

InterCinD

di Ivano Battaglia

Labservice Analytica

bativ@labservice.it



Si è tenuta a Bologna la seconda riunione dell'InterCIND, il circuito europeo per la standardizzazione delle misure su diversi POPs presenti in sedimenti, polveri in emissioni gassose e matrici alimentari.

Davanti ad una numerosa platea di operatori del settore e funzionari di enti di controllo, con una serie di interventi qualificati su temi attinenti il monitoraggio dei POPs, si è tenuto il 16 maggio 2014 a Bologna il simposio InterCIND 2^a Edizione, con alcuni fra i migliori esperti di analisi di microinquinanti in matrice alimentare ed ambientale. Il seminario, denominato “Environment, public health, and food safety: PT for data quality assurance”, è stato organizzato da InterCIND in collaborazione con Labservice Analytica.

Nel corso della giornata sono state presentate relazioni volte ad approfondire le diverse tematiche riguardanti le diverse casistiche di contaminazione rilevate a livello ambientale ed alimentare. A fare gli onori di casa Stefano Raccanelli, chimico dell'ambiente e coordinatore del comitato scientifico di InterCIND, uno dei più importanti *proficiency test* del settore dopo la fusione con Intercal, gestito da Bert van Bavel del MTM Research Center dell'Università di Orebro (Sweden). Molto apprezzati gli interventi di Fedrizzi dell'Istituto Zooprofilattico Sperimentale di Bologna, Scortichini dell'Istituto Zooprofilattico Sperimentale di Teramo, Esposito di ARPA Taranto, Tirlor di Eco-Research e Bargellini di Accredia.

Al termine Simone Libralato dell'OGS di Trieste, curatore della parte statistica del 2° InterCinD ha dato visione dei risultati preliminari. Altri interessanti approfondimenti si sono avuti da van Bavel e Raccanelli in merito alla tipologia del PTx alla natura dei campioni e dall'organizzazione del circuito; Battaglia e Manganelli, in qualità di *provider*, hanno accennato ai recenti sviluppi e piani di implementazione della piattaforma informatica. Al convegno è stata invitato anche Jef Focant dell'Università di Liegi, già chairman della conferenza internazionale Dioxin 2012 che, in qualità di esperto e ricercatore nel settore della spettrometria di massa, con il contributo di van Bavel ha relazionato sullo stato dell'arte delle tecniche analitiche consolidate ed emergenti.

I risultati dell'InterCinD

Fin dai suoi albori nel lontano 2000, il primo circuito CIND (Circuito Intercalibrazione Diossine) è stato ideato per dare a tutti i laboratori italiani la possibilità di confrontare le proprie prestazioni su matrici reali. Nella sua prima edizione parteciparono solo 15 laboratori (di cui 7 italiani), che dopo circa 12 anni di circuito interamente gratuito divennero una settantina, con importanti partecipazioni a livello EU ed extra EU.

Da queste radici e dall'innesto con l'esperienza e la visibilità dell'analogo circuito Internazionale InterCal organizzato in Svezia da van Bavel, nel 2013 è stato creato il nuovo Circuito InterCinD, che intende proseguire e divulgare le precedenti esperienze al fine di incrementare la consapevolezza e la potenzialità analitica dei laboratori di analisi su matrici reali e su analiti importanti sia in termini analitici che di inquinamento ambientale ed alimentare.

Il nuovo circuito InterCinD, che nasce da queste due esperienze, è organizzato secondo le linee guida internazionali relative all'organizzazione ed alla gestione dei Circuiti Interlaboratorio.

Essenza del Circuito sono i materiali di riferimento utilizzati, tutte matrici reali reperibili in natura, preparate e caratterizzate secondo le linee guida internazionali per la produzione di materiali di riferimento (ISO Guide 34:2009).

Questi materiali presentano le necessarie caratteristiche di omogeneità e stabilità che ne consentono l'impiego nei circuiti interlaboratorio, e per la prima volta InterCinD mette a disposizione dei partecipanti tre diverse tipologie di materiali reali e “naturali” definiti come:

- 1) Ambiente (sono presi i sedimenti);
- 2) Industriale (sono prese le emissioni di polveri);
- 3) Cibo-Mangime (è preso del mangime).

Ogni campione viene fornito in tre diverse aliquote per effettuare tre diverse analisi (repliche) che consentono di testare la riproducibilità dei laboratori stessi e si caratterizzano per analisi di microinquinanti quali: diossine e furani (PCDD/F), policlobifenili simili alle diossine (PCBs dioxin-like), policlobifenili non simili alle diossine (PCBs ICES-6), idrocarburi policiclici aromatici (IPA), polibromurati difenil eteri (PBDE) e metalli pesanti.

Nei suoi primi due anni di attività InterCinD ha operato con diversi laboratori sia livello nazionale che internazionale, divenendo un punto di riferimento per gli operatori che lavorano con campioni di questo tipo (Fig. 1).

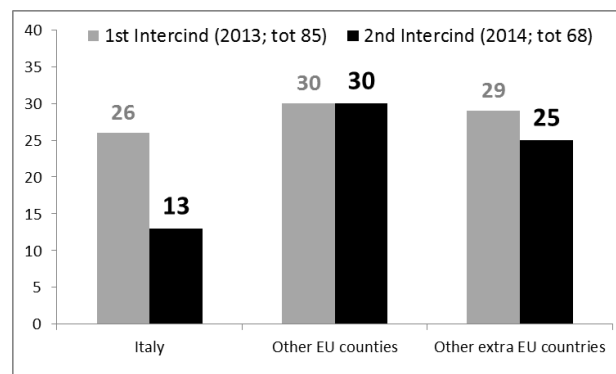


Fig. 1 - Numero di laboratori partecipanti nelle 2 edizioni (IT, altri EU e extraEU)

In fase di partecipazione non vengono fornite indicazioni sulle modalità analitiche, di conseguenza ogni laboratorio presenta dati operativi scaturiti dalla propria routine di analisi, che, solo in una fase di successiva elaborazione dei dati, possono mostrare come alcune tecniche strumentali o metodiche prescelte possano influenzare o meno il risultato analitico finale. (Fig. 2 e Fig. 3).

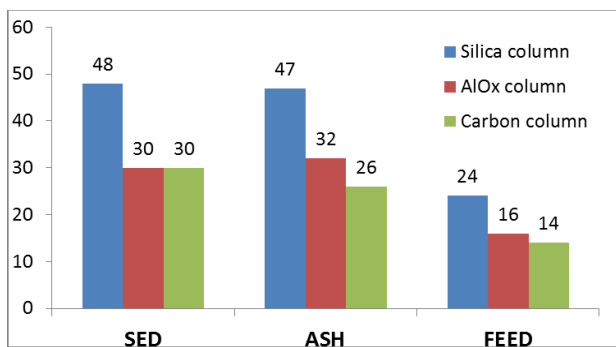


Fig. 2 - Tipologia e quantità di campioni (sedimenti, ceneri e mangime) trattati con colonnine pre-impaccate e sistema PowerPrep (FMS USA)

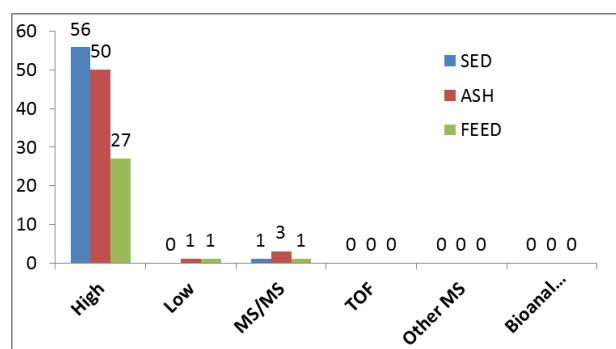


Fig. 3 - Tecniche strumentali adottate dai laboratori partecipanti per l'analisi dei campioni (HRGG, LRGC etc.)

Altra importante caratteristica distintiva di InterCinD è l'elaborazione statistica dei dati.

InterCinD si pone tra i vari obiettivi, quello di fornire ai laboratori partecipanti le basi per valutare le proprie prestazioni attraverso il valore di z-score (accuratezza) e dispersione delle misure (precisione)^{1,2}.

Per raggiungere al meglio questo obiettivo, nel 2009 la collaborazione tra InterCal e CinD ha consentito la prima standardizzazione a livello europeo del form utilizzato per la trasmissione dei dati finali, con l'intento di facilitare la partecipazione al Circuito e la lettura dei risultati. In questo modo i laboratori sono obbligati a inserire in modo uniforme informazioni sui limiti di riferimento (es. "<0,0001") e nel caso di dati non analizzati o al di sotto dei limiti di rilevabilità (NA o ND).

Il metodo di elaborazione dei dati, presentato a Dioxin nel 2011³ da Libralato, Raccanelli e van Bavel si basa sulla preliminare identificazione dei valori imputabili ad errori sia di imputazione che strumentali definiti *ouliers* ed estremi, ed alla loro esclusione dal calcolo statistico finale (considerando che il rumore di fondo strumentale non può essere eliminato). Questo metodo per definire estremi ed *ouliers* viene riportato in molta letteratura statistica, e risulta molto più efficiente dei metodi classici, poiché grazie alla sua statistica non parametrica (mediane e quartili) consente opportunamente l'identificazione di dati anomali ed estremi al primo lancio. Il complesso dei dati così trattati per ogni matrice, viene poi utilizzato per il calcolo finale degli indici statistici di ciò che può essere considerato il valore vero.

Grazie a queste caratteristiche distintive, InterCinD nella sua prossima edizione (la terza), in partenza nell'autunno del 2014, cercherà di proporsi a livelli qualitativi ancor più qualificati per rispondere il più possibile alle necessità di laboratori di riferimento già accreditati EN 17025 e a tutti quelli che stanno per intraprendere l'iter di accreditamento o vogliono sviluppare metodi analitici per gli analiti e la tipologia di matrici proposti.

Bibliografia

¹StatSoft, Inc., 2005, Statistica (Data Analysis Software System), version 7.1, <http://www.statsoft.com>

²G. Cicchitelli, Probabilità e Statistica, Maggioli Ed., 1995.

³S. Libralato *et al.*, *Organohalogen Compounds*, 2011, **73**, 2174.