

APAT

Servizio Interdipartimentale
per le Emergenze Ambientali
Il Responsabile ad Interim

Roma, li 23 GIU. 2004

Prot. n. 22131.1

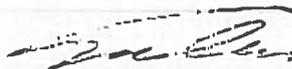
Dr. Gianfranco Mascazzini
Direttore Generale
Direzione Generale per la
Qualità della Vita
Ministero dell'Ambiente e della
Tutela del Territorio
Via Cristoforo Colombo, n. 44
00147 Roma

OGGETTO: Trasmissione del documento "Criteri di validazione dei dati analitici da parte degli enti di controllo"- Applicazione D.M. 471/99

Si trasmette in allegato il documento riportato in oggetto. Il documento è stato realizzato da APAT -- Servizio di Metrologia Ambientale e Settore Sistemi Integrati - congiuntamente al Sistema delle agenzie ambientali ed all'Istituto Superiore di Sanità, nell'ambito delle attività della task-force "Metodologie siti contaminati".

Considerato che il documento è già stato utilizzato in sede di Conferenza dei Servizi come strumento di riferimento per la risoluzione di specifiche ed urgenti problematiche, colgo l'occasione di questa trasmissione ufficiale per evidenziare il contributo di APAT e dei laboratori del sistema delle agenzie ambientali nell'assicurazione della qualità dei dati analitici nelle fasi di validazione dei dati analitici ai sensi del D.M. 471/99.

Giorgio Cesari



Oggetto: DM 471/99. Bonifica e ripristino ambientale siti contaminati di interesse nazionale; criteri per la "validazione" dei dati analitici da parte degli Enti di controllo (ARPA, Provincia, ecc.).

In primo luogo è necessario osservare che un "procedimento di validazione" di un Piano di caratterizzazione di un sito di bonifica è un processo complesso che implica varie fasi.

In funzione della specificità del sito in studio e delle dotazioni strumentali e di personale delle singole ARPA coinvolte o di più di esse, ove siano intervenuti specifici rapporti collaborativi tra più di una ARPA, dovrà essere elaborato da parte dell'ARPA stessa un "PROTOCOLLO OPERATIVO PER LE PROCEDURE DI VALIDAZIONE DEI DATI ANALITICI DEI PIANI DI CARATTERIZZAZIONE".

In tale "Protocollo" dovranno essere riportate le indicazioni, in forma di schemi e istruzioni operative di dettaglio, relative alle modalità con cui è condotto il procedimento di validazione.

Detto "Protocollo" dovrà prendere in considerazione almeno i seguenti aspetti, come riportato anche nei documenti dell'Agenzia di Protezione Ambientale statunitense (U.S.E.P.A.) n. QA/G-4 Guidance for the Data Quality Objectives Process; n. QA/G-8 Guidance on Environmental Data Verification and Validation:

- 1) Predisposizione, da parte del soggetto obbligato, di un piano "sito specifico" di campionamento ed analisi delle matrici ambientali interessate dal fenomeno di contaminazione pregresso e/o attuale, con indicazione puntuale dei punti di campionamento e di posizionamento dei piezometri;
- 2) condivisione da parte dell'Arpa competente e di tutti i "soggetti" che debbono eseguire la caratterizzazione e la bonifica del sito, del piano di cui al punto precedente;
- 3) effettuare un controllo delle operazioni di campionamento al fine anche di verificare che quanto contenuto nel piano, di cui al punto 1), venga rigorosamente attuato;
- 4) confronto delle metodiche analitiche adottate dal laboratorio dell'Ente di controllo e dal laboratorio utilizzato dal soggetto che ha l'onere della bonifica. Inoltre quest'ultimo laboratorio dovrà fornire tutte le

informazioni necessarie al fine della verifica della "qualità" dei dati analitici prodotti (utilizzo di carte di controllo, utilizzo di materiali di riferimento certificati per la convalida dei metodi);

5) confronto tra tutti i laboratori coinvolti, tramite l'analisi prioritariamente di materiali di riferimento certificati, ove disponibili, o in seconda istanza di soluzioni a titolo noto degli inquinanti in studio più significativi o come ultima opzione di campioni reali, preparati dal laboratorio dell'Ente di controllo e inviati "ciechi" al laboratorio del soggetto che ha l'onere della bonifica. Il confronto avverrà per i parametri ritenuti da ARPA maggiormente significativi per il sito in esame. I valori analitici determinati per i singoli parametri di interesse saranno confrontabili se:

| | |
|--|---|
| ▪ per i materiali di riferimento certificati | i valori riscontrati su almeno 3 misure indipendenti rientrano nell'intervallo definito dall'Ente certificatore; |
| ▪ per le soluzioni a titolo noto | i valori riscontrati su almeno 3 misure indipendenti rientrano nell'incertezza del metodo strumentale determinata precedentemente in fase di convalida del metodo adottato; |
| ▪ per i campioni ciechi | la variabilità dei dati ottenuti da almeno 3 misure indipendenti rientra nei seguenti intervalli: - Parametri inorganici (metalli e non metalli): intervallo di variabilità $\pm 20\%$ rispetto al valore trovato o dichiarato dall'ARPA - Parametri organici: intervallo di variabilità $\pm 50\%$ rispetto al valore trovato o dichiarato dall'ARPA |

6) esecuzione delle determinazioni analitiche su almeno il 10% dei campioni, adottando i metodi prestabiliti come al punto 4) precedente. Per quanto riguarda tali determinazioni analitiche, occorre evidenziare che, per le finalità del presente protocollo di validazione, di cui le analisi rappresentano solo una fase tra quelle attinenti all'intero procedimento, è opportuno prendere in considerazione, tra gli analiti previsti dal Piano di

Caratterizzazione, quelli ritenuti da ARPA più significativi per il sito in esame e per le valutazioni sulla bontà del dato analitico.

7) confronto, utilizzando anche test statistici, dei risultati analitici di cui al punto 6) precedente, ottenuti sia dal laboratorio dell'Ente di controllo che dal laboratorio del soggetto bonificatore, al fine di valutare eventuali sottostime o soprastime da parte dei laboratori coinvolti.

Come è noto, il suolo è una matrice complessa e dotata di una grande variabilità orizzontale e verticale; inoltre molto spesso unitamente al suolo vi sono materiali di riporto (rifiuti), i quali contribuiscono ancora di più alla potenziale variabilità analitica riscontrabile.

Se si riscontra, quindi, una variabilità dei risultati di cui al punto 7) precedente, ritenuta da ARPA non accettabile, si propone di procedere come segue:

⇒ ⇒ Nell'ipotesi in cui sia possibile usufruire di un materiale di riferimento, certificato o non, di matrice simile e con concentrazioni dell'analita simili o sovrapponibili a quelle riscontrate nei due campioni esaminati, si sottolinea l'opportunità di utilizzare prioritariamente tale materiale per la verifica dei risultati. Ovviamente tale procedura implica che i due laboratori sottoposti a confronto con materiale di riferimento non possano essere messi in condizione di poter risalire al tipo di materiale distribuito ed alle concentrazioni degli inquinanti presenti. Quindi sarà compito di APAT distribuire in modo "cieco", secondo procedure normate, il materiale di riferimento stesso. Tale procedura è applicabile anche nel caso in cui i due laboratori utilizzino metodi analitici differenti, purché normati, ufficiali o convalidati all'interno del laboratorio. Dopo l'analisi i laboratori inviano ad APAT i loro risultati per l'elaborazione. Dalle risultanze di tale confronto si possono prospettare alcuni scenari:

a) *entrambi i laboratori determinano correttamente i valori di concentrazione relativi al materiale di riferimento, e quindi dimostrano di lavorare con procedure idonee.* In tal caso andranno ripetute le analisi dei campioni risultati difformi, uniformando, ove necessario, i protocolli operativi adottati. Dovrà essere determinata l'eterogeneità residua tra i

sub-campioni del campione in esame tramite l'analisi di almeno 3 porzioni indipendenti;

b) *uno dei due laboratori non determina correttamente i valori del materiale di riferimento.* In tal caso è opportuno per ulteriore conferma ripetere l'analisi dei campioni risultati difformi da parte del laboratorio che ha operato correttamente, in presenza di un rappresentante dell'altro laboratorio. I valori determinati e confermati in questa fase saranno quelli da prendere per "validi";

c) *entrambi i laboratori non determinano correttamente i valori di concentrazione del materiale di riferimento.* In tal caso andranno prioritariamente verificate le procedure analitiche adottate, al fine di produrre un nuovo protocollo condivisibile da entrambi i laboratori e ripetere le analisi sui campioni risultati difformi. Qualora l'esito sia ancora negativo, dovranno essere effettuate, utilizzando il nuovo protocollo analitico condiviso, analisi congiunte sulla "terza aliquota" dei campioni difformi e i risultati ottenuti saranno considerati validi ai fini della caratterizzazione.