



Istituto Superiore di Sanità  
 Prot 05/10/2007-0050834  
 Class: AMPP. IA.12.00 3

Istituto Superiore di Sanità

Roma, .....

VIALE REGINA ELENA, 299  
 00161 ROMA  
 TELEGRAMMI: ISTISAN ROMA  
 TELEFONO: 06 49901  
 TELEFAX: 06 49387118  
 http://www.iss.it

Prot. N. 9666 AMPP/IA.12

Ministero Ambiente e  
 Tutela del Territorio e del Mare  
 Direzione Generale  
 Servizio Qualità della Vita  
 c.a. dott. G. Mascazzini  
 Via C. Colombo, 44  
 00147 R O M A

Risposta al N. 5215/QdV del 22/02/07

Allegati .....

OGGETTO: **LIMITI DI RIVELABILITÀ PER I PARAMETRI 1,2,3-TRICLOROPROPANO E 1,2-DIBROMOETANO FISSATI DAL D.LGS. 152/06: RICHIESTA DI PARERE (PROT. 5215/QDV/DI-VII/VIII) DEL 22/02/2007.**

Con riferimento alla richiesta in oggetto, si forniscono i seguenti elementi di risposta sulla base delle prove effettuate in laboratorio e delle informazioni attualmente disponibili.

Il limite di rivelabilità di un metodo analitico (MDL) è definito come la più piccola concentrazione di analita in un campione in esame che è possibile dosare con una probabilità statistica non inferiore al 99 %. Il suo valore è strettamente connesso alla procedura applicata, in quanto risulta influenzato dalle modalità di prelievo e conservazione del campione, dalle eventuali tecniche di preconcentrazione e purificazione, nonché dalla tipologia e dalle prestazioni della strumentazione utilizzata. Inoltre può variare considerevolmente in funzione delle caratteristiche della matrice, della presenza di specie interferenti e della riproducibilità di alcune condizioni sperimentali. E' dunque evidente come la stima del suo valore non possa essere effettuata in base a considerazioni di carattere teorico, ma a seguito dell'espletamento di specifiche prove sperimentali condotte in condizioni rigorosamente controllate. Il dato così acquisito deve essere verificato periodicamente ed è comunque applicabile fin quando non venga alterata la procedura analitica e/o il tipo, la configurazione e lo stato di efficienza dell'apparecchiatura impiegata.

Nel caso specifico dei due parametri in oggetto, le procedure più idonee per il controllo analitico di campioni di acqua sotterranea si basano sull'impiego di una tecnica di estrazione ed arricchimento degli analiti (mediante dibattimento con solvente organico o campionamento dinamico dello spazio di testa) seguita dall'analisi gascromatografica con rivelatore a cattura di elettroni o a selezione di massa. L'utilizzo di quest'ultimo rivelatore è normalmente richiesto al fine di dissipare ogni possibile dubbio sull'identificazione dei microinquinanti esaminati.

Le apparecchiature gascromatografiche attualmente in commercio sono caratterizzate da sensibilità estremamente differenti tra di loro soprattutto in dipendenza

della tipologia e delle peculiarità costruttive del rivelatore impiegato. La risposta strumentale è inoltre influenzata dalla larghezza dei picchi cromatografici, ovvero, principalmente, dal diametro interno della colonna cromatografica, dal sistema di introduzione del campione e dal programma termico del forno cromatografico.

Alla luce di tali considerazioni, non essendo possibile esaminare l'effetto delle numerosissime combinazioni sperimentali sul limite di rivelabilità raggiungibile per i due composti in questione, si è ritenuto opportuno testare esclusivamente la configurazione strumentale più comunemente impiegata nei laboratori pubblici di controllo, composta da un gascromatografo capillare interfacciato ad un rivelatore a selezione di massa di tipo quadrupolare. A tal fine sono state iniettate in modalità *splitless*, all'interno di una colonna capillare (lunga 50 m) di tipo *medium bore* (320  $\mu\text{m}$  ID) con fase stazionaria mediamente polare (5  $\mu\text{m}$  di OV 17), soluzioni organiche (1,0  $\mu\text{L}$ ) contenenti i due microinquinanti in concentrazioni scalari. Durante la programmata di temperatura sono state valutate le risposte dello spettrometro di massa provvisto di una sorgente ad impatto elettronico ed operante in modalità *Selected Ion Monitoring* (ioni 107, 109 e 188 per l' 1,2-dibromoetano; 75, 110 e 112 per l' 1,2,3-tricloropropano). In tali condizioni sono stati osservati i seguenti limiti di rivelabilità strumentale (IDL), ognuno dei quali inteso come la concentrazione di analita in grado di produrre un segnale superiore a 5 volte il rapporto segnale/rumore: 0,5 e 2,0  $\mu\text{g/L}$  rispettivamente per l' 1,2-dibromoetano e per l' 1,2,3-tricloropropano.

Dal momento che la normativa vigente in materia di bonifiche prescrive l'applicazione di metodi in grado di raggiungere un MDL inferiore a 0,0001  $\mu\text{g/L}$  per entrambi i parametri in questione, l'impiego della procedura strumentale testata sarebbe possibile solo esclusivamente previa un'elevata preconcentrazione del campione in esame. Ciò implicherebbe la necessità di processare volumi elevati di campione (2 L o più) applicando l'estrazione liquido-liquido o, in alternativa, il campionamento dinamico dello spazio di testa (da aliquote non inferiori a 20 mL di campione e per un tempo estremamente lungo) utilizzando un dispositivo *Purge and Trap* da interfacciare al gascromatografo tramite una trappola capillare criogenica.

Occorre, inoltre, osservare che la determinazione quantitativa dei due microinquinanti a livelli inferiori a 0,001  $\mu\text{g/L}$  sarebbe potenzialmente affetta da un elevato errore analitico a causa sia di possibili contaminazioni (ad es. impurezze nei solventi, nella vetreria e nei materiali impiegati; effetti memoria da parte dell'adsorbente impiegato nel dispositivo *Purge and Trap*; contaminazione incrociata dei campioni durante la loro conservazione; inefficiente bonifica periodica dell'ambiente di lavoro) che di perdite all'atto del campionamento (gorgogliamenti di aria e/o rimescolamenti turbolenti del campione durante il riempimento delle bottiglie o il successivo travaso). Tali incertezze potrebbero essere contenute solo operando in particolari condizioni ambientali (stanze e attrezzature appositamente dedicate all'analisi in ultra-tracce) ed impiegando reagenti di elevatissima purezza nonché personale altamente qualificato sia nel prelievo che nelle successive manipolazioni del campione.

Si resta a disposizione per ogni altra eventuale richiesta in merito.

Il Direttore del Dipartimento  
Ambiente e Connessa Prevenzione  
Primaria (dott.ssa Luciana Gramiccioni)

