



CONSULENZA TECNICA ACCERTAMENTO RISCHI E PREVENZIONE

Direzione Generale



A cura di:

Giuseppe Gargaro, Emma Incocciati, Piero La Pegna, Stefano Massera, Marco Mecchia, Diego Rughi

Roma, Dicembre 2006



INDICE

1. Premessa.....	3
2. Svolgimento del circuito: aspetti organizzativi	4
3. Risultati.....	5
3.1 Gravimetrie	5
3.2 Rette di taratura	7
3.3 Campioni a contenuto incognito di quarzo	8
3.4 Stima dell'incertezza estesa di misura.....	9
4. Commento dei risultati	11
4.1 Aspetti organizzativi	11
4.2 Gravimetrie	11
4.3 Rette di taratura	11
4.4 Campioni a contenuto incognito di quarzo	11
4.5 Stima dell'incertezza estesa di misura.....	12

Allegati:

- I:** PROTOCOLLO OPERATIVO
- II:** RISULTATI DELLE ANALISI GRAVIMETRICHE
- III:** DATI DEI CAMPIONI INCOGNITI
- IV:** REPORTS INDIVIDUALI DEI LABORATORI (*omissis*)



1. Premessa

Il Gruppo Nazionale Intercalibrazione Silice si è costituito a seguito di una riunione tenutasi il 15 febbraio 2006 presso la sede della Regione Toscana in Roma. All'incontro hanno partecipato i rappresentanti di circa 20 laboratori, tra pubblici e privati, che effettuano analisi di silice libera cristallina (SLC) mediante tecniche diffrattometriche.

Sulla base delle indicazioni emerse e concordate nel corso della suddetta riunione, la Consulenza Tecnica Accertamento Rischi e Prevenzione dell'INAIL ha presentato la proposta di un primo circuito nazionale di confronto interlaboratorio finalizzato all'analisi di campioni contenenti SLC aerodispersa.

A tale interconfronto, progettato e supervisionato dalla suddetta Consulenza, hanno preso parte 23 laboratori, pubblici e privati, dislocati su tutto il territorio nazionale. Le strutture sottoelencate hanno acconsentito ad essere citate nel presente report:

- APPA Trento - Settore Laboratorio e Controlli
- ARPA Emilia Romagna - sezione di Reggio Emilia
- ARPAT - Dipartimento di Firenze
- ASL Viterbo - Laboratorio Igiene Industriale
- Azienda USL 2 Lucca - Laboratorio di Sanità Pubblica - Area Vasta Toscana Nord
- Azienda USL 7 Siena - Laboratorio di Sanità Pubblica - Area Vasta Toscana Sud
- Centro Ceramico Bologna
- Chelab s.r.l. - Resana (TV)
- CNR - Istituto di Scienza e Tecnologia dei Materiali Ceramici - Faenza (RA)
- C.S.G. Palladio s.r.l. - Vicenza
- Fondazione "Salvatore Maugeri" - IRCCS - Unità Operativa Igiene Industriale e Ambientale - Sezione Polveri e Fibre - Pavia
- GeaDue srl - Bologna
- INAIL - Direzione Generale - Consulenza Tecnica Accertamento Rischi e Prevenzione - Roma
- ISS - Dipartimento Ambiente CCP - Roma
- Ospedale di Desio (MI) - Medicina del Lavoro - Laboratorio Igiene e Tossicologia Industriale
- Stazione Sperimentale del Vetro - Murano (VE)
- Università degli Studi di Cagliari - Dipartimento di Sanità Pubblica - Sezione Medicina del Lavoro
- Università degli Studi di Milano - Dipartimento di Medicina del Lavoro
- Università degli Studi di Roma "Tor Vergata" - Centro di Medicina Ambientale, Occupazionale e Sociale
- Università di Torino - CTO - Servizio di Tossicologia ed Epidemiologia Industriale
- Università degli Studi di Urbino "Carlo Bo" - Laboratorio Analisi Mineralogiche

L'interconfronto, denominato nel seguito Circuito n°1, ha avuto le finalità di effettuare la valutazione:

- delle prestazioni dei diffrattometri e delle bilance di cui sono dotati i diversi laboratori;
- delle procedure di trasmissione dei campioni, anche in relazione al loro possibile deterioramento durante le spedizioni e le successive analisi;
- dell'incertezza di misura associabile al metodo di analisi adottato prescindendo dall'effetto matrice.

Al fine di condurre le verifiche di cui sopra, sono stati fatti circolare tra i partecipanti alcuni campioni standard per la realizzazione delle rette di taratura e due campioni a contenuto incognito di quarzo.



Più in particolare ogni laboratorio ha ricevuto un set di membrane in argento (diametro 25 mm, porosità 0,45 μm) comprensivo di:

- A.** 5 filtri contenenti quantità note di MSR (Materiale Standard di Riferimento, α -quarzo NIST 1878a) nell'intervallo 10-100 μg depositato a umido a partire da una sospensione di 2-propanolo;
- B.** 2 filtri contenenti quantità incognite dello stesso MSR;
- C.** 2 filtri bianchi prelevati dallo stesso lotto dei precedenti per il controllo della pesata;
- D.** 2 filtri contenenti quarzo impolverati per via eolica, destinati alla sola determinazione gravimetrica.

Ai laboratori è stato richiesto di effettuare:

- l'analisi gravimetrica di tutti i filtri tramite bilancia di precisione;
- l'analisi diffrattometrica dei filtri di tipologia A e B.

L'allegato I illustra il protocollo operativo adottato per l'interconfronto. Il presente report e gli allegati II e III illustrano i risultati complessivi (trattati in forma anonima) del circuito. Un quarto allegato, descrittivo dell'elaborazione dei risultati forniti da ciascun laboratorio in accordo ai criteri di giudizio assunti, è stato distribuito a ciascuna delle Strutture partecipanti.

2. Svolgimento del circuito: aspetti organizzativi

Complessivamente sono stati predisposti tre set di filtri comprendenti ciascuno le tipologie A, B, C e D sopra descritte: due sono stati utilizzati per la realizzazione del circuito n° 1, (articolato in 2 distinti sottocircuiti corrispondenti, ciascuno, ad un set di filtri), e il terzo è stato conservato come "set di riserva" presso il laboratorio CONTARP.

I due set di filtri sono stati fatti circolare secondo tempi e modalità prefissate in modo da contenere gli effetti del possibile deterioramento dei campioni e la durata complessiva del circuito.

L'attribuzione dei laboratori ai due sottocircuiti è stata disposta in base a criteri essenzialmente territoriali, ma anche tenendo conto delle disponibilità di tempo e di risorse strumentali dichiarate dai partecipanti.

Il laboratorio INAIL ha analizzato tutti i campioni prima dell'invio ai partecipanti all'interconfronto e a circuito ultimato.

Per la buona riuscita del circuito è stato richiesto il rispetto di alcune procedure relative alle modalità di invio e ricezione dei campioni, alle comunicazioni tra i laboratori e, soprattutto, ai tempi massimi di permanenza dei campioni in ciascun laboratorio.



3. Risultati

3.1 Gravimetrie

L'analisi gravimetrica è stata eseguita da tutti i laboratori che avevano aderito a circuiti ad eccezione di uno. I laboratori partecipanti non dispongono di bilance dotate della stessa sensibilità (figura 1).

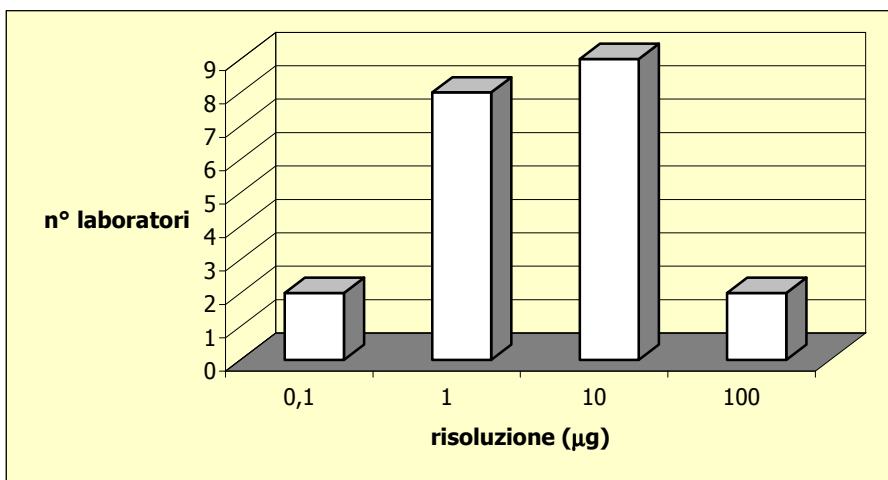


Figura 1: distribuzione delle risoluzioni delle bilance dei laboratori partecipanti

Nel corso dei circuiti tutti i filtri dei due set hanno subito delle significative variazioni ponderali. I dati puntuali relativi alle variazioni di peso di ogni membrana sono riportati nell'allegato II.

Nelle successive figure 2 e 3 viene mostrata la variazione di peso dei filtri al procedere del circuito. I valori, relativi ai filtri utilizzati per la taratura, rappresentano la differenza tra il peso rilevato dal singolo laboratorio partecipante (normalizzato rispetto al peso dei bianchi) e quello determinato a inizio circuito nel laboratorio CONTARP¹.

¹ Per ogni grafico il dato iniziale e finale si riferiscono alle pesate effettuate presso la CONTARP; per questo motivo il primo punto ha valore nullo.

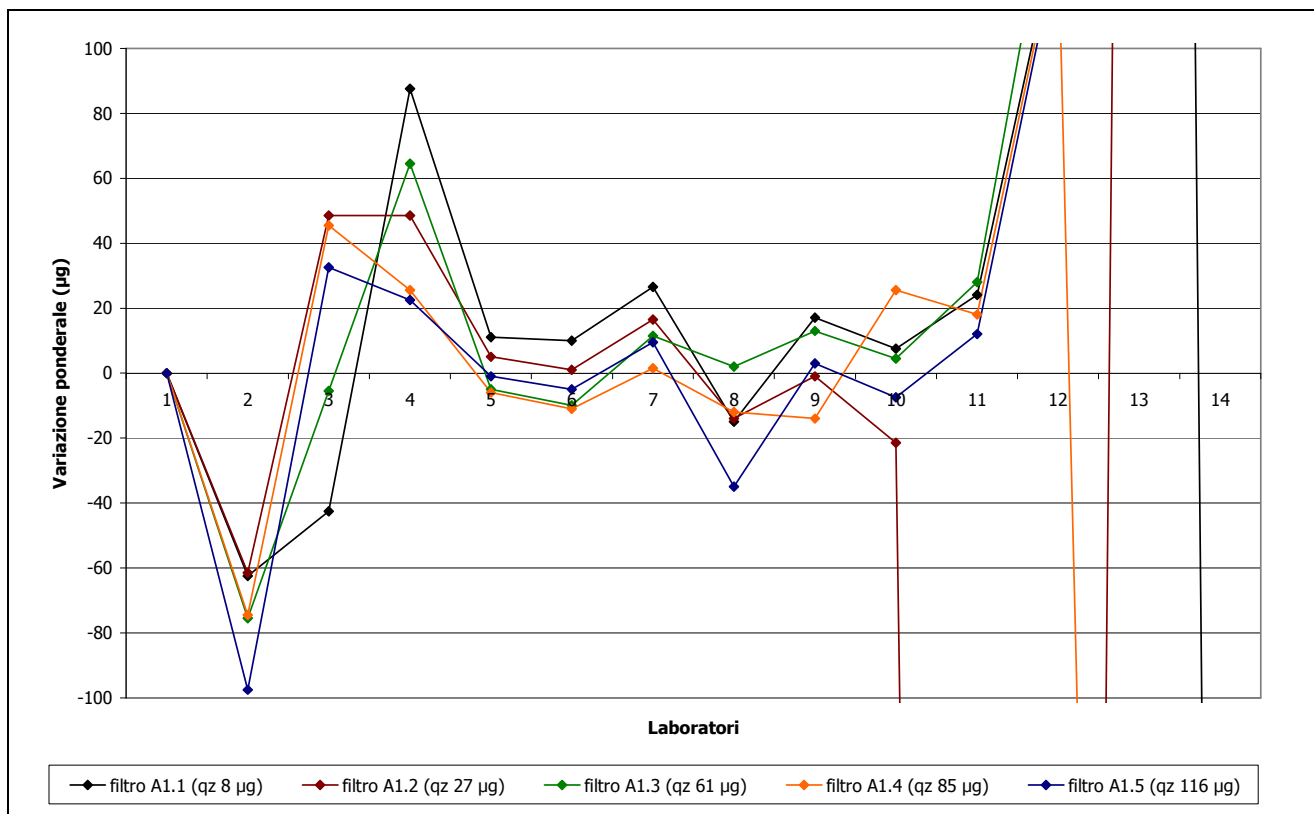


Figura 2: Set n°1 – Variazione del peso dei filtri rispetto ai bianchi (nella legenda, accanto a ogni filtro, la quantità di quarzo su esso depositato).

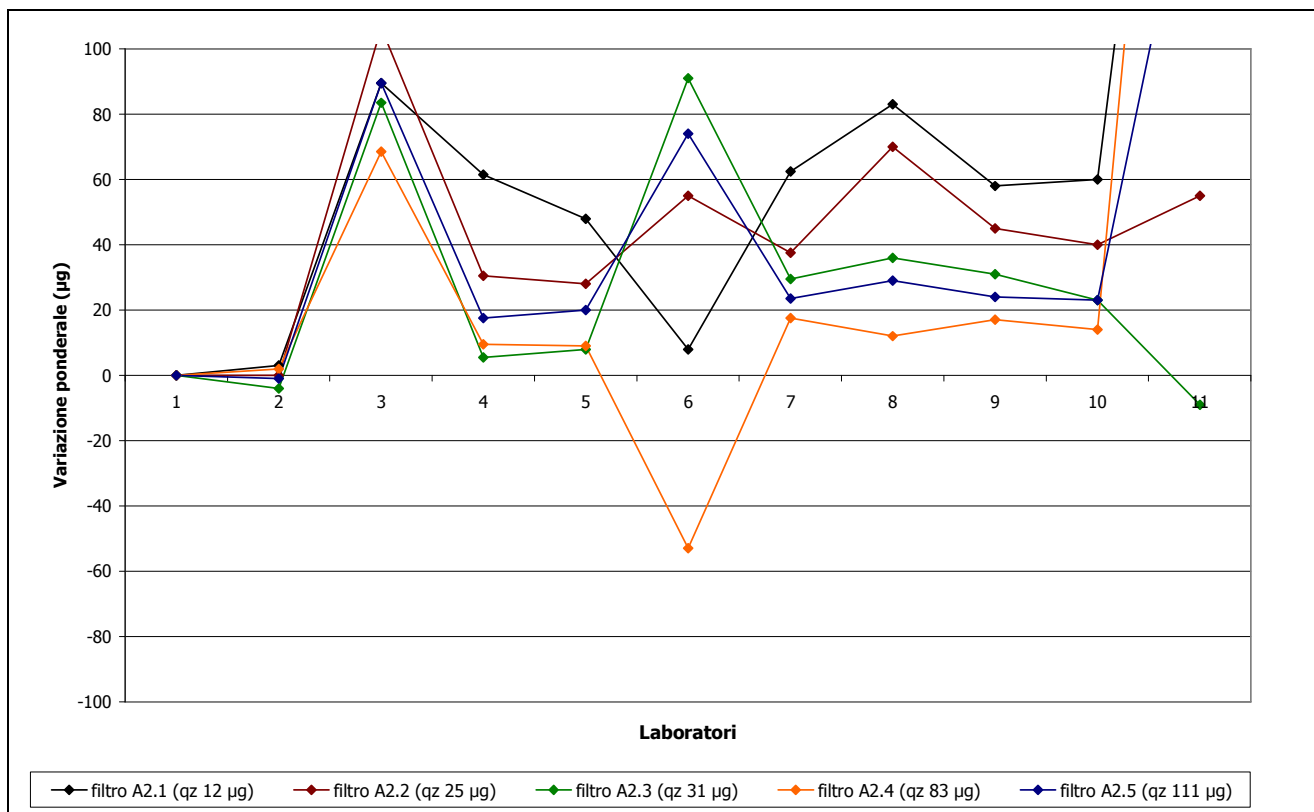


Figura 3: Set n°2 – Variazione del peso dei filtri rispetto ai bianchi (nella legenda, accanto a ogni filtro, la quantità di quarzo su esso depositato).



3.2 Rette di taratura

I laboratori partecipanti hanno realizzato le rette di taratura secondo le indicazioni del protocollo di indagine loro inviato. I parametri caratteristici delle rette di ogni laboratorio (pendenza, intercetta e coefficiente di correlazione) sono riportati nell'allegato IV specificamente per ogni partecipante.

Nelle figure 4 e 5 si riporta, per ciascuno dei due set di filtri, l'andamento del quadrato dei coefficienti di correlazione (R^2) al procedere del circuito. Si consideri che i primi 2 e gli ultimi 2 valori riportati nei grafici rappresentano gli R^2 relativi alle rette elaborate, per area e altezza di picco, dal laboratorio CONTARP rispettivamente all'inizio e alla fine del circuito.

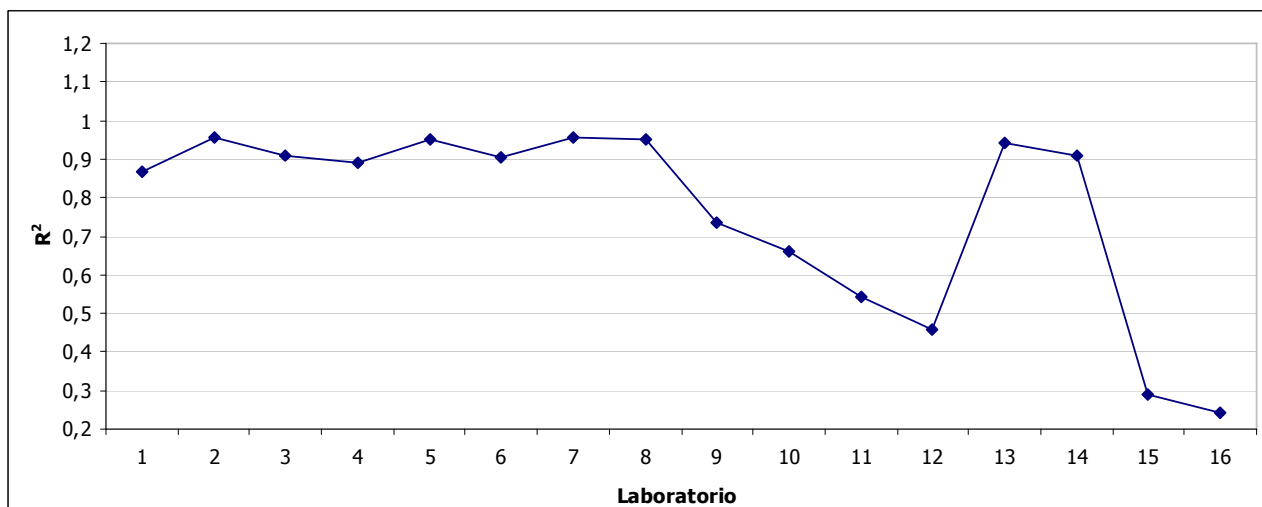


Figura 4: Quadrato dei coefficienti di correlazione delle rette di taratura al procedere del circuito del set n° 1 ($R^2 : 0,243 \div 0,958$).

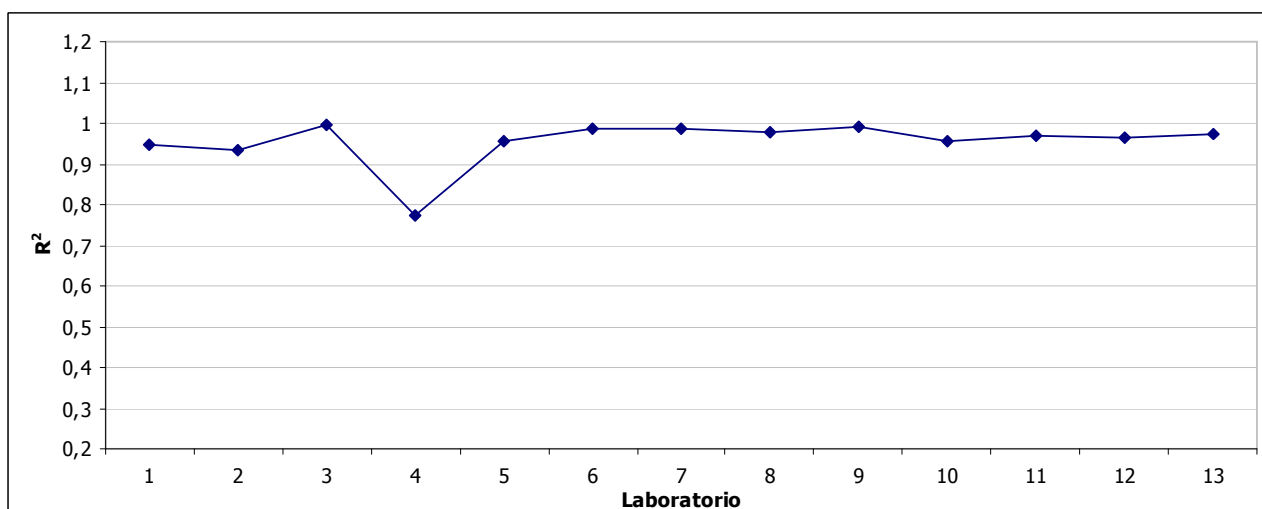


Figura 5: Quadrato dei coefficienti di correlazione delle rette di taratura al procedere del circuito del set n° 2 ($R^2 : 0,774 \div 0,996$).



3.3 Campioni a contenuto incognito di quarzo

I laboratori hanno determinato il tenore in quarzo dei campioni incogniti utilizzando le rette di taratura precedentemente illustrate.

Nelle figure dalla 6 alla 9 sono illustrate le rappresentazioni grafiche dei risultati ottenuti all'avanzare del circuito mentre i valori numerici di ciascuno dei laboratori sono riportati, in forma anonima, nell'allegato III. Si consideri che i primi 2 e gli ultimi 2 valori riportati nei grafici rappresentano i risultati, ottenuti per area e altezza di picco, dal laboratorio CONTARP rispettivamente all'inizio e alla fine del circuito.

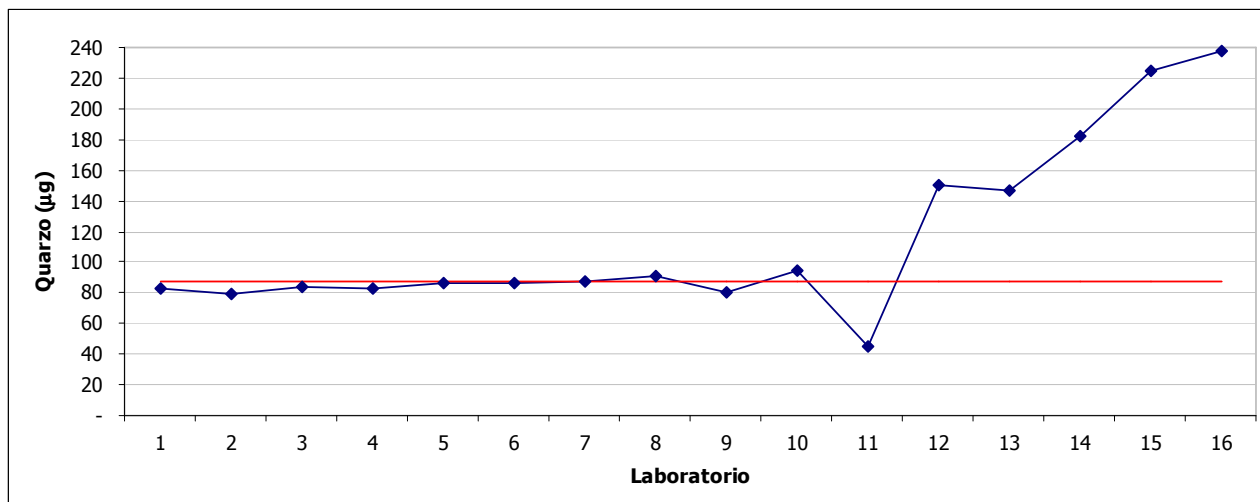


Figura 6: Tenore in quarzo del campione B1.1 calcolato dai laboratori del sottocircuito 1 (mediana = 87 µg).

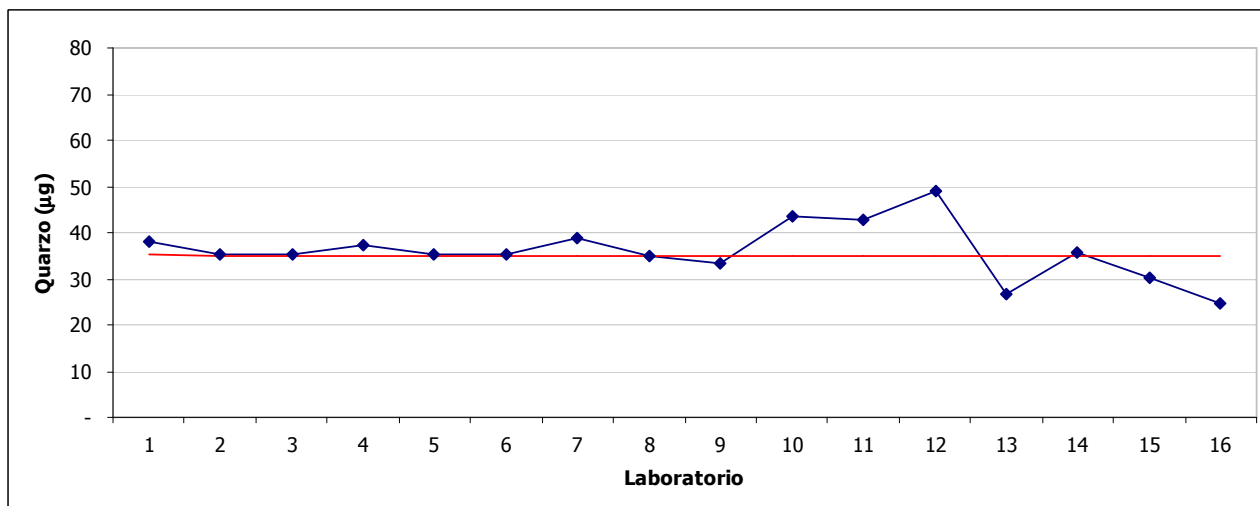


Figura 7: Tenore in quarzo del campione B1.2 calcolato dai laboratori del sottocircuito 1 (mediana = 35 µg).

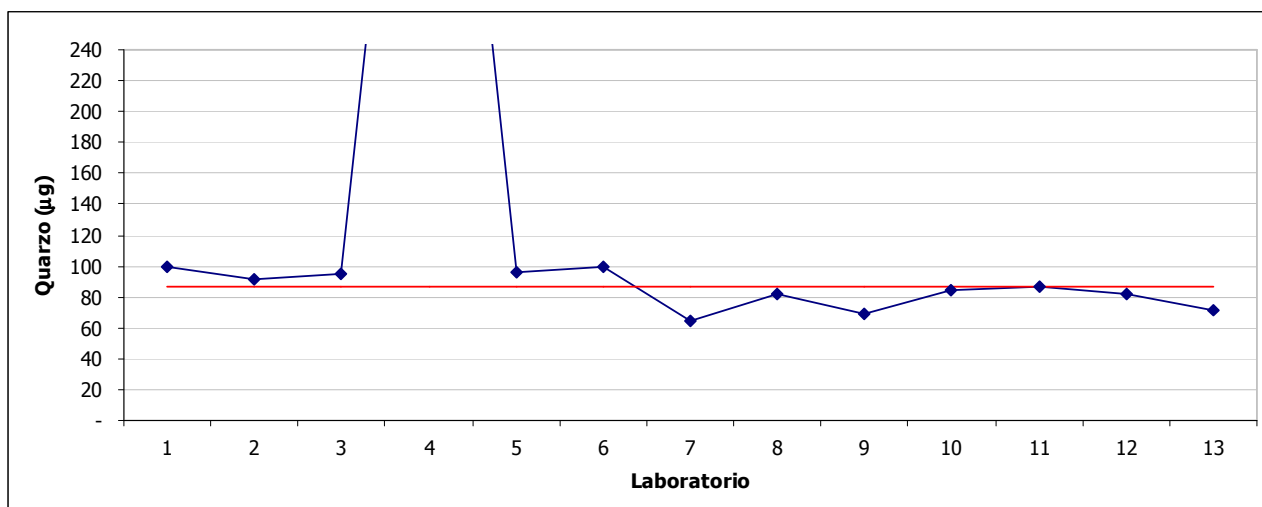


Figura 8: Tenore in quarzo del campione B2.1 calcolato dai laboratori del sottocircuito 2 (mediana = 87 µg).

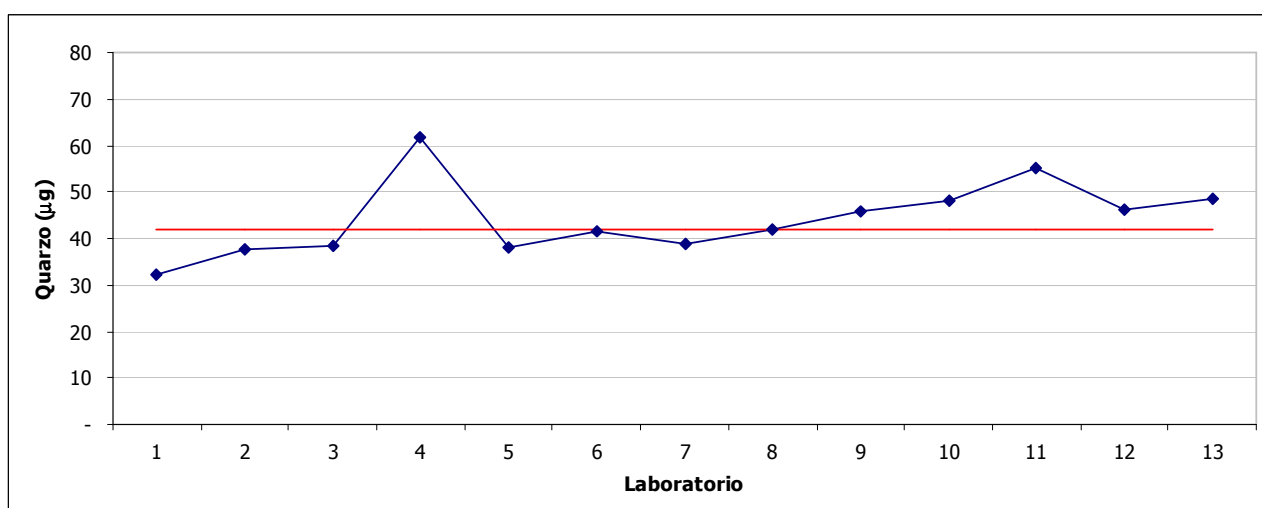


Figura 9: Tenore in quarzo del campione B2.2 calcolato dai laboratori del sottocircuito 2 (mediana = 42 µg).

3.4 Stima dell'incertezza estesa di misura

L'incertezza estesa, per il cui calcolo esiste più di un approccio metodologico, è definita quale intervallo intorno al risultato di una misurazione che si stima possa comprendere una larga parte (di solito il 95%) della distribuzione dei valori che potrebbero essere ragionevolmente attribuiti al misurando. L'utilità pratica del calcolo di tale parametro è duplice:

1. ogni laboratorio è in grado di conoscere l'entità dell'errore che, per un certo livello di concentrazione dell'analita, può essere associato al risultato di una sua determinazione diffrattometrica (condotta nelle condizioni di utilizzo standard delle macchine). Tale incertezza di misura è il valore che il laboratorio può dichiarare sui propri rapporti di prova per connotare la *qualità* dei propri risultati;
2. laboratori che non hanno preso parte all'interconfronto possono, avendo a disposizione i risultati dello studio, utilizzare lo scarto tipo di riproducibilità per le stesse finalità



descritte al punto 1, previa verifica della propria ripetibilità con quella riportata dal circuito.

La stima dell'incertezza è stata condotta seguendo un approccio di tipo olistico (o decostruttivo) secondo il quale la variabilità dei risultati prodotti dai laboratori partecipanti all'interconfronto può essere considerata casuale e le prove ottenute possono essere considerate tra loro indipendenti. L'incertezza di misura è stata calcolata quale incertezza composta (scarto tipo di riproducibilità) derivante dal risultato delle elaborazioni statistiche dopo aver scartato i dati anomali. A partire dall'incertezza composta, tramite applicazione di un opportuno fattore di copertura, è stata quindi calcolata l'incertezza estesa.

E' importante sottolineare che questo tipo di approccio, applicato ai dati di cui si disponeva quali risultati del primo interconfronto, non tiene conto di alcun effetto matrice, solitamente presente nei metodi d'analisi, avendo i laboratori analizzato membrane impolverate con quarzo puro.

Si riporta nel seguito l'elaborazione condotta per ciascuno dei 2 set di filtri facendo uso dei fogli di calcolo predisposti dall'ARPA Emilia Romagna². Il modello applicato presuppone che il calcolo venga, in prima battuta, eseguito sulla totalità dei dati rilevati. Successivamente, individuati eventuali dati anomali, lo stesso calcolo può essere ripetuto escludendo questi ultimi.

La tabella 1 riporta, per ciascuno dei quattro campioni a contenuto incognito di quarzo, i principali parametri ottenuti dopo aver eliminato i dati anomali individuati sulla base dei test statistici *Z score normalizzato*, *Huber* e *Cochran*. Ai fini del calcolo dell'incertezza di misura i dati per i quali l'applicazione di tali test statistici ha concluso che erano *dubbi* sono stati sempre ricompresi nel novero di quelli *accettabili*.

Filtro	1	2	3	4	5
	Laboratori partecipanti	Laboratori dopo test statistici	Valore medio dopo test statistici	Incetezza estesa	Incetezza estesa relativa
	N°	N°	quarzo, µg	quarzo, µg	%
B1.1	13	9	86	12	12
B1.2	13	10	37	7	19
B2.1	10	9	86	29	34
B2.2	10	9	42	14	34

Tabella 1: Calcolo dell'incertezza estesa di misura per i 4 campioni a contenuto incognito di quarzo (metodo decostruttivo; risultati approssimati all'unità).

² *Linee guida per la validazione dei metodi analitici e per il calcolo dell'incertezza di misura. Accredimento e certificazione.* Agenzia Regionale Prevenzione e Ambiente dell'Emilia-Romagna. I manuali di ARPA. Ed. Labanti & Nanni, Bologna, settembre 2003. A tale documento si rimanda anche per ogni approfondimento di tipo teorico che, per necessità di sintesi, non viene dettagliato in questa sede.



4. Commento dei risultati

4.1 Aspetti organizzativi

Relativamente a tali aspetti, è risultato che:

- 6 laboratori non hanno seguito compiutamente le indicazioni sulle comunicazioni;
- 1 laboratorio ha trattenuto i campioni per un tempo superiore a quello massimo previsto;
- tutti gli altri hanno seguito correttamente le indicazioni ricevute.

Le modalità seguite, peraltro già testate in circuiti analoghi a questo, si sono rivelate adeguate agli obiettivi prefissati.

4.2 Gravimetrie

I filtri utilizzati nel circuito hanno mostrato delle significative variazioni di peso. Questa evidenza è valida sia per i filtri impolverati che per quelli inviati come "bianchi analitici". La tendenza generale all'aumento di peso è presente in entrambi i set e nel primo, in particolare, risulta più marcata.

L'utilizzo di membrane in argento sembra garantire la stabilità di peso in relazione al tasso di umidità atmosferica come testimonia la costanza dei pesi registrata per il terzo set di filtri (il "set di riserva") rimasto nel laboratorio CONTARP per tutta la durata del circuito e ripeso alla sua conclusione.

Pertanto le variazioni ponderali registrate potrebbero essere imputate all'utilizzo di adesivi e fissanti per alloggiare le membrane nei portacampioni e, più in generale, a prassi inadeguate di manipolazione durante le analisi e/o di movimentazione delle membrane.

In ogni modo, queste marcate variazioni di peso (cfr. tabella I di allegato II) non permettono di valutare l'eventuale perdita di polvere da parte dei filtri al procedere del circuito.

4.3 Rette di taratura

Le variazioni complessive di peso delle membrane registrate alla fine del circuito, sono coerenti, soprattutto nel caso nel primo dei due set di filtri, con la notevole escursione nei valori calcolati degli R^2 (figure 4 e 5).

Benché nelle principali linee guida relative alla misurazione della silice cristallina respirabile non siano riportate indicazioni per l'accettabilità dei coefficienti di correlazione al quadrato, si ritiene che rette di taratura con valori di R^2 al di sotto di 0,9 stiano ad indicare qualche grave problema nelle procedure d'analisi del singolo laboratorio o di alterazione dell'integrità dei filtri al procedere del circuito.

L'analisi diffrattometrica è stata eseguita da tutti i laboratori che avevano aderito al circuito ad eccezione di uno. Inoltre un laboratorio, a causa di guasti strumentali, ha fornito dati dichiaratamente inaffidabili.

4.4 Campioni a contenuto incognito di quarzo

Per quanto riguarda i risultati delle diffrattometrie è stato fissato, quale valore di riferimento, la mediana³ dei valori prodotti da tutto il gruppo che ha analizzato lo stesso set di campioni (figure 6, 7, 8 e 9). Coerentemente con quanto osservato per l'analisi gravimetrica e per il calcolo dell' R^2 , al campione B1.1., corrispondente a una quantità di quarzo depositato pari a 87 μg (valore mediano) risulta associata in assoluto la maggiore dispersione dei risultati delle misure.

Complessivamente i risultati non sembrano influenzati dalle modalità dell'analisi ossia dalla circostanza che sia stata misurata l'area o l'altezza del riflesso di massima intensità del quarzo. Va precisato che il protocollo

³ Si ricorre alla mediana se si vuole che la media non utilizzi tutte le informazioni provenienti dai casi estremi.



d'analisi concordato non ha imposto vincoli stringenti in merito ai parametri operativi (voltaggio, amperaggio, ampiezza delle fenditure ecc.) da utilizzare nelle analisi diffrattometriche. D'altra parte non sembra che simili parametri abbiano condizionato, in maniera rilevabile, i risultati delle analisi.

4.5 Stima dell'incertezza estesa di misura

Il metodo applicato ha dovuto necessariamente tener conto della suddivisione del circuito nei due sottocircuiti costituiti dai 2 distinti set di filtri. A ragione di ciò non sembra "legittimo" considerare omogenei, e quindi confrontabili tra loro, i dati relativi ai primi 2 (B1.1 e B1.2) e agli ultimi 2 (B2.1 e B2.2) campioni.



Gruppo Nazionale Intercalibrazione Silice

Intercalibrazione dei laboratori che effettuano analisi di silice cristallina mediante DRX.

ALLEGATO I: PROTOCOLLO OPERATIVO

Premessa

Il circuito di intercalibrazione di cui al presente protocollo prevede:

- la verifica delle prestazioni dei diffrattometri e delle bilance di cui sono dotati i diversi laboratori;
- la valutazione delle procedure di trasmissione dei campioni da un laboratorio all'altro, anche in relazione al loro possibile deterioramento durante le spedizioni;
- una prima stima dell'incertezza di misura associabile al metodo di analisi adottato prescindendo dall'effetto matrice.

Al fine di condurre le verifiche di cui sopra, saranno fatti circolare tra i partecipanti alcuni campioni standard per la realizzazione delle rette di taratura e due campioni a contenuto incognito di quarzo. Al termine di questo primo circuito, sulla base delle relative risultanze, i componenti al Gruppo concorderanno le modalità di svolgimento dei circuiti successivi.

1) Ricezione dei campioni

Ogni laboratorio partecipante riceverà:

- 5 filtri in argento (diametro 25 mm, porosità 0,45 μm) contenenti quantità note di MSR (Materiale Standard di Riferimento, α -quarzo NIST 1878a) depositato a umido a partire da una sospensione di 2-propanolo. Nella lettera di accompagnamento saranno specificati i quantitativi di quarzo (nell'intervallo 10-100 μg) depositati sui filtri;
- 2 filtri contenenti quantità incognite dello stesso MSR;
- 2 filtri bianchi prelevati dallo stesso lotto dei precedenti per il controllo della pesata;
- 2 filtri contenenti quarzo (frazione respirabile) impolverati per via eolica destinati alla sola determinazione gravimetrica;
- Un CD contenente un applicativo excel per l'immissione dei dati ed altro materiale documentale.

L'avvenuta ricezione dovrà essere comunicata al seguente indirizzo di posta elettronica: laboratorioigieneindustriale@inail.it. All'atto della ricezione dovrà essere effettuato un accurato controllo visivo per verificare l'integrità del pacco e di quanto in esso contenuto. Le eventuali osservazioni (filtri deteriorati, mancanti ecc.) dovranno essere immediatamente comunicate allo stesso indirizzo E-mail.

2) Pesatura

Prima di procedere alla pesatura di tutti i filtri contenuti nella confezione⁴, è importante riporre le membrane in essiccatoio per un periodo minimo di due ore, al fine di minimizzare le eventuali variazioni di peso legate all'umidità.

⁴ Il controllo del peso dei filtri è di importanza fondamentale per verificare l'eventuale deterioramento degli stessi durante i passaggi da un laboratorio a un altro: pertanto, oltre a dedicare la consueta cura nella fase di pesatura, è necessario, durante tutte le fasi analitiche, aver cura di non eseguire operazioni che potrebbero in qualsiasi modo alterare il peso dei filtri.



I filtri dovranno essere pesati con bilancia analitica di precisione (con la maggior risoluzione disponibile) annotandone il peso sul modulo cartaceo stampabile da CD di cui al punto **E**. Una volta pesati i campioni di tipo **A** e **B** (standard e incogniti) saranno indirizzati alla successiva fase di analisi mentre i campioni **D** (eolici), dovranno essere posti nel portacampioni impiegato per l'analisi diffrattometrica e, successivamente, smontati e nuovamente confezionati per la successiva spedizione⁵.

3) Impostazioni del diffrattometro

Tutte le analisi andranno condotte nell'intervallo angolare $26,3 \div 27,3$ gradi 2θ , impostando step angolare e tempo di acquisizione per step in modo tale da avere un tempo complessivo di analisi compreso inferiore a 20 minuti.

I risultati potranno essere espressi come area integrata o altezza del picco (dove possibile è preferibile la prima alternativa).

I dettagli delle modalità di acquisizione della risposta diffrattometrica dovranno essere registrati nel modulo cartaceo precedentemente citato.

4) Analisi diffrattometriche

Tutti i campioni di cui ai punti **A** e **B** (standard e campioni incogniti) devono essere sottoposti ad analisi diffrattometrica.

Campioni standard

Le analisi per la realizzazione della retta di taratura saranno condotte nelle condizioni sopra descritte avendo cura di effettuare due repliche di ogni lettura sullo stesso campione⁶. I risultati ottenuti saranno annotati nel modulo cartaceo.

Campioni incogniti

Le analisi sui campioni incogniti andranno condotte con le stesse modalità sopra esposte, effettuando anche in questo caso 2 repliche per ogni filtro. I risultati ottenuti saranno annotati nel modulo cartaceo.

5) Elaborazione dei risultati e spedizione dei campioni

Al termine delle analisi:

- i risultati raccolti sul modulo cartaceo dovranno essere inseriti nell'applicativo excel che provvederà ad elaborarli automaticamente restituendo il grafico e l'equazione della retta di taratura nonché il dosaggio dei campioni incogniti. Lo stesso applicativo consentirà di eseguire un controllo di congruità tra i pesi registrati per i filtri e quelli originariamente rilevati dalla CONTARP;
- una copia dell'applicativo excel contenente i risultati dovrà essere inviata via E-mail all'indirizzo laboratorioigieneindustriale@inail.it con oggetto "*intercalibrazione silice*";

⁵ *Quest'ultima operazione è volta a verificare, nei campioni impolverati a secco, le eventuali perdite di particolato imputabili alla pesatura e alle altre fasi che esulano dall'analisi. Questa informazione sarà utile nella definizione delle modalità dei circuiti successivi realizzabili a partire da campioni impolverati per via eolica.*

⁶ *Benché una costruzione rigorosa della curva di taratura richiederebbe almeno tre misurazioni indipendenti replicate a ogni livello di concentrazione, per le finalità di questo circuito si ritengono sufficienti due sole determinazioni per ogni filtro.*



- i campioni dovranno essere confezionati nello stesso contenitore nel quale sono stati ricevuti. Il pacchetto sarà inviato in busta chiusa mediante corriere espresso⁷ all'attenzione del referente del successivo laboratorio del circuito indicato nelle tabelle 1 e 2;
- non appena i campioni saranno stati inviati al laboratorio successivo, l'avvenuta spedizione dovrà essere notificata al laboratorio della CONTARP (via E-mail all'indirizzo laboratorioigieneindustriale@inail.it) e al destinatario facendo riferimento agli indirizzi E-mail ed ai recapiti riportati nelle tabelle 1 e 2.

Articolazione del circuito

I campioni saranno inviati dalla CONTARP di Roma al primo laboratorio del circuito che, dopo aver effettuato le analisi, provvederà ad inviarli al laboratorio successivo nell'ordine indicato nelle tabelle 1 e 2, e così via fino all'ultimo laboratorio che, al termine delle analisi, li spedisce di nuovo alla CONTARP.

I laboratori partecipanti hanno a disposizione un tempo limite di 5 giorni lavorativi per l'effettuazione delle analisi. Qualora il laboratorio fosse impossibilitato, per qualsiasi motivo (guasti, assenze, indisponibilità degli strumenti, ecc.), al completamento di tutte le operazioni indicate nel presente protocollo, esso dovrà comunque provvedere alla spedizione al laboratorio successivo senza superare il termine fissato.

Il circuito si svolgerà nel periodo maggio-luglio 2006. Lo schema di trasmissione di ognuno dei due set di campioni da un laboratorio all'altro è riportato nelle tabelle.

L'efficace coordinamento del circuito da parte del Laboratorio CONTARP presuppone che, oltre al rispetto delle procedure operative e dei tempi previsti per le fasi di analisi, siano comunicate con tempestività la ricezione e l'invio dei campioni e oltre a tutti gli eventuali imprevisti che all'occasione dovessero verificarsi.

omissis

Tabella 1: articolazione del circuito per il set di campioni "GRUPPO 1"

omissis

Tabella 2: articolazione del circuito per il set di campioni "GRUPPO 2"

⁷ Accertarsi che il corriere espresso assicuri la consegna entro le 24 ore.



Gruppo Nazionale Intercalibrazione Silice

Intercalibrazione dei laboratori che effettuano analisi di silice cristallina mediante DRX.

ALLEGATO II: RISULTATI DELLE ANALISI GRAVIMETRICHE

I risultati delle analisi gravimetriche e delle relative elaborazioni sono riassunti nella tabella I. Per una migliore lettura dei risultati si ricorda che i campioni A1, A2 e A3 sono utilizzati per la realizzazione delle rette di taratura, i campioni B1, B2 3 B3 sono campioni a contenuto incognito di quarzo mentre per i campioni C e D non era necessario effettuare analisi al diffrattometro.

ID. filtro	Quarzo su filtro	Peso inizio del circuito	Peso fine del circuito	Differenza	Peso medio	Peso minimo	Peso massimo	Note
	µg	µg	µg	µg	µg	µg	µg	
A1.1	8	227572	229900	2328	227708	226990	229900	
A12	27	232391	236040	3649	233633	230620	249460	Presenta tagli sul bordo
A13	61	224665	234624	9959	225413	224640	234624	
A14	85	231714	234301	2587	228816	188460	234301	
A15	116	231057	236626	5569	228864	194760	236626	
B11	-	227006	227358	352	227041	226950	227358	
B12	-	249485	249783	298	249542	249440	249900	Pervenuto fuori dal portacampioni
C11	-	225279	230300	5021	225982	225020	230300	
C12	-	188500	189488	988	188630	188460	189488	
D11	-	194963	194860	-103	194923	194760	195070	
D12	-	194617	194654	37	194550	194430	194700	Presenta lieve piegatura
A21	12	228698	228783	85	228796	228600	229107	Presenta rigature
A22	25	249951	250016	65	250020	249900	250377	
A23	53	244815	244863	48	244869	244800	245218	
A24	83	237059	237098	39	237126	236900	237447	Presenta rigature
A25	111	244732	244780	48	244802	244700	245141	
B21	-	226983	227026	43	227061	226900	227400	
B22	-	238190	238223	33	238239	238100	238580	
C21		208819	208853	34	208867	208800	209168	Presenta lieve piegatura
C22		174493	174509	16	174498	174300	174783	
D21		196507	196552	45	196610	196500	197100	Presenta rigature
D22		195508	195582	74	195630	195400	196010	
A31		253651	253660	9				
A32		250231	250241	10				
A33		243234	243235	1				
A34		235226	235232	6				
A35		233312	233317	5				
B31		250051	250054	3				
B32		233016	233020	4				

Tabella I all. II: Dati gravimetrici dei 3 set di campioni. Il primo e il secondo set (A1, B1, C1, D1 e A2, B2, C2, D2) sono i campioni utilizzati per il circuito mentre i campioni A3 e B3 sono rimasti conservati nel laboratorio INAIL durante lo svolgimento dei circuiti. Nella seconda colonna si riporta la massa di quarzo determinata gravimetricamente per doppia pesata al momento dell'impolveramento; nelle Note si riportano le evidenze registrate dai laboratori al procedere del circuito.

**Gruppo Nazionale Intercalibrazione Silice****Intercalibrazione dei laboratori che effettuano analisi di silice cristallina mediante DRX****ALLEGATO III: DATI DEI CAMPIONI INCOGNITI**

In tabella I sono riportati i risultati forniti da tutti i laboratori partecipanti

Laboratorio	Quarzo - μg	Quarzo - μg
Set n° 1	B11	B12
1	83	38
2	79	35
3	84	35
4	82	37
5	86	35
6	86	35
7	87	39
8	92	35
9	80	33
10	95	44
11	44	43
12	150	49
13	146	26
14	182	36
15	224	30
16	237	25
Set n° 2	B21	B22
1	100	32
2	92	38
3	95	38
4	625	62
5	96	38
6	99	41
7	65	39
8	81	42
9	69	46
10	84	48
11	87	55
12	81	46
13	72	49

Tabella I all. III: Tenore in quarzo dei campioni B (valori medi delle 2 repliche d'analisi richieste) fornito dai laboratori partecipanti all'interconfronto



Gruppo Nazionale Intercalibrazione Silice

Intercalibrazione dei laboratori che effettuano analisi di silice cristallina mediante DRX

ALLEGATO IV: REPORTS INDIVIDUALI DEI LABORATORI

omissis