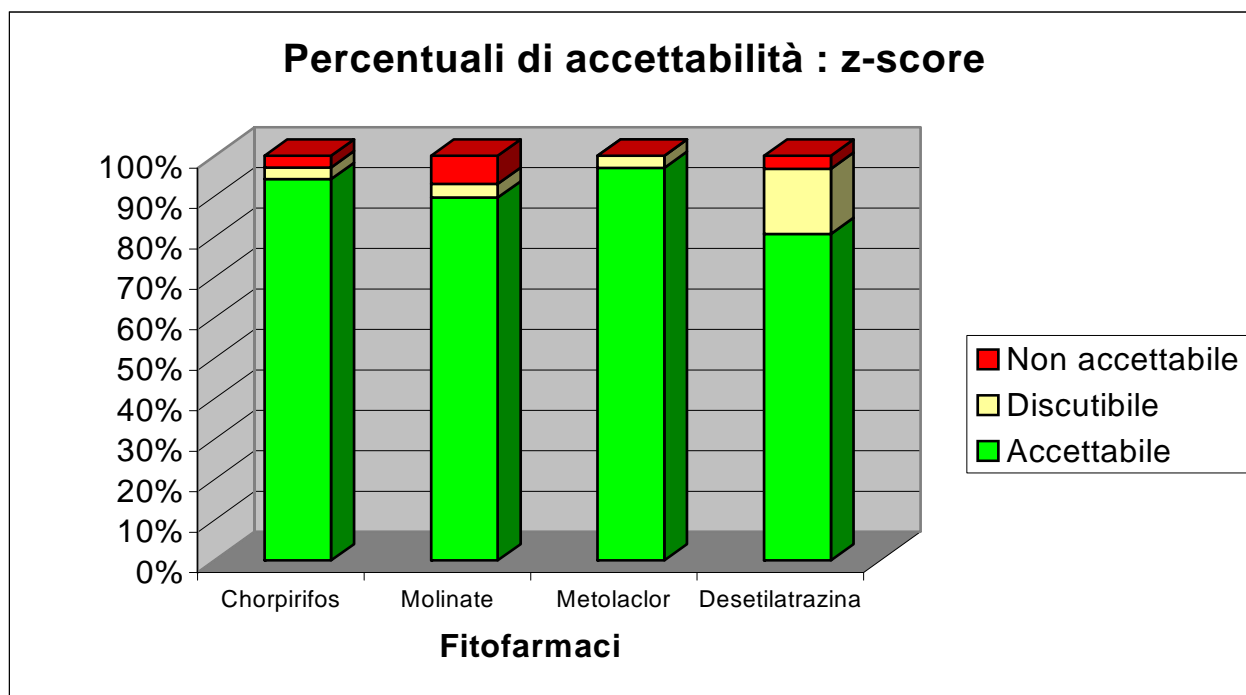
Quindi con questa tipologia di materiali di riferimento l'APAT ha organizzato un circuito interlaboratorio mirato al miglioramento della comparabilità dei dati analitici prodotti dalle ARPA nella determinazione dei fitofarmaci nelle acque. Tale circuito è stato finalizzato alla determinazione di alcune sostanze (clorpirifos, desetilatrastina, molinate e metolaclor) rappresentative di diverse classi di prodotti fitosanitari. I livelli di concentrazione utilizzati nel circuito sono stati scelti sulla base della normativa nazionale che regola il monitoraggio dei fitofarmaci nelle acque sotterranee e/o superficiali. I risultati del circuito<sup>13</sup>, come riportato ad esempio per il metolaclor nella figura 4.1, mostrano una buona comparabilità delle misure effettuate dai laboratori delle ARPA sulle 4 sostanze, indipendentemente dal metodo utilizzato.

Inoltre la valutazione dell'accettabilità dei dati di ciascun laboratorio, effettuata sulla base di punteggi z-score in accordo alla norma ISO13528:2005<sup>14</sup>, evidenzia che circa l'80% dei laboratori ha conseguito valori di z-score accettabili come mostrato nella figura 4.2. Per i risultati completi si rimanda al Rapporto APAT dell'interconfronto IC009 in corso di pubblicazione<sup>14</sup>.

<sup>12</sup> S. Barbizzi, M. Belli, D. Centioli, P. de Zorzi, R. Mufato, H. Muntau, G. Sartori, G. Stocchero: "Rapporto conclusivo studio collaborativo APAT-SC001- pesticidi in acqua sotterranea", APAT serie rapporti in corso di pubblicazione.

<sup>13</sup> S. Balzamo, S. Barbizzi, M. Belli, D. Centioli, P. de Zorzi, R. Mufato, G. Sartori, G. Stocchero: "Rapporto conclusivo Interconfronto APAT-IC009-fitofarmaci in acqua", APAT serie rapporti in corso di pubblicazione.

<sup>14</sup> ISO 13528:2005 (E) "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons."



**Fig. 4.2: percentuale di laboratori che hanno ottenuto un punteggio z-score accettabile nell'interconfronto APAT IC009, suddivisi per sostanza analizzata (fonte Rapporto APAT IC009)<sup>14</sup>.**

Infine si sottolinea come il sistema delle Agenzie ambientali sia molto sensibile alla problematica della garanzia della qualità dei dati di monitoraggio ambientale prodotti dai propri laboratori. Infatti, se da un lato nel corso degli ultimi anni è cresciuto il numero di laboratori accreditati presso il SINAL o l'Istituto Superiore di Sanità attestandosi nel 2005 ad un valore del 50%, analogamente è cresciuto il numero di laboratori partecipanti ai confronti interlaboratorio di tipo chimico organizzati dall'APAT<sup>15,16</sup>. Questo si riflette in un miglioramento della qualità e comparabilità dei dati di monitoraggio ottenendo altresì un sistema di controlli ambientali più armonizzato sul territorio nazionale.

<sup>15</sup> S. Balzamo, D. Centioli, S. De Vincenzi, P. de Zorzi, G. Di Falco, L. Magro, M. Vuolo, A. Mucci, P. Sestili, M. Belli, G. Torri: Capitolo 7 "Monitoraggio e controllo" in Annuario dei dati ambientali edizione 2004, APAT.

<sup>16</sup> S. Balzamo, S. Barbizzi, S. De Vincenzi, P. de Zorzi, S. Fontani, L. Magro, G. Menna, C. Mercuriali, A. Mucci, P. Sestili, M. Belli, G. Torri: Capitolo 17 "Monitoraggio e controllo" in Annuario dei dati ambientali edizione 2005 2006, APAT.

