



# Scelta e preparazione di campioni idonei al circuito

*Biagio Maria Bruni, Lorenzo Palumbo*

*Dipartimento di Ambiente e Connessa Prevenzione Primaria*

**ISTITUTO SUPERIORE DI SANITÀ**

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO  
2015

MINISTERO DELLA SALUTE



L'articolo 5 del Dm 14/5/1996 stabilisce:

**tutti i laboratori pubblici e privati** che intendono effettuare attività analitiche sull'amianto **devono** essere in possesso dei **requisiti minimi** specificati nell'allegato 5 del medesimo decreto.

Nella premessa dell'allegato 5 si fa riferimento al Decreto Ministeriale 6/9/94 in cui le procedure di **analisi qualitative** e **quantitative** dell'amianto vengono indicate negli allegati 1, 2 e 3.

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



Quindi, al circuito, hanno partecipato

1. I laboratori che effettuano la **determinazione qualitativa** dell'amianto in campioni in massa con le seguenti tecniche analitiche:

- Microscopia Ottica in contrasto di fase (MOCF) e/o in luce polarizzata (MOLP);
- Spettroscopia Infrarossa a Trasformata di Fourier (FTIR);
- Diffrazione a Raggi X (DRX)

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



2. I laboratori che effettuano la determinazione quantitativa delle fibre di amianto aerodisperse con le seguenti tecniche analitiche:

- Microscopia Ottica in contrasto di fase (MOCF);
- Microscopia Elettronica a Scansione (SEM) equipaggiata con sistema di microanalisi.

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



In base alla tecnica analitica, le domande a partecipare ai diversi circuiti sono state

TIPOLOGIA DI ANALISI	TECNICA ANALITICA	NUMERO DI RICHIESTE
QUALITATIVA	MOCF/MOLP MASSA	94
	FT-IR	109
	DRX	21
QUANTITATIVA	MOCF-AERODISPERSO	150
	SEM-AERODISPERSO	38
<b>Totale n° Richieste di Partecipazione</b>		<b>412</b>

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITA' NELLE ATTIVITA' ANALITICHE DELL' AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITA'. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



# DETERMINAZIONE QUALITATIVA DELL'AMIANTO IN CAMPIONI IN MASSA

**MATERIALI  
UTILIZZATI NEI  
CIRCUITI PER LA  
DETERMINAZIONE  
QUALITATIVA  
DELL'AMIANTO IN  
MASSA**

<b>PANNELLI CEMENTO</b>	<b>AMIANTO ASSENTE</b>
<b>PANNELLI CEMENTO</b>	<b>CRISOTILO</b>
<b>PANNELLI CEMENTO</b>	<b>CRISOTILO E CROCIDOLITE</b>
<b>MATERIALI VINILICI</b>	<b>CRISOTILO</b>
<b>MATERIALI VINILICI</b>	<b>AMIANTO ASSENTE</b>
<b>RIVESTIMENTI</b>	<b>AMOSITE E SVF</b>
<b>RIVESTIMENTI</b>	<b>AMIANTO ASSENTE (SVF)</b>
<b>CARTONE</b>	<b>CRISOTILO</b>
<b>TESSUTO</b>	<b>AMIANTO ASSENTE (F. ORG)</b>
<b>LANE</b>	<b>AMIANTO ASSENTE (SVF)</b>

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITA' NELLE ATTIVITA' ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITA'. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



Tutti i materiali presenti in tabella ed utilizzati nel circuito sono stati analizzati in DRX, in FT-IR ed in MOCF/MOLP da almeno tre operatori di almeno tre Enti Organizzatori diversi appartenenti al Gruppo Tecnico di Riferimento (GTR) per ogni tecnica analitica. Questo per essere certi di utilizzare idonei campioni e per garantire l'omogeneità del circuito a livello nazionale.

In base al numero di richieste ovvero 224 si sono dovuti preparare circa 900 campioni in massa fra i materiali presenti in tabella.

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



## DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Per i circuiti in cui veniva richiesto la **determinazione quantitativa delle FIBRE RESPIRABILI**, tramite l'uso della MOCF e la **determinazione quantitativa e qualitativa delle FIBRE RESPIRABILI DI AMIANTO**, tramite l'uso della SEM equipaggiata con un sistema di microanalisi

si è valutato di utilizzare membrane filtranti provenienti da campionamenti effettuati in occasione di attività di bonifica di materiali contenenti amianto e/o membrane filtranti preparati artificialmente per via umida.

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE





Per quanto riguarda le membrane prodotte in laboratorio per entrambi i circuiti si sono utilizzati i seguenti amianti standard:

TREMOLITE DI AMIANTO

CROCIDOLITE

AMOSITE

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



La preparativa è stata effettuata per via umida ovvero si è preparato una serie di soluzione madre dei vari amianti da cui si sono effettuate una serie di filtrazioni singole o miscele a concentrazioni diverse utilizzando un inerte come fondo.

Si sono utilizzate membrane diverse a seconda del circuito:

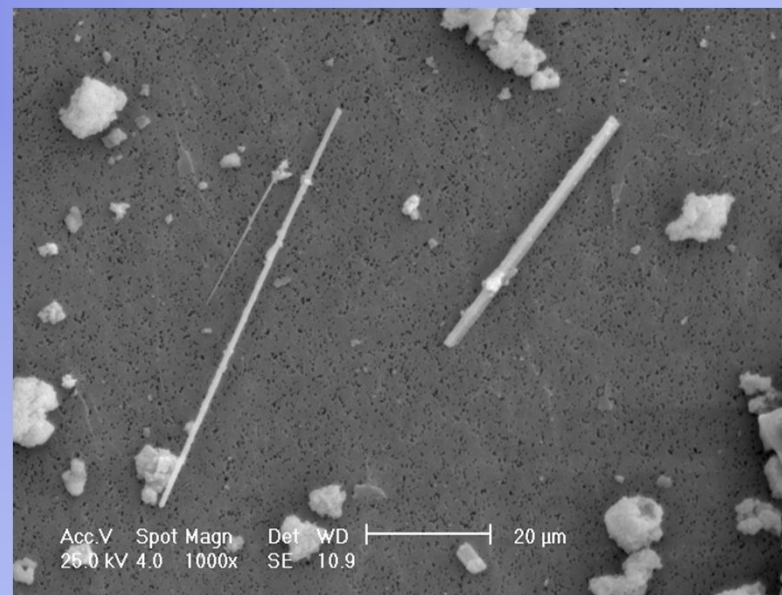
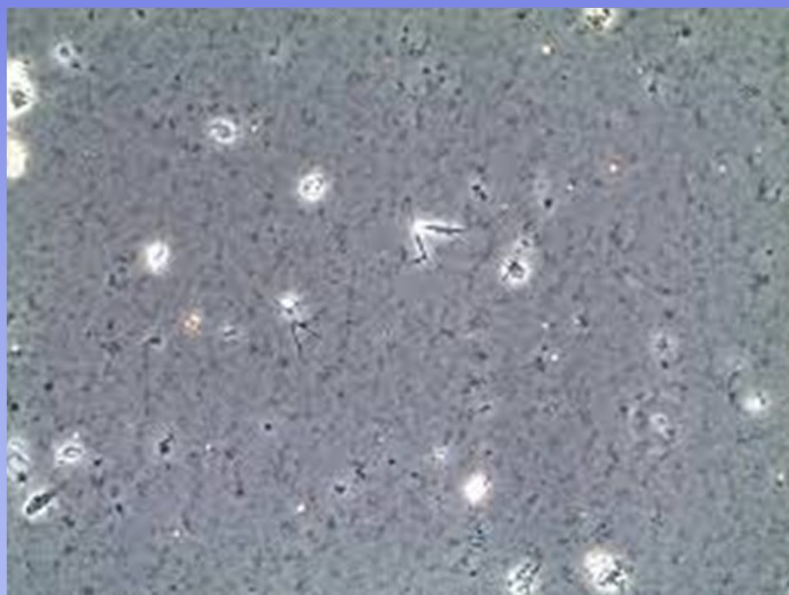
- in esteri misti di cellulosa per il circuito MOCF;
- in policarbonato per il circuito SEM.

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITA' NELLE ATTIVITA' ANALITICHE DELL' AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITA'. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



## Per quanto riguarda il circuito MOCF – Aerodisperso

Si sono preparati 100 filtri in esteri misti di cellulosa da 25 mm. Ciò ha comportato che si sono prodotti circa 200 vetrini utilizzando il metodo vapori di acetone-triacetina.

Ogni vetrino è stato analizzato rapidamente per valutare la reale distribuzione del materiale fibroso e del fondo.

Questa prima selezione ha ridotto del 20% il numero dei vetrini iniziali. I rimanenti circa 160 vetrini sono stati preparati e codificati e successivamente osservati e letti da almeno tre operatori di almeno tre Laboratori Esperti (LE) diversi appartenenti al Gruppo Tecnico di Riferimento (GTR) per la specifica tecnica analitica allo scopo di valutare

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



- la buona qualità di preparazione del campione (ovvero assenza e/o minima presenza di bolle d'aria, limitato numero di agglomerati, fondo uniforme e non troppo carico, buona chiusura del copri-oggetto);
- la concordanza di lettura di tutti e tre gli operatori esperti;
- la densità di fibre per ogni vetrino che doveva essere compresa prevalentemente tra 10 e 100 F/ mm<sup>2</sup>

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



Ad ogni vetrino è stato assegnato quindi un valore di riferimento (R) sulla base dei conteggi effettuati da LE. Il valore di riferimento di ogni campione è stato attribuito in base al valore mediano dei conteggi effettuati dagli stessi LE.

Il risultato di questa fase operativa è stata la disponibilità di utilizzo di circa 100 vetrini idonei per il circuito.



## Per quanto riguarda il circuito SEM – Aerodisperso

si sono preparati circa 100 filtri in policarbonato da 25 mm. Ciò ha comportato che si sono prodotti circa 200 stubs utilizzando un sistema di ricopertura con oro.

Ogni stub è stato analizzato rapidamente per valutare la reale distribuzione del materiale fibroso e del fondo

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



Questa prima selezione ha ridotto di circa il 40% il numero dei vetrini iniziali.

I rimanenti stubs sono stati preparati e codificati e successivamente osservati e letti da due operatori di due Enti Organizzatori diversi appartenenti al Gruppo Tecnico di Riferimento (GTR) per la specifica tecnica analitica allo scopo di valutare

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE





- la buona qualità di preparazione del campione (buona adesione della membrana sullo stub, omogenea distribuzione delle fibre, fondo uniforme e non troppo carico, limitato numero di agglomerati, buona ricopertura in oro);
- la concordanza di lettura di tutti e due gli operatori esperti;
- la densità di fibre per ogni vetrino che doveva essere compresa prevalentemente tra 30 e 300 F/ mm<sup>2</sup>

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



A causa della necessità di limitare il numero di letture dello stesso campione (per non causare un eccessivo degrado del campione stesso) il carico “vero” di ogni campione, ovvero il numero di fibre normate per mm<sup>2</sup>, è stato valutato pari alla media dei valori ottenuti da due o più laboratori esperti.

Sono stati fatti circolare solo quei campioni per i quali le due letture fatte dai “laboratori esperti” presentavano uno scarto minore dell’intervallo fiduciario al 95% calcolato per una distribuzione poissoniana con media pari alla media dei valori ottenuti dai due laboratori esperti.

WORKSHOP

ROMA 30 OTTOBRE 2015

CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL’AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO 2015

MINISTERO DELLA SALUTE



GRAZIE

WORKSHOP  
ROMA 30 OTTOBRE 2015  
CIRCUITI DI QUALITÀ NELLE ATTIVITÀ ANALITICHE DELL'AMIANTO: I RISULTATI E LE CRITICITÀ. ACCORDO STATO REGIONI 7 MAGGIO  
2015  
MINISTERO DELLA SALUTE