



Gruppo Interregionale Fibre

*Coordinamento Tecnico Interregionale
della Prevenzione nei Luoghi di Lavoro
C.T.I.P.L.L.*

CLASSIFICAZIONE DI MMVFs

DETERMINAZIONE DEI DIAMETRI E CONTROLLO FRA LABORATORI

Studio sull'applicazione di metodi microscopici alla determinazione del diametro medio delle MMVFs ai fini della verifica del requisito previsto dalla nota R del DM 1.09.1998

Materiale a cura di Tiziana Bacci e Claudio Arcari

ENTI E LABORATORI

- Eccellenza Amianto Polveri e Fibre, ARPA-ER
Sezione Reggio Emilia
- Reparto Igiene dell'Aria, I.S.S. Roma
- Laboratorio Polveri e Fibre, Dipartimento Igiene del Lavoro
ISPESL Roma
- INAIL ConTarp Roma
- Laboratorio Igiene industriale – Centro Regionale Amianto
ASL Viterbo

“STATO DELLE COSE”

- **Decreto Ministero dell'Industria 12.02.1997**

Non fornisce il metodo di analisi per la misura del diametro
Nella Nota R ci si riferisce al parametro D_{LG-2ES}

- **Circolare Ministeriale n. 4 del 15.03.2000**

Fornisce Note Esplicative sull'uso del parametro D_{LG-2ES}

- **European Chemical Boureau (ECB)** in forma di bozza

Fornisce un metodo analitico per la misura dei diametri
(SEM + Lettura 300 diametri + comminuzione con pressa)

- **Proposte alternative** basate sulla MOCF per la misurazione dei diametri e comminuzione con bisturi.

- **Risulta interessante**, dal punto di vista dei tempi di esecuzione, verificare le differenze fra i 100 e i 300 diametri letti

OBIETTIVI DELLO STUDIO

- ⇒ Confronto fra due metodi analitici:
 - SEM
 - MOCF

- ⇒ Confronto dei risultati ottenuti dalla lettura di:
 - 100 fibre
 - 300 fibre

- ⇒ Confronto tra due tecniche di preparazione del campione:
 - comminuzione con pressa
 - comminuzione con bisturi

IMPOSTAZIONE DELLO STUDIO

- Redazione di un comune protocollo analitico
- La preparazione dei campioni da esaminare con i due sistemi di comminuzione è stata affidata ad un solo laboratorio (ARPA Reggio Emilia) al fine di minimizzare i fattori di variabilità associati alle specifiche modalità operative di ogni laboratorio
- I campioni sono stati esaminati dai 5 laboratori, con tecniche MOCF e SEM replicate, rendendole indipendenti per 100 fibre e 300 fibre;
- I risultati analitici sono stati elaborati statisticamente con il software SPSS 13.0 presso la sezione ARPA di Reggio Emilia.

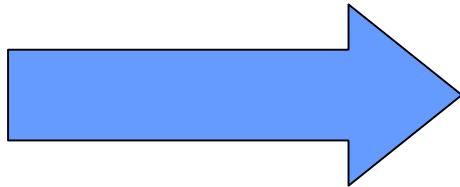
CAMPIONI

Lane minerali di largo consumo, caratterizzate in base ai dati e ai diametri nominali, riportati come D_{LG} , dalla Scheda di Sicurezza:

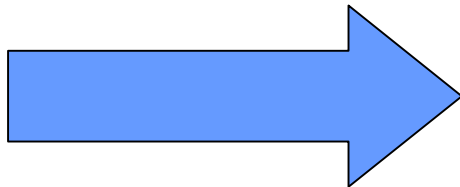
campione A con diametro maggiore di $1.5 \mu\text{m}$

campione B con diametro minore di $6 \mu\text{m}$

RISULTATI



Confronto fra le due
tecniche analitiche



Confronto tra lettura
di 100 e 300 fibre

COMMINUZIONE CON PRESSA

Campione A

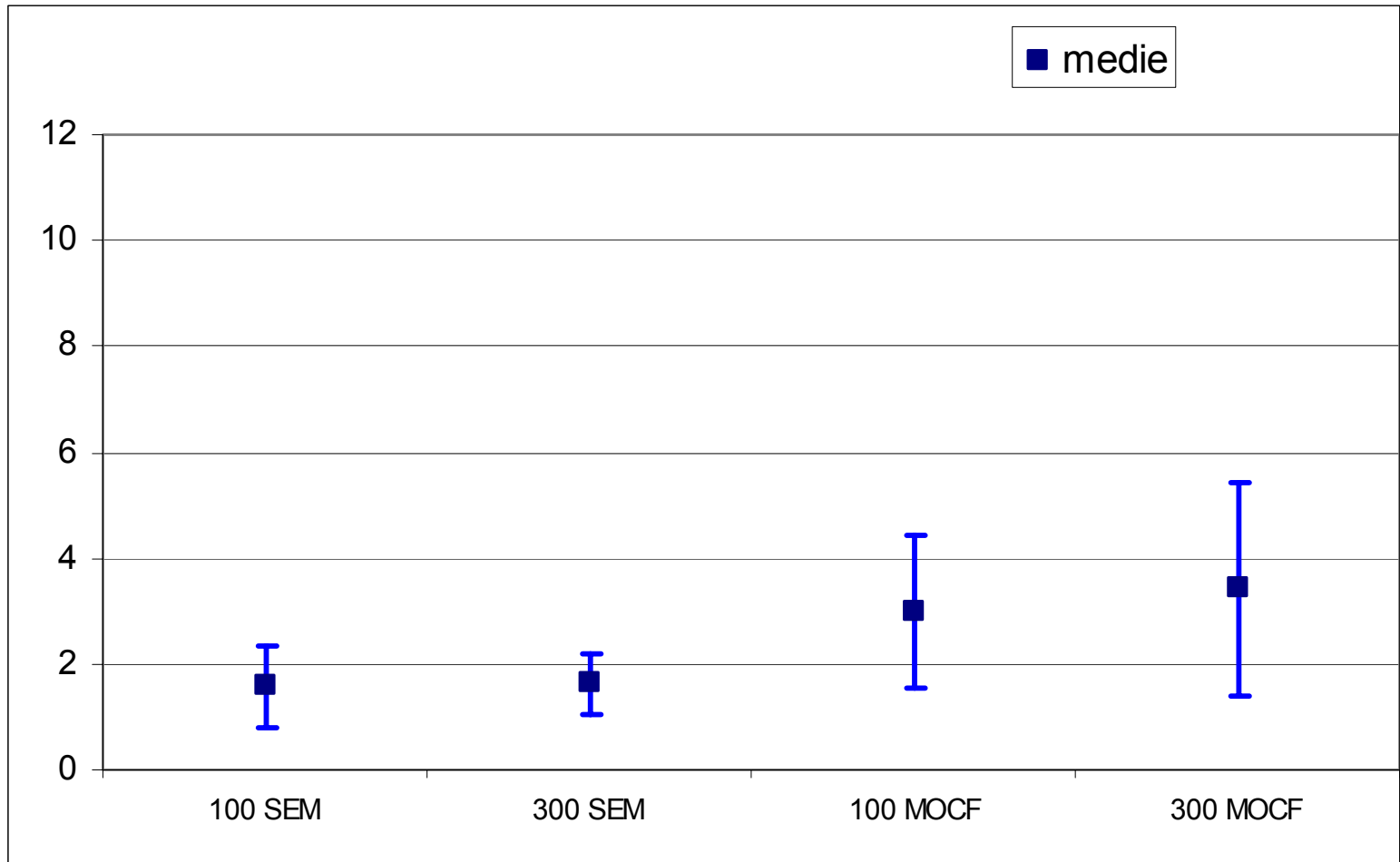
D_{LG} -2ES, medie e intervalli di confidenza

Laboratori	Comminuzione con pressa SEM		Comminuzione con pressa MOCF	
	100 fibre	300 fibre	100 fibre	300 fibre
1	1.67	1.78	3.51	3.47
2	1.60	1.44	2.24	2.57
3	1.94	1.88	2.64	2.93
4	1.39	1.57	3.12	4.48
5	1.24	1.42	3.31	3.61
Medie D_{LG}-2ES	1.57	1.62	2.97	3.42
IC inf	0.82	1.05	1.52	1.39
IC sup	2.32	2.19	4.41	5.44

COMMINUZIONE CON PRESSA

Campione A

D_{LG} -2ES, medie e intervalli di confidenza



COMMINUZIONE CON PRESSA

Campione B

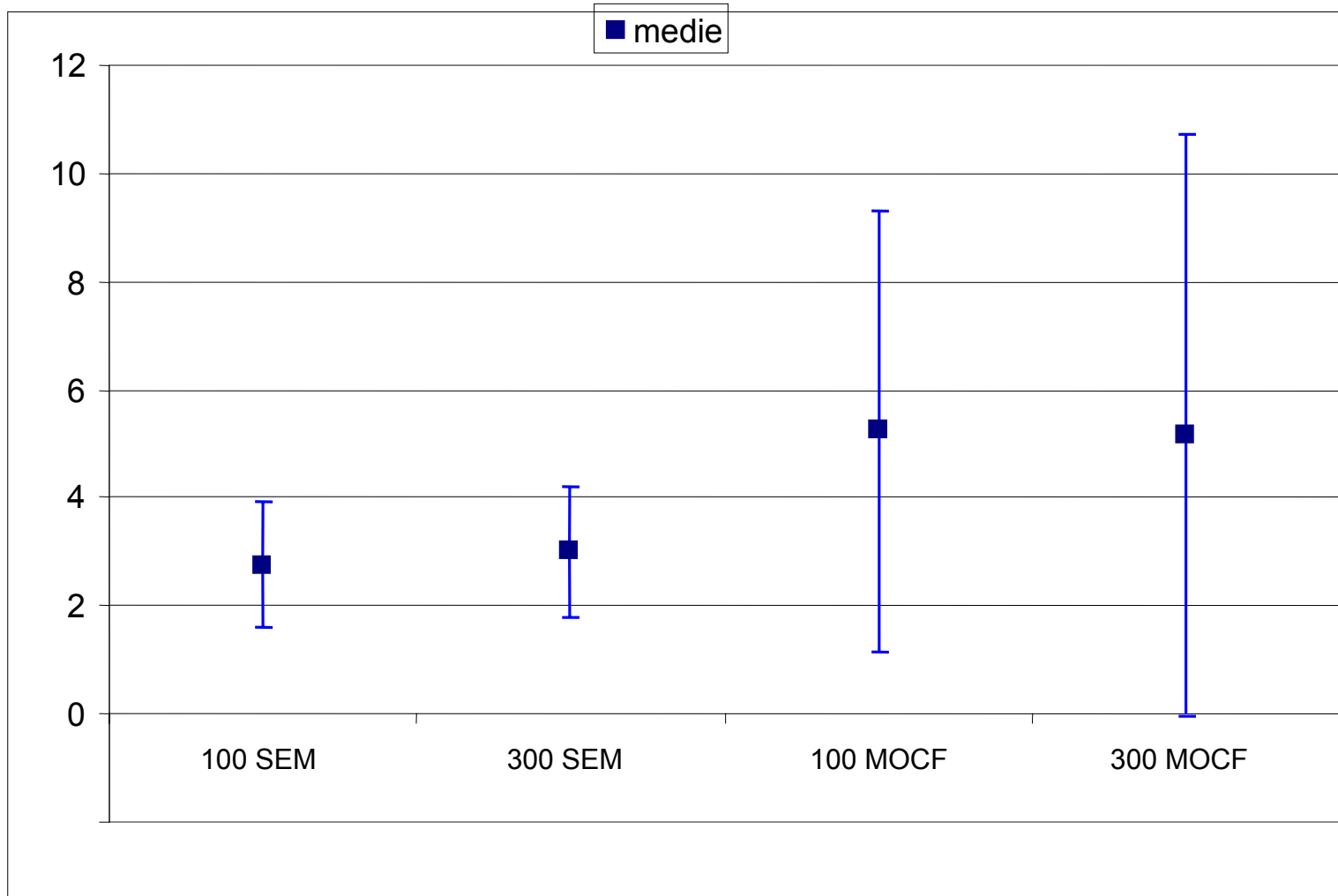
D_{LG} -2ES, medie e intervalli di confidenza

Laboratori	Comminuzione con pressa SEM		Comminuzione con pressa MOCF	
	100 fibre	300 fibre	100 fibre	300 fibre
1	2.65	3.33	4.48	5.08
2	2.52	2.72	7.52	8.58
3	2.80	2.67	4.19	3.50
4	3.46	3.60	5.56	4.49
5	2.39	2.67	3.99	4.11
Medie D_{LG}-2ES	2.76	3.00	5.23	5.15
IC inf	1.60	1.78	1.16	0
IC sup	3.93	4.22	9.29	10.71

COMMINUZIONE CON PRESSA

Campione B

D_{LG} -2ES, medie e intervalli di confidenza



CONFRONTO 100 - 300 DIAMETRI
CAMPIONE A e B

100ff \equiv 300ff oppure **100ff \neq 300ff**

Comminuzione con pressa
(ECB)

Valori delle varianze e test F per tecnica **SEM**

Campione	100 fibre	300 fibre	Test F	
A ($D_{LG} > 1.5 \mu\text{m}$)	0.0734	0.0427	1.7166	differenza non significativa
B ($D_{LG} < 6.0 \mu\text{m}$)	0.1756	0.1930	1.0994	differenza non significativa

Valori delle varianze e test F per tecnica **MOCF**

Campione	100 fibre	300 fibre	Test F	
A ($D_{LG} > 1.5 \mu\text{m}$)	0.2723	0.5342	1.9622	differenza non significativa
B ($D_{LG} < 6.0 \mu\text{m}$)	2.1200	4.0079	1.8905	differenza non significativa

Valori del test t di confronto tra medie ottenute
con 100 e 300 diametri per tecnica **SEM**

Campione	t	p value	
A ($D_{LG} > 1.5 \mu\text{m}$)	-0.328	0.751	differenza non significativa
B ($D_{LG} < 6.0 \mu\text{m}$)	-0.847	0.422	differenza non significativa

Valori del test t di confronto tra medie ottenute
con 100 e 300 diametri per tecnica **MOCF**

Campione	t	p value	
A ($D_{LG} > 1.5 \mu\text{m}$)	1.12	0.295	differenza non significativa
B ($D_{LG} < 6.0 \mu\text{m}$)	-0.009	0.993	differenza non significativa

CONFRONTO 100 - 300 DIAMETRI
CAMPIONE B

100ff \equiv 300ff oppure **100ff \neq 300ff**

Comminuzione con bisturi

COMMUNIZIONE CON BISTURI

Campione B

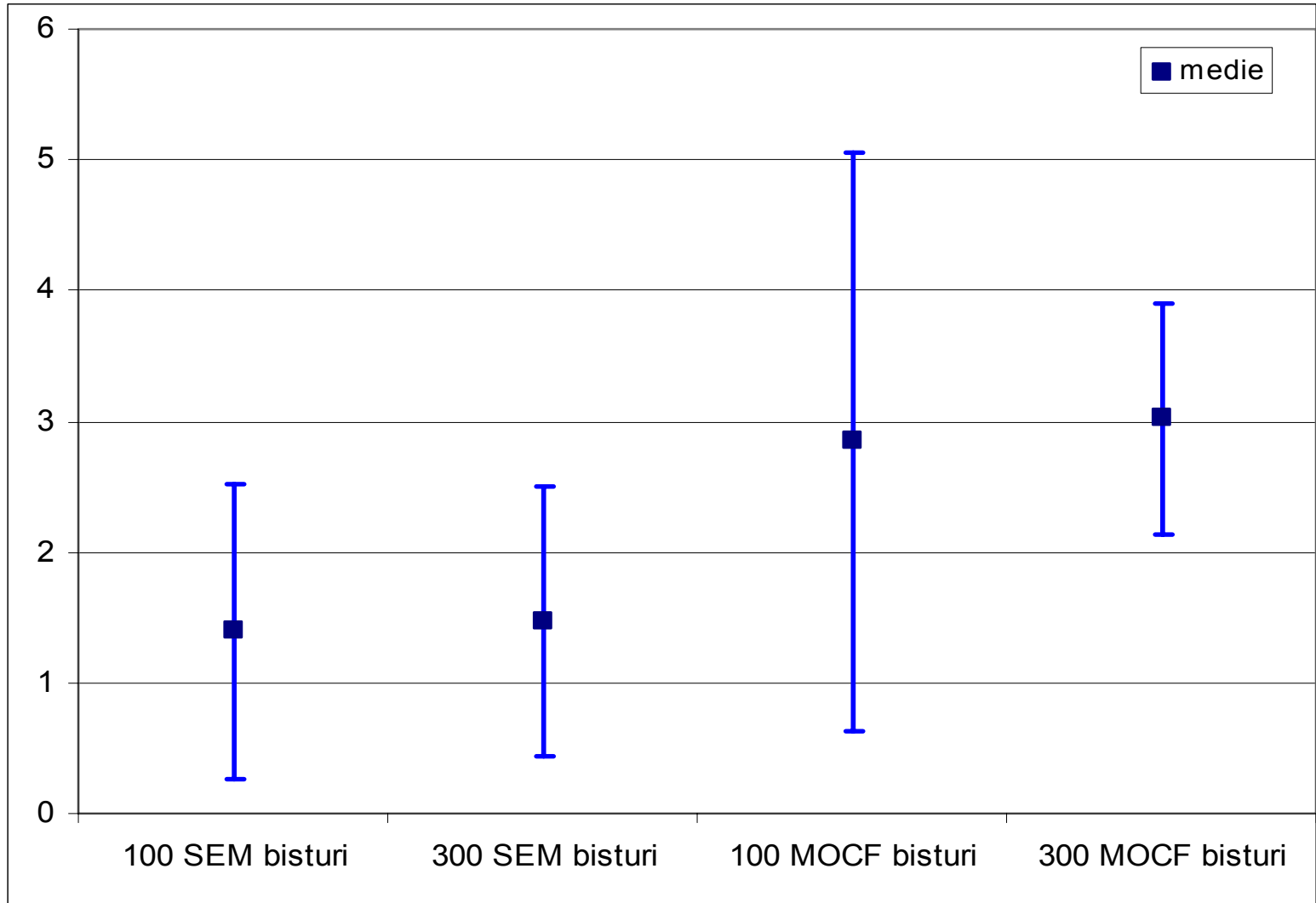
D_{LG} -2ES, medie e intervalli di confidenza

Laboratori	Comminuzione con bisturi SEM		Comminuzione con bisturi MOCF	
	100 fibre	300 fibre	100 fibre	300 fibre
1	1.70	1.82	3.99	3.28
2	1.65	1.49	3.31	3.32
3	1.28	1.51	2.03	2.68
4	1.61	1.67	2.33	3.13
5	0.73	0.85	2.56	2.68
Medie D_{LG}-2 ES	1.40	1.49	2.85	3.02
IC inf	0.27	0.43	0.64	2.14
IC sup	2.52	2.50	5.06	3.91

COMMINUZIONE CON BISTURI

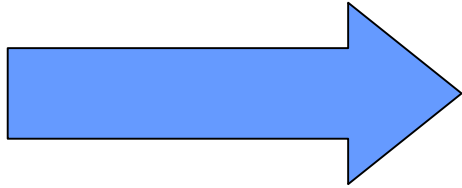
Campione B

D_{LG} -2ES, medie e intervalli di confidenza



RISULTATI

Confronto fra due tecniche di comminuzione del campione:



- pressa

- bisturi

comminuzione con bisturi \equiv comminuzione con pressa

oppure

comminuzione con bisturi \neq comminuzione con pressa

TECNICA ANALITICA SEM

Valori delle varianze e test F di Fisher

SEM	Comminuzione pressa	Comminuzione bisturi	Test F	
100 fibre	0.17453	0.16493	1.0582	Differenze non significative
300 fibre	0.19127	0.13722	1.3939	Differenze non significative

Test t di Student sulle medie

	Comminuzione PRESSA	Comminuzione BISTURI
Media	2.8821	1.4325
Deviazione st.	0.4231	0.3693
Varianza	0.1790	0.1364
t - test calcolato	8.163	Differenza statisticamente significativa (p<0.001)
t - critico	2.878	

la differenza tra le due modalità di preparazione del campione in termini di valori medi è statisticamente significativa.

TECNICA ANALITICA MOCF

Valori delle varianze e test F di Fisher

MOCF	Comminuzione pressa	Comminuzione bisturi	Test F	
100 fibre	0.0009	0.0015	1.7021	Differenze non significative
300 fibre	0.0006	0.0001	9.3949	Differenze significative (p<0.05)

Test t di Student sulle medie

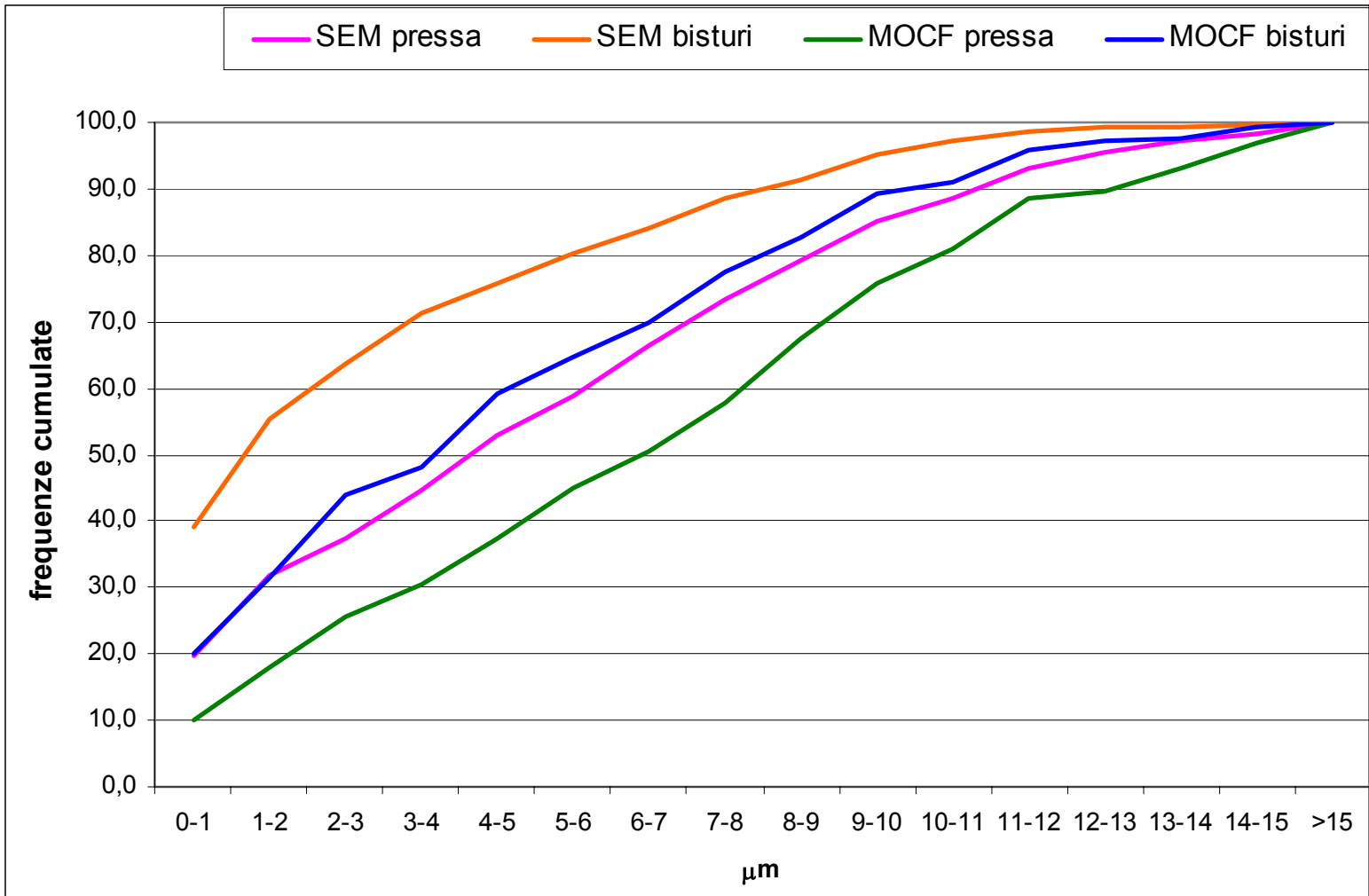
	Comminuzione PRESSA	Comminuzione BISTURI
Media	5.15	2.93
Deviazione st.	1.65	0.58
Varianza	2.72	0.33
t - test calcolato	4.012	Differenza statisticamente significativa (p<0.001)
t -critico	2.878	

Anche alla MOCF la differenza tra le due modalità di preparazione del campione, in termini di valori medi, è statisticamente significativa.

ANALISI DELLE DISTRIBUZIONI DEI DIAMETRI

Analisi esplorativa

Frequenze cumulate delle distribuzioni per tecnica analitica e preparazione



Suggerimenti dalla Analisi Esplorativa

- Sistema di comminazione con bisturi tende alla eliminazione artificiosa di fibre con diametri +elevati e il sistema per compressione tende alla eliminazione artificiosa di fibre con diametri +fini ?
- Le distribuzioni [pressa + SEM] e [bisturi + MOCF] sembrano molto coerenti e molto differenti dalle altre 2 combinazioni (effettuato test di Wilcoxon)

CONCLUSIONI

1. Il confronto tra i due metodi analitici (SEM e MOCF)

esistono differenze significative fra le due metodiche analitiche sia nella determinazione del valor medio del parametro D_{LG} -2ES che nella varianza (“precisione”) delle distribuzioni delle misure dei diametri.

2. Il confronto delle letture di 100 e 300 diametri

non sono state messe in evidenza differenze statisticamente significative nella determinazione del parametro D_{LG} -2ES fra le letture relative a 100 diametri e a 300 diametri

3. Il confronto tra comminuzione con bisturi e con pressa

ha dimostrato una **differenza statisticamente significativa** nella determinazione del parametro D_{LG} -2ES sia con la tecnica SEM che MOCF

CONDIZIONI DI RIPETIBILITA':

condizioni secondo cui i risultati di prova indipendenti vengono ottenuti con lo stesso metodo, sugli stessi campioni, nello stesso laboratorio, dallo stesso operatore, usando la stessa apparecchiatura entro brevi intervalli di tempo.

CONDIZIONI DI RIPRODUCIBILITA':

condizioni nelle quali i risultati di prova vengono ottenuti con lo stesso metodo su entità di prova identiche, in laboratori differenti, da operatori diversi e usando apparecchiature diverse.

RIPETIBILITA': **precisione** in condizioni di ripetibilità

RIPRODUCIBILITA': **precisione** in condizioni di riproducibilità

LINEE GUIDA PER LA VALUTAZIONE DEI METODI ANALITICI E PER IL CALCOLO DELL'INCERTEZZA DI MISURA.

IPOSTESI DI SVILUPPI FUTURI

Sulla base di queste evidenze si può ipotizzare di proseguire le sperimentazioni, concentrandole su campioni di fibre vetrose aventi diametri nominali intorno ai $6\ \mu\text{m}$ ed estendendo le attività di studio ai seguenti temi:

1. determinare la **ripetibilità** del metodo analitico proposto nel Draft4 rev. 2 sia con la tecnica SEM che con la tecnica MOCF;
2. analizzare la **riproducibilità** dei risultati forniti dai laboratori che utilizzano il metodo Draft4 rev. 2 applicato alla tecnica SEM e alla tecnica MOCF.

Appare altresì utile eseguire un approfondimento relativamente alle sole tecniche di comminuzione

1. MOCF comminuzione con taglio e SEM comminuzione con pressa (Draft4 rev.2).