

**CONTROLLO DI QUALITÀ DEI LABORATORI CHE EFFETTUANO
ANALISI SULL'AMIANTO MEDIANTE
MICROSCOPIA ELETTRONICA A SCANSIONE (SEM)**

Rev. 03

del 15.06.2018

Pagina 1 di 10

1 - SCOPO.....	Pag. 2
2 - CAMPO DI APPLICAZIONE.....	Pag. 2
3 - RESPONSABILITA'.....	Pag. 2
4 - PROTOCOLLO DI ATTUAZIONE DEL CI SEM.....	Pag. 2
4a OBIETTIVI.....	Pag. 2
4b ORGANIZZAZIONE.....	Pag. 3
4c DESTINATARI.....	Pag. 3
4d OGGETTO DELLA PROVA.....	Pag. 3
4e METODICHE DI RIFERIMENTO.....	Pag. 3
4f CALENDARIO ATTIVITA'.....	Pag. 4
5 - ANALISI DEI RISULTATI.....	Pag. 5
5a CRITERI DI VALUTAZIONE PER IL CONTEGGIO DELLE FIBRE	Pag. 5
5b VALUTAZIONE COMPLESSIVA DEL LABORATORIO PARTECIPANTE	Pag. 5
6 - RAPPORTO CONCLUSIVO.....	Pag. 6
7 - RISERVATEZZA DEI DATI.....	Pag. 6
Allegato n°1: LETTERA DI ACCOMPAGNAMENTO INVIO CAMPIONI.....	Pag. 7
Allegato n°2: CRITERI PER LA SCELTA DEI CAMPIONI DI RIFERIMENTO	Pag. 9
Allegato n°2: SCHEDA RISULTATI.....	Pag.10

1 – SCOPO

Il Protocollo per il Controllo di Qualità dei Laboratori (**PCQL**) è il documento che descrive le procedure d'attuazione del circuito d'interconfronto per i laboratori che effettuano la determinazione quantitativa delle fibre di amianto mediante la Microscopia Elettronica a Scansione (**SEM**).

Nel PCQL sono inserite le informazioni sull'organizzazione, sull'effettuazione delle varie fasi del circuito interlaboratoriale ed il regolamento operativo.

2 – CAMPO DI APPLICAZIONE

Il presente documento si applica all'organizzazione dei controlli di qualità interlaboratorio per l'accreditamento dei laboratori pubblici e privati che effettuano analisi sull'amianto utilizzando la metodica SEM.

Il Circuito d'Interconfronto (**CI**) permette di valutare la capacità del laboratorio di individuare le fibre d'amianto su filtro, tramite l'uso della microscopia elettronica, riconoscendone le differenti tipologie e distinguendolo da fibre di diversa natura tramite il sistema di microanalisi EDX.

3 – RESPONSABILITÀ

L'attuazione del PCQL è affidata al Centro Regionale Amianto (CRA).

E' costituito il Gruppo Tecnico di Riferimento (**GTR**) formato dagli Istituti Centrali (INAIL-Settore Ricerca, ISS, CNR) e dai CRA partecipanti al CI.

Il GTR ha il compito di esaminare tutte le problematiche tecnico – analitiche relative alle metodica SEM, di individuare i campioni idonei al circuito e di garantire l'omogeneità del circuito a livello nazionale.

4 - PROTOCOLLO DI ATTUAZIONE DEL CI SEM

4a – OBIETTIVI

Il CI permette di valutare la capacità dei laboratori partecipanti nell'individuare fibre di amianto aerodisperse depositate su filtro e nel riconoscerne le differenti tipologie tramite l'uso della Microscopia Elettronica a Scansione con microanalisi a raggi X (EDX).

4b – ORGANIZZAZIONE

La gestione del circuito è affidata ai CRA.

I CRA devono provvedere:

- *alla spedizione/consegna dei campioni concordati dal GTR;*
- *alla spedizione/consegna della “lettera di accompagnamento” (**Allegato 1**);*
- *alla spedizione/consegna della “scheda dei risultati” (**Allegato 2**);*
- *al controllo del rispetto delle modalità descritte nel paragrafo 4f.*

4c – DESTINATARI

Al CI SEM-aerodispersi partecipano i laboratori che hanno presentato domanda al Ministero della Salute nei termini previsti e in possesso dei requisiti minimi previsti dal Decreto del 14 maggio 1996, allegato 5, e che, in occasione della visita effettuata dal CRA, sono risultati effettivamente in possesso di tali requisiti.

4d - OGGETTO DELLA PROVA

La tipologia dei campioni da sottoporre alle analisi è individuata dal GTR.

I campioni provengono da campionamenti effettuati in occasione di attività di bonifica di materiali contenenti amianto e/o preparati artificialmente.

I campioni sono costituiti da filtri in policarbonato su cui possono essere presenti fibre di amianto, montati su stub e ricoperti con un film di oro o di carbonio.

Il protocollo operativo del programma prevede il conteggio delle fibre respirabili su 4 campioni (stub) da parte di ogni laboratorio partecipante.

La classificazione dei campioni idonei al circuito deve essere effettuata dal CRA previa analisi degli stessi da parte di almeno due laboratori del **GTR**.

I dettagli sui criteri di valutazione della qualità dei campioni e sulla determinazione dei conteggi di riferimento validi sono riportati nell'Allegato 2.

4e – METODICHE DI RIFERIMENTO

Si riportano alcune metodiche di riferimento:

- Decreto Ministeriale 06-09-1994 GU SO n.288 10/12/1994 All 2 B

4f - CALENDARIO ATTIVITA'

I CRA invieranno/consegneranno a ciascuno dei laboratori iscritti, quattro (n.4) campioni per l'analisi SEM.

La spedizione dei campioni verrà notificata ai laboratori via e-mail.

Entro il tempo massimo di due giorni (2) dalla ricezione dei campioni, i laboratori partecipanti dovranno comunicare al CRA territorialmente competente via e-mail, l'avvenuta ricezione e la data della stessa.

In caso di mancata comunicazione, la data di ricezione verrà presunta corrispondente a quella del giorno successivo al giorno di spedizione dei campioni.

I risultati delle analisi dovranno essere comunicati al CRA territorialmente competente entro cinque (5) giorni lavorativi dall'arrivo dei campioni, tramite la compilazione della tabella riassuntiva riportata all'Allegato 3.

L'invio dovrà essere effettuato tramite posta certificata (PEC).

Entro 1 giorno dalla comunicazione dei risultati i campioni dovranno essere restituiti al centro coordinatore via corriere.

I ritardi nella restituzione del set dei campioni saranno causa di esclusione del Laboratorio dal circuito.

Se un laboratorio si trovasse nell'impossibilità di analizzare i campioni entro il periodo di tempo stabilito dovrà immediatamente restituirli al CRA con la notifica della sua decisione mediante PEC. Il laboratorio riceverà successivamente un nuovo set di campioni.

Se un laboratorio fosse a conoscenza in anticipo di una situazione tale da precludere la possibilità di analisi dei campioni, dovrà notificarlo immediatamente al CRA.

Se un laboratorio a fine circuito si trovasse ancora nell'impossibilità di analizzare il set di campioni verrà escluso dal circuito stesso.

Eventuali problemi tecnici od organizzativi implicanti ritardi rispetto al termine fissato, dovranno essere comunicati al CRA prima della scadenza dei cinque (5) giorni.

Ogni laboratorio fornirà un unico risultato per campione, a prescindere dal numero di letture effettuate. I risultati ottenuti da ciascun laboratorio verranno valutati in base ai criteri di seguito esposti.

5 – ANALISI DEI RISULTATI

I risultati inviati dai partecipanti saranno esaminati dal CRA. Laddove il CRA non fosse competente nella metodica SEM e pertanto non in grado di valutare i risultati dei laboratori, il GTR svolgerà tale attività.

5a – CRITERI DI VALUTAZIONE PER IL CONTEGGIO DELLE FIBRE

Sia **R** il valore di riferimento della concentrazione delle fibre del campione analizzato e **V** il valore fornito dal laboratorio partecipante. Si definiscono i seguenti intervalli rispetto ai quali i valori **V** saranno collocati (schema RICE (Regular Inter-laboratory Counting Exchange) di Health and Safety Laboratory):

intervallo 1. $V < (\sqrt{R} - 2,34)^2$

intervallo 2. $(\sqrt{R} - 2,34)^2 < V < (\sqrt{R} - 1,57)^2$

intervallo 3. $(\sqrt{R} - 1,57)^2 < V < (\sqrt{R} + 1,96)^2$

intervallo 4. $(\sqrt{R} + 1,96)^2 < V < (\sqrt{R} + 3,30)^2$

intervallo 5. $V > (\sqrt{R} + 3,30)^2$

per $R > 63,7$ gli intervalli da considerare sono i seguenti:

intervallo 1. $V < 0,50 R$

intervallo 2. $0,50 R < V < 0,65 R$

intervallo 3. $0,65 R < V < 1,55 R$

intervallo 4. $1,55 R < V < 2,00 R$

intervallo 5. $V > 2,00 R$

Se il risultato di una lettura fornita dal laboratorio partecipante cade:

- nell'intervallo 3, il risultato è classificato **buono**;
- nell'intervallo unificato tra 2, 3 e 4 cioè $(\sqrt{R} - 2,34)^2 < V < (\sqrt{R} + 3,30)^2$, o $0,50 R < V < 0,65 R$ per $R > 63,7$ il risultato è classificato **sufficiente**.
- altrimenti il risultato è classificato **non soddisfacente**.

5b – VALUTAZIONE COMPLESSIVA DEL LABORATORIO PARTECIPANTE

I laboratori partecipanti, in base alle loro risposte, verranno classificati in due CATEGORIE.

CATEGORIA 1 - SODDISFACENTE

Se contemporaneamente:

- **Rispetta** i tempi previsti;
- **Fornisce almeno** 3 letture *buone o sufficienti* su 4
- **Riconosce tutte** le tipologie mineralogiche dei 4 campioni

CATEGORIA 2 - NON SODDISFACENTE

Se:

- **Non rispetta** i tempi previsti, o **smarrisca** e/o **danneggia** uno dei campioni appartenenti al lotto

Oppure se **contemporaneamente**:

- Rispetta i tempi previsti
- Fornisce letture che non rientrano in quelle della categoria 1.

Per i laboratori valutati “non soddisfacente” il CRA provvederà ad organizzare un round suppletivo a pagamento con altri quattro campioni selezionati con le procedure descritte in precedenza. Solo nel caso in cui il laboratorio soddisfi, in questo round suppletivo, i criteri di categoria 1, la prestazione del laboratorio verrà valutata come “soddisfacente”.

Nel caso in cui il laboratorio risultasse ancora “non soddisfacente”, questo non potrà essere qualificato per la prova specifica.

6 - RAPPORTO CONCLUSIVO

Il rapporto conclusivo con l'elenco nominativo dei laboratori e la rispettiva valutazione finale è elaborato e redatto dal CRA.

La gestione, l'archiviazione e la conservazione di tutta la documentazione attinente al presente protocollo è a cura del CRA.

7 - RISERVATEZZA DEI DATI

L'esame dei risultati prodotti dai laboratori che partecipano al CI sarà effettuato dal CRA garantendo la riservatezza dei dati secondo la normativa vigente.

Il CRA comunicherà i risultati a ciascun laboratorio.

L'elenco nominativo dei laboratori che hanno superato il circuito sarà comunicato dal CRA al Ministero della Salute, il quale si farà carico di pubblicarlo sul sito dello stesso Ministero.

ALLEGATO 1: LETTERA ACCOMPAGNAMENTO INVIO CAMPIONI

SPETT.LE LABORATORIO

Si inviano/consegnano 4 campioni per i quali dovrà essere determinata la concentrazione di fibre di amianto ed il tipo di amianto presente tramite l'impiego delle tecniche di Microscopia Elettronica a Scansione con microanalisi a raggi X (EDX).

I campioni sono costituiti da filtri in policarbonato, su cui possono essere presenti fibre di amianto, montati su stub e ricoperti con un film di oro o di carbonio pronti per l'osservazione al SEM.

Entro il tempo massimo di due giorni dalla ricezione dei campioni dovrà essere comunicata via e-mail (xxx.yyy@aaa.bbb.it) l'avvenuta ricezione dei campioni, nonché la data della stessa.

In caso di mancata comunicazione, la data di ricezione verrà presunta corrispondente a quella del giorno successivo al giorno di spedizione dei campioni.

I risultati delle analisi dovranno essere comunicati entro cinque (5) giorni lavorativi dall'arrivo dei campioni, tramite la compilazione della tabella riassuntiva allegata, mediante posta certificata (PEC: xxx.yy@pec.aaa.bbb.it) nella quale dovranno essere indicate le condizioni operative utilizzate e il risultato della determinazione quantitativa eseguita su ciascun campione.

Entro 1 giorno dalla comunicazione dei risultati i campioni dovranno essere restituiti al centro coordinatore via corriere.

I ritardi nella restituzione del set dei campioni, il danneggiamento e/o perdita anche di un solo campione saranno **causa di esclusione del Laboratorio dal circuito**.

I criteri di conteggio da utilizzare sono quelli indicati dal metodo analitico SEM indicato nel DM 06-09-1994 All. 2.

Nel caso di letture di più microscopisti il laboratorio dovrà fornire un'unica risposta relativa al valore della concentrazione delle fibre di amianto respirabili presenti sul campione (espressa come fibre/mm² del filtro).

**CONTROLLO DI QUALITÀ DEI LABORATORI CHE EFFETTUANO
ANALISI SULL'AMIANTO MEDIANTE
MICROSCOPIA ELETTRONICA A SCANSIONE (SEM)**

Rev. 03

del 15.06.2018

Pagina 8 di 10

Eventuali problemi tecnici od organizzativi implicanti ritardi rispetto al termine fissato, dovranno essere comunicati via e-mail (xxx.yyy@aaa.bbb.it) a questo centro di riferimento prima della scadenza dei cinque giorni.

Se il Laboratorio fosse a conoscenza in anticipo di una situazione tale da precludere la possibilità di analisi dei campioni, dovrà notificarlo immediatamente via e-mail (xxx.yyy@aaa.bbb.it) a questo centro di riferimento.

Se il Laboratorio a fine circuito si trovasse ancora nell'impossibilità di analizzare il set di campioni verrà *escluso* dal circuito stesso.

Il laboratorio, in base alle risposte date, verrà classificato secondo le modalità descritte nel protocollo pubblicato sul sito del Ministero della Salute.

Si ricorda che il mancato rispetto dei tempi e modalità di consegna dei risultati e dei campioni comporta la classificazione del laboratorio come "Non Soddisfacente".

Data

Firma

Allegato 2 - CRITERI PER LA SCELTA DEI CAMPIONI DI RIFERIMENTO

Prima di accettare un campione per inserirlo nel lotto di riferimento, vengono applicate le seguenti procedure per ottenere i conteggi di riferimento e per assicurare che i campioni siano adeguati per il loro impiego nel programma.

- a) I campioni vengono esaminati dal punto di vista della qualità fisica e microscopica, al fine di escludere quelli che presentano una cattiva qualità del montaggio, una distribuzione non uniforme o una proporzione apprezzabile di campi con più di un ottavo dell'area oscurata da agglomerati.
- b) Il valore medio di almeno 2 conteggi effettuati dai laboratori del GTR sarà considerato come il valore di riferimento **R** della densità di fibre per ogni campione. Saranno fatti circolare solo quei campioni per i quali le letture fatte dai laboratori del GTR cadranno nell'intervallo 3 dei criteri di valutazione.

I campioni che circoleranno fra i laboratori saranno letti da un massimo di 4 laboratori per evitare un eccessivo "degrado" dei campioni stessi con conseguente aumento delle difficoltà di analisi.

ALLEGATO 3: SCHEDA RISULTATI

Laboratorio: _____

Indirizzo: _____

CONDIZIONI OPERATIVE DEL MICROSCOPIO

- - Tensione di lavoro (kV):
- - Ingrandimento:
- - Angolo di tilt del tavolino:
- - Working distance:

Codice campione	Densità fibre di amianto (F/mm ²)	Numero fibre Contate Crisotilo	Numero fibre Contate Anfiboli	Nume campi esaminati	Area singolo campo mm ²

Data: _____

Firma _____.....