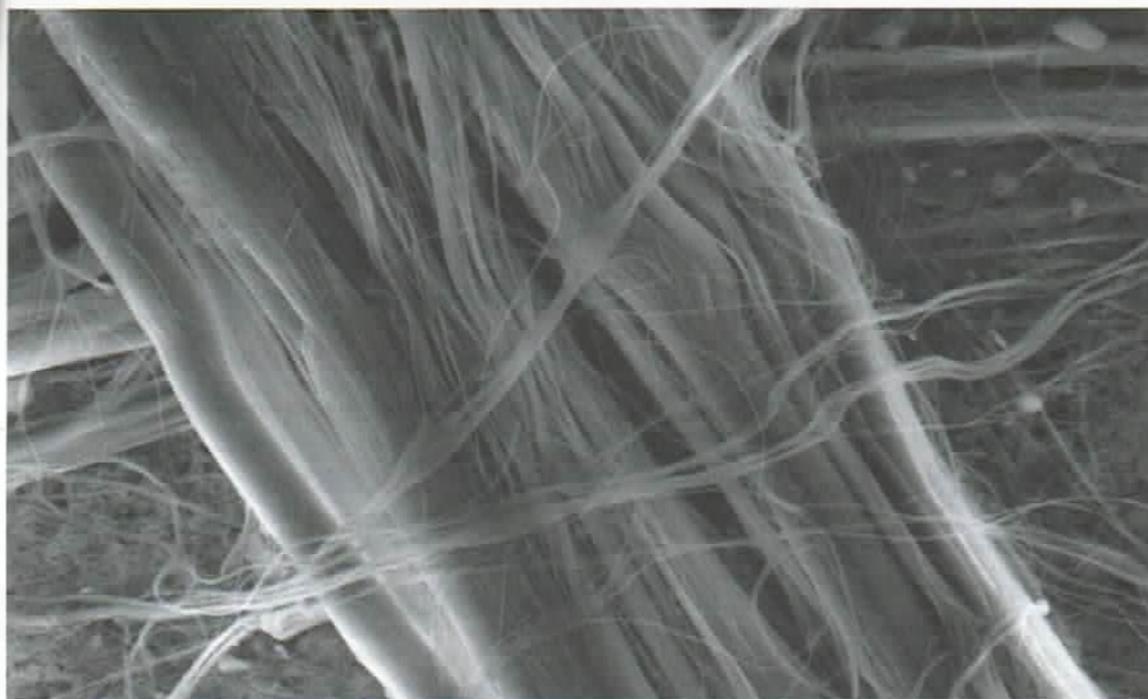


**Linee guida per la realizzazione del manuale  
della qualità per i laboratori di prova sull'amianto**



39

S C H E D E  
T E C N I C H E

G. Pecchini E. Renna  
L. Camilucci  
A. Marconi, L. Paoletti S. Puledda  
G. Fornaciaci  
F. Cavariani  
M. Palumbo

ARPA Reggio Emilia  
ISPESL Roma  
ISS Roma  
ARPAT Firenze  
AUSL Viterbo  
UNIVERSITÀ di Napoli

con la collaborazione di:  
M. Alessi  
C. Martinelli

MINISTERO DELLA SALUTE Roma  
ARPAV Verona

## INDICE

### Capitolo 1

#### IL PROGRAMMA PER L'ASSICURAZIONE DELLA QUALITÀ

- 1.1 Considerazioni generali
- 1.2 Struttura del manuale della qualità
- 1.3 Scopo delle *linee guida*

### Capitolo 2

#### IL PERSONALE

- 2.1 Premessa
- 2.2 Personale del laboratorio
- 2.3 Qualifiche e responsabilità
- 2.4 Formazione ed aggiornamento del personale

### Capitolo 3

#### IL LABORATORIO

- 3.1 Considerazioni generali
- 3.2 Organizzazione del laboratorio
- 3.3 La sicurezza nel lavoro di laboratorio
- 3.4 Archivio
- 3.5 Documentazione

### Capitolo 4

#### I CAMPIONI

- 4.1 Premessa
- 4.2 Definizioni
- 4.3 Campionamento
- 4.4 Identificazione dei campioni
- 4.5 Identificazione dei campioni all'accettazione
- 4.6 Identificazione dei campioni durante le prove
- 4.7 Identificazione dei prodotti utilizzati per le prove
- 4.8 Schede di sicurezza dei prodotti utilizzati per le prove
- 4.9 Conservazione dei campioni da sottoporre a prova
- 4.10 Movimentazione
- 4.11 Immagazzinamento
- 4.12 Imballaggio
- 4.13 Conservazione
- 4.14 Consegna
- 4.15 Trasferimento ad altro laboratorio dei campioni
- 4.16 Smaltimento dei campioni di prova

### Legenda

- CQ** Controllo qualità
- D.Lgs** Decreto legislativo
- DM** Decreto ministeriale
- DRX** Diffrattometro a raggi X
- EN** Norma europea
- FT-IR** Spettrofotometria infrarossa a trasformata di Fourier
- ISO** Organizzazione internazionale di standardizzazione
- MCA** Materiale contenente amianto
- MOCF** Microscopia ottica in contrasto di fase
- MOLP** Microscopia ottica in luce polarizzata
- MQ** Manuale della qualità
- MRC** Materiale di riferimento certificato
- OCSE** Organizzazione per la Cooperazione e lo Sviluppo Economico
- PAQ** Programma per l'assicurazione della qualità
- PG** Procedure generali
- PO** Procedura operativa
- RPF** Rapporto di prova finale
- RSU** Rifiuti speciali assimilabili agli urbani
- SEM** Microscopio elettronico a scansione
- TEM** Microscopio elettronico a trasmissione
- UNI** Ente nazionale italiano di unificazione

### Capitolo 5

#### I MATERIALI DA LABORATORIO

- 5.1 Considerazioni generali
- 5.2 Materiali standard
- 5.3 Campioni di riferimento
- 5.4 Materiali di riferimento certificati
- 5.5 Registrazione, conservazione dei materiali e dei campioni
- 5.6 Materiali pericolosi
- 5.7 Smaltimento dei materiali

### Capitolo 6

#### LE APPARECCHIATURE

- 6.1 Considerazioni generali
- 6.2 Classificazione delle apparecchiature
- 6.3 Manutenzione del MOCF
- 6.4 Manutenzione del SEM
- 6.5 Manutenzione dello strumento FT-IR

### Capitolo 7

#### I METODI DI PROVA

- 7.1 Generalità
- 7.2 Praticabilità
- 7.3 Attendibilità
- 7.4 Metodi di prova

### Capitolo 8

#### IL CONTROLLO DI QUALITÀ

- 8.1 Considerazioni generali
- 8.2 Considerazioni statistiche
- 8.3 Controllo della precisione
- 8.4 Carte di controllo
- 8.5 Prove intra-/interlaboratorio

### Capitolo 9

#### LE REGISTRAZIONI E L'ARCHIVIAZIONE DEI RISULTATI ANALITICI

- 9.1 Considerazioni generali
- 9.2 Quaderno di laboratorio
- 9.3 Rapporto di prova finale
- 9.4 Archiviazione delle registrazioni e dei documenti
- 9.5 Documentazione

### Allegati

- Allegato 1 - Procedura operativa Addestramento del personale
- Allegato 2 - Procedura operativa Campionamento
- Allegato 3 - Procedura operativa Assistenza
- Allegato 4 - Procedura operativa Controllo delle apparecchiature
- Allegato 5 - Metodi di prova

40

SCHEDA  
TECNICHE

CAPITOLO 1  
**IL PROGRAMMA PER L'ASSICURAZIONE  
DELLA QUALITÀ**

### 1.1 Considerazioni generali

I laboratori preposti al controllo ufficiale dei prodotti contenenti amianto (MCA) dovrebbero prevedere un programma per l'assicurazione della qualità (PAQ) normalizzato sulla base di quanto disciplinato dalla norma *UNI CEI EN ISO/IEC 17025* e dal *D.M. Sanità 14 maggio 1996* all. 5.

Il programma di assicurazione della qualità (PAQ) costituisce l'insieme delle azioni pianificate e sistematiche necessarie a garantire che il laboratorio soddisfi determinati requisiti di qualità.

Tale programma è affidato ad una persona (responsabile della qualità RQ), eventualmente affiancata da altro personale, con buona conoscenza ed esperienza nel settore analitico del controllo dei materiali contenenti amianto (MCA), designata dalla direzione e direttamente responsabile di fronte ad essa.

La documentazione relativa agli obiettivi del laboratorio, all'organizzazione del personale, alle procedure generali (PG) ed operative (PO) è raccolta nel manuale della qualità (MQ) e costituisce elemento di riferimento per tutte le attività del laboratorio.

### 1.2 Struttura del manuale della qualità

Nel MQ vengono descritte la struttura organizzativa, tutte le PG e la relativa collocazione.

Le PO descrivono le attività tecniche ed analitiche del laboratorio.

Il direttore del laboratorio unitamente al RQ, con la collaborazione del personale del laboratorio cura la stesura del manuale della qualità (MQ).

Lo scopo della stesura del MQ è di creare uno strumento atto a garantire che le attività svolte dal laboratorio ed i dati emessi siano conformi ai concetti di qualità previsti dalla norma *UNI CEI EN ISO/IEC 17025*.

In sintesi il MQ è uno strumento che fornisce indicazioni e prescrizioni generali su:

1. obiettivi del laboratorio
2. organizzazione e campi di attività del laboratorio
3. organigramma del personale, registrazioni e mansioni
4. ambienti e norme di sicurezza
5. procedure generali di:
  - ricevimento, registrazione e conservazione dei campioni
  - acquisto, codifica e conservazione dei materiali da laboratorio
  - acquisto, manutenzione e taratura delle apparecchiature
  - gestione della documentazione riguardante la qualità
  - stesura delle PG e delle PO
  - messa a punto, stesura, codifica e collocazione dei metodi di prova
  - elaborazione, registrazione ed archiviazione dei dati e dei rapporti di prova finali
  - controllo di qualità (carte di controllo, prove intra-interlaboratorio).

Il MQ e le PG vengono revisionati e/o aggiornati dal RQ congiuntamente con il direttore del laboratorio e con la collaborazione del personale addetto. Ogni modifica o revisione deve essere registrata.

Il MQ deve essere disponibile per la sua consultazione a tutto il personale del laboratorio e deve essere distribuito in numero tale di copie da soddisfare le necessità dell'organizzazione.

### 1.3 Scopo delle linee guida

Le seguenti linee guida hanno lo scopo di fornire uno strumento ai laboratori preposti al controllo dei MCA per predisporre ed attuare l'organizzazione della struttura in grado di garantire l'assicurazione della qualità.

A tal fine nei capitoli delle seguenti linee guida sono ripresi i 5 punti elencati nel paragrafo precedente arricchiti con esemplificazioni che, pur apparendo superflue, hanno lo scopo di esemplificare un cammino di qualità che ogni laboratorio di MCA dovrebbe intraprendere e seguire.

## CAPITOLO 2 IL PERSONALE

### 2.1 Premessa

Per intraprendere un programma di assicurazione di qualità è necessario prioritariamente investire sulla valorizzazione delle risorse umane (e non sulla gestione poiché in genere "si gestiscono i beni mentre le persone si valorizzano") ricordando che tutte le persone hanno già le loro lecite motivazioni che vanno assecondate nel limite del possibile.

Un robot è in grado di garantire prestazioni precise e accurate ma statiche, come ad esempio in una rete di monitoraggio della qualità dell'aria questa automaticamente può provvedere, ora per ora, al campionamento, analisi, archiviazione e diffusione a mezzo video dei dati relativi agli inquinanti presenti nell'area urbana, ma non può modificare nulla in termini di integrazione dei dati o di confronto con limiti temporali e soprattutto non può dialogare con il cliente, né ricercare le nuove necessità del cliente (qualità attesa e qualità latente), né rendere eloquente la diffusione dei dati.

Soltanto con gli uomini è possibile passare dalla staticità alla innovazione, dal controllo di qualità al miglioramento continuo della qualità mediante un processo di formazione continua. Il laboratorio deve, pertanto, possedere una struttura organizzativa, procedure e risorse tali da garantire la qualità dei dati, come previsto dal *DM Sanità 14 maggio 1996* allegato 5 riguardante i requisiti minimi dei laboratori pubblici e privati che intendono effettuare attività analitica sull'amianto. In relazione alle tipologie di analisi su matrice amianto e polveri, il laboratorio deve prevedere almeno un laureato tecnico-scientifico con specifica qualifica.

### 2.2 Personale del laboratorio

Il *D.M. Sanità 14 maggio 1996* allegato 5 prevede che sulla base delle possibili prove che il laboratorio è in grado di effettuare "il personale addetto al laboratorio deve comprendere un laureato in discipline tecnico scientifiche ed un collaboratore provvisto di diploma di scuola media superiore, con specifica e comprovata esperienza nelle tecniche di microscopia... e/o... Difrattometria e Spettroscopia infrarosso"

Il Laboratorio deve prevedere la presenza in organico di:

- Direttore del laboratorio
- Responsabile della Qualità.

Entrambe le funzioni possono essere ricoperte dalla stessa persona.

Tutte le attività svolte nell'ambito del Sistema Qualità del Laboratorio sono descritte nelle Procedure del Sistema Qualità, nelle Istruzioni Operative e nei Metodi di Prova, dove vengono anche definite chiaramente le relative responsabilità.

Per le attività di prova, la responsabilità generale delle operazioni tecniche è del Direttore del Laboratorio che si avvale, per la loro gestione, della collaborazione del Laureato in discipline tecnico-scientifiche (responsabile di funzione) e del personale tecnico.

Nei laboratori a ridotta attività analitica e riguardante solo alcuni dei metodi di prova (MOCF; MOLP; SEM; DRX; FT-IR) previsti dal *DM Sanità 6 settembre 1994* le responsabilità previste per il Direttore del laboratorio e del Responsabile della qualità, possono essere attribuite al laureato in discipline tecnico scientifiche, in ogni caso deve essere riportato nel Manuale Qualità l'organigramma in cui è schematizzata la struttura organizzativa del Laboratorio.

### 2.3 Qualifiche e responsabilità

#### 2.3.1 Direttore del laboratorio

Il direttore del laboratorio deve garantire che l'organizzazione ed il funzionamento del laboratorio siano coerenti con i principi dettati dalla OCSE sulla buona prassi di laboratorio così come modificata dal *DM Sanità 5 Agosto 1999* "Disposizioni relative alla ispezione e verifica della buona prassi di laboratorio in recepimento delle direttive 1999/11/CE e 1999/12/CE" e/o ai criteri generali stabiliti dalla norma *UNI CEI EN ISO/IEC 17025* per i laboratori di prova, e tra l'altro:

- verifica il manuale della qualità
- è responsabile in generale delle operazioni tecniche eseguite dal laboratorio
- gestisce le attività laboratoristiche ed analitiche stimolando e supportando l'innovazione dei processi e dei Metodi di Prova
- approva i Metodi di Prova
- attua le azioni correttive e preventive di sua competenza
- individua le necessità di formazione e aggiornamento

42

S C H E D E  
T E C N I C H E

- firma i rapporti di prova
- garantisce il mantenimento in buono stato dei locali e la manutenzione impianti
- autorizza l'urgenza per l'esecuzione delle prove
- identifica le apparecchiature
- autorizza la manutenzione straordinaria fuori contratto delle apparecchiature
- identifica e attua azioni correttive e preventive.

### 2.3.2 Responsabile della Qualità (RQ)

- garantisce l'applicazione e il mantenimento del Sistema Qualità
- prepara e distribuisce il manuale della qualità
- verifica e distribuisce le Procedure del Sistema Qualità, le Procedure Operative e i Metodi di Prova
- individua e gestisce le azioni correttive e preventive necessarie a rimuovere le cause di non conformità e dei reclami
- verifica l'efficacia delle azioni correttive e preventive
- analizza i dati e le registrazioni della Qualità e li presenta al Direttore di Laboratorio
- gestisce le verifiche ispettive interne della qualità, ne documenta gli esiti e tiene informato il Direttore di Laboratorio
- collabora alla valutazione e qualifica dei fornitori
- promuove e diffonde l'impiego delle tecniche statistiche
- definisce e utilizza opportuni indicatori della qualità
- segnala al Direttore eventuali necessità di mezzi per le verifiche della qualità
- individua le necessità d'addestramento e qualifica del personale per quanto riguarda il tema della qualità
- raccoglie le richieste d'addestramento, prepara il piano annuale della formazione e gestisce le attività di formazione.

### 2.3.3 Laureato in discipline tecnico-scientifiche

Deve assicurare:

- programmazione ed organizzazione delle attività
- collaborazione con il Direttore del Laboratorio ed il Responsabile della Qualità
- stesura dei Metodi di prova e eventuali Istruzioni operative e loro aggiornamento
- addestramento, qualificazione e aggiornamento del personale tecnico
- supervisione dell'attività del personale tecnico a lui affidato

- attuazione delle Procedure e Istruzioni Operative previste dal Sistema Qualità
- attuazione delle azioni correttive di competenza
- organizzazione della gestione dei campioni: accettazione, conservazione, manipolazione per le prove e smaltimento
- manutenzione e taratura delle apparecchiature
- rispetto delle norme vigenti in materia di salute e sicurezza sul lavoro.

### 2.3.4 Personale tecnico

Deve essere provvisto del titolo di studio richiesto e della "specificità e comprovata esperienza nelle tecniche" relative alle analisi dell'amianto e pertanto assume responsabilità in merito a:

- utilizzo dei prodotti/servizi forniti dal cliente
- identificazione campioni durante le prove
- identificazione dei prodotti per le prove
- esecuzione delle Prove di laboratorio
- registrazione delle prove e dei controlli
- identificazione e registrazione dei campioni urgenti
- registrazione dei risultati
- movimentazione, immagazzinamento e conservazione dei campioni e prodotti per le prove
- uso, manutenzione e taratura delle apparecchiature
- identificazione delle non conformità e attuazione delle azioni preventive e correttive assegnate.

Nel laboratorio possono essere presenti altre funzioni quali quelle amministrative e ausiliarie di cui non si riportano le responsabilità.

## 2.4 Formazione e aggiornamento del personale

La formazione continua, rappresenta un fondamentale processo secondario di qualsiasi sistema di produzione e/o di servizio.

Nell'ambito della formazione del personale particolare attenzione va posta al personale *front-line* definito come qualsiasi operatore che ha un qualsiasi contatto personale con il cliente esterno, soprattutto nel caso specifico in cui il contatto con il cliente comporti necessariamente la erogazione del servizio/prodotto.

In questo caso se il servizio/prodotto è difettoso difficilmente può essere modificato e ancor più può essere modificata la qualità percepita dal cliente.

Non a caso la *UNI CEI EN ISO/IEC 17025*, norma di riferimento per i laboratori di prova, al punto 5.2.2 cita: "La direzione del laboratorio deve formulare gli obiettivi per quanto concerne i titoli di studio, l'addestramento e le conoscenze del personale del laboratorio. Il laboratorio

deve avere politiche e procedure per identificare le esigenze di addestramento del personale e per assicurare l'addestramento dello stesso."

In allegato 1 si riporta un esempio di capitolo del Manuale Qualità relativo all'Addestramento del personale.

44

S C H E D E  
T E C N I C H E

### 3.1 Considerazioni generali

L'organizzazione di un laboratorio che effettua analisi di tipo chimico-fisico-biologico o di altra natura e intende operare in un sistema di qualità deve uniformarsi ai criteri descritti dalla norma *UNI CEI EN ISO/IEC 17025* "Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura" e l'attività deve comunque essere organizzata in modo tale da tutelare la salute e la sicurezza del lavoro secondo le normative vigenti e le norme di buona tecnica. Tutto ciò vale ovviamente anche nel caso di un laboratorio che intende effettuare analisi sull'amianto.

Le strutture ed i requisiti ambientali devono quindi essere tali da garantire la qualità dei risultati; gli ambienti devono avere superfici adeguate al numero, dimensioni e caratteristiche delle apparecchiature e delle attrezzature, in modo da garantirne la funzionalità; l'accesso ai locali deve essere controllato e consentito esclusivamente al personale addetto.

La qualità dei risultati risulta quindi un processo complesso, al cui raggiungimento concorrono diversi aspetti:

- le misure, sia di concentrazione che di qualsiasi altro tipo di grandezze, richiedono la disponibilità di un sistema di riferimento (standard di calibrazione), di un sistema di unità, di un metodo di analisi ed inoltre di personale preparato e di attrezzature adeguate
- l'interpretazione dei risultati analitici deve tener conto della loro attendibilità, nonché delle possibili variazioni dovute al sistema utilizzato
- per ogni fase delle attività del laboratorio occorre tener presente gli aspetti amministrativi, quelli organizzativi e i problemi relativi alla gestione delle informazioni
- nell'esecuzione dei metodi analitici occorre tener conto di una serie di caratteristiche che individuano criteri di praticabilità e attendibilità.

Ne deriva quindi che per la validità dei risultati in un laboratorio di analisi, il controllo di qualità assume grande importanza operativa, insieme allo studio degli errori, che rientrano nelle responsabilità del laboratorio e delle procedure impiegate per riconoscerli e minimizzarli; questo ultimo aspetto comprende tutti gli

errori (in particolare quelli casuali e sistematici) che possono intercorrere all'interno della struttura fra il ricevimento del campione e l'invio del referto analitico.

La responsabilità del laboratorio può talvolta estendersi al campionamento, con i problemi che ne conseguono, o più banalmente, sulle indicazioni non chiare fornite per il campionamento.

Gli errori grossolani, come ad esempio una errata identificazione del campione, o una trascrizione erronea, benché non possano essere controllati dai metodi statistici abituali del controllo di qualità, rientrano comunque nella responsabilità del laboratorio.

In senso più stretto, il termine controllo di qualità riguarda principalmente il monitoraggio della precisione e della accuratezza della prestazione analitica, per giungere a tali obiettivi sono da considerare le seguenti premesse a proposito:

- la concentrazione o gli altri tipi di grandezze misurate sono da considerare come variabili continue in senso statistico
- le grandezze nel campione in esame hanno valori "veri"
- scopo delle misure è quello di ottenere risultati che siano delle stime utili dei valori veri
- la precisione e l'accuratezza si riferiscono ad un insieme di risultati ottenuti in condizioni stabilite, non a risultati singoli
- la probabilità è la frequenza relativa di determinate evenienze, sulla base di assunzioni prestabilite.

Per ragioni pratiche, quali appunto quelle organizzative, ci si sofferma sui criteri legati al metodo analitico scelto per la sua praticabilità, le caratteristiche da prendere in considerazione sono:

- principio del metodo con i riferimenti bibliografici
- specifiche degli strumenti e delle attrezzature, date con sufficiente dettaglio da permettere di valutarne le reali *performance*
- elenco dei reattivi, standard e loro purezza
- requisiti del campione da sottoporre ad analisi e suo confezionamento
- descrizione dettagliata di tutti i passaggi del procedimento analitico, si dovrà avere una chiara indicazione dei passaggi critici e la tolleranza consentita
- procedimento per la calibrazione ed il calcolo dei risultati
- intervallo analitico, ossia l'intervallo della concentrazione e di altra grandezza del cam-

pione, per il quale il metodo può essere applicato senza modifiche. In generale la precisione e l'accuratezza peggiorano ai due estremi dell'intervallo analitico: è necessario eventualmente descrivere i procedimenti da seguire nel trattamento dei campioni al di fuori di tale intervallo

- misure particolari di sicurezza da seguire nel maneggio dei campioni, nella preparazione e nella eliminazione del materiale di rifiuto, nonché metodi di decontaminazione appropriate. È preferibile un eccesso piuttosto che un difetto di dettagli.

### 3.2 Organizzazione del laboratorio

L'organizzazione di un laboratorio che effettua analisi di amianto e intende operare in un sistema di qualità deve uniformarsi, come già detto, ai criteri descritti dalla norma *UNI CEI EN ISO/IEC 17025* "Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura" e deve saper integrare tali criteri con quelli necessari per operare in condizioni di sicurezza nell'ambiente di lavoro.

#### 3.2.1 Requisiti tecnici

- il laboratorio opera con competenza per l'esecuzione delle prove
- tutto il personale deve essere motivato e cosciente dei limiti della sua area di responsabilità
- è previsto un supervisore (direttore tecnico)
- deve essere redatto un documento scritto che ne descriva la struttura organizzativa e la distribuzione delle responsabilità.

#### 3.2.2 Personale (Vedi Cap.2)

- deve essere in numero sufficiente e possedere istruzione, formazione, conoscenze tecniche ed esperienza
- deve essere costantemente aggiornato
- devono essere documentate ed aggiornate le informazioni (scritte) su qualificazione, formazione ed esperienza.

#### 3.2.3 Locali

- l'ambiente non deve invalidare i risultati delle prove e misure
- i locali devono essere protetti da condizioni anomale quali temperatura, polvere, umidità, rumore, vibrazioni, disturbi elettromagnetici e mantenuti in buona efficienza
- devono essere spaziosi
- accesso alle zone di prova controllato.

#### 3.2.4 Apparecchiature (Vedi cap. 6)

- devono essere conservate con cura e mantenute in buona efficienza
- il laboratorio deve essere fornito di tutte le apparecchiature necessarie alla esecuzione di prove e misure per le quali richiede la competenza
- solo in caso di eccezione può ricorrere ad apparecchiature esterne
- per ogni apparecchiatura deve essere redatta una scheda con tutte le informazioni necessarie al loro buon funzionamento
- devono essere tarate con periodicità definita.

#### 3.2.5 Procedure di lavoro

- deve essere assicurato un sistema di identificazione dei campioni. Il sistema deve poter garantire l'anonimato
- si deve evitare la contaminazione dei campioni
- tutte le procedure di lavoro, dal ricevimento dei campioni fino al loro smaltimento come rifiuti, devono essere registrate e a queste ci si deve sempre attenere.

#### 3.2.6 Subappalto

- le prove di regola si eseguono in proprio
- se affidate ad altro laboratorio accertarsi che questo possieda i requisiti previsti dalla norma
- il cliente deve essere informato del subappalto. Per quanto riguarda tutte le altre procedure qui non riportate si rimanda agli altri capitoli. Nel caso specifico abbiamo parlato dell'organizzazione di un laboratorio che esegue analisi sull'amianto; viene di seguito specificato meglio come organizzarne uno "in pratica", facendo alcuni esempi, ricordando che dall'atto dell'accettazione fino al suo smaltimento come rifiuto il campione non deve essere contaminato dall'ambiente, né contaminare l'ambiente stesso. Ciò è di particolare rilevanza per un campione di amianto. A tale scopo, al momento della accettazione, i campioni in massa devono seguire percorsi diversi da quelli aerodispersi. È pertanto auspicabile che il laboratorio sia dotato di locali diversi per le due tipologie di analisi, a partire dalla fase preparativa. Di seguito si fornisce una disposizione schematica dei vari locali con le apparecchiature che possono contenere.

- A1) *Locale per preparazione campioni in massa:*
- stereomicroscopio per l'analisi preliminare del campione

- bilancia analitica posizionata su supporto antivibrazione
- sistema di preparazione di sospensioni e sistema di filtrazione
- muffola
- cappa a flusso laminare dove eseguire in sicurezza la manipolazione del materiale contenente amianto
- dispositivo di macinazione (inserito sotto cappa a flusso laminare).

#### A2) Locale per l'analisi dei campioni in massa:

- diffrattometro a raggi X (DRX)
- spettrofotometro infrarosso (FTIR).

#### B1) Locale per preparazione campioni aerodispersi:

- sistema di diafanizzazione (inserito in cappa per vapori)
- fornello a plasma di ossigeno per la distruzione di membrane che presentano particolato organico
- cappa aspirante per vapori di solventi organici volatili
- metallizzatore per campioni SEM
- sistema di spillamento automatico per il riempimento con azoto liquido del dewar per la microanalisi.

#### B2) Locale per analisi di campioni aerodispersi:

- microscopio ottico in contrasto di fase (MOCF)
- microscopio elettronico (scansione o trasmissione) con sistema di microanalisi.

### 3.3 La sicurezza nel lavoro di laboratorio

Eseguire analisi sull'amianto può comportare per gli operatori un rischio di esposizione a questo inquinante e pertanto è necessario applicare la normativa prevista dalla legislazione italiana e cioè il *D.Lgs. 277/91*, capo III "Protezione dei lavoratori contro i rischi connessi all'esposizione ad amianto durante il lavoro". Ovviamente il rischio nel manipolare campioni di amianto in massa è di modesta entità, considerati gli esigui quantitativi manipolati, soprattutto se si opera in condizioni di sicurezza, ma tuttavia riteniamo che il datore di lavoro è tenuto ad eseguire una valutazione del rischio (*art. 24 D.Lgs. 277/91*).

Poiché non sussistono le condizioni descritte all'*art. 25* dello stesso *D.Lgs.* (superamento dei limiti di esposizione ponderati nel tempo), non è necessario notificare il documento di valutazione all'organo di sorveglianza territoriale, ma

è sufficiente conservarlo in laboratorio ed esibirlo in caso di richiesta o sopralluogo.

Il datore di lavoro dovrà invece informare i lavoratori (*art. 26*) sui rischi che la manipolazione di materiali contenenti amianto comporta. Inoltre dovrà adottare tutte le misure tecniche, organizzative e procedurali (*art. 27*) necessarie ad operare in condizioni di sicurezza. Dovrà inoltre dotare i lavoratori di mezzi di protezione individuale da conservare in luogo facilmente accessibile e accertarsi che siano informati e formati all'uso di tali mezzi di protezione. I lavoratori dovranno essere formati sui procedimenti analitici da seguire e poter disporre di protocolli che impongano l'uso di sistemi di contenimento del rischio per ridurre al minimo l'esposizione.

Inoltre i locali e gli impianti di laboratorio dovranno essere tali da assicurare una efficace pulizia e manutenzione; l'accesso ai locali stessi sarà di norma riservato ai soli addetti.

I lavoratori saranno soggetti a controllo sanitario (*art. 29*) da effettuarsi nei tempi e nei limiti previsti dalla legge. Infine dovrà essere effettuato un controllo periodico dell'esposizione (*art. 30*) mediante la misura della concentrazione di fibre di amianto in aria di cui dovrà essere conservata documentazione scritta.

Ugualmente dovrà essere definita tramite una procedura scritta la manipolazione e la conservazione in sicurezza dei campioni al momento dell'accettazione, poi durante il loro percorso analitico, fino allo smaltimento dei residui come rifiuti in ottemperanza alla legislazione vigente (e cioè insaccati, etichettati e classificati).

Per quanto riguarda rischi diversi dalla manipolazione dell'amianto, una loro valutazione è richiesta a norma del *D.Lgs. 626/94*. Ne indichiamo qui di seguito tre che sono comuni nei laboratori che eseguono analisi sull'amianto: l'uso di strumentazioni analitiche radiogene, di strumenti forniti di videoterminali e di sostanze pericolose e/o cancerogene.

Per l'analisi di campioni in massa la metodica indicata per legge (*DM Sanità 6 settembre 1994*) prevede l'uso ad esempio della diffrattometria RX: nel caso di apparecchiature non recenti mancanti della camera di lettura chiusa, i lavoratori addetti a tale strumentazione sono pertanto soggetti alla normativa che regola l'uso di strumentazioni radiogene, che può prevedere tra l'altro anche la sorveglianza sanitaria mediante visite periodiche e test clinici (*D.Lgs. 230/95* e successive modifiche approvate dal *D.Lgs. del 26/5/2000 n° 241*).

Per l'analisi di fibre aerodisperse depositate su membrana può essere utilizzato il SEM (microscopio elettronico a scansione) ed un sistema di microanalisi: entrambe queste strumentazioni sono dotate di videotermini e la loro utilizzazione è di norma effettuata in condizioni di scarsa luminosità: pertanto gli addetti a tali strumentazioni possono rientrare a pieno titolo tra coloro che sono considerati esposti a tale rischio.

Anche coloro che usano la tecnica della MOCF (microscopia ottica in contrasto di fase) operano comunque in condizioni di rischio "per la vista e per gli occhi" (art. 52 del D.Lgs. 626/94) e dovranno essere sottoposti a visita sanitaria periodica che ne attesti l'idoneità a utilizzare tale strumentazione.

Più in generale per l'uso di qualsiasi strumentazione dovrà essere predisposto dal datore di lavoro un documento di valutazione che contenga:

- la descrizione delle attività alle quali è destinata la strumentazione
- il carico di lavoro presunto
- la documentazione attestante la formazione del personale addetto
- le istruzioni con le limitazioni all'uso consigliate dal costruttore.

Per quanto riguarda l'uso di sostanze pericolose e/o cancerogene diverse dall'amianto, nella normale pratica di laboratorio il datore di lavoro dovrà predisporre una procedura scritta che dovrà contenere:

- tutte le schede di sicurezza delle sostanze manipolate
- le istruzioni sulla loro corretta manipolazione in condizioni di sicurezza
- la descrizione e l'ubicazione dei mezzi di prevenzione e protezione
- l'individuazione delle zone del laboratorio dove sono conservate
- la descrizione di eventuali altre attività che si svolgono nello stesso ambiente, identificandone i rischi e le possibili interazioni (es.: l'uso di solventi in vicinanza di fiamme libere).

Per quanto attiene la valutazione del rischio di manipolazioni di sostanze cancerogene questa deve essere fatta sul rischio residuo, dopo aver attuato in ordine di priorità: l'eliminazione della sostanza cancerogena, la sua manipolazione in un sistema chiuso, la riduzione dell'esposizione al più basso valore possibile.

Ulteriori integrazioni potranno contenere la descrizione delle attività lavorative, i quantita-

tivi di sostanza utilizzati o manipolati, il numero dei lavoratori esposti, la misura dell'esposizione dei lavoratori, le misure preventive e protettive applicate ed il tipo di dispositivi di protezione utilizzati.

Se si esamina comunque in dettaglio la norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025 si può constatare che molte delle indicazioni riportate in precedenza per poter operare in condizioni di sicurezza in un laboratorio che intende eseguire analisi sull'amianto sono descritte dalla norma citata.

### 3.3.1 Fasi analitiche a maggior rischio per la presenza di amianto

Durante le procedure analitiche le fasi più critiche dal punto di vista della sicurezza risultano:

- le osservazioni preliminari dei campioni in massa tal quale a occhio nudo, con lente di ingrandimento o con lo stereomicroscopio
- le operazioni connesse con la preparazione dei campioni quali: pesata, vagliatura, essiccazione in stufa o in muffola, macinazione manuale in mortaio o in molino da laboratorio
- la preparazione, il caricamento e l'estrazione della cuvetta per DRX
- la preparazione delle pastiglie per FTIR.

Altre fasi analitiche, lettura in microscopia, gestione delle pastiglie, macinazione e vagliatura ad umido, ecc., possono essere considerate meno critiche anche se è necessario riaffermare il principio generale che qualsiasi manipolazione che porti alla formazione di polveri secche (per essiccamento di polveri umide) è da considerarsi operazione ad alto rischio.

Altri rischi presenti oltre all'amianto sono:

- di tipo inalatorio per la possibile presenza di altre fibre diverse dall'amianto
- di tipo tossicologico, legati all'impiego di liquidi per microscopia in luce polarizzata, alla produzione di vapore di acetone per la diafanizzazione dei filtri come indicato nella norma AIA RTM1 e ripresa dalla normativa comunitaria e nazionale
- di tipo radiogeno, legato all'emissione di sorgenti di raggi X rischio per la vista e per gli occhi per l'uso di strumentazione fornita di videotermini (SEM e sistema di microanalisi)
- rischio per la vista e posturale per l'uso del microscopio per periodi di tempo prolungati e/o per altre fasi lavorative (preparazione campioni, elaborazione ed archiviazione rapporti di prova, ecc.)

- rischio di ustioni legato all'utilizzazione di azoto liquido per il sistema di microanalisi
- rischio legato alla movimentazione di carichi nel caso non si disponga di un sistema di spillamento automatico per l'azoto liquido
- rischio di contatto con fibre minerali artificiali.

### 3.3.2 Indicazioni di sicurezza

Deve essere previsto un locale (o armadio ventilato) in cui confinare i campioni mal confezionati e rapidamente procedere alla loro segregazione in contenitori chiusi ermeticamente.

Inoltre:

- tutte le operazioni che possono comportare la dispersione di fibre (apertura campioni, macinazione, vagliatura, ecc.) devono essere eseguite in apposito locale sotto cappa a flusso laminare
- **devono essere eseguiti periodici campionamenti e visite ispettive per verificare l'assenza di ogni contaminazione ed i risultati devono essere registrati e archiviati, soprattutto in assenza di un sistema di ricambio forzato dell'aria**
- ogni lavoratore deve disporre di tutti i dispositivi di protezione personali come maschere semifacciali con filtri di tipo P3, tute in tyvek, guanti, calzari, ecc., da conservare in appositi armadietti e da utilizzare in caso di campionamenti esterni al laboratorio di MCA o fibre aerodisperse, o in casi di dispersioni accidentali di fibre di amianto all'interno del laboratorio stesso.

Per quanto riguarda i rischi diversi dall'amianto:

- le operazioni di diafanizzazione dei filtri con vapori di acetone devono essere effettuate sotto cappa adatta al contenimento di questi vapori
- le strumentazioni radiogene devono essere impiegate senza rimuovere alcun dispositivo di sicurezza installato e seguendo le specifiche fornite dalla ditta produttrice
- l'uso di sistemi dotati di videotermini deve essere regolamentato nel tempo, prevedendo procedure che stabiliscano pause durante il normale orario di lavoro, in maniera da consentire all'operatore di riposare la vista e di variare la postura di lavoro, anche con posizione di lavoro ergonomicamente corretta
- una procedura analoga va seguita nell'uso del microscopio ottico

- il rifornimento di azoto liquido per la microanalisi va effettuato con estrema attenzione per evitare schizzi, utilizzando guanti termici ed occhiali di protezione.

### 3.4 Archivio

Nel laboratorio deve essere previsto un archivio centrale per la conservazione dei campioni oltre all'archivio della documentazione in condizioni di sicurezza per garantire l'integrità. (vedi cap. 4 e 9).

L'accesso all'archivio deve essere consentito esclusivamente al personale autorizzato dal responsabile del laboratorio.

La struttura dell'archivio deve pertanto essere suddivisa in due locali:

- archivio campioni, dotato di opportuni armadi per la conservazione in relazione alla tipologia dei materiali e/o ai controlli analitici
- archivio documentazione, attrezzato di armadi, personal computer e schedari per la conservazione dei dati grezzi, dei rapporti di prova finali, della documentazione inerente il programma dei controlli di qualità e le verifiche ispettive, interne ed esterne.

Tutta la documentazione, anche se su supporto magnetico, dovrebbe essere catalogata in modo da facilitarne la consultazione ed adeguatamente protetta.

### 3.5 Documentazione

Documentazione che fa parte integrante del manuale di qualità:

- scheda di identificazione del laboratorio e dei diversi settori
- planimetria del laboratorio con l'identificazione delle diverse attività (direzione, amministrazione, settori, magazzino, archivio, biblioteca, servizi, ecc.)
- elenco codificato delle procedure per la tutela della salute e per la sicurezza dei lavoratori
- elenco codificato delle procedure di decontaminazione.

Documentazione necessaria per l'attuazione del Programma per l'assicurazione della qualità:

- programma e procedure di decontaminazione con specifica degli interventi e della loro frequenza
- registrazione degli interventi effettuati
- procedure per la tutela della salute e per la sicurezza dei lavoratori.

#### 4.1 Premessa

L'obiettivo principale delle analisi eseguite sui materiali (potenzialmente) contenenti amianto (MCA) è quello di verificare la presenza di fibre e concentrazione in massa o in fibre libere, mentre nel caso di prelievi di aerosol è quello di conteggiare, in MOCF o di conteggiare e identificare in SEM, le fibre stesse.

L'identificazione e l'integrità dei materiali, da sottoporre ad analisi, devono essere assicurate per l'intero arco di tempo in cui i materiali stessi sono sotto la custodia del laboratorio.

I MCA dal momento del conferimento, all'archiviazione finale devono essere considerati materiali potenzialmente pericolosi e pertanto manipolati adottando tutte le norme di sicurezza possibili (vedi cap. 2).

I risultati analitici devono riferirsi alla composizione del campione considerato nella sua integrità e comunque nei rapporti di prova va riportata la notazione:

"Si dichiara che i risultati si riferiscono esclusivamente al campione di cui ai riferimenti sopra citati".

La UNI CEI EN ISO/IEC 17025 al punto 5.8.: Manipolazione degli oggetti da provare e tarare, cita testualmente: "Il laboratorio deve avere procedure per il trasporto, la ricezione, la manipolazione, la protezione, l'immagazzinamento, la conservazione e/o l'eliminazione degli oggetti da provare e/o da tarare, comprendendo tutte le disposizioni necessarie per proteggere l'integrità degli oggetti da provare o da tarare, così come gli interessi del laboratorio e del cliente.

Il laboratorio deve avere un sistema per identificare gli oggetti da provare e/o tarare. L'identificazione deve essere mantenuta durante tutta la vita dell'oggetto nel laboratorio.....".

#### 4.2 Definizioni

Il termine campione, nel caso specifico e nell'uso corrente, sta ad indicare una quantità più o meno cospicua di un determinato materiale compatto o friabile oppure una membrana filtrante in policarbonato o in esteri misti di cellulosa utilizzata per il prelievo di fibre aerodisperse provenienti da ambienti di lavoro o di vita.

#### 4.3 Campionamento

##### 4.3.1 Campionamento dei materiali in massa

Il campionamento dei materiali in massa contenenti amianto (MCA) deve essere condotto prendendo in considerazione:

- lo stato fisico in cui si presenta il materiale
- la matrice in cui si trova il materiale
- la scelta dell'analisi successiva
- la sensibilità del metodo di analisi prescelta.

Tali considerazioni sono indispensabili per la scelta della tecnica di prelievo che assicuri un buon compromesso tra la rappresentatività del campione e la ripetibilità del prelievo e delle analisi. A tal fine è opportuno prelevare una piccola aliquota del materiale, che sia sufficientemente rappresentativa e che non comporti alterazioni significative dello stato del materiale in sito.

I materiali contenenti amianto possono essere sia omogenei che eterogenei. Materiali tipicamente omogenei sono i prodotti in amiantocemento, le pannellature isolanti per pareti o soffitti, i manufatti tessili, i materiali friabili spruzzati. I materiali eterogenei, quali gli isolamenti di tubi e caldaie, sono costituiti da strati di diversa composizione. Per i materiali omogenei sono di solito sufficienti uno o due campioni rappresentativi di circa 5 cm<sup>2</sup> (o circa 10 g). Per i materiali eterogenei è consigliabile prelevare, con l'ausilio del carotatore, due o tre campioni ogni 100 m<sup>2</sup> circa, avendo cura di campionare anche nei punti che appaiono di diversa colorazione superficiale rispetto al complesso della superficie. Ulteriori campioni devono essere prelevati laddove siano state effettuate nel tempo delle riparazioni.

Una attività preliminare al campionamento è l'acquisizione di documentazione fotografica la più rappresentativa possibile del materiale da campionare che ne evidenzia la struttura macroscopica e l'ubicazione rispetto all'ambiente potenzialmente soggetto a contaminazione.

Per il campionamento si devono impiegare strumenti adeguati che non permettano la dispersione di polveri o di fibre nell'ambiente, e che consentano il minimo grado di intervento distruttivo, quali pinze, tenaglie, piccoli scalpelli, forbici, cesoie, ecc. È necessario evitare, quindi, trapani, frese, scalpelli grossolani, lime, raspe, frullini, e simili. Per i campionamenti in profondità è consigliabile l'uso di carotatori in acciaio, o preferibilmente, se disponibili, di carotatori trasparenti in vetro o acrilico, ambedue a tenuta stagna.

Dopo campionamento si deve:

- inserire immediatamente il campione in una busta di plastica ermeticamente sigillabile
- segnalare il punto di prelievo sul materiale mediante apposizione di un contrassegno indicante data, modalità e operatore
- riparare con adeguati sigillanti il punto di prelievo e pulire accuratamente con panni umidi eventuali residui sottostanti
- compilare una scheda di prelievo, con tutte le informazioni necessarie, da allegare al campione
- trasmettere direttamente il campione, la scheda di prelievo al Centro incaricato delle analisi.

Nel caso in cui le fibre di amianto siano presenti in terreni o i materiali contenenti amianto siano interrati, si devono eseguire dei sondaggi: prendendo ogni possibile precauzione per evitare il sollevamento di polveri nel corso della perforazione.

Le perforazioni dovranno essere condotte con una frequenza e ad una profondità stabilite in relazione alla particolare situazione del sito da investigare. Le carote dovranno essere sigillate e opportunamente conservate per il prelievo dei campioni da analizzare, rappresentativi delle diverse quote. I campioni relativi alle diverse quote dovranno essere omogeneizzati mediante un processo di quartatura. Per maggiori particolari vedere allegato 2 del *D.M. Sanità 471 del 25/10/1999*.

#### 4.3.2 Campionamento di fibre aerodisperse

Il campionamento di fibre aerodisperse deve essere effettuato attenendosi all'allegato 5 del *D.Lgs. 15/8/1991 numero 277* per gli ambienti di lavoro, e allegato 2 del *DM Sanità 6/9/94* per gli ambienti indoor attenendosi al numero di litri da campionare, al tipo di membrane da utilizzare. Si allega opportuna istruzione operativa relativa al campionamento di fibre aerodisperse: vedi allegato 2.

Il campionamento è un compito complesso, che se eseguito da personale estraneo al laboratorio sfugge ad un controllo diretto. In ogni caso la membrana filtrante proveniente da un campionamento deve essere conservata in apposito contenitore chiuso e mantenuta in posizione orizzontale al fine di evitare nelle operazioni di trasporto la dispersione delle fibre depositate.

Il laboratorio deve comunque verificare in fase di accettazione tecnica del campione la conformità dello stesso ai quesiti analitici richiesti e

fornire assistenza ai clienti secondo quanto previsto nel manuale della qualità di cui si riporta un esempio in allegato 3.

#### 4.4 Identificazione dei campioni

I campioni da sottoporre a prova sono identificati per mezzo di etichette applicate agli stessi e/o vengono sempre accompagnati da documenti identificativi.

L'identificazione deve essere tale da fornire almeno le indicazioni relativamente a:

- tipo di prodotto
- luogo di prelievo
- data di prelievo
- numero di verbale di riferimento (campione prelevato da laboratori pubblici)
- prelevatore
- cliente.

Nei casi in cui il prelievo dei campioni da sottoporre a prova venga effettuato da personale del Laboratorio, i campioni vengono identificati per mezzo di apposita etichetta "Identificazione campione" in accordo ad apposita Procedura Operativa.

I campioni prelevati, così identificati, vengono consegnati per le operazioni di accettazione accompagnati dai relativi documenti identificativi.

Quando previsto contrattualmente o dalle Normative/Legislazione vigenti, vengono conservati i controcampioni identificati allo stesso modo del campione prelevato.

#### 4.5 Identificazione campioni all'accettazione

I campioni prelevati vengono sottoposti al controllo di accettazione secondo le operazioni previste da apposita procedura che prevedono tra l'altro la verifica della corretta identificazione dei campioni.

Terminata la verifica, i campioni vengono registrati nel "Registro Generale" del laboratorio ed identificati con un proprio numero in ordine crescente.

Il Laboratorio deve utilizzare esclusivamente i campioni correttamente identificati ed in condizioni adeguate per l'esecuzione delle prove.

#### 4.6 Identificazione campioni durante le prove

I campioni vengono posizionati, in attesa delle prove previste, nelle apposite aree "ATTESA PROVE" del Laboratorio.

L'identificazione dei campioni sottoposti a prova è tale da assicurare la rintracciabilità ed il loro anonimato in presenza di terzi.

Durante l'esecuzione delle prove tali requisiti devono essere garantiti attraverso l'identificazione del contenitore dell'aliquota di saggio e dei contenitori utilizzati nelle varie fasi del procedimento analitico con il numero di registro generale o numero progressivo del quaderno di laboratorio.

Il numero di registro generale identifica inoltre gli eventuali moduli di registrazione dei dati quali il "Quaderno di laboratorio" ed il "Foglio di laboratorio".

I risultati delle prove vengono riportati sui "Rapporti di Prova" che richiamano anch'essi il numero di identificazione del campione sottoposto a prova ed il numero di registro generale. In questo modo viene assicurata la rintracciabilità del campione in termini di:

- campionamento
- accettazione
- esecuzione delle prove (metodi e risultati)
- numero verbale di riferimento (eventuale)
- rapporto di prova.

Se del caso va conservato per ciascun campione un'aliquota dello stesso da utilizzare nel caso si renda necessaria la ripetizione delle prove.

Quando previsto contrattualmente o dalla Normativa/Legislazione vigente vengono conservati controcampioni sigillati identificati per mezzo del numero di verbale e/o del numero di Registro Generale e conservati nelle apposite aree denominate "Deposito campioni".

#### **4.7 Identificazione dei prodotti utilizzati per le prove**

I prodotti utilizzati per le prove quali ad es.: reagenti, solventi ecc. sono quelli previsti dai Metodi di prova utilizzati per l'esecuzione delle prove e vanno conservati in apposite aree contrassegnate "Prodotti per le prove" nei contenitori originali identificati dai produttori degli stessi.

I prodotti utilizzati per le prove devono essere ordinati a fornitori qualificati sulla base di specifiche tecniche di acquisto.

I prodotti utilizzati per le prove vanno conservati nei contenitori originali etichettati dal fornitore e immagazzinati in appositi locali in condizioni idonee ad assicurarne la conservazione e la protezione da danni, deterioramenti, contaminazioni o smarrimenti.

Gli operatori del Laboratorio prelevano dai luoghi di immagazzinamento i prodotti necessari alla esecuzione delle prove, assicurando il mantenimento della identificazione dei prodotti prelevati.

#### **4.8 Schede di sicurezza dei prodotti per le prove**

Le schede di sicurezza relative a tutti i prodotti utilizzati per le prove devono essere conservate e messe a disposizione di tutti gli operatori a cura del dirigente il laboratorio.

#### **4.9 Conservazione del campione da sottoporre a prova**

I campioni e i prodotti per le prove in attesa del loro utilizzo, vengono conservati in modo tale da evitare deterioramenti per effetto di contaminazioni ambientali ed esposizioni a fattori che possono alterarne le caratteristiche o invalidare i risultati delle prove.

#### **4.10 Movimentazione**

I prodotti, i campioni e i materiali per le prove durante la movimentazione sono conservati in contenitori idonei al trasporto e tali da non modificarne le caratteristiche fino al momento dell'utilizzo.

I contenitori utilizzati per i prodotti sono quelli originali dei fornitori e qualora travasati vengono utilizzati contenitori appropriati.

I contenitori utilizzati durante la movimentazione sono adeguatamente identificati.

#### **4.11 Immagazzinamento**

I prodotti e i campioni per le prove, in attesa del loro utilizzo, vengono immagazzinati in locali e ambienti idonei alla loro conservazione.

Il personale addetto verifica costantemente lo stato di conservazione dei campioni e dei materiali immagazzinati compresa la loro identificazione.

Solo il personale addetto è autorizzato al prelievo e al deposito dei campioni e dei prodotti dai locali e ambienti di immagazzinamento.

#### **4.12 Imballaggio**

I prodotti e i campioni per le prove, sono conservati in contenitori idonei allo scopo.

Sia i contenitori dei campioni che le confezioni dei prodotti per le prove sono identificati per mezzo delle apposite etichette.

Le modalità di imballaggio assicurano la protezione e la conservazione dei prodotti e dei campioni.

#### 4.13 Conservazione

I campioni e i prodotti per le prove in attesa del loro utilizzo, vengono conservati in modo tale da evitare deterioramenti per effetto di contaminazioni ambientali ed esposizioni a fattori che possono alterarne le caratteristiche o invalidare i risultati delle prove.

#### 4.14 Consegna

Quando previsto contrattualmente, i campioni o i contenitori per il loro prelievo vengono consegnati ai clienti secondo quanto stabilito.

#### 4.15 Trasferimento ad altro laboratorio dei campioni

Talune volte si rende necessaria l'esecuzione di determinate analisi in un altro laboratorio, sia per motivi di sovraccarico di lavoro che per inadeguatezza delle attrezzature (richiesta di analisi specialistiche). In questo caso, la delega comporta l'assunzione di responsabilità sul materiale da sottoporre a prova da parte del laboratorio ricevente.

#### 4.16 Smaltimento dei campioni di prova

I residui delle attività analitiche, in base alla loro natura devono essere appropriatamente

smaltiti secondo quanto previsto dal *D.Lgs. 22/97* e successive modifiche ed integrazioni e secondo quanto previsto dal *D.Lgs. 626/94* inerente la tutela della salute dei lavoratori e la sicurezza sul lavoro.

Secondo il *D.Lgs. 22 del febbraio 1997* i rifiuti vengono suddivisi in:

##### 4.16.1 Rifiuti speciali assimilabili agli urbani (RSU)

I campioni esenti di amianto al termine delle prove vengono classificati come Rifiuti speciali assimilabili agli urbani e vanno conferiti per lo smaltimento in apposito sacco di plastica che andrà, previa chiusura, posto nel contenitore rigido per la raccolta del RSU da collocare nei containers predisposti per la raccolta e conferimento dei rifiuti assimilabili agli urbani.

##### 4.16.2 Rifiuti speciali pericolosi

I campioni contenenti amianto devono essere classificati come rifiuti speciali pericolosi e il loro conferimento per lo smaltimento va effettuato in appositi sacchi di plastica o contenitori sigillati contenuti in scatole di cartone ed etichettati con lettera a, indicante la presenza di amianto. Lo smaltimento finale dei rifiuti speciali pericolosi deve essere effettuato da ditta autorizzata almeno una volta all'anno a decorrere dalla data di accettazione ad eccezione dei campioni sottoposti a procedimento giudiziario. Per i rifiuti pericolosi è altresì necessario compilare il relativo registro di carico e scarico ed il formulario di identificazione al momento della consegna per lo smaltimento come previsto dalla normativa citata.

### 5.1 Considerazioni generali

Il laboratorio abilitato alla determinazione dell'amianto deve possedere materiali standard e campioni di riferimento atti a garantire la qualità dei risultati.

Gli standard e campioni di riferimento vanno conservati secondo apposite istruzioni operative al fine del mantenimento delle loro proprietà.

Se un laboratorio conduce per lunghi periodi lo stesso tipo di analisi è utile valutare i dati analitici prodotti mediante comparazione con quelli ottenuti su materiali standard.

### 5.2 Materiali standard

Alcuni metodi analitici richiedono l'uso di materiali a grado di purezza noto per consentire la preparazione di curve di calibrazione o per calcolare tramite aggiunte i recuperi analitici (DRX o FTIR). Tali materiali comunemente definiti "standard" sono reperibili sul mercato con una certa difficoltà per quanto riguarda i vari tipi di amianto.

Tra le principali caratteristiche di un materiale ricordiamo oltre alla purezza, la stabilità. In linea teorica il materiale standard costituito da amianto dovrebbe possedere proprietà stabili almeno per il periodo di tempo valutato come necessario per il suo completo esaurimento se adeguatamente conservato. I materiali standard sono da considerare materiali pericolosi e pertanto manipolati in condizioni di sicurezza.

### 5.3 Campione di riferimento

Per "campione di riferimento" (CR) si intende, secondo quanto riportato nella guida ISO 30, un "materiale per il quale una o più proprietà sono sufficientemente ben definite da essere usate per la taratura di un apparecchio, per la valutazione di un metodo di misurazione o per l'assegnazione di valori a materiali", cioè per l'attribuzione di valori numerici a determinati parametri reali e misurabili (grandezze) dei materiali.

Nel caso del laboratorio amianto e polveri il reticolo di riferimento stampato su lastrina metallica con misura certificata in mm e utiliz-

zato nel controllo periodico del sistema di misura delle fibre lette al microscopio elettronico SEM, oppure il vetrino micrometrico utilizzato per la taratura periodica del reticolo oculare di Walton-Beckett nel metodo di prova della MOCF, è da considerare campione di riferimento.

### 5.4 Materiali di riferimento certificati

Per "materiale di riferimento certificato" (MRC) si intende, secondo quanto riportato nella guida ISO 30: materiale di riferimento accompagnato da certificato, per il quale uno o più valori delle proprietà sono certificati da una procedura che stabilisce la loro riferibilità ad un'accurata realizzazione delle unità nelle quali i valori delle proprietà sono espressi, e per il quale ciascun valore certificato è accompagnato da un'"incertezza ad uno stabilito livello di confidenza".

Nel caso dell'amianto in cui è quasi impossibile reperire i MRC deve essere prevista la partecipazione a circuiti di prove interlaboratorio, la cui documentazione viene gestita dal responsabile della Q.

A tale proposito un programma di controllo qualità specifico per i laboratori che effettuano attività analitica sull'amianto è previsto dal DM Sanità 14 maggio 1996.

### 5.5 Registrazione e conservazione dei materiali e dei campioni di riferimento

Una procedura operativa specifica deve essere prevista dal manuale della qualità per la conservazione dei campioni e materiali di riferimento.

Particolari precauzioni vanno adottate al fine di evitare fenomeni di contaminazione crociata o coi campioni di prova e garantire la sicurezza degli operatori.

La conservazione degli standard o dei campioni di riferimento è effettuata in armadi separati dai normali utensili o materiali di laboratorio in condizioni ambientali idonee al mantenimento del titolo di purezza o della misura certificata.

### 5.6 Materiali pericolosi

Ogni laboratorio per il controllo del MCA ha in dotazione sostanze pericolose o potenzialmen-

te pericolose. Il laboratorio deve assicurare che il rischio a cui il personale è esposto sia, compatibilmente con le possibilità tecniche di intervento, quanto più basso possibile *D.Lgs. 626/94*.

Tale obiettivo deve essere conseguito tramite una buona progettazione delle strutture di laboratorio, un'educazione alla responsabilità di tutto il personale e l'introduzione di un'appropriata documentazione che riporti nel dettaglio le misure necessarie a prevenire la diffusione di fibre di amianto.

### 5.7 Smaltimento materiali

Lo smaltimento dei materiali deve essere effettuato in conformità a quanto previsto dal *D.Lgs. 22* del febbraio 1997 e successive modifiche ed integrazioni e secondo quanto previsto dal *D.Lgs. 626/94* inerente la tutela della salute dei lavoratori e la sicurezza sul lavoro. I materiali comunque sono da considerare dei rifiuti pericolosi e trattati come previsto al capitolo precedente per i campioni di prova contenenti amianto (4.16).

### 6.1 Considerazioni generali

Le apparecchiature che fanno parte dell'attrezzatura utilizzata in un laboratorio per amianto e polveri devono trovarsi in condizioni di perfetta efficienza e installate in idonei locali in modo da essere protette da corrosione e da ogni altra causa di deterioramento.

Il manuale della qualità deve prevedere apposita procedura per il controllo e manutenzione della strumentazione. Data l'importanza dell'argomento si riporta in allegato 3 un esempio completo di procedura (PO).

### 6.2 Classificazione delle apparecchiature

La dotazione strumentale del laboratorio abilitato ad effettuare analisi sull'amianto può essere classificata in due categorie:

- apparecchiatura di processo: forni, stufe, muffole, mulini, omogenizzatori, metallizzatori, presse, stereo-microscopio
- apparecchiatura di misura: bilancia tecnica, microscopio ottico a contrasto di fase equipaggiato di reticolo Walton Beckett, bilancia analitica, microscopio ottico a luce polarizzata, diffrattometro a raggi X, DRX, microscopio elettronico a scansione SEM o a trasmissione TEM, spettrofotometro a infrarossi con trasformata di Fourier FTIR ecc.

Tutte le apparecchiature richiedono un'appropriata manutenzione e talune anche regolari tarature come previsto dal singolo manuale dello strumento, in particolare per il microscopio in contrasto di fase si suggeriscono le seguenti azioni.

### 6.3 Manutenzione del MOCF

Occorre utilizzare attrezzature microscopiche a contrasto di fase di buona qualità, rispondenti ai requisiti riportati nell'allegato del *D.Lgs. 277/91* o nel metodo standard *ISO 8672-1993*. L'apparecchiatura deve essere mantenuta in perfette condizioni; molte ditte fornitrici offrono un servizio di manutenzione regolare che prevede lo smontaggio e la pulizia di tutti i componenti delle ottiche e la sostituzione di parti usurate. Conviene avvalersi di questo servizio, a meno che il personale del laboratorio sia in grado di fornire lo stesso servizio di manutenzione qualificato.

È necessario mantenere registrate le date ed il tipo degli interventi periodici effettuati.

#### 6.3.1 Taratura del MOCF

In generale per ottenere l'illuminazione Koehler e buone condizioni di contrasto di fase si dovrà seguire la procedura di preparazione e regolazione riportata nel metodo AIA RTM 1 (ristampa gennaio 1982) o nel metodo *ISO 8672-1993*. In questi metodi vengono descritte le operazioni da eseguire per:

- ottenere l'illuminazione di Koehler
- le condizioni ottimali per il contrasto di fase: centratura degli anelli di fase mediante l'oculare telescopico o la lente di Bertrand (dipende dal tipo di microscopio)
- la taratura del reticolo oculare di Walton-Beckett (G 22 e G 25)
- le prove per la determinazione del potere risolutivo del contrasto di fase mediante il vetrino HSE/NPL.

È utile sottolineare che, in aggiunta al noto reticolo oculare di Walton-Beckett, modello G 22, è attualmente disponibile il nuovo modello denominato G 25, con il quale si è inteso migliorarne le potenzialità di misura. Nel modello G 25, infatti, sono state introdotte delle icone di riferimento aggiuntive, le quali contengono i riferimenti corrispondenti alle grandezze di 0,5  $\mu\text{m}$ , 1,0  $\mu\text{m}$ , 1,5  $\mu\text{m}$ , e 2,5  $\mu\text{m}$  e, di conseguenza, costituiscono un notevole aiuto nel dimensionamento delle fibre (ma anche di particelle più o meno isometriche) che presentano diametri compresi tra circa 0,5  $\mu\text{m}$  e 3,0  $\mu\text{m}$ .

Per quanto riguarda il vetrino di prova per la determinazione del potere risolutivo in contrasto di fase (HSE/NPL, Mark II), a condizione che il microscopio sia stato messo perfettamente a punto seguendo le procedure suddette (illuminazione di Koehler e centratura degli anelli di fase), il metodo AIA RTM 1 e il metodo *ISO 8672* (che essenzialmente fa riferimento al metodo AIA) prevedono la rilevabilità del 5° blocco di linee, senza specificare se questa debba essere parziale o totale. Anche il recente metodo dell'Organizzazione Mondiale della Sanità (OMS, 1997) prevede la visibilità delle righe nel blocco 5 e la parziale visibilità di quelle nel blocco 6.

Diversamente, nel metodo del NIOSH (metodo 7400, edizione agosto 1994) viene specificato che le righe nel blocco 3 devono essere completamente visibili e quelle nei blocchi 4 e 5 devono essere parzialmente visibili, in

56

S C H E D E  
T E C N I C H E

funzione delle differenze esistenti tra i diversi microscopi e tra gli stessi osservatori. Contemporaneamente, inoltre le righe dei blocchi 6 e 7 devono essere invisibili. È più verosimile che le specifiche del NIOSH siano più vicine alla variegata molteplicità della reale situazione.

È importante, in ogni caso, che l'aggiustamento per l'illuminazione di Koehler, il controllo della centratura degli anelli di fase e la prova con il vetrino HSE/NPL siano fatti all'inizio di ogni sessione di conteggio, in quanto sia il diaframma dell'illuminatore, che la centratura del fuoco del condensatore possono richiedere un aggiustamento ogni volta che si inizia la lettura di un vetrino.

Anche per queste operazioni è necessario mantenere la documentazione delle date e dei risultati dei controlli effettuati.

#### 6.4 Manutenzione ordinaria del SEM

È l'insieme delle operazioni effettuate periodicamente per mantenere in piena efficienza la strumentazione.

Per la manutenzione di apparati di elevato contenuto tecnologico è indispensabile prevedere contratti di assistenza e manutenzione con le ditte fornitrici degli apparati stessi; per i microscopi elettronici a scansione è opportuno prevedere almeno una manutenzione annuale al sistema da vuoto ed una manutenzione annuale alla colonna elettro-ottica con sostituzione dei diaframmi fissi ed allineamento delle lenti elettroniche, gli interventi devono essere annotati nel registro di manutenzione.

##### 6.4.1 Manutenzione straordinaria del SEM

È l'insieme delle operazioni effettuate per ripristinare le condizioni di efficienza dopo l'insorgenza di guasti dipendenti da qualsiasi causa. Nelle attuali strumentazioni i parametri strumentali da cui dipende il corretto funzionamento del sistema sono controllati automaticamente e generalmente è prevista la segnalazione, attraverso messaggi in chiaro o con opportuno codice, di eventuali mal funzionamenti, in caso di mal funzionamento richiedere l'intervento della ditta specializzata, gli interventi devono essere annotati nel registro di manutenzione.

##### 6.4.2 Registro di manutenzione

È la cartella in cui sono conservati i fogli di lavoro relativi a qualsiasi intervento di manutenzione ordinaria o di manutenzione straordi-

naria, con la data dell'intervento e la firma dell'operatore che lo ha eseguito.

##### 6.4.3 Taratura del SEM

Per effettuare misurazioni delle dimensioni di campioni con precisione maggiore del 5÷10% è necessario verificare le prestazioni della strumentazione calibrandola periodicamente, almeno una volta al mese e in ogni caso dopo ogni intervento di manutenzione ordinaria o straordinaria, mediante standard dimensionali (facilmente reperibili in commercio).

Particolarmente importante, al fine di valutare la concentrazione **C** di fibre su un filtro (fibre/mm<sup>2</sup>), è la corretta misura della superficie osservata del filtro.

Esplicitando il procedimento di calcolo per la concentrazione si ha che:

$$C = N/A = N/(l_1 \cdot l_2)$$

con: **N** = numero di fibre contate sulla superficie osservata

**A** = area della superficie

**l<sub>1</sub>** e **l<sub>2</sub>** = dimensioni della superficie.

Secondo le usuali formule per la propagazione dell'errore:

$$\Delta C/C = \Delta N/N + \Delta l_1/l_1 + \Delta l_2/l_2 = 2\Delta l/l$$

poiché la dimensione **l** della superficie è data da:

**l** = (dimensione del campo di lettura sullo schermo del monitor)/**M**

con **M** = ingrandimento strumentale

si ha che:  $\Delta l/l = \Delta M/M$

e in conclusione:

$$\Delta C/C = 2\Delta M/M$$

cioè un errore sistematico (di taratura) sull'ingrandimento strumentale comporta un errore percentuale doppio sulla concentrazione delle fibre.

##### 6.4.4 Taratura dello Spettrometro EDS per la microanalisi a raggi X

È opportuno calibrare gli spettrometri EDS per il corretto riconoscimento delle righe degli spettri e per la corretta misura dell'intensità delle righe stesse (nella analisi quantitativa), seguire le procedure di calibrazione previste per ogni spettrometro, che dovrebbero essere svolte con la medesima periodicità prevista per la calibrazione dell'ingrandimento (salvo diversa prescrizione della ditta fornitrice dello strumento); a tal fine si possono utilizzare stan-

57

SCHEDA  
TECNICHE

dard costituiti da una coppia di elementi (per esempio Al e Cu) in grado di fornire spettri con righe approssimativamente della stessa intensità.

## 6.5 Manutenzione dello strumento FT-IR

Negli attuali apparecchi il controllo della qualità della risposta viene effettuato durante le fasi di taratura con l'ausilio di un film di polistirene. Quando i valori della risposta non sono quelli attesi si deve valutare la necessità di effettuare un intervento di manutenzione ordinaria o straordinaria.

### 6.5.1.a Manutenzione ordinaria

L'apparecchiatura deve essere mantenuta in perfette condizioni adottando le modalità di manutenzione previste nel manuale dello strumento; conviene avvalersi del servizio di manutenzione regolato dalle ditte fornitrici a meno che il personale del laboratorio non sia in grado di fornire lo stesso servizio agli stessi livelli.

È necessario mantenere registrate le date ed il tipo degli interventi periodici effettuati. L'apparecchiatura risente fortemente dell'ambiente in cui è posto, infatti è necessario sottolineare che tutti gli spettrofotometri soffrono la presenza di umidità e quindi è buona norma controllarne periodicamente il sistema di deumidificazione.

Gli essiccanti devono essere rigenerati in stufa in cui non siano stati conservati acidi che potrebbero essere eventualmente assorbiti e rilasciati in un secondo tempo nello strumento.

Se esso è flussato con azoto, bisogna tenere conto che tale gas può contenere una porzione di acqua che va a danneggiare il *beam splitter* ed è buona norma non arrivare mai con la bombola quasi vuota al ricambio.

Nel caso di ambienti fortemente contaminati è sicuramente utile un flussaggio lieve di azoto anidro. Altre fonti di inquinamento possono derivare sia dall'alito dell'operatore che dal fumo di sigaretta.

### 6.5.1.b Manutenzione straordinaria

È l'insieme delle operazioni effettuate per ripristinare le condizioni di efficienza dopo l'insorgenza di guasti o anomalie di funzionamento. In tali situazioni è necessario richiedere l'intervento della ditta specializ-

zata, riportando nel registro di manutenzione la tipologia di intervento eseguito.

### 6.5.1.c Registro di manutenzione

È la cartella in cui sono conservati i fogli di lavoro relativi a qualsiasi intervento di manutenzione ordinaria e straordinaria, con la data dell'intervento e la firma dell'operatore che lo ha eseguito.

### 6.5.2 Taratura dello strumento FT-IR

Per un *check* di qualità della risposta dello strumento si utilizza un film di polistirene che ha uno spettro di assorbimento ricco di bande strette e ben definite.

Lo standard in dotazione o comunque facilmente reperibile presso le ditte che commercializzano l'apparecchiatura, fornisce un paragone su tre grandezze fisiche quali la posizione delle bande di assorbimento, l'assorbanza ed il potere risolutivo.

L'utilizzo dello standard permette effettivamente di valutare la bontà della risposta analitica nel tempo.

I parametri più importanti da verificare negli strumenti a trasformata di Fourier sono la sensibilità strumentale e la linearità del detector.

La sensibilità strumentale viene valutata in base al rapporto segnale/disturbo. Per la linearità si valuta il delta tra lo 0% di T teorico e quello realmente ottenuto nelle zone di totale assorbimento del film di polistirene. Se il valore è troppo distante dallo zero, la risposta non è lineare e quindi è poco affidabile ai fini quantitativi. In questo caso occorre stabilire se la sostituzione del detector è sufficiente o se lo strumento, per altri motivi, non può garantire una linearità sufficiente.

Un altro test che deve essere effettuato è il controllo della validità nel tempo della curva di calibrazione utilizzata per determinare la concentrazione di amianto nei campioni in massa secondo quanto riportato nella procedura. Il controllo è effettuato registrando lo spettro di un campione standard di validazione preparato analogamente ai campioni standard utilizzati per la curva di calibrazione. È buona norma mantenere i campioni di calibrazione e gli standard di validazione in condizioni ambientali tali da non comprometterne l'efficienza, ad esempio in essiccatori dove non siano presenti sostanze che possono emettere vapori e/o oli o umidità. Il polistirene non teme umidità, ma solo la sporizia sulla sua superficie.

58

S C H E D E  
T E C N I C H E

## CAPITOLO 7 I METODI DI PROVA

### 7.1 Generalità

La norma *UNI CEI EN ISO/IEC 17025* al paragrafo metodi di prova e di taratura e validazione dei metodi recita: "Il laboratorio deve adottare metodi e procedure appropriati per tutte le prove e/o tarature che rientrano nei suoi scopi. Questi includono il campionamento, la manipolazione, il trasporto, l'immagazzinamento e la preparazione degli oggetti da provare e/o da tarare, e quando appropriato, una stima dell'incertezza di misura come pure le tecniche statistiche per l'analisi dei dati di prova e/o di taratura.

Il laboratorio deve possedere istruzioni circa l'utilizzo e il funzionamento di tutte le apparecchiature necessarie, e circa la manipolazione e la preparazione degli oggetti da provare e/o tarare, o di entrambi, quando l'assenza di tali istruzioni possa compromettere i risultati di prova zero di taratura. Tutte le istruzioni, le norme, i manuali e i dati di riferimento relativi all'attività da eseguire devono essere mantenuti aggiornati e devono essere facilmente disponibili al personale (vedere 4.3). Deviazioni dai metodi di prova e di taratura devono avvenire soltanto se le deviazioni sono state documentate, tecnicamente giustificate, autorizzate ed accettate dal cliente".

Per la messa in pratica di un metodo analitico è necessario pesarne preliminarmente le caratteristiche che sono la praticabilità e l'attendibilità e predisporre durante la sua effettuazione una adeguata trattazione dei risultati ottenuti mediante un monitoraggio statistico.

In dettaglio vanno considerati i seguenti aspetti di praticabilità e di attendibilità.

### 7.2 Praticabilità

Per valutare la praticabilità di un metodo di analisi vanno presi in esame i seguenti parametri:

#### 7.2.1 Rapidità di esecuzione

Sono pertinenti due variabili descrittive correlate con il tempo che sono: la velocità con cui è possibile analizzare i campioni e l'intervallo di tempo fra la presentazione del campione all'analista e la disponibilità del risultato. Possono così essere calcolati i campioni che normalmente possono essere analizzati in un giorno o in una settimana.

#### 7.2.2 Costi

Vanno considerati accuratamente affinché sia possibile confrontare diverse valutazioni. Vanno elencati separatamente i costi dei materiali e del lavoro, i costi di acquisto e quelli legati alla gestione (parti di consumo, riparazioni, manutenzione), come pure i costi della conduzione generale.

#### 7.2.3 Abilità tecnica

Viene sicuramente richiesta esperienza specifica, la precisione e l'accuratezza dipendono da capacità tecniche e i dati relativi alle prestazioni del personale devono essere dello stesso livello.

#### 7.2.4 Affidabilità

Questo aspetto è riferito alla regolarità di funzionamento degli strumenti, nonché al rischio ed alla frequenza di guasti. Questi dovrebbero essere annotati per stabilirne la frequenza, insieme agli insuccessi di un metodo, in condizioni di routine.

#### 7.2.5 Sicurezza

Vanno valutati gli aspetti inerenti alla sicurezza alla luce delle normative e delle norme di buona tecnica, comprese le situazioni di emergenza, come il mancato funzionamento di apparecchi o lo spandimento e/o contaminazione dei locali, indicando i provvedimenti da attuare in tali circostanze.

### 7.3 Attendibilità

Per valutare la attendibilità del metodo devono essere presi in esame i seguenti parametri:

#### 7.3.1 Precisione

È valutata in base ai risultati di analisi replicate, effettuate secondo un disegno sperimentale ben definito e mantenendo quanto più stabili i fattori che possono influenzarla utilizzando ad esempio i medesimi standard, strumento ed analista.

Se è possibile l'analista non dovrebbe essere in grado di individuare le repliche. Il parametro di misura dell'accordo tra replicati è espresso usualmente in termine di deviazione standard (SD) o di coefficiente di variazione (CV) di un certo numero di replicati.

#### 7.3.2 Accuratezza

Può essere definita come accordo tra la migliore stima di una quantità ed il suo valore vero.

59

S C H E D E  
T E C N I C H E

La misura di questa caratteristica è data dalla differenza tra la media di più misure replicate ed il valore "vero" (e valore atteso) di analita contenuto nel campione, e può essere espressa nelle unità di misura originali e in percento del valore vero. La accuratezza può essere misurata con procedure diverse:

- mediante l'uso di campioni di controllo o di riferimento
- mediante prove di recupero
- in base alla media giornaliera
- mediante confronto con un metodo ad accuratezza nota.

### 7.3.3 Specificità

Alcuni metodi danno risultati inaccurati o falsamente elevati perché altri componenti del campione, oltre all'analita, contribuiscono al valore di lettura. Le limitazioni relative alla specificità vanno attentamente considerate anche perché in linea di principio, si può sospettare che ogni materiale fibroso possa contribuire ai valori di lettura.

Usualmente con specificità di un test si intende la capacità di selezionare come negativi i campioni, ad esempio, esenti da amianto.

### 7.3.4 Sensibilità

È la capacità per un test di individuare come positivi i campioni con presenza di amianto, ad esempio, relativamente a quelli che ne sono esenti ha anche il senso di capacità di un metodo analitico di evidenziare piccole quantità del componente misurato: in quest'ultimo caso può essere definita più chiaramente come rilevabilità o limite di rilevazione (il più piccolo valore singolo di concentrazione, ad esempio, di fibre di amianto, che può essere distinto da un "bianco", con una probabilità stabilita).

Un sistema di controllo di qualità efficace, basato su metodi statistici, è essenziale per la validazione dei risultati perché rende possibile un intervento immediato, prima della trasmissione del rapporto di prova al cliente: questo rimanda al problema degli interventi.

Se il sistema di controllo segnala una situazione di allarme è opportuno procedere con ordine secondo lo schema seguente:

- decisione: si deve decidere immediatamente se è necessario un intervento
- accertamento: è necessario effettuare dei controlli per stabilire la causa dell'errore
- azione correttiva: si deve intervenire allo scopo di eliminare l'errore.

## 7.4 Metodi di prova

Il *Decreto legislativo 15/8/91 n. 277* riguardante le misure di protezione dei lavoratori contro i rischi chimici derivanti da esposizione ad agenti chimici ed il *D.M. Sanità del 6/9/94* riguardante le norme tecniche per la cessazione dell'amianto, riportano i metodi di analisi da adottare.

Le tecniche analitiche utilizzate nel laboratorio amianto sono: MOLP (microscopia ottica in luce polarizzata), MOCF (microscopia ottica a contrasto di fase), SEM (microscopia elettronica a scansione), DRX (diffrattometria a raggi X), FT-IR (spettroscopia infrarossa a trasformata di Fourier).

Il laboratorio amianto può rivisitare i metodi ufficiali al fine di adattarli meglio alle proprie esigenze tecniche e strumentali.

In allegato 4 si riportano alcuni esempi di metodi di prova relativi alle prove del SEM, MOCF, MOLP e FT-IR.

## CAPITOLO 8 IL CONTROLLO DI QUALITÀ

### 8.1 Considerazioni generali

Il laboratorio dedicato alle analisi dell'amianto e organizzato secondo un PAQ deve continuamente essere in grado di documentare che i risultati rientrano nel criterio generale di qualità.

Il controllo qualità CQ si esplica attraverso un monitoraggio continuo sulle prove e sui risultati ottenuti in modo che siano dotati della necessaria precisione ed accuratezza.

La statistica permette di poter stabilire a priori, per ogni metodo di prova e tipi di misure, dei criteri atti a stabilire di volta in volta se il risultato analitico è attendibile.

Un processo di misurazione applicato ad un filtro od ad un MCA in condizioni ben definite (misurando), ripetuto un numero sufficiente di volte, fornisce un gruppo di valori dal quale sarà possibile ricavare, con l'ausilio della trattazione statistica, i parametri e i criteri che interessano.

Ci si affida anche ai materiali standard dotati di titolo e purezza noti e certificati, anche se nel caso dell'amianto non facilmente reperibili, ai campioni di riferimento (vedi cap. 5) per il controllo delle misure ottenute al microscopio ottico ed elettronico, alle carte di controllo, alle prove inter o intralaboratorio.

Va comunque precisato che i dati ottenuti dalle prove in microscopia (MOCF o SEM) o diffrazione (DRX) o spettroscopia (FT-IR) possono seguire una distribuzione Gaussiana o Poissoniana con parametri statistici diversi.

### 8.2 Considerazioni statistiche

Considerato che la statistica poissoniana si applica alla lettura al microscopio ottico ed elettronico e che non è molto conosciuta si è voluto offrire un semplice accenno inserendo un paragrafo specifico.

Per quanto riguarda i metodi di prova della matrice amianto, i risultati possono essere considerati sia variabili casuali continue, che discrete.

Secondo la norma ISO 3534-1, punto 1.2, una variabile casuale è una variabile che può assumere qualunque valore di un ben individuato insieme di valori e a cui è associata una distribuzione di probabilità.

Una variabile casuale che può assumere solo valori isolati si dice "discreta".

Una variabile casuale che può assumere qualunque valore entro un intervallo finito o infinito si dice "continua".

Per "distribuzione di probabilità" la norma ISO 3534-1 dà la seguente definizione: la distribuzione di probabilità è una funzione che fornisce la probabilità che una variabile casuale assuma un dato valore o appartenga a un dato insieme di valori.

Nel caso delle variabili casuali continue il modello di distribuzione di probabilità è quello di Gauss.

In tale modello, la distribuzione di probabilità è perfettamente individuata quando se ne conoscano il centro e l'ampiezza.

La densità di probabilità o frequenza,  $f(x)$ , con cui il valore  $x$  può essere riscontrato, secondo tale modello, è data dalla funzione:

$$f(x) = [1/\sigma(2\pi)^{1/2}] \exp \{-1/2[(x - \mu)/\sigma]^2\}$$

Come si vede, la funzione  $f(x)$  è determinata se sono noti  $\mu$  e  $\sigma$ , dove  $\mu$  è il valore medio e  $\sigma$  è lo scarto tipo deviazione standard.

Il primo di questi due valori individua il centro della distribuzione, mentre il secondo informa sulla sua ampiezza.

Il grafico di questa funzione è costituito dalla classica curva a campana di Gauss.

Per le variabili casuali discrete l'unica caratteristica a cui si accenna, riguarda il vincolo ad assumere "valori isolati", anche se ciò non esclude che possano essere in qualche modo ordinati e contabilmente numerati.

Questa considerazione consente di identificare come variabili casuali "discrete" le quantificazioni di talune proprietà di sostanze e/o fenomeni che vengono misurati attraverso i conteggi, quali ad esempio il conteggio di fibre sia in microscopia ottica che elettronica.

In particolare, la distribuzione di probabilità utilizzata più frequentemente in questo campo è quella studiata da Poisson.

La distribuzione di Poisson costituisce un modello statistico particolarmente adatto a studiare i risultati delle prove condotte con metodologie che prevedono il conteggio finale.

Si è visto che la naturale variabilità connessa con la pratica di queste metodologie è in armonia con quella prevista da tale distribuzione.

La densità di probabilità secondo Poisson è data da:

$$p(x = i) = e^{-c} (c^i / i!)$$

Si ricorda che  $1 \cdot 2 \cdot 3 \dots i$  è il fattoriale di  $i$ .

Come si vede, la funzione contiene solo il parametro  $c$  e si può dimostrare che se  $c$  è un numero intero, allora esso rappresenta il valore più probabile di  $i$ .

Tuttavia, la caratteristica più interessante di questa distribuzione è data da un'altra sua particolarità, che è la seguente: il parametro  $c$  individua il centro e informa, sull'ampiezza della distribuzione stessa, in quanto il valore di tale parametro equivale sia alla media che alla varianza, mentre la sua radice quadrata equivale allo scarto tipo.

Quindi, facendo uso della simbologia impiegata per la distribuzione "normale", si può scrivere:

$$\mu = c \quad \sigma^2 = c \quad \sigma = c^{1/2}$$

Queste caratteristiche comportano notevoli vantaggi.

L'approssimazione è tanto più valida quanto più elevato è  $c$ , che deve essere almeno maggiore di 15-20.

#### 8.2.1 Conteggio delle fibre

Nel quotidiano svolgimento del proprio lavoro il laboratorio può imbattersi in situazioni abbastanza diverse tra loro dal punto di vista della numerosità dei conteggi inerenti alle singole prove.

Con buona approssimazione tali situazioni si possono classificare, sulla base del risultato del conteggio, nelle seguenti:

- conteggio di fibre sino a circa 15
- conteggio di fibre maggiori di 15 e sino a circa 200.

Per valori di fibre minori di 15 è opportuno riferirsi ad apposite tabelle in cui vengono riportati i limiti fiduciari come ad es: norma ISO 7218: *Microbiological of food and animal feeding stuff- General rules for microbiological examinations*.

I valori riportati in tali tabelle sono calcolati a partire dal modello di distribuzione dovuto a Poisson.

Sulla base di tale modello, come è già stato detto, si ha che:

- il valore della varianza è numericamente uguale al valore del conteggio medio effettuato ( $c$ )
- lo scarto tipo è la radice quadrata del risultato del conteggio stesso.

Nell'ipotesi che le modalità di campionamento delle fibre sul filtro a membrana siano tali che:

- a) il numero di fibre che si depositano su una certa superficie  $\Delta S$  del filtro è proporzionale a  $\Delta S$  stessa

- b) il punto del filtro dove una certa fibra si deposita non dipende dai punti dove si sono già depositate le altre fibre.

È semplice verificare che allora il numero  $n$  di fibre osservate su di una data area del filtro (per esempio  $1 \text{ mm}^2$ ) presenta una distribuzione Poissoniana, la probabilità  $P_n(\Delta S)$  di osservare  $n$  fibre su una superficie di area  $\Delta S$  è cioè data da:

$$P_n(\Delta S) = e^{-\mu} \left( \frac{\mu^n}{n!} \right)$$

ove il parametro  $\mu$  rappresenta il numero medio di fibre presenti su un'area  $\Delta S$ .

L'obiettivo del conteggio delle fibre sarà evidentemente quello di valutare il numero medio  $\mu$  di fibre presenti su una data area del filtro (per esempio  $1 \text{ mm}^2$ ) e poter poi calcolare, noto il volume d'aria filtrato, la concentrazione di fibre nell'ambiente.

È chiaro in base a quanto detto che, se si ripetessero più volte i conteggi (i campionamenti), si otterrebbero, in generale, valori diversi (che al crescere delle prove si distribuirebbero in modo da approssimare sempre meglio una Poissoniana). Nella pratica si effettuerà un solo conteggio su di un'area quanto più vasta possibile compatibilmente con le possibilità di tempo disponibile; il risultato  $X$  del conteggio effettuato verrà poi assunto come una valutazione del numero medio  $\mu$  di fibre prima citato; è perciò necessario fornire una valutazione della affidabilità di questa stima.

$X$  è una stima del valore medio vero  $\mu$ , per fornire una valutazione dell'affidabilità di questa stima si è soliti fissare un intervallo entro il quale si hanno buone ragioni di ritenere sia compreso tale valore medio vero.

Per questo, fissata una certa probabilità, per esempio il 5%, si determina quell'intervallo di valori per cui la probabilità di ottenere il risultato  $X$  con un valore vero  $\mu$  fuori dall'intervallo in questione è pari alla probabilità fissata, nel caso considerato il 5%.

L'intervallo così definito è chiamato l'intervallo fiduciario (o di confidenza) al 95%.

Quando, nel campione sottoposto ad analisi, si riscontra un numero di fibre superiore a 15 per ogni filtro, la distribuzione di Poisson tende ad avvicinarsi a quella normale.

Oltre alle variazioni casuali caratterizzate dalla distribuzione di Poisson, sussistono altre variazioni dovute al particolare modo di operare dei singoli operatori.

A titolo di esempio possiamo citare la possibilità di scarti legati alla diluizione e al conteggio, la cui ampiezza può variare da un operatore all'altro.

Nella pratica, quando il conteggio delle fibre dà risultati maggiori di 15, è possibile valutare l'intervallo di confidenza a livello di probabilità pari a  $p$  mediante la seguente equazione:

$$C = C_1 \pm k_p \sqrt{C_1}$$

dove:

$C_1$  è il risultato del conteggio delle fibre presenti nella membrana filtrante

$K_p$  è il fattore di copertura adottato.

Approssimando a 2 il valore di  $k_p$ , di 1,96 fattore di copertura per il livello del 95% di probabilità si avrà:

$$C = C_1 \pm 2 \sqrt{C_1}$$

### 8.3 Controllo della precisione

La verifica dello scostamento dei risultati di laboratorio dal valore medio di un materiale da saggio contenente amianto, o di un filtro di riferimento, può essere praticato comunemente attraverso misure replicate del filtro o del MCA stesso e confrontando il risultato medio ottenuto con una carta di controllo o prove intra o interlaboratorio precedentemente preparate con lo stesso materiale di saggio.

È compito del responsabile del laboratorio documentare la precisione di ciascun analista in base alla replicazione dei conteggi.

Mantenere, come parte del PAQ del laboratorio, un gruppo di vetrini da usare come riferimento (i vetrini devono essere preparati da filtri aventi diversa densità di fibre, compresi valori di fondo, prelevati sul campo e provenienti da varie sorgenti).

Un responsabile deve mantenere la loro custodia e deve fornire almeno un vetrino ogni giorno a ciascun analista, nonché cambiare periodicamente il codice di ciascun vetrino.

Sulla base dei conteggi alla cieca ripetuti sui vetrini di riferimento, viene stimata la precisione intra e inter conteggiatori.

Nella valutazione dell'affidabilità dei singoli operatori e di quella globale del laboratorio, è importante che il responsabile del laboratorio conosca quale ripetibilità di conteggio è in grado di ottenere ogni operatore.

Per tale valutazione si prendono in considerazione i valori dei conteggi effettuati in doppio dagli operatori del laboratorio su un set di vetrini aventi diversa intensità di fibre ( $F/mm^3$ )

o  $F/100$  campi negli intervalli: 5÷20, 21÷50, 51÷100 e di cui sono note le deviazioni standard o scarto tipo ( $S$ ).

Allo scopo è necessario preparare e conteggiare dei bianchi trattati in modo rappresentativo dell'effettivo trattamento dei campioni reali di ogni gruppo. Anche la identità dei bianchi deve essere ignota all'analista. Fino a che non siano stati effettuati tutti i conteggi.

Se i conteggi ottenuti da uno dei bianchi di campo risulta maggiore di 7 fibre per 100 campi reticolari, occorre segnalare la possibilità di contaminazione dei campioni.

Fare eseguire la ripetizione alla cieca e in doppio dei conteggi dallo stesso analista su almeno 10 dei vetrini già esaminati (i vetrini devono essere preventivamente dotati di nuove etichette da parte di una persona diversa dall'analista).

Per determinare l'accettabilità di conteggi ripetuti dallo stesso analista, sullo stesso preparato, si usa il test **F** di **Fisher** in cui si saggia l'ipotesi nulla  $H_0$  in cui  $S_1^2 = S_2^2$ , essendo  $H_a$ :  $S_1^2 \neq S_2^2$ .

Il test è molto semplice e si basa sul rapporto tra la varianza  $S^2$  massima e minima che per confutare l'ipotesi alternativa deve essere inferiore a valori tabulati di  $F$  a diversi livelli  $\alpha$  per i gradi di libertà  $v$  degli insiemi delle varianze che si stanno testando.

Volendo confrontare ad es. la ripetibilità di conteggi dei singoli operatori si considerano le varianze relative ottenute e si calcola quindi il rapporto **F** in base alla formula:

$$F_{v_1, v_2} = S^2 \text{ massima} / S^2 \text{ minima}$$

In tale formula, la varianza maggiore viene posta al numeratore, mentre al denominatore si pone la varianza minore.

Si accetta l'ipotesi che le varianze siano tra loro omogenee se questo criterio risulta soddisfatto al livello di significatività  $\alpha = 0,05$ .

In caso contrario, le due varianze saranno ritenute significativamente diverse.

### 8.4 Carte di controllo

Per controllare quotidianamente il tenore di qualità dei dati forniti dagli operatori, ci si confronta con le carte di controllo specifiche per ogni metodo di prova.

Le carte di controllo sono un grafico di valori ottenuti dalla ripetizione della prova per almeno 20-30 volte su un determinato materiale standard.

Calcolato il valore medio  $\bar{X}$  e la deviazione standard  $S$  (o scarto tipo) si riportano in ascisse i giorni ed in ordinata il valore medio  $\bar{X}$  ed i valori  $\bar{X} - 2S$ ;  $\bar{X} - 3S$ ;  $\bar{X} + 2S$ ;  $\bar{X} + 3S$ .

Si tracciano 5 rette parallele alle ascisse passanti per il valore  $\bar{X}$ ;  $\bar{X} - 2S$ ;  $\bar{X} - 3S$ ;  $\bar{X} + 2S$ ;  $\bar{X} + 3S$ .

Giornalmente il valore dello standard di controllo processato come primo campione e riportato in grafico ci darà indicazioni della precisione e dell'accuratezza osservando la dispersione o lo spostamento del valore  $\bar{X}$ .

Carte di controllo possono essere approntate per le analisi in DRX e più difficilmente per quelle in microscopia ottica ed elettronica.

### 8.5 Prove intra e interlaboratorio

Ulteriori strumenti di attuazione del CQ dei dati prodotti dal laboratorio sono le prove intra o interlaboratorio.

#### 8.5.1 Prove intralaboratorio

Si tratta di scegliere un metodo di prova e di preparare un materiale standard o un filtro a contenuto di fibre noto.

Per le prove intralaboratorio il responsabile del laboratorio sceglierà gli operatori abilitati da sottoporre al test interno ed i tempi in cui sottoporre ad esame i materiali di riferimento, il tutto in condizioni sconosciute agli operatori.

La frequenza e la modalità di tali controlli deve essere prevista da apposita istruzione operativa. La prova deve avvenire in condizioni operative routinarie del laboratorio.

Il responsabile, utilizzando i mezzi statistici più adeguati tipo il test **F** di Fisher, può valutare la ripetibilità dei conteggi effettuati dagli operatori abilitati alla prova.

In fase di controllo dell'affidabilità dei singoli operatori del laboratorio, come previsto dalle norme (vedere EURACHEL doc. n° 1 - WELAC doc. guida n° WGD 2 §3.2) è opportuno procedere alla valutazione della capacità di conteggio verificando i valori ottenuti almeno in doppio dai singoli operatori.

Per tale valutazione è consigliabile operare con almeno una decina di filtri scelti tra quelli ottenuti dalle diverse determinazioni di routine con valori di conteggio entro il campo di conteggio normalmente accettabile (da 30 a 100).

I conteggi devono essere eseguiti in doppio ed in tempi brevi dagli operatori in modo tale che non possano essere influenzati dalla conoscen-

za dei risultati ottenuti in precedenza da essi stessi o dall'altro operatore.

La stessa valutazione potrebbe essere condotta in modo analogo tra operatori di due laboratori diversi.

#### 8.5.2 Prove interlaboratorio

Per le prove interlaboratorio il PAQ deve prevedere la partecipazione a circuiti nazionali o internazionali. L'organizzazione della prova e la valutazione dei risultati deve avvenire ad opera di un ente organizzatore (8.5.3) ed essere finalizzata alla validazione di un metodo di prova o alla certificazione di un MCA di riferimento, data la difficoltà di reperirli sul mercato.

Il laboratorio partecipante può scegliere il metodo di prova da verificare (*D.M. Sanità 7 luglio 1997*).

È evidente che le procedure ed i metodi sottoposti a prova interlaboratoriale siano quelli utilizzati quotidianamente.

#### 8.5.3 Analisi statistica dei dati

L'obiettivo dell'analisi statistica dei dati, operata generalmente dall'ente organizzatore, è quello di fornire ai laboratori partecipanti una chiave di lettura dei risultati ottenuti che sia di facile interpretazione e di immediato impatto visivo.

Per i programmi di Controllo di qualità interlaboratorio relativi alla Microscopia Ottica in Contrasto di Fase (MOCF) ed alla Microscopia Elettronica a Scansione (SEM), è utile adottare i criteri di valutazione utilizzati in un programma di confronti interlaboratorio che ha una ampia diffusione internazionale fra i laboratori che fanno analisi con la tecnica della MOCF; il programma è il RICE (*Regular Interlaboratory Counting Exchanges*) gestito dal *Institute of Occupational Medicine* di Edimburgo (UK).

È sembrato utile indicare gli stessi criteri per avere un termine di paragone e di confronto costituito dalla grandissima quantità di dati raccolti negli anni dal RICE.

I valori adottati dal RICE sono il risultato della storia e dell'opportunità pratica; il programma RICE iniziò utilizzando campioni con un numero piuttosto elevato di fibre/mm<sup>2</sup> (> di 100), in questo caso si constatò empiricamente che la maggior parte dei risultati forniti dai laboratori partecipanti cadevano nell'intervallo compreso fra  $2R$  e  $R/2$ , dove  $R$  era il valore di riferimento relativo al numero di fibre su mm<sup>2</sup>; questi limiti furono adottati per definire le prestazioni accettabili, con tale definizione la dispersione logaritmica massima accettabile

$[\log(2R) - \log(R/2)]$  risulta una costante uguale a  $D = 2\log 2$ .

Successivamente il RICE decise di utilizzare campioni con un numero inferiore di fibre per mm<sup>2</sup>: in questo caso constatò empiricamente che la maggior parte dei risultati forniti dai laboratori partecipanti cadevano in un intervallo con ampiezza costante su una scala quadratica per R, cioè in un intervallo con limiti fra  $(\sqrt{R} + \text{costante})^2$  e  $(\sqrt{R} - \text{costante})^2$ , la dispersione logaritmica dei risultati in tal caso diveniva

$$D = 2\log[(\sqrt{R} + \text{costante})/(\sqrt{R} - \text{costante})]$$

Imponendo che per un opportuno valore di R le due dispersioni logaritmiche coincidano, risultano fissati i valori delle costanti; in pratica gli operatori del RICE hanno stabilito che un valore pari a  $R = 64 \text{ fibre/mm}^2$  è significativo per definire i due intervalli di densità, da questa scelta poi derivano i valori **3.30** e **2.34** per le costanti.

L'intervallo di accettabilità adottato dal RICE per i risultati ottenuti leggendo i campioni è compreso fra i limiti  $c_1$  e  $c_2$  definiti dalle seguenti relazioni:

$$c_1 = (\sqrt{R} - 2.34)^2 \quad c_2 = (\sqrt{R} + 3.30)^2$$

Nella figura seguente è riportata, in funzione del carico di fibre del campione (filtro), l'ampiezza dell'intervallo di accettabilità per i risultati delle letture insieme all'ampiezza dell'intervallo fiduciario al 95% per una distribuzione di Poisson.

Un criterio per la valutazione dei laboratori, qualunque esso sia, per essere utilizzabile deve essere tale che la probabilità totale di non rispettare il criterio, effettuando misurazioni corrette, risulti praticamente nulla, ciò affinché laboratori particolarmente "sfortunati"

non finiscano fuori del criterio anche lavorando bene.

La probabilità che il risultato di una lettura cada nell'intervallo fra  $c_1$  e  $c_2$  sarà dato da  $F(c_2) - F(c_1)$  ove:

$$F(c_1) = \sum_{k=0}^{c_1} m^{k/c_1} \frac{m^{c_1-k}}{k!}$$

$$F(c_2) = \sum_{k=0}^{c_2} m^{k/c_2} \frac{m^{c_2-k}}{k!}$$

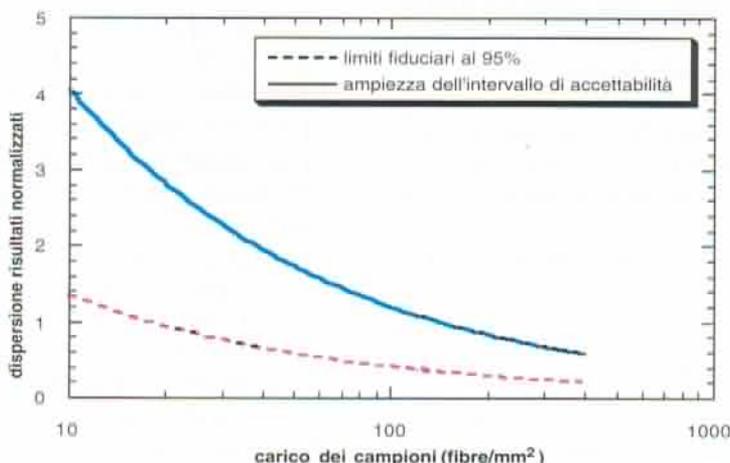
Con i limiti  $c_1$  e  $c_2$  definiti dalle precedenti relazioni si vede facilmente che:  $F(c_2) - F(c_1) = 100\%$  per tutti i valori di R, cioè per tutti i valori di concentrazione di fibre, praticamente interessanti. È chiaro pertanto che risultati che cadono fuori dagli intervalli definiti dalle precedenti relazioni sono dovuti a fattori diversi dal fattore statistico, fattori quali inefficienza degli strumenti, limitata esperienza dell'operatore, ecc.

#### 8.5.4 Enti organizzatori di prove interlaboratorio nel settore dell'amianto

Attualmente le prove interlaboratorio non sono state organizzate tuttavia è previsto un programma di controllo qualità per l'idoneità dei laboratori di analisi che operano nel settore amianto (DM Sanità 7 luglio 1997).

Gli enti che attualmente organizzano in Italia studi interlaboratorio sono:

- Istituto Superiore di Sanità (ISS), che nell'espletamento delle sue funzioni di ente coordinatore delle strutture periferiche del S.S.N. e di Laboratorio Comunitario e Nazionale di riferimento, sta promuovendo prove interlaboratorio indirizzate a valutare la efficienza dei laboratori preposti al controllo dei MCA.



CAPITOLO 9  
**LA REGISTRAZIONE E L'ARCHIVIAZIONE  
DEI RISULTATI ANALITICI**

**9.1 Considerazioni generali**

Un laboratorio per il controllo dell'amianto deve disporre di un sistema di registrazione ed archiviazione dei risultati analitici prodotti su campioni presentati dal cliente.

Tali dati, rintracciabili e riverificabili in qualsiasi momento, vengono riportati al momento della prova sul quaderno di laboratorio e poi trasferiti al rapporto di prova finale.

Tale documentazione deve essere archiviata e conservata in condizioni di sicurezza e di riservatezza.

**9.2 Quaderno di laboratorio**

Il quaderno di laboratorio registra nelle singole pagine numerate, le registrazioni strumentali, i dati anagrafici, le procedure ed i metodi adottati, i calcoli relativi ad ogni campione di prova. Ogni pagina corrisponde solitamente ad un campione di prova.

Sono inoltre riportati per ciascun campione:

- dati identificativi del filtro o MCA
- riferimento al verbale di prelevamento
- se effettuato da servizio di vigilanza pubblico
- data di inizio e fine analisi
- parametri da ricercare
- descrizione della preparazione del campione, diluizioni effettuate, eventuali trattamenti particolari, così da rendere possibile in qualsiasi momento una ripetizione delle prove.

I risultati delle prove di laboratorio vengono registrati dagli operatori abilitati in accordo ai relativi Metodi di prova.

Le registrazioni dei risultati delle singole determinazioni nel corso delle prove, vengono utilizzate dal laureato a cui è affidata l'analisi per la preparazione dei Rapporti di prova da trasmettere ai clienti.

Ogni cancellazione o modifica al quaderno deve avvenire in modo da rendere leggibile la versione precedente ed essere siglata dall'operatore che la effettua.

Nell'allegato 5 si riporta un esempio di quaderno di laboratorio.

**9.3 Rapporto di prova finale**

Il rapporto di prova finale (RPF) relativo ad ogni campione sottoposto a prova, espone con esat-

tezza, chiarezza e senza ambiguità i risultati delle prove e le necessarie ulteriori informazioni utili. I risultati di ogni prova, o di una serie di misure, devono essere portati a conoscenza del cliente in maniera accurata, chiara ed oggettiva.

Queste informazioni devono essere riportate in modo da facilitare la comprensione del lettore. Esse devono essere specifiche per ciascun campione di prova.

Per la preparazione dei Rapporti di prova sono utilizzati i quaderni di laboratorio.

I Rapporti di prova sono identificati univocamente e contengono le informazioni necessarie a correlarli ai relativi campioni.

In particolare, i "Rapporti di prova" contengono:

- nome e indirizzo del Laboratorio
- numero progressivo del "Rapporto di prova" su ogni pagina (Numero RG)
- pagina x di n (x = numero della pagina n = numero delle pagine)
- cliente (dati del cliente)
- numero di identificazione del campione (numero di verbale)
- prelevatore
- descrizione del campione presentato per la prova
- data di consegna del campione
- data di esecuzione della prova (viene riportata la data di inizio e fine delle prove)
- data di emissione del "Rapporto di prova"
- parametri sottoposti a prova
- codice del Metodo di prova utilizzato
- unità di misura
- risultati dei parametri sottoposti a prova
- incertezza calcolata sui risultati delle prove (questa informazione deve essere riportata quando venga richiesta dal cliente)
- una dichiarazione secondo la quale il rapporto di prova riguarda solo il campione sottoposto a prova.

Il rapporto di prova può contenere:

- i limiti di riferimento previsti dal metodo (o dalla legge), purché non venga dato un giudizio di conformità dei risultati della prova a tali limiti
- i risultati di più prove condotte sullo stesso campione, oppure
- i risultati di più prove condotte su più campioni diversi, purché i diversi campioni siano identificati in modo univoco ed i risultati riconducibili univocamente al singolo campione provato.

66

S C H E D E  
T E C N I C H E

Nei Rapporti di prova vengono inoltre riportate l'indicazione riguardante i risultati delle prove, le responsabilità del richiedente e le limitazioni di utilizzo dei dati in essi riportati.

Dal Rapporti di prova è possibile risalire alle registrazioni dei risultati di ogni singola determinazione, permettendo in questo modo l'eventuale ripetizione della prova e l'identificazione di chi ha effettuato il prelievo del campione e l'esecuzione della prova.

Nei casi in cui si rendano necessarie correzioni o aggiunte ai Rapporti di prova dopo la loro preparazione e trasmissione al cliente, vengono emessi nuovi Rapporti di prova identificati come "Emendamenti al Rapporto di prova n. ...." precedentemente emesso e in ogni caso il supplemento deve possedere un proprio numero identificativo.

L'estrapolazione di risultati delle prove contenute nei Rapporti di prova viene formalizzata per mezzo di relazioni separate nelle quali vengono richiamati i Rapporti di prova dai quali sono stati estratti i dati.

I Rapporti di prova sono considerati validi e quindi trasferibili al cliente solo dopo la firma di approvazione da parte del responsabile del laboratorio o suo delegato.

Se il campionamento non è effettuato dal laboratorio, ciò deve essere indicato nel rapporto di prova.

Il rapporto di prova deve essere verificato prima della sua emissione quindi viene firmato dal direttore del laboratorio e dal tecnico laureato a cui è affidata l'analisi.

I Rapporti di Prova vengono dattiloscritti o scritti mediante sistemi di videoscrittura e archiviati dal personale dell'ufficio Accettazione, mentre l'originale viene trasmesso al cliente.

#### **9.4 Archiviazione delle registrazioni e dei documenti**

Le registrazioni dei risultati analitici del laboratorio sono archiviate in condizioni di sicurezza e in luoghi adatti ad evitare deterioramenti, danni e smarrimenti, in modo tale da essere rapidamente e facilmente rintracciabili. Salvo diversi accordi col cliente, sono conservate per un periodo prestabilito durante il quale possono essere messi a disposizione dei clienti che ne facciano richiesta.

Nel caso che il cliente richieda la trasmissione dei risultati per fax, telefono, telex o altri sistemi di trasmissione elettronica o elettromagnetica, il laboratorio deve predisporre adatte procedure per garantire che i requisiti previsti da questo capitolo siano soddisfatti, e che sia mantenuta la riservatezza.

#### **9.5 Documentazione**

Documentazione che fa parte integrante del MQ sono le procedure generali di elaborazione, registrazione ed archiviazione dei dati e dei RPF e lo stesso modello dei RPF.

Il Quaderno di laboratorio rappresenta la documentazione necessaria per l'attuazione del PAQ.

67

S C H E D E  
T E C N I C H E