



Gruppo Interregionale Fibre

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

1

CLASSIFICAZIONE DI MMVF_s DETERMINAZIONE DEI DIAMETRI E CONTROLLO FRA LABORATORI

Studio sull'applicazione di metodi microscopici alla determinazione del diametro medio delle MMVF_s ai fini della verifica del requisito previsto dalla nota R del DM 1.9.98.

Autori:

Tiziana Bacci, Mariaelena Gambini, Giovanni Pecchini, Emilio Renna - *ARPA di Reggio Emilia*

Claudio Arcari - *AUSL di Piacenza*

Achille Marconi, Luigi Paoletti - *ISS - Roma*

Antonella Campopiano, Stefano Casciardi - *ISPESL di Roma*

Giuseppe Castellet y Ballarà, Stefano Massera - *INAIL ConTarp – Roma*

Fulvio Cavariani, Marcello de Rossi, Angelo Carai - *ASL di Viterbo*

Laboratori:

Eccellenza Amianto Polveri e Fibre, ARPA-Emilia Romagna, Sez. Reggio Emilia

Reparto di Igiene dell'aria, I.S.S. Roma

Lab. Polveri e Fibre, Dipartimento Igiene del Lavoro, ISPESL Monte Porzio Catone
Roma

INAIL ConTarp Roma

Laboratorio Igiene Industriale – Centro Regionale Amianto, ASL di Viterbo

1. OBIETTIVI DELLO STUDIO

Il decreto del Ministero dell'Industria 12 febbraio 1997 (DM, 1997) e la direttiva europea (GUCE, 1997), recepita nella legislazione nazionale con il Decreto del Ministero della Sanità 1 settembre 1998 (DM, 1998), non forniscono il metodo di analisi per la misura del diametro delle MMVFs.

Tuttavia nel testo della direttiva, alla nota R, viene specificato che ci si deve riferire al diametro medio geometrico pesato sulla lunghezza ($D_{LG} - 2ES$).

Le note esplicative contenute nella Circolare Ministeriale N. 4 del 15 marzo 2000, ed il metodo di riduzione delle lunghezze tramite compressione (Hanton D.Y. e al. 1998, Kohyama N. 1997, Kohyama N. e al. 1997) permettono di misurare, con l'impiego di un microscopio elettronico, il diametro medio geometrico pesato sulla lunghezza ed il parametro di cancerogenicità definito nella Nota R del DM 1/9/1998 (Camilucci L. e al. 2001, Casciardi S. e al. 2003).

Il gruppo di lavoro operante nell'ambito dell'European Chemical Bureau (ECB), per lo sviluppo di un metodo analitico, ha iniziato fin dal 1999 a produrre una serie di proposte, di cui la più recente è, ad oggi, in forma di bozza, basata sull'uso della microscopia elettronica a scansione (ECB, 2004).

Questo metodo vuole rispondere alla necessità di misurare il valore del parametro ($D_{LG} - 2ES$), indicato nella Nota R della Direttiva, e si basa sulla probabilità di selezionare le fibre in modo proporzionale alla loro lunghezza (metodo della linea trasversale).

Tale procedura evita la misura contemporanea di diametro e lunghezza di ogni fibra: la sola misura richiesta è il diametro della fibra che interseca (o risulta in contatto con) una sottile linea che attraversa il campo visivo, riducendo considerevolmente il tempo richiesto per l'analisi (Koenig e al, 1993; Roff e Revell, 1994; Schneider e Holst, 1983).

Nel frattempo è stata ravvisata la necessità di sperimentare un metodo, alternativo, basato sulla microscopia ottica in contrasto di fase (MOCF), in quanto tecnica meno costosa e di maggiore diffusione, in grado di distinguere diametri ($\geq 0.2 \mu\text{m}$), generalmente caratteristici delle fibre minerali già in uso e di nuova concezione (Marconi A. e al, 1999, Marconi A. e al, 2000, Bacci T. e al. 2002).

Qualunque sia la tecnica impiegata per la misura dei diametri (SEM o MOCF) risulta cruciale la fase di comminuzione del campione, necessaria per ridurre la lunghezza delle fibre e consentirne la misura al microscopio (in pratica sotto i 100/150 μm di lunghezza), minimizzando il numero di frammenti non fibrosi.

Poiché i sistemi di macinazione in mortaio producono molti frammenti, verosimilmente risultanti dalla frantumazione selettiva delle fibre, idealmente sarebbe necessario un metodo di preparazione del campione in grado di tagliare le fibre in segmenti di lunghezza inferiore a 100 μm .

Il metodo ECB contempla una tecnica fondata sulla compressione mediante pressa regolabile (comminuzione con pressa), mentre un sistema alternativo (Marconi A. e al, 2000), prevede la preparazione del campione con il taglio con bisturi (comminuzione con bisturi): risulta perciò interessante verificare se i due sistemi siano in grado di fornire risultati confrontabili.

Inoltre, poiché il metodo ECB indica la necessità di effettuare le letture di 300 fibre rendendo particolarmente onerosa, in termini di tempo impiegato, la determinazione analitica dei diametri, è stata indagata l'alternativa basata sulla misura di solo 100 fibre.

Per affrontare in modo sistematico le questioni aperte è stato attivato uno studio, condotto da più laboratori, mirato ai seguenti obiettivi:

1. confrontare i risultati della determinazione dei diametri (e il parametro $D_{LG}-2ES$) forniti dai due metodi analitici (SEM e MOCF);
2. confrontare i risultati della determinazione dei diametri (il parametro $D_{LG}-2ES$) eseguendo le analisi sulle 300 fibre previste dal metodo ECB e su 100 fibre;
3. confrontare le prestazioni dei due sistemi di preparazione del campione mediante comminuzione con bisturi e compressione con pressa.

Lo studio è stato condotto avvalendosi del contributo di 5 laboratori esperti nella determinazione analitica di materiali fibrosi. Un gruppo di lavoro (GdL) formato da esperti dei vari laboratori ha sviluppato un programma operativo articolato schematicamente nel modo seguente:

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

2. PROTOCOLLO E PROCEDURE OPERATIVE DELLO STUDIO

2.1 Preparazione del campione

2.1.1 Metodo con pressa (previsto dal Draft 4, rev. 2 del metodo ECB)

Dopo rimozione del materiale organico, ottenuta ponendo il materiale fibroso in stufa a 450°C per circa un'ora, una piccola quantità di campione (50 – 100 mg) è sottoposta ad una pressione di 10 MPa per un minuto. Il materiale ottenuto viene mescolato con una spatola e compresso di nuovo a 10MPa sempre per un minuto.

Dal campione pressato si prepara una sospensione acquosa con concentrazione pari a circa 5 mg/ml, sonicata per 5 minuti; come previsto dalla DRAFT4 rev. 2.

2.1.2 Metodo del taglio con bisturi

Dopo rimozione del materiale organico dal campione, si preleva una piccola aliquota di fibre (30 - 100 mg) che viene immersa in poche gocce di triacetina depositate su una lastrina di cristallo o di vetro spesso (orientativamente di dimensioni di 25/30 cm per 20 cm). Il volume di triacetina deve essere sufficiente ad immergere totalmente le fibre, formando una sorta di poltiglia. Su questo preparato viene eseguito il taglio con bisturi (utilizzando lame n. 21 o n. 22). Il taglio deve avvenire tenendo la lama perpendicolare al piano (lastrina), tagliando in tutte le direzioni, per un tempo compreso tra 8 e/o 10 minuti. La determinazione precisa del tempo necessario, per ottenere il campione con le caratteristiche appropriate, è il risultato di una serie di tentativi sperimentali.

2.1.3 Filtrazione della dispersione e dimensionamento del filtro per l'analisi al SEM

La sospensione acquosa è filtrata in tre aliquote (3, 6, 10 ml, come previsto dalla DRAFT4 rev. 2) per mezzo di una pipetta (2-5 ml di capacità), sciacquando più volte il sistema filtrante poiché le fibre più sottili hanno la tendenza a rimanere in superficie.

La filtrazione è effettuata, con sistema da vuoto su filtro di policarbonato con porosità 0.8 µm supportato da un filtro di esteri misti di cellulosa (EMC) avente porosità di 5/8 µm.

Dopo asciugatura, viene ritagliata una sezione del filtro (quarta) con un bisturi a lama n. 22 usando un'azione oscillante (le dimensioni, per quanto possibile, dovrebbero essere leggermente inferiori a quelle della superficie del portacampione in alluminio del SEM).

2.1.4 Ricopertura con oro (doratura) per l'analisi con il SEM e/o grafitazione

La porzione di filtro viene stesa su un portacampione in alluminio (stub), provvisto di bioadesivo.

La doratura viene eseguita direttamente sul campione così montato, assicurando la deposizione di uno strato di 25 - 50 nm di oro mediante sputtering catodico.

Alternativamente è possibile ricoprire il filtro con un film di carbone evaporato sotto vuoto: in tal caso è opportuno utilizzare spessori leggermente maggiori, intorno ai 100 nm, a causa della minore conducibilità termica ed elettrica della grafite rispetto all'oro (Au).

2.1.5 Filtrazione della dispersione per l'analisi al MOCF

La poltiglia ottenuta dal trattamento di comminuzione viene trasferita sul filtro di lavoro secondo le modalità descritte nel paragrafo 2.1.3. La filtrazione è effettuata, con sistema da vuoto su filtro esteri misti di cellulosa (EMC) con porosità 0.8 μm .

Dopo asciugatura, l'intero filtro viene depositato su vetrino e diafanizzato con il sistema del vapore di acetone/triacetina, come previsto dal D.M. 6/09/94.

2.1.6 Diafanizzazione (MOCF)

La diafanizzazione rende il filtro di esteri misti di cellulosa (EMC) trasparente, condizione indispensabile per eseguire l'esame mediante MOCF. Il trattamento con vapori di acetone prodotti da un sistema di vaporizzazione (manuale o automatico), consente di fissare il filtro al vetrino, mentre il successivo trattamento con alcune gocce di triacetina poste sul filtro rende definitivamente trasparente il preparato, il quale viene completato con la deposizione di un vetrino copri-oggetto.

A temperatura ambiente la completa diafanizzazione del filtro avviene dopo circa 24 ore dalla preparazione del vetrino. Per diminuire il tempo necessario alla completa diafanizzazione, dopo l'applicazione della triacetina, si può scaldare il preparato (vetrino più coprioggetto) per 20/30 minuti a circa 40°-50° C in termostato o su piastra riscaldata.

2.2 Condizioni strumentali per la lettura

2.2.1 Metodo SEM

I parametri che influenzano la visibilità delle fibre sono:

- Differenza di potenziale di accelerazione (AV, Accelerating Voltage): risulta soddisfacente un AV compreso tra 20 e 30 kV.
- Distanza di lavoro (WD, Working Distance): WD 12-25 mm.
- Diametro del fascio elettronico: un diametro più elevato determina una risoluzione dell'immagine scarsa, pertanto occorre scegliere le condizioni di compromesso più soddisfacenti (250-300 pA).

L'allineamento del fascio, l'astigmatismo, l'apertura, il contrasto e la luminosità dello schermo, devono essere impostate sperimentalmente per assicurare una adeguata visibilità.

I valori dei parametri strumentali possono variare in funzione dello strumento per ottenere la maggior visibilità dell'oggetto in analisi.

La risoluzione del SEM deve consentire di individuare una fibra con diametro 0.2 μm , ad un ingrandimento di 2000x.

Calibrazione: La calibrazione deve essere controllata usando una griglia certificata e il valore misurato non deve essere inferiore al 3% del valore reale.

Condizioni operative: Il SEM deve funzionare ad un ingrandimento di 5000x, usando le condizioni per ottenere la migliore risoluzione con un'immagine acquisita mediante esplorazione a scansioni lente (ad esempio, 5 secondi per immagine). Negli strumenti forniti da produttori diversi i requisiti operativi, per ottenere la visibilità e la risoluzione migliori, possono variare.

Criteri di misurazione: La porzione di filtro montata sullo stub viene esaminata misurando solamente il diametro delle fibre che intersecano o toccano una linea che attraversa tutto il campo visivo. E' preferibile seguire un percorso sistematico a forma di "greca" operando sulle manopole degli assi x e y.

Vengono misurati i diametri delle fibre aventi rapporto lunghezza/diametro maggiore di 3:1.

Dispersione ottimale delle fibre sul filtro: Per verificare che la distribuzione delle fibre sul filtro di lettura sia ottimale (numero sufficiente di fibre non sovrapposte), il filtro deve essere esaminato a bassi ingrandimenti.

La densità ottimale deve dare una media di circa tre o quattro fibre per campo.

2.2.2 Metodo MOCF

Le fibre sono agevolmente rilevate con il MOCF, grazie alle differenze di indice di rifrazione fra le fibre stesse ed il mezzo disperdente costituito dalla membrana diafanizzata.

Il microscopio deve essere provvisto di una serie di obiettivi speciali ("di fase") ed un condensatore munito di opportuni diaframmi anulari.

L'obiettivo utilizzato, ad ingrandimento di 40x, deve essere almeno di tipo acromatico con una apertura numerica (NA) di almeno 0.65 (preferibilmente 0.70).

L'oculare (10x o 12.5x) deve essere regolabile e provvisto di un reticolo-oculare di tipo Walton-Beckett (modello G22, ma preferibilmente G25), quest'ultimo provvisto di tacche di riferimento che partono da 0.5 μm e arrivano fino a 5.0 μm .

Calibrazione: Un campo microscopico corrisponde all'area del reticolo di Walton-Beckett (pari a 0.00785 mm^2). Il diametro del reticolo Walton-Beckett ($100 \pm 2 \mu\text{m}$) deve essere verificato con un vetrino micrometrico certificato e in dotazione a ciascun laboratorio.

All'inizio della giornata di lavoro sul microscopio devono essere eseguiti i controlli dell'allineamento delle ottiche rispetto alla sorgente di luce (deve essere di tipo Köhler), della centratura degli anelli di fase, nonché del potere risolutivo osservando la visibilità dei blocchi di righe tracciati sul vetrino di prova HSE/NPL Mark II (devono essere visibili sino al blocco 5).

Condizioni operative: Il microscopio ottico deve essere utilizzato a 500x (obiettivo da 40x e oculare da 12.5x) o anche a 400x (obiettivo da 40x e oculare da 10x).

Dispersione ottimale delle fibre sul filtro: Prima della lettura controllare l'omogeneità della distribuzione delle fibre depositate sul filtro ad un ingrandimento inferiore (ad esempio utilizzando l'obiettivo 25x).

Criteri di misurazione: Il filtro diafanizzato viene esaminato misurando solamente il diametro delle fibre che intersecano o toccano la linea verticale o orizzontale che traccia il diametro del reticolo di Walton-Beckett. E' preferibile seguire un percorso sistematico a forma di "greca" operando sulle manopole degli assi x e y.

Vengono misurati i diametri delle fibre aventi rapporto lunghezza/diametro maggiore di 3:1.

2.3 Espressione dei risultati

I diametri delle fibre non hanno solitamente una distribuzione normale. Tuttavia, la distribuzione dei logaritmi dei diametri si approssima a quella normale.

Si calcola la media aritmetica ($\ln D$ medio) e la deviazione standard ($SD_{\ln D}$) dei valori del logaritmo in base e ($\ln D$) di tutti i diametri delle fibre (D)

$$(1) \text{ mean } \ln D = \frac{\sum \ln D}{n}$$

$$(2) SD_{\ln D} = \sqrt{\frac{\sum (\ln D - \text{mean } \ln D)^2}{n - 1}}$$

La deviazione standard divisa per la radice quadrata del numero di misure (n) fornisce l'errore standard ($SE_{\ln D}$)

$$(3) SE_{\ln D} = \frac{SD}{\sqrt{n}}$$

Il parametro per la classificazione di cancerogenicità, come definito nella circolare n. 4 del 15 marzo 2000 del Ministero della Sanità, è calcolato con la formula presentata dall' ECB nella DRAFT 4

$$(4) \text{ LWGMD} - 2SE = e^{(\text{mean } \ln D - 2SE_{\ln D})}$$

3. MATERIALI

Lo studio è stato svolto per i materiali utilizzati nell'isolamento termico come barriere termiche, guarnizioni e giunti di dilatazione nei forni industriali, nei forni a tunnel, nelle caldaie e altre apparecchiature industriali nell'industria aerospaziale, automobilistica, e degli elettrodomestici, come pure nei sistemi di protezione passivi al fuoco. Nonostante le loro caratteristiche di materiali inerti sottoposti per lungo periodo a temperature superiori a 900°C possono trasformarsi in una miscela di diverse fasi cristalline.

I campioni esaminati sono due campioni di lana minerale di largo consumo, caratterizzati in base ai dati forniti da Scheda di Sicurezza (SdS):

Questi prodotti sottoforma di lane sono composti da Silicati alcalino alcalino-terrosi

	SiO ₂	CaO+MgO	Al ₂ O ₃	ZrO ₂	TiO ₂	Totale ossidi
Campione A	50-82%	18-43%	< 6%	< 6%	< 6%	> 18 %
Campione B	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	> 18 %

N.D.= non dichiarato nella scheda di sicurezza (SDS)

i cui diametri nominali (riportati come D_{LG}) risultano essere:

- maggiore di 1.5 μm per il campione A
- minore di 6 μm per il campione B.

Foto 1: Materiale in fiocco campione A

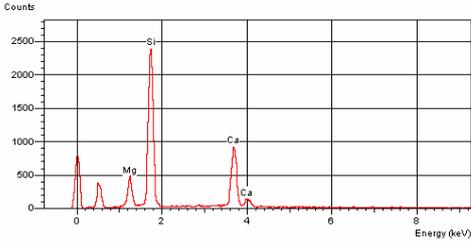
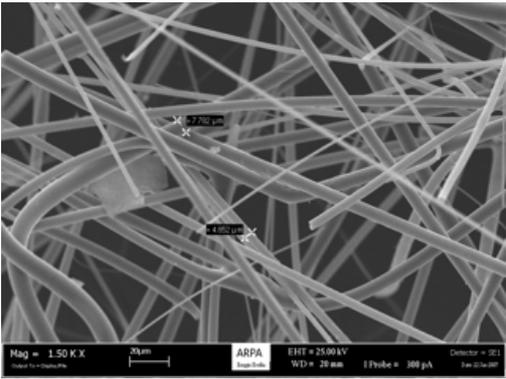
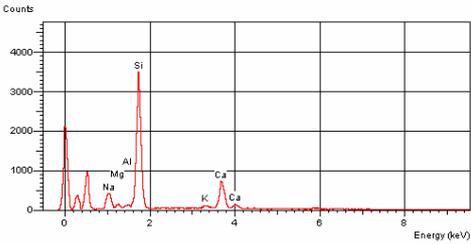
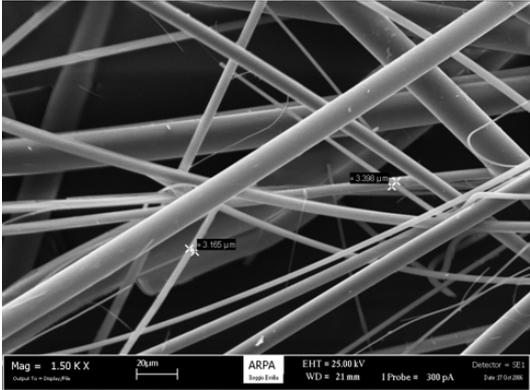


Foto 2: Materiale in fiocco campione B



4. RISULTATI

4.1 Campione A: Confronto fra i risultati ottenuti per il campione preparato mediante il metodo di comminuzione con pressa e analizzato considerando la misura di 100 e 300 fibre sia con la tecnica SEM che con la tecnica MOCF.

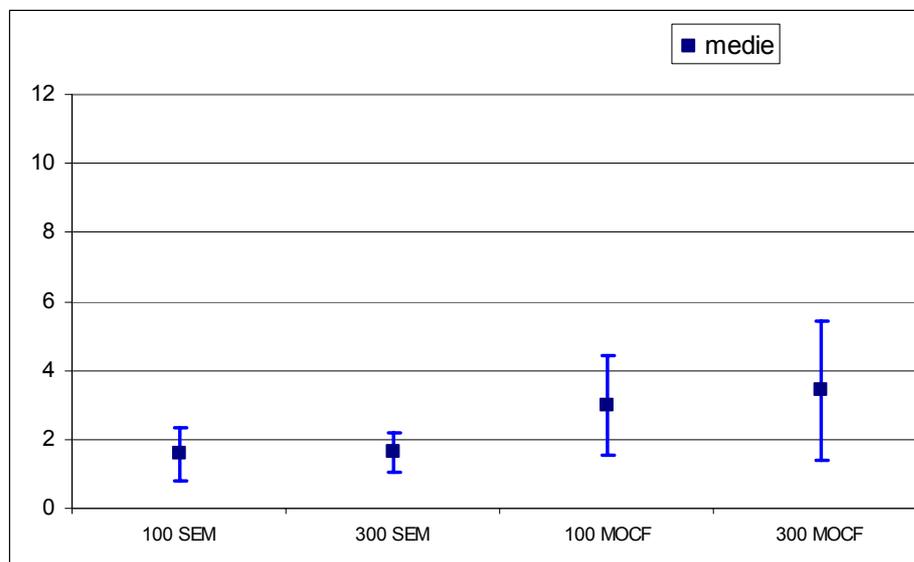
In tabella 1 sono riportati i valori di D_{LG-2} ES (espressi in μm) ottenuti da ciascun laboratorio partecipante allo studio ed i relativi valori medi del parametro D_{LG-2} ES ($n = 5$) e i valori dell'intervallo di confidenza inferiore e superiore (ICinf e ICsup), calcolati ad un livello di significatività α del 5%.

Tabella 1 - Campione A: D_{LG-2} ES, medie e intervalli di confidenza

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

In figura 1 sono illustrate le medie e gli intervalli di confidenza riportati in tabella 1.

Figura 1: Medie e intervalli di confidenza campione A



Si osserva che:

1. il valore medio di D_{LG-2} ES determinato mediante la tecnica MOCF risulta più elevato di quello riscontrato in SEM;
2. entrambi i valori medi risultano compatibili con il D_{LG} riportato nella Scheda di Sicurezza;
3. la dispersione dei dati intorno al valore medio risulta maggiore con l'utilizzo della tecnica MOCF rispetto alla tecnica SEM;
4. la dispersione dei dati aumenta per la tecnica MOCF con l'aumento del numero di fibre misurate, mentre per la SEM sono comparabili e sostanzialmente indipendenti dal numero di fibre lette.

Foto 3: Campione A – comminuzione con pressa

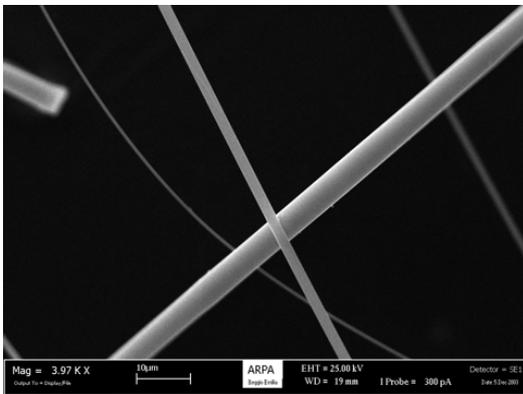
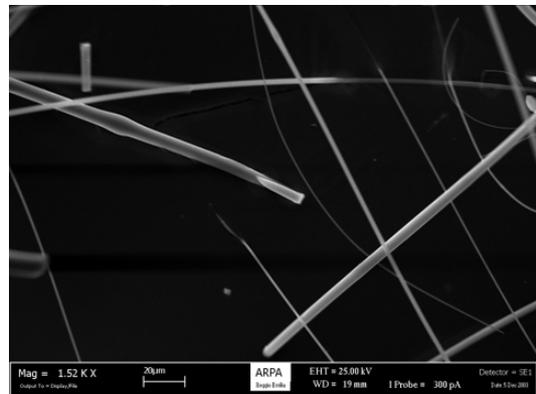


Foto 4: Campione A – comminuzione con pressa



4.2 Campione B: Confronto fra i risultati ottenuti per il campione preparato mediante il metodo di comminuzione con pressa e analizzato considerando la misura di 100 e 300 fibre sia con la tecnica SEM che con la tecnica MOCF.

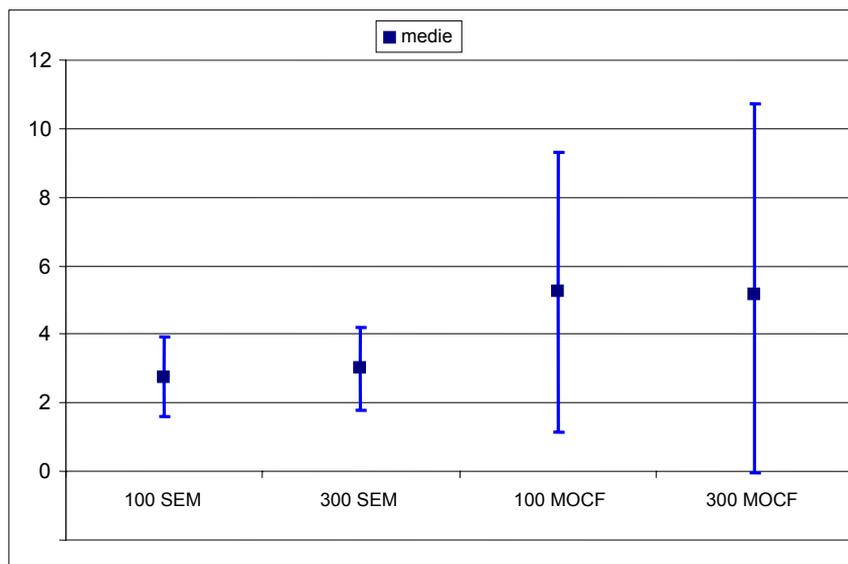
In tabella 2 sono riportati i valori del parametro $D_{LG-2 ES}$ dei 5 laboratori, i relativi valori medi e gli intervalli di confidenza per il campione B.

Tabella 2 - Campione B: D_{LG-2ES} , medie e intervalli di confidenza

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

I valori medi e gli intervalli di confidenza sono illustrati in figura 2.

Figura 2: Medie $D_{LG-2.ES}$ e intervalli di confidenza campione B



Dai dati riportati in tabella 2 e raffigurati in figura 2 per il campione B si osserva che:

1. il D_{LG-2} ES ottenuto dall'analisi in SEM risulta maggiormente compatibile con il diametro riportato nella Scheda di Sicurezza rispetto al risultato fornito dalla MOCF;
2. l'intervallo di confidenza superiore della distribuzione dei dati rilevati in MOCF supera il valore del D_{LG-2} ES riportato nella Scheda di Sicurezza;
3. la dispersione dei dati intorno alla media, anche in questo campione, risulta maggiore per la tecnica MOCF.

Foto5: Campione B - pressa SEM 500x

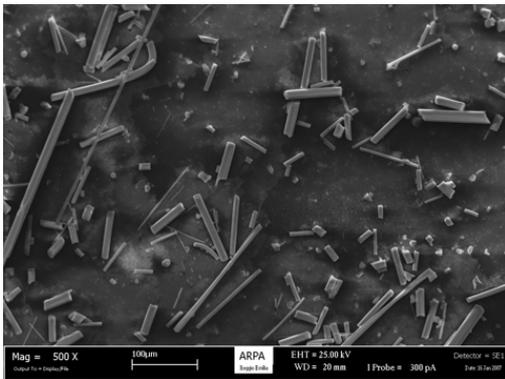
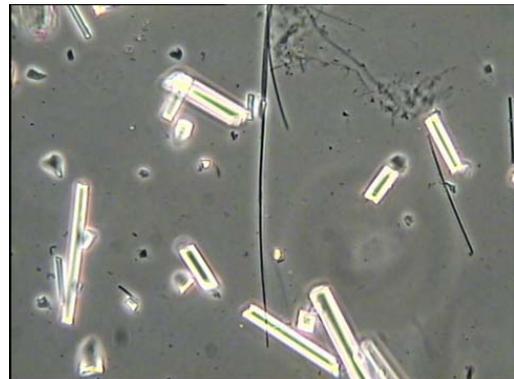


Foto 6: Campione B - pressa MOCF 500x



4.3 Confronto tra i risultati ottenuti dalle misure di 100 e 300 fibre per il CAMPIONE A ed il CAMPIONE B preparati mediante comminuzione con pressa

In tabella 3a e 3b sono riportati le varianze e i risultati del test F di Fisher per il parametro D_{LG-2} ES, ottenuto dalla elaborazione di entrambi i campioni A e B.

Tabella 3a – Valori delle varianze e test F per tecnica SEM

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

Tabella 3b – Valori delle varianze e test F per tecnica MOCF

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

Si osserva come non esista, per entrambi i campioni, una differenza statisticamente significativa tra le varianze risultanti dalla lettura di 100 e 300 fibre sia in SEM che in MOCF.

In tabella 4a e 4b sono riportati i risultati del test t di Student sui valori medi ottenuti dalle misure di 100 e 300 fibre sui due campioni con le due tecniche analitiche.

Tabella 4a – Valori del test t di confronto tra medie ottenute con 100 e 300 fibre per tecnica SEM

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

Tabella 4b – Valori del test t di confronto tra medie ottenute con 100 e 300 fibre per tecnica MOCF

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

Si osserva che:

- 1 le differenze tra i risultati ottenuti con le 100 e 300 fibre non sono statisticamente significative sia per la SEM che per la MOCF;
- 2 le differenze tra i risultati ottenuti con le 100 e 300 fibre non sono statisticamente significative sia per il campione A che per il campione B.

Foto 7: Campione A – comminuzione con pressa

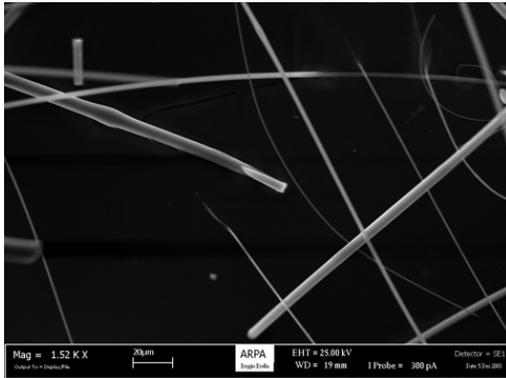
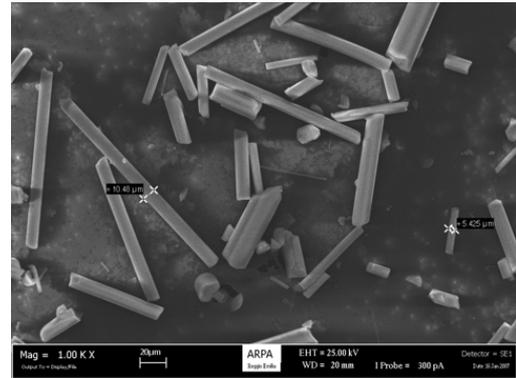


Foto 8: Campione B – comminuzione con pressa



4.4 CAMPIONE B: Confronto fra i risultati ottenuti per il campione preparato mediante il metodo di comminuzione con taglio e analizzato considerando la misura di 100 e 300 fibre sia con la tecnica SEM che con la tecnica MOCF.

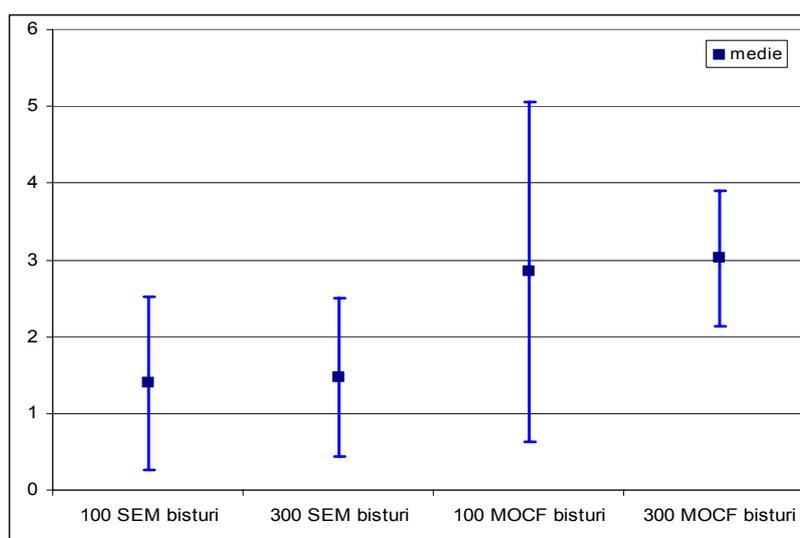
Il confronto è stato eseguito solo con il campione B, preparato come descritto al punto 2.1.2. In tabella 5 sono riportati i valori di D_{LG-2} ES ottenuti dai singoli laboratori, le medie e i relativi intervalli di confidenza calcolati ad un livello di significatività α del 5%.

Tabella 5 - Campione B: D_{LG-2} .ES, medie e intervalli di confidenza

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

In figura 3 sono illustrate le medie e gli intervalli di confidenza.

Figura 3: Medie D_{LG-2} .ES e intervalli di confidenza campione B



Si osserva che:

1. al contrario di quanto riscontrato per i campioni preparati mediante comminuzione con pressa, l'intervallo fiduciario per la determinazione di 300 diametri risulta lievemente maggiore per la tecnica SEM che per la tecnica MOCF;
2. gli intervalli di confidenza per la tecnica SEM, con le misure di 100 e 300 fibre, sono comparabili con quelli risultanti per la tecnica MOCF con la sola misura di 300 fibre;
3. il D_{LG-2} ES ottenuto dall'analisi in MOCF risulta più elevato del risultato fornito dalla SEM, così come ottenuto nel caso della preparazione mediante compressione;
4. entrambi i valori medi risultano compatibili con il D_{LG} riportato nella Scheda di Sicurezza.

Foto 9: Campione B - bisturi SEM

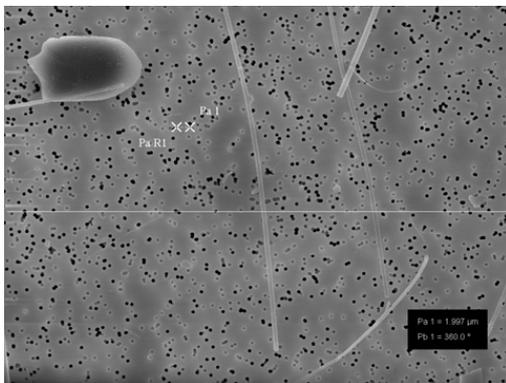
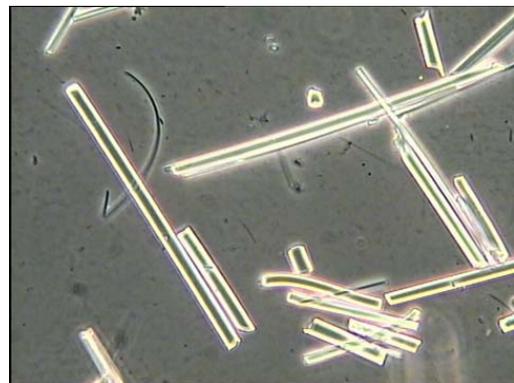


Foto 10: Campione B - bisturi MOCF



4.5 Confronto tra i risultati ottenuti dalle misure di 100 e 300 fibre per il CAMPIONE B preparato mediante comminuzione con taglio

In tabella 6 sono riportati i risultati del test F di Fisher sulle varianze della distribuzione del parametro D_{LG-2} ES ottenuto per il solo campione B.

Tabella 6– Comminuzione con bisturi campione B: valori delle varianze e test F di Fisher

Campione	100 fibre	300 fibre	Test F	
SEM	0.1649	0.1372	1.2019	differenza non significativa
MOCF	0.4348	0.3325	1.3078	differenza non significativa

Si osserva che:

1. analogamente a quanto esposto per la preparazione mediante pressa, non esiste una differenza statisticamente significativa delle varianze sia per la tecnica SEM che per la tecnica MOCF relativamente alla lettura di 100 e 300fibre.

Foto 11: campione B bisturi SEM

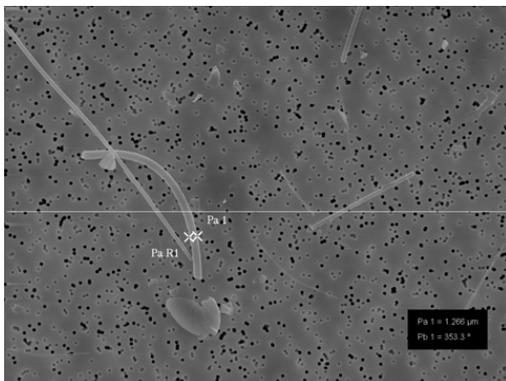
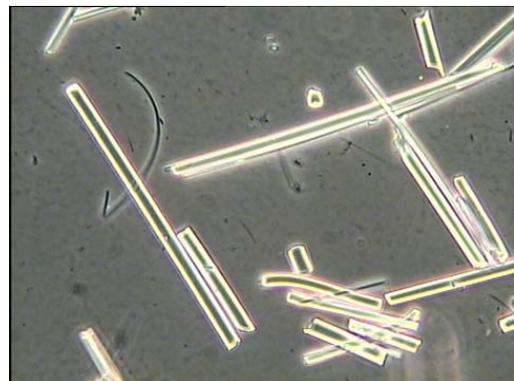


Foto 12: campione B –bisturi MOCF



4.6 Campione B: Confronto fra i risultati ottenuti considerando la misura di 100 e 300 fibre con la sola tecnica SEM, per il campione preparato sia mediante metodo di comminuzione con taglio che con metodo di comminuzione con pressa .

In tabella 7 sono riportati, per facilità di lettura, i valori di $D_{LG-2 ES}$ estrapolati dalle tabelle 2 e 5.

Tabella 7 - Analisi SEM campione B: $D_{LG-2 ES}$

Laboratori	Comminuzione con pressa SEM		Comminuzione con bisturi SEM	
	100 fibre	300 fibre	100 fibre	300 fibre
1	2.65	3.33	1.70	1.82
2	2.52	2.72	1.65	1.49
3	2.80	2.67	1.28	1.51
4	3.46	3.60	1.61	1.67
5	2.39	2.67	0.73	0.85

Nella tabella 8 si illustrano i risultati del test F di Fisher sulle varianze riscontrate nella determinazione del parametro D_{LG-2ES} , confrontando le due tecniche di preparazione e la determinazione di 100 e 300 fibre in SEM.

Tabella 8 - Analisi SEM campione B: valori delle varianze e test F di Fisher

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

Si osserva che:

1. non esistono differenze statisticamente significative, in termini di varianza, tra le due tecniche di preparazione, indifferentemente dal numero di fibre misurate.

In tabella 9 si illustrano i risultati del t-test sulle medie calcolate per i due metodi di comminuzione aggregando i dati delle misure di 100 e 300 fibre.

Tabella 9 – Analisi SEM campione B: Test t di Student sulle medie

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

Si osserva che:

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

Foto 13: Campione B - pressa SEM

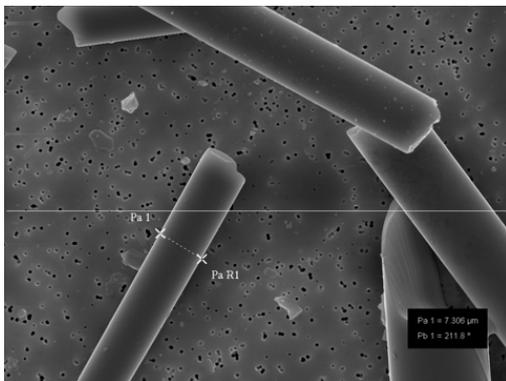
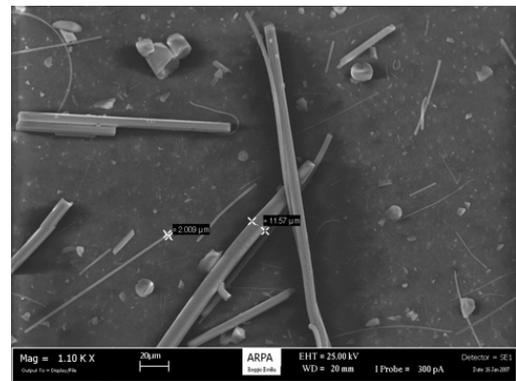


Foto 14: Campione B - bisturi SEM



4.7 Campione B: Confronto fra i risultati ottenuti considerando la misura di 100 e 300 fibre con la sola tecnica MOCF, per il campione preparato sia mediante metodo di comminuzione con taglio che con metodo di comminuzione con pressa

In tabella 10 sono riportati, per facilità di lettura, i valori di $D_{LG-2 ES}$ estrapolati dalle tabelle 2 e 5.

Tabella 10 - Analisi MOCF campione B: $D_{LG-2 ES}$

Laboratori	Comminuzione con pressa MOCF		Comminuzione con bisturi MOCF	
	100 fibre	300 fibre	100 fibre	300 fibre
1	4.48	5.08	3.99	3.28
2	7.52	8.58	3.31	3.32
3	4.19	3.50	2.03	2.68
4	5.56	4.49	2.33	3.13
5	3.99	4.11	2.56	2.68

Nella tabella 11 si illustrano i risultati del test F di Fisher sulle varianze riscontrate nella determinazione del parametro D_{LG-2ES} , confrontando le due tecniche di preparazione e la determinazione di 100 e 300 fibre in MOCF.

Tabella 11 - Analisi MOCF campione B: valori delle varianze e test F di Fisher

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

Si osserva che:

1. alla MOCF, la differenza tra i due metodi di preparazione del campione, è significativa per le misure di 300 fibre, mentre non lo è per quelle di 100 fibre.

In tabella 12 si illustrano i risultati del t-test sulle medie calcolate per i due metodi di comminuzione aggregando i dati delle misure di 100 e 300 fibre.

Tabella 12 – Analisi MOCF campione B: Test t di Student sulle medie

	Comminuzione PRESSA	Comminuzione BISTURI
Media	5.15	2.93
Deviazione st.	1.65	0.58
Varianza	2.72	0.33

t-test calcolato	4.012	Differenza statisticamente significativa (p<0.001)
t -critico	2.878	

Si osserva che:

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

Foto 15: Campione B - pressa MOCF



Foto 16: Campione B - bisturi MOCF



4.8 Analisi delle distribuzioni dei diametri

In tabella 13 vengono riportati i valori (SEM/MOCF) riferiti al solo campione B, ottenuti con le due tecniche di analisi, combinando l'insieme dei dati relativi alle misure dei diametri (mostrati in dettaglio negli Allegati 1 e 2). I 1500 valori ottenuti sono suddivisi in classi dimensionali.

Tabella 13 – Letture di 300 fibre di tutti i laboratori aggregate per classi dimensionali

Classi di diametro (μm)	SEM		MOCF	
	Pressa	Bisturi	Pressa	Bisturi
0-1	295	586	152	303
1-2	181	243	119	171
2-3	84	128	115	185
3-4	111	110	69	65
4-5	122	71	107	161
5-6	87	68	112	85
6-7	114	57	84	78
7-8	108	68	111	113
8-9	85	40	145	81
9-10	90	54	121	97
10-11	50	36	82	26
11-12	67	17	110	75
12-13	37	10	18	17
13-14	26	3	51	7
14-15	17	4	56	25
>15	26	5	48	11

Si può osservare che la classe dimensionale generalmente più numerosa, per entrambe le tecniche analitiche e preparative, risulti quella compresa tra 0 e 1 μm , la quale presenta, una numerosità maggiore nel caso della preparazione mediante bisturi rispetto alla preparazione con la pressa.

Da notare che il numero di fibre più fini ($\leq 1 \mu\text{m}$) misurate con la tecnica SEM è il doppio rispetto a quelle riscontrate con la tecnica MOCF, conservando il rapporto pari al doppio tra il numero di fibre ottenuto per comminazione con taglio rispetto alla compressione.

Tale relazione potrebbe dipendere dal fatto che con la tecnica SEM vengono misurate più facilmente le fibre sottili rispetto a quanto succede con la tecnica MOCF.

I risultati ottenuti, inoltre, suggeriscono che il sistema di comminazione mediante taglio (bisturi) tende alla eliminazione artificiosa delle fibre con diametri più grandi, mentre il sistema della compressione (Draft 4 rev.2) tende alla eliminazione artificiosa delle fibre con diametri più fini.

Non è emersa, al riguardo, alcuna tendenza di rilievo nel caso delle fibre con diametro intermedio.

La presenza di differenti classi dimensionali di diametri nello stesso materiale, riscontrata sperimentalmente, indica che le fibre in origine sono una miscela di fibre con diametro diverso, in quanto è impossibile che la comminazione, mediante pressa o bisturi, possa creare fibre con diametri più fini o più grandi di quelli effettivamente presenti all'origine (non si può verificare ad esempio l'apertura di fasci con generazione di fibre con diametro inferiore). E' comunque verosimile che i

diversi sistemi di comminuzione possano produrre la “*distruzione selettiva*” di fibre con specifici diametri e non conoscendo i dettagli del meccanismo con cui agiscono le forze in gioco quando applicate ai tipi di materiali in esame, è solo possibile formulare delle ipotesi. Ad esempio, potrebbe essere plausibile che la forza di compressione agisca selettivamente sulle fibre con diametri più fini essendo queste più fragili, mentre le fibre con diametro grosso, essendo più resistenti, agiscono come elementi intermedi di trasferimento della forza.

Foto 17: frammenti pressa

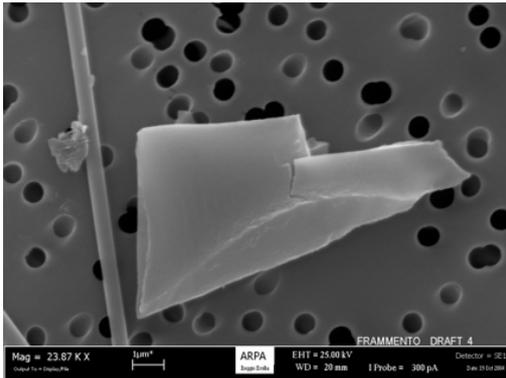
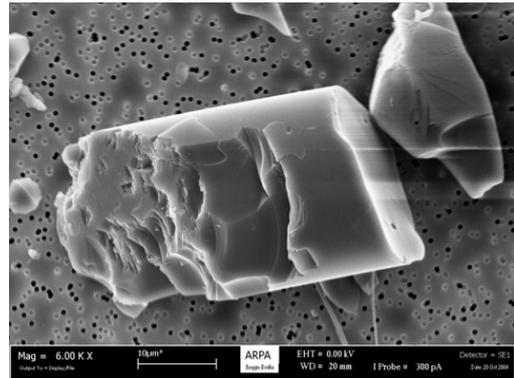
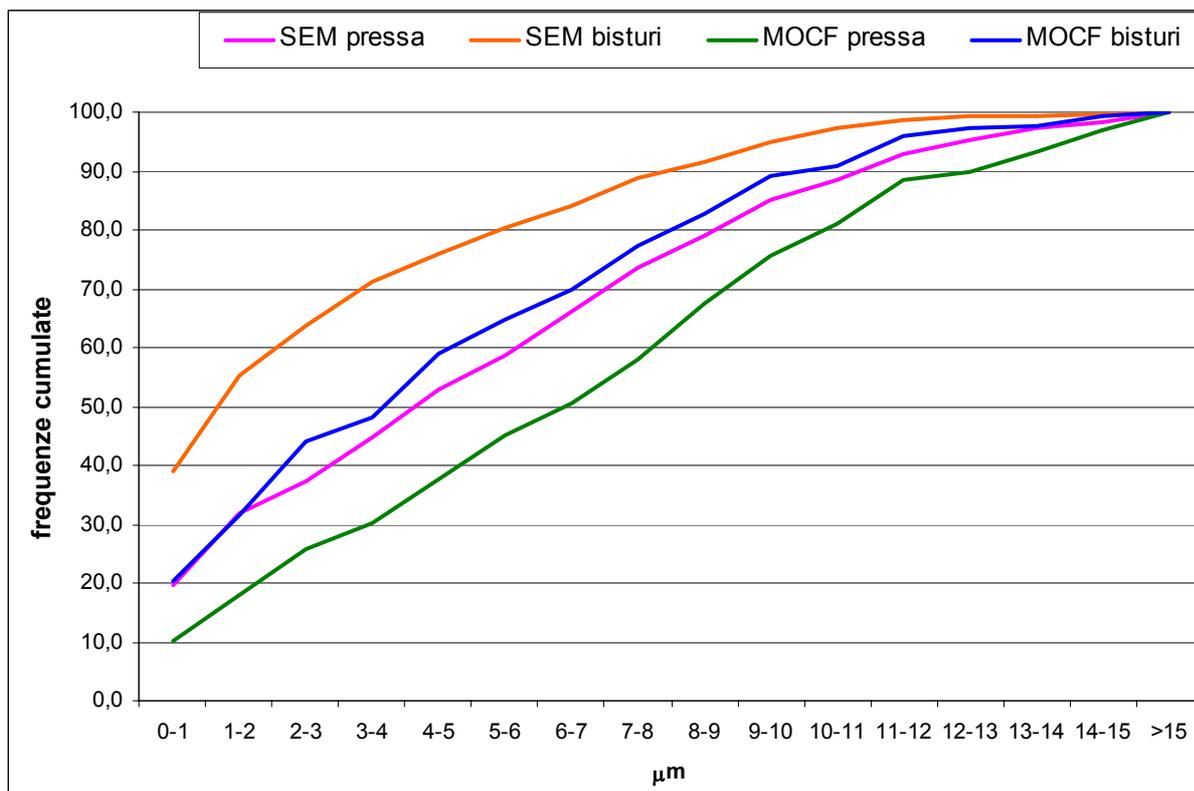


Foto 18: frammenti pressa



In figura 4 sono riportate le frequenze cumulate delle distribuzioni relative ai 1500 dati ricavati dalle diverse tecniche analitiche e di preparazione.

Figura 4 – Frequenze cumulate delle distribuzioni per tecnica analitica e preparazione



Apparentemente le distribuzioni delle combinazioni [SEM pressa] e [MOCF bisturi] sembrano molto coerenti e differenti dalle altre combinazioni di tecniche analitiche e preparative.

Per verificare l' esistenza o meno di eventuali differenze significative tra le quattro distribuzioni sono stati eseguiti i test non parametrici di Wilcoxon. Non sono stati utilizzati test parametrici in quanto tutte e quattro le distribuzioni sono risultate non log-normali con p-value inferiore a 0.01.

Il test è stato eseguito per ogni possibile coppia di distribuzione e solo per la coppia ([SEM pressa] e [MOCF bisturi]) la differenza è risultata non significativa (p-value = 0.2). Per tutte le altre coppie le differenze sono significative (p-value < 0.01).

5. OSSERVAZIONI

- Per entrambi i campioni analizzati, confrontando i valori relativi alla stessa preparazione del campione, la media del parametro D_{LG-2} ES, ottenuta con il metodo MOCF, risulta circa il doppio rispetto a quella ottenuta con il metodo SEM.
- La dispersione dei valori attorno alla media del valore di D_{LG-2} ES risulta significativamente minore per il metodo SEM rispetto al metodo MOCF:
 - per le 300 fibre del campione B, la differenza (ICsup – ICinf) è pari a 2.44 per il SEM contro un valore di 11.1 per la MOCF;
 - per le 300 fibre del campione A, la differenza (ICsup – ICinf) è pari a 1.14 per il SEM contro un valore di 4.05 per la MOCF;
 - per le 300 fibre del campione B nella valutazione dei dati relativi alla preparazione con taglio, l'intervallo fiduciario associato alla MOCF risulta lievemente inferiore a quello riscontrato con la tecniche SEM.
- All'aumentare del valore del parametro D_{LG-2} ES, si nota un aumento dell'intervallo di confidenza (ICsup – ICinf) per entrambi i metodi analitici nel caso della preparazione per compressione (vedi Tabella 1 e Tabella 2), ma in termini relativi l'aumento dell'intervallo di confidenza per la tecnica MOCF risulta sensibilmente più rilevante rispetto alla tecnica SEM. Per entrambe le tecniche inoltre, l'incremento dell' intervallo di confidenza risulta più marcato quando si passa dal campione A al B. Questi risultati, tuttavia, valgono per i campioni preparati con il sistema della compressione. Nel caso della preparazione con il bisturi, questi risultati appaiono invertiti, almeno per il solo campione B esaminato.
- Per i campioni preparati mediante compressione e analizzati con la tecnica SEM, i risultati sono comparabili e sostanzialmente indipendenti dal numero di fibre misurate (100 o 300), come si evince dalla tabella 1 e 2; ed inoltre dalle tabelle 3a, 3b, 4a e 4b si osserva, a questo livello campionario, che non si è in grado di mettere in evidenza una differenza statisticamente significativa fra le varianze e le medie calcolate per 100 e per 300 diametri misurati.
- Analizzando i valori del parametro di D_{LG-2} ES, per il campione B preparato con pressa, si può osservare come tutti i risultati ottenuti in SEM siano inferiori a 6 μm , coerentemente con quanto dichiarato dalla Scheda di Sicurezza, mentre con la tecnica MOCF si osserva che, in base all'intervallo di confidenza, il diametro può assumere valori superiori ai 6 μm ponendo rilevanti problemi di classificazione.

- Al contrario, con il sistema di comminuzione basato sul taglio, tale situazione non si verifica, in particolare per i risultati ottenuti con la MOCF (vedi Tabella 5 e Figura 3). E' degno di nota il fatto che il valore del D_{LG-2} ES (taglio) prodotto dalla determinazione con il SEM risulta pari a circa $1.5 \mu\text{m}$, mentre con la MOCF tale valore risulta di circa $3 \mu\text{m}$ e appare coincidere con il risultato ottenuto con la tecnica SEM per compressione .
- Il t-test eseguito (vedi tabella 9), depone per una differenza statisticamente significativa del parametro D_{LG-2} ES per il campione di MMVFs, (materiale B) preparato con i due metodi di comminuzione. Il metodo della DRAFT 4 rev. 2 (pressa) porta, in media, ad un valore doppio di quello della comminuzione con bisturi. I risultati ottenuti con la MOCF mostrano essenzialmente la stessa tendenza, anche se meno accentuata (D_{LG-2} ES = $5.15 \mu\text{m}$ con la pressa contro il D_{LG-2} ES = $2.93 \mu\text{m}$ con il taglio).

6. CONCLUSIONI

Il confronto tra i due metodi analitici (SEM e MOCF) utilizzati per la misurazione dei diametri dei due campioni sottoposti a comminuzione per compressione, ha mostrato notevoli differenze, sia nella determinazione del parametro D_{LG-2} ES (il valore fornito dalla MOCF supera di circa 2 volte il valore della SEM), sia nella precisione della misura (intervalli di confidenza del parametro sono risultati considerevolmente più estesi per la MOCF che per la SEM), tanto da non consentire, nel caso del campione con diametro più elevato, di stabilire con un accettabile margine di certezza se il valore di $6 \mu\text{m}$ indicato dalla Nota R è superato o meno. Con il sistema di preparazione basato sul taglio, i risultati depongono per una valutazione in parte di segno opposto, in particolare per la tecnica MOCF e per la determinazione di 300 diametri (vedi la Tabella 5 e Figura 3).

Non è stato possibile, per il livello campionario predisposto, mettere in evidenza differenze statisticamente significative per il parametro D_{LG-2} ES e per le varianze delle distribuzioni, relativamente alle letture di 100 e 300 diametri. Appare comunque opportuno proseguire lo studio attraverso un'analisi più dettagliata delle distribuzioni dei dati per verificare l'accettabilità dell'ipotesi di limitare il numero delle misure rispetto a quello suggerito (300 diametri) nel metodo DRAFT 4 rev. 2 proposto dall'ECB per la determinazione del parametro.

Le prove eseguite in SEM, con i due diversi metodi di preparazione (comminuzione con taglio e con pressa) hanno dimostrato una differenza statisticamente significativa nella determinazione del parametro D_{LG-2} ES (valore pressa circa 2 volte valore bisturi). I risultati ottenuti con la MOCF mostrano essenzialmente la stessa tendenza, anche se meno accentuata (D_{LG-2} ES = $5.15 \mu\text{m}$ con la pressa contro D_{LG-2} ES = $2.93 \mu\text{m}$ con il taglio).

Il confronto tra la distribuzione cumulata dei dati relativi al metodo analitico SEM, con la preparazione mediante compressione (DRAFT 4 rev. 2) e la distribuzione dei dati forniti dal metodo analitico MOCF con preparativa mediante taglio con bisturi, ha evidenziato una differenza statisticamente non significativa, tuttavia questo risultato, che potrebbe derivare da un artefatto, necessita di una conferma.

Sulla base di queste evidenze e considerando i limiti derivanti dall'impiego di due soli tipi di fibre, aventi entrambi diametri medi sensibilmente al di sotto del valore indicato come limite dalla Nota R nel DM 1 settembre 1998, i risultati ottenuti dallo studio eseguito devono essere considerati provvisori.

Si ritiene necessario pertanto proseguire le sperimentazioni, concentrandole su campioni di fibre vetrose aventi diametri nominali intorno ai 6 μm ed estendendo le attività di studio ai seguenti temi:

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

Occorre inoltre considerare che la valutazione della riproducibilità implica decisioni sulla scelta del sistema di comminuzione e di tecniche analitiche da utilizzare. Per poter eseguire la valutazione delle riproducibilità è necessario estendere la partecipazione ad un maggior numero di laboratori e per assicurare la confrontabilità dei risultati, è indispensabile che tutti i laboratori siano dotati di strumentazione appropriata e corredata degli stessi accessori analitici.

Appare altresì utile eseguire un approfondimento relativamente alle sole tecniche di comminuzione, sulla base delle distribuzioni dimensionali dei diametri. Questa attività dovrebbe svolgersi nell'ambito di un solo laboratorio di riferimento. I risultati consentiranno di verificare l'apparente correlazione, derivante da questo studio, tra i valori ottenuti dalle due tecniche: MOCF comminuzione con taglio e SEM comminuzione con pressa (Draft4 rev.2).

In attesa di ulteriori dati sperimentali e/o teorici scientificamente validi che supportino diverse scelte per la combinazione della tecnica analitica e della tecnica di preparazione, si ritiene che il metodo da impiegare provvisoriamente sia quello previsto dalla DRAFT 4 rev. 2, poiché per il momento costituisce l'unico riferimento, anche se esso ancora non risulta ufficialmente adottato. Il suo impiego, tuttavia, dovrebbe essere trattato con cautela, in quanto dal presente studio è emersa l'indicazione di un arricchimento artificioso con i diametri più fini a seguito della preparazione mediante la procedura di compressione.

ALLEGATI

**DISTRIBUZIONE IN CLASSI DELLA MISURAZIONE
DEI DIAMETRI**

ALLEGATO 1

Frequenze percentuali della distribuzione dei diametri

Nelle tabelle seguenti vengono riportate le distribuzioni dei diametri per il campione B (caratterizzato da un $D_{LG} < 6 \mu\text{m}$ attraverso la scheda di sicurezza) suddivisi in classi dimensionali e la loro incidenza percentuale. L'elaborazione viene mostrata per ogni laboratorio, mettendo a confronto le determinazioni di 100 e 300 diametri, eseguite con le differenti tecniche analitiche (MOCF e SEM) e preparative (compressione e taglio).

TECNICA ANALITICA SEM E PREPARATIVA COMMINUZIONE CON BISTURI

Tabella 1: classi di frequenza percentuali di 100 diametri, del campione di lana minerale con $D_{LG} < 6 \mu\text{m}$

100 SEM

Diametri (μm)	Laboratorio 1	Laboratorio 2	Laboratorio 3	Laboratorio 4	Laboratorio 5
0-1	28%	32%	37%	30%	62%
1-2	47%	47%	55%	43%	76%
2-3	59%	53%	66%	54%	80%
3-4	63%	62%	69%	65%	83%
4-5	70%	70%	79%	73%	88%
5-6	78%	72%	83%	78%	90%
6-7	82%	77%	85%	84%	94%
7-8	86%	88%	90%	92%	94%
8-9	90%	89%	93%	94%	95%
9-10	91%	95%	95%	97%	95%
10-11	93%	96%	96%	99%	97%
11-12	96%	97%	96%	99%	98%
12-13	98%	98%	100%	100%	100%
13-14	98%	100%	100%	100%	100%
14-15	99%	100%	100%	100%	100%
15-16	99%	100%	100%	100%	100%
16-17	99%	100%	100%	100%	100%
17-18	99%	100%	100%	100%	100%
>18	100%	100%	100%	100%	100%

Tabella 2: classi di frequenza percentuali di 300 diametri, del campione di lana minerale con $D_{LG} < 6 \mu\text{m}$

300 SEM

Diametri (μm)	Laboratorio 1	Laboratorio 2	Laboratorio 3	Laboratorio 4	Laboratorio 5
0-1	30%	37%	39%	32%	57%
1-2	44%	59%	54%	49%	71%
2-3	56%	65%	62%	59%	76%
3-4	65%	69%	71%	71%	80%
4-5	69%	74%	76%	77%	83%
5-6	74%	80%	81%	81%	86%
6-7	81%	83%	84%	85%	89%
7-8	87%	86%	88%	91%	91%
8-9	91%	89%	91%	94%	93%
9-10	95%	93%	94%	97%	97%
10-11	98%	95%	96%	99%	99%
11-12	98%	97%	98%	100%	100%
12-13	99%	98%	99%	100%	100%
13-14	99%	99%	99%	100%	100%
14-15	99%	99%	100%	100%	100%
15-16	99%	100%	100%	100%	100%
16-17	100%	100%	100%	100%	100%
17-18	100%	100%	100%	100%	100%
>18	100%	100%	100%	100%	100%

TECNICA ANALITICA SEM E PREPARATIVA CON COMMUNIZIONE PRESSA COME PREVISTO DRAFT 4rev.2

Tabella 1: classi di frequenza percentuali di 100 diametri, del campione di lana minerale con $D_{LG} < 6 \mu\text{m}$

100 SEM

Diametri (μm)	Laboratorio 1	Laboratorio 2	Laboratorio 3	Laboratorio 4	Laboratorio 5
0-1	19%	22%	16%	12%	19%
1-2	29%	29%	35%	27%	30%
2-3	33%	36%	43%	33%	38%
3-4	40%	47%	49%	40%	45%
4-5	48%	53%	58%	56%	57%
5-6	59%	57%	63%	58%	65%
6-7	65%	67%	67%	71%	71%
7-8	67%	75%	70%	81%	78%
8-9	76%	80%	73%	85%	80%
9-10	85%	87%	81%	89%	82%
10-11	92%	95%	86%	90%	86%
11-12	95%	96%	90%	98%	91%
12-13	99%	98%	93%	98%	95%
13-14	99%	99%	96%	99%	98%
14-15	99%	99%	99%	99%	98%
15-16	99%	99%	99%	99%	100%
16-17	99%	99%	100%	99%	100%
17-18	99%	99%	100%	99%	100%
>18	100%	100%	100%	100%	100%

Tabella 2: classi di frequenza percentuali di 300 diametri, del campione di lana minerale con $D_{LG} < 6 \mu\text{m}$

300 SEM

Diametri (μm)	Laboratorio 1	Laboratorio 2	Laboratorio 3	Laboratorio 4	Laboratorio 5
0-1	20%	23%	22%	10%	23%
1-2	28%	35%	35%	26%	34%
2-3	30%	41%	42%	33%	41%
3-4	35%	51%	48%	44%	46%
4-5	43%	57%	55%	59%	50%
5-6	49%	62%	62%	65%	55%
6-7	56%	68%	68%	76%	62%
7-8	66%	73%	75%	85%	69%
8-9	75%	80%	78%	88%	74%
9-10	81%	86%	88%	91%	80%
10-11	87%	88%	90%	92%	85%
11-12	91%	91%	94%	98%	90%
12-13	95%	93%	96%	99%	95%
13-14	97%	95%	97%	99%	97%
14-15	97%	98%	99%	100%	98%
15-16	98%	99%	99%	100%	99%
16-17	99%	99%	99%	100%	100%
17-18	100%	99%	100%	100%	100%
>18	100%	100%	100%	100%	100%

TECNICA ANALITICA MOCF E PREPARATIVA COMMINUZIONE CON BISTURI

Tabella 1: classi di frequenza percentuali di 100 diametri, del campione di lana minerale con $D_{LG} < 6 \mu\text{m}$

100 MOCF

Diametri (μm)	Laboratorio 1	Laboratorio 2	Laboratorio 3	Laboratorio 4	Laboratorio 5
0-1	11%	13%	28%	21%	19%
1-2	22%	31%	41%	34%	30%
2-3	29%	40%	57%	48%	42%
3-4	29%	47%	63%	52%	49%
4-5	50%	56%	73%	60%	57%
5-6	50%	61%	81%	69%	63%
6-7	50%	67%	87%	75%	68%
7-8	71%	69%	95%	81%	73%
8-9	71%	76%	98%	85%	76%
9-10	88%	78%	100%	91%	82%
10-11	88%	82%	100%	94%	85%
11-12	99%	90%	100%	94%	95%
12-13	99%	94%	100%	95%	98%
13-14	99%	95%	100%	96%	98%
14-15	100%	98%	100%	99%	100%
15-16	100%	98%	100%	99%	100%
16-17	100%	98%	100%	99%	100%
17-18	100%	98%	100%	100%	100%
>18	100%	100%	100%	100%	100%

Tabella 2: classi di frequenza percentuali di 300 diametri, del campione di lana minerale con $D_{LG} < 6 \mu\text{m}$

300 MOCF

Diametri (μm)	Laboratorio 1	Laboratorio 2	Laboratorio 3	Laboratorio 4	Laboratorio 5
0-1	17%	22%	22%	15%	25%
1-2	34%	30%	35%	27%	32%
2-3	45%	40%	51%	40%	44%
3-4	45%	42%	59%	46%	50%
4-5	61%	53%	69%	56%	57%
5-6	61%	61%	73%	65%	63%
6-7	61%	72%	78%	69%	69%
7-8	75%	77%	83%	78%	75%
8-9	75%	86%	87%	80%	86%
9-10	85%	89%	93%	87%	93%
10-11	85%	90%	96%	91%	94%
11-12	96%	96%	98%	93%	97%
12-13	96%	97%	100%	97%	97%
13-14	96%	97%	100%	98%	97%
14-15	100%	99%	100%	98%	99%
15-16	100%	99%	100%	98%	100%
16-17	100%	100%	100%	99%	100%
17-18	100%	100%	100%	100%	100%
>18	100%	100%	100%	100%	100%

**TECNICA ANALITICA MOCF E PREPARATIVA CON COMMINUZIONE CON PRESSA
COME PREVISTO DRAFT 4 rev. 2**

Tabella 1: classi di frequenza percentuali di 100 diametri, del campione di lana minerale con $D_{LG} < 6 \mu\text{m}$

100 MOCF

Diametri (μm)	Laboratorio 1	Laboratorio 2	Laboratorio 3	Laboratorio 4	Laboratorio 5
0-1	14%	3%	11%	5%	11%
1-2	20%	7%	19%	9%	17%
2-3	24%	13%	29%	18%	27%
3-4	24%	14%	33%	22%	28%
4-5	37%	20%	38%	28%	33%
5-6	44%	21%	43%	33%	48%
6-7	44%	21%	49%	41%	55%
7-8	55%	26%	61%	50%	61%
8-9	58%	26%	70%	59%	75%
9-10	78%	55%	73%	76%	82%
10-11	78%	56%	78%	81%	85%
11-12	89%	76%	85%	87%	92%
12-13	89%	86%	89%	91%	95%
13-14	89%	94%	95%	92%	95%
14-15	97%	100%	97%	93%	97%
15-16	98%	100%	97%	94%	98%
16-17	98%	100%	97%	94%	98%
17-18	99%	100%	98%	96%	99%
>18	100%	100%	100%	100%	100%

Tabella 2: classi di frequenza percentuali di 300 diametri, del campione di lana minerale con $D_{LG} < 6 \mu\text{m}$

300 MOCF

Diametri (μm)	Laboratorio 1	Laboratorio 2	Laboratorio 3	Laboratorio 4	Laboratorio 5
0-1	10%	5%	18%	8%	9%
1-2	18%	8%	28%	18%	18%
2-3	24%	11%	36%	27%	30%
3-4	24%	17%	41%	34%	35%
4-5	38%	19%	47%	43%	40%
5-6	45%	21%	53%	52%	54%
6-7	45%	31%	60%	56%	61%
7-8	62%	32%	67%	64%	65%
8-9	62%	54%	75%	72%	74%
9-10	76%	57%	82%	81%	82%
10-11	76%	75%	84%	85%	85%
11-12	90%	82%	89%	88%	93%
12-13	90%	82%	90%	91%	94%
13-14	91%	94%	94%	92%	95%
14-15	98%	94%	98%	97%	98%
15-16	98%	94%	99%	98%	98%
16-17	98%	96%	99%	98%	98%
17-18	99%	96%	99%	100%	100%
>18	100%	100%	100%	100%	100%

ALLEGATO 2

Frequenze cumulate della distribuzione dei diametri

Rappresentazione grafica delle frequenze cumulate delle distribuzioni, relativamente alle misure dei diametri, per ogni laboratorio, mettendo a confronto le determinazioni di 100 e 300 diametri, differenti tecniche analitiche (MOCF e SEM) e preparative (pressa o taglio).

Figura 1 - Comminuzione con bisturi: lettura 100 diametri con tecnica MOCF

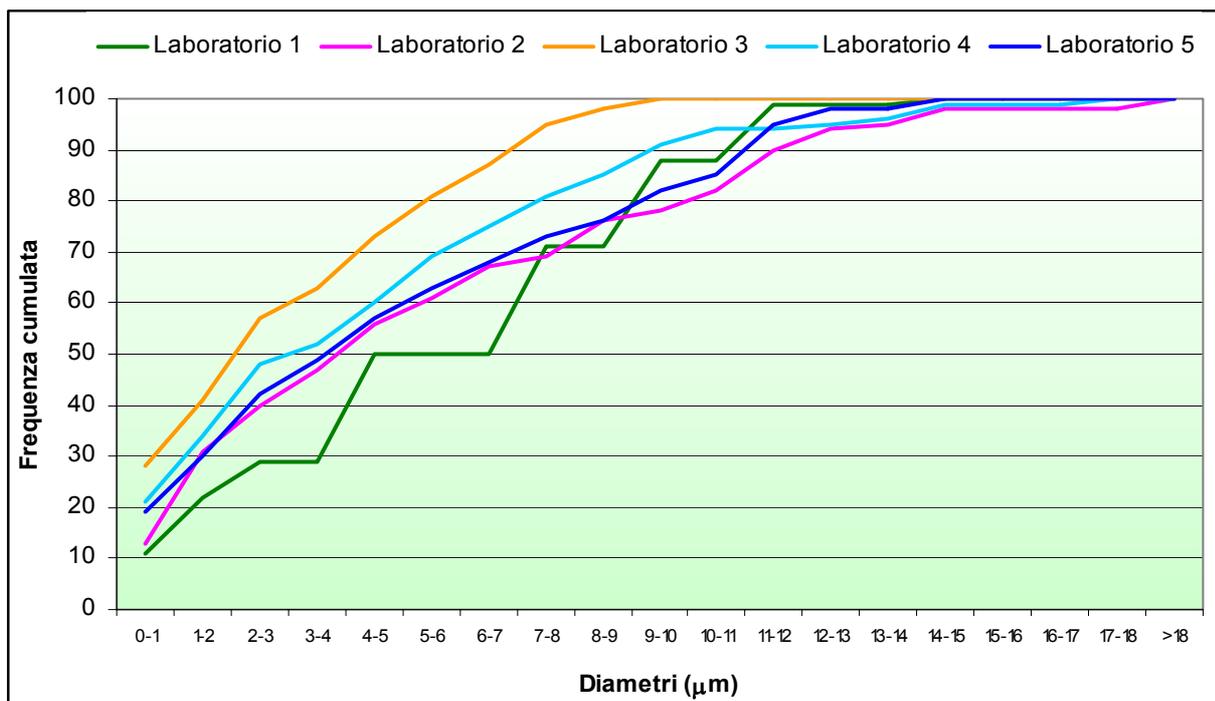


Figura 2 - Comminuzione con bisturi: lettura 100 diametri con tecnica SEM

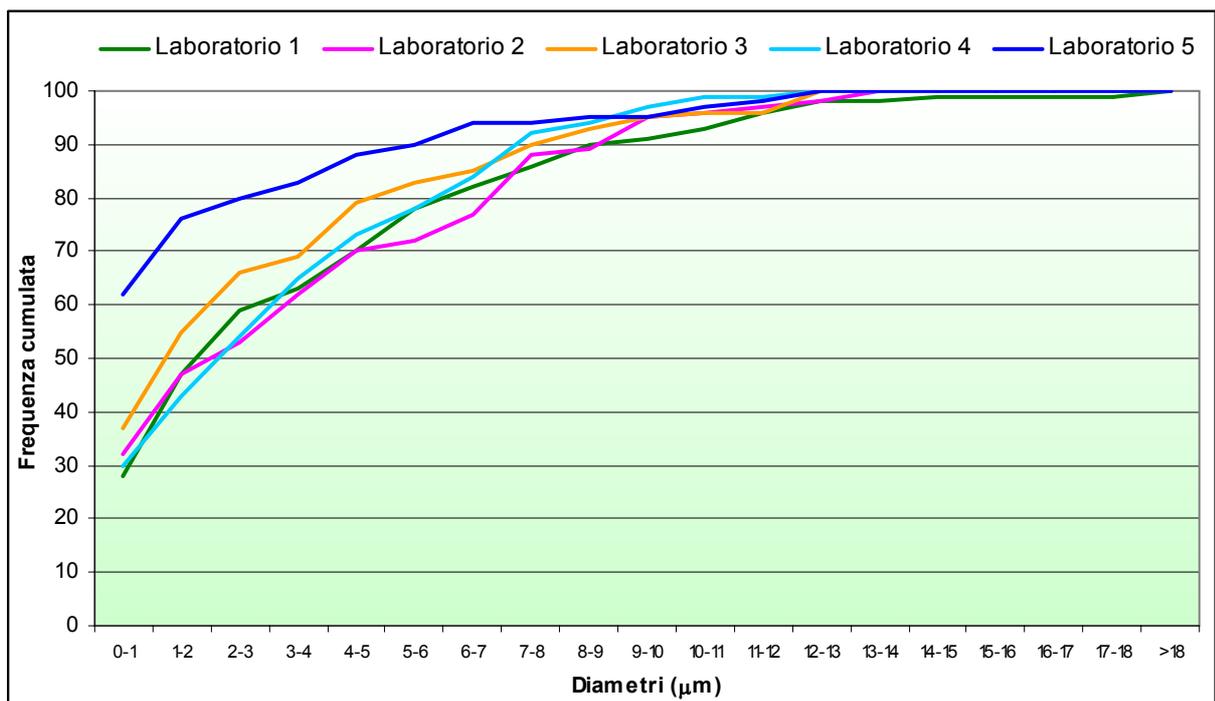


Figura 3 - Comminuzione con bisturi: lettura 300 diametri con tecnica MOCF

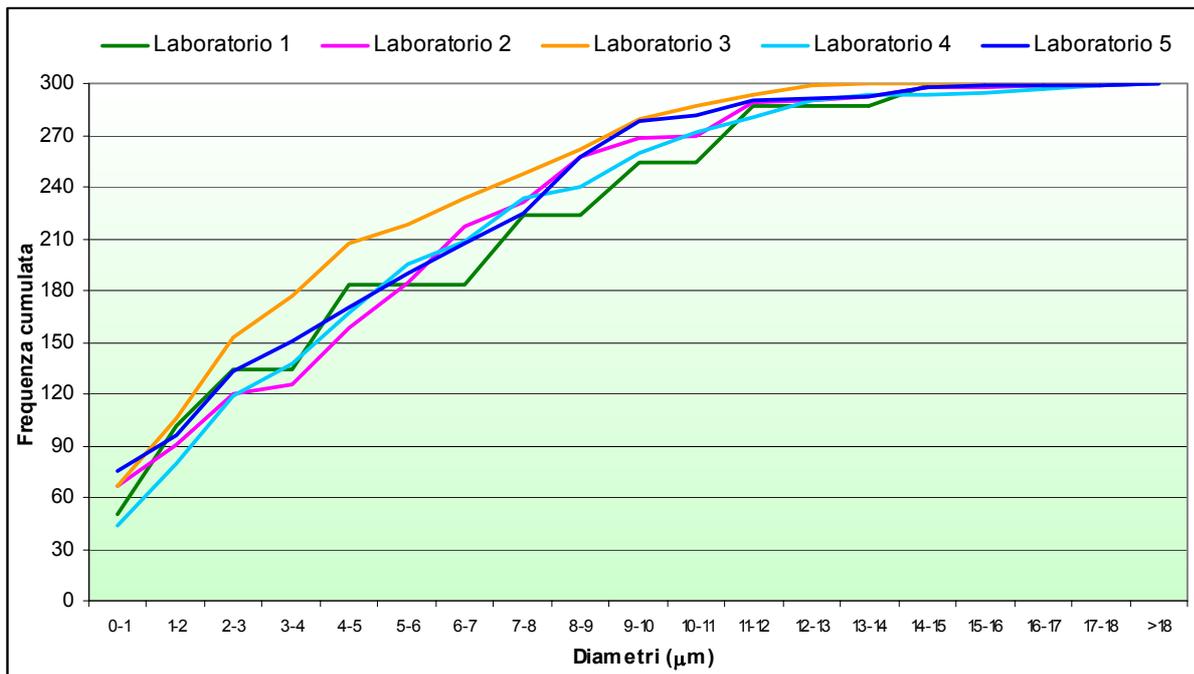


Figura 4 - Comminuzione con bisturi: lettura 300 diametri con tecnica SEM

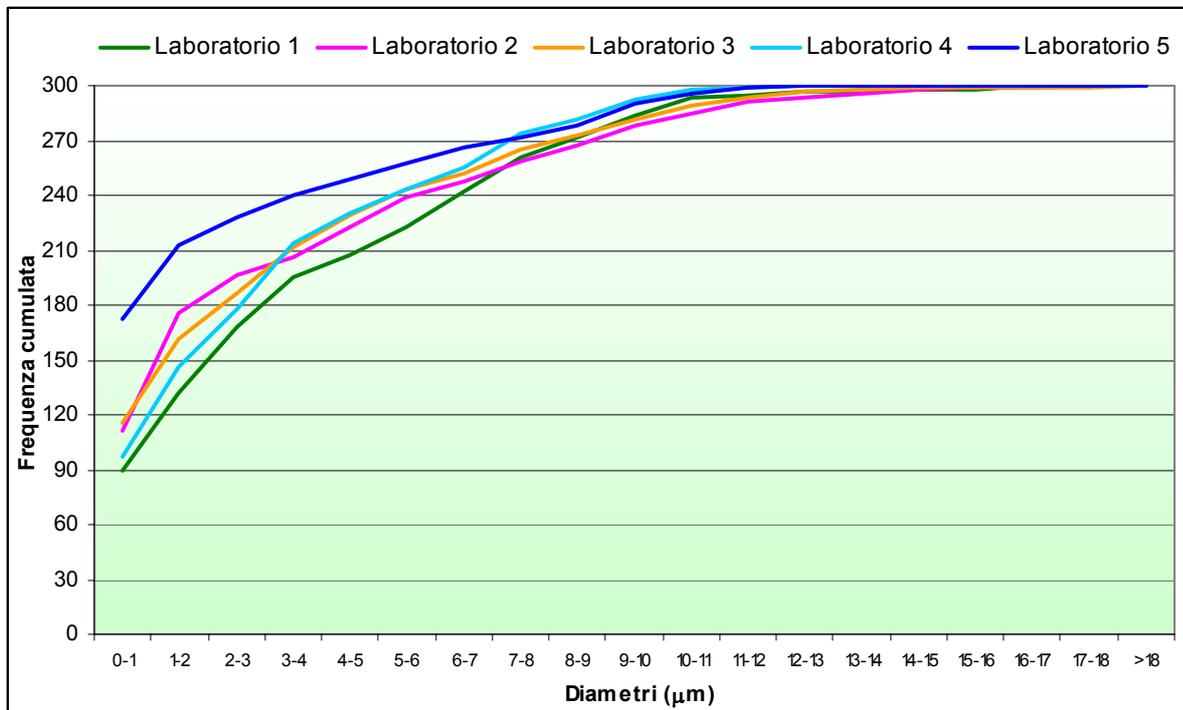


Figura 5 - Comminuzione con pressa: lettura 100 diametri con tecnica MOCF

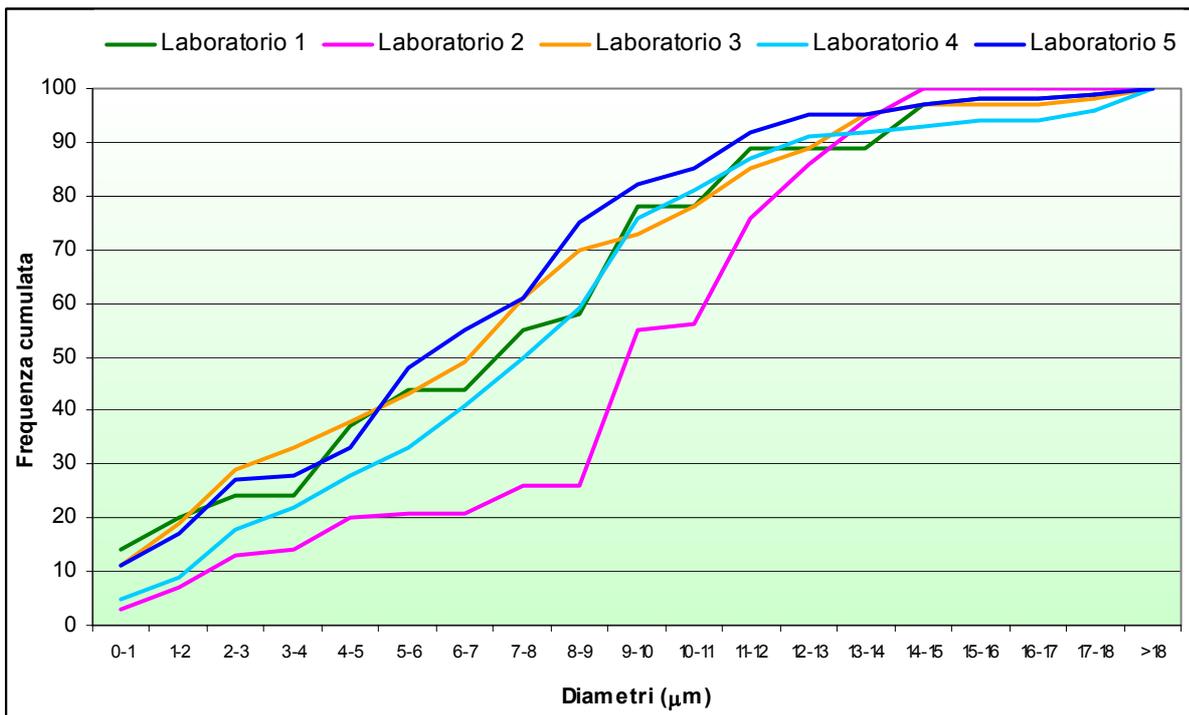


Figura 6 - Comminuzione con pressa: lettura 100 diametri con tecnica SEM

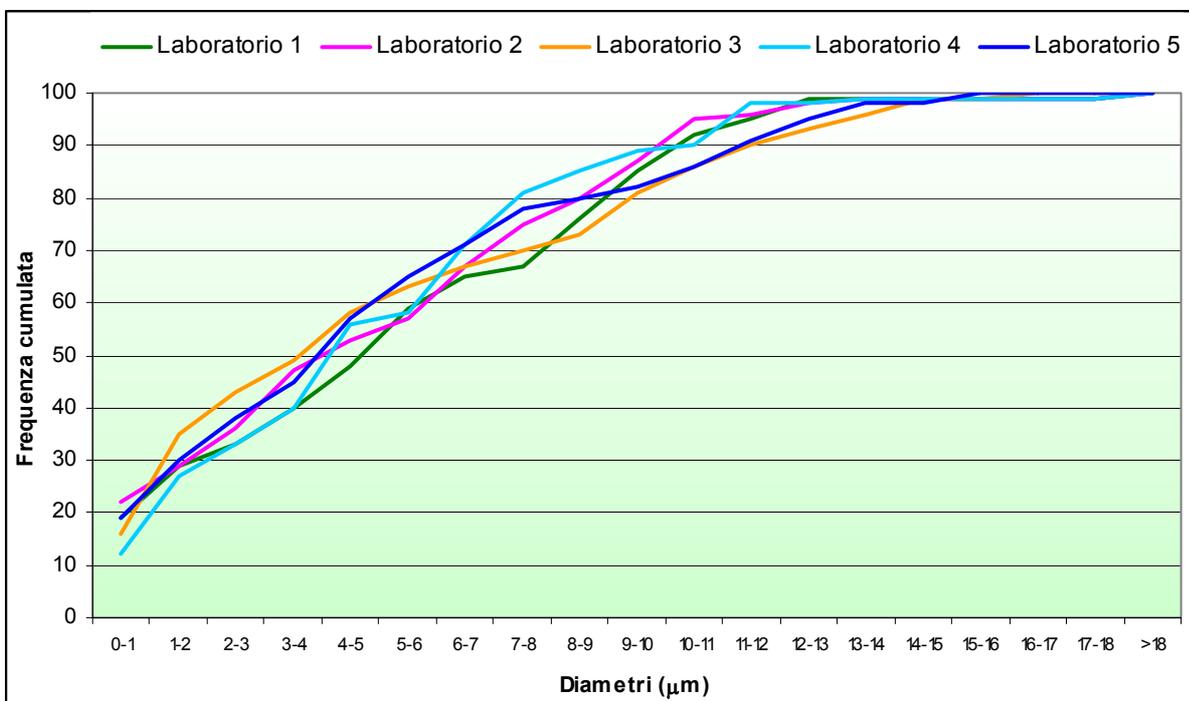


Figura 7 - Comminuzione con pressa: lettura 300 diametri con tecnica MOCF

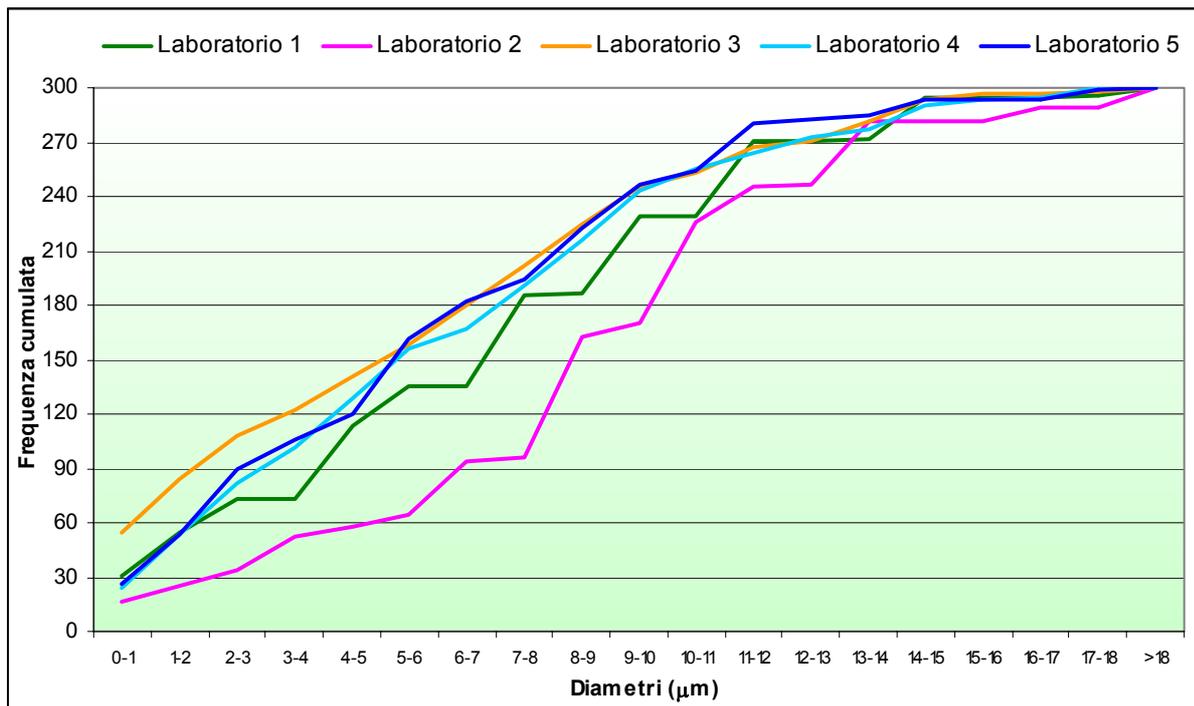


Figura 8 - Comminuzione con pressa: lettura 300 diametri con tecnica SEM

