

Poiché la dispersione tende all'instabilità, cioè a ricadere lentamente sul fondo del matraccio, essa deve essere lasciata sotto agitazione magnetica per almeno 5 min dopo ciascun prelievo e prima di effettuare il successivo. Inoltre il puntale della pipetta deve essere posizionato in modo tale da pescare sempre nella zona centrale del matraccio e, per quanto possibile, alla stessa profondità. Le aliquote note prelevate vengono trasferite su membrana in Ag mediante un dispositivo di filtrazione (punto 4.3A). L'operazione di filtrazione deve essere effettuata seguendo questo procedimento: nel serbatoio del dispositivo filtrante vengono posti preliminarmente ca. 3 mL di acqua distillata e filtrata, a questa vengono aggiunte le aliquote note della dispersione madre e quindi si innescia l'aspirazione necessaria alla filtrazione. Dopo la prima filtrazione le pareti del serbatoio vengono lavate 5 - 6 volte con acqua.

5.4A Misure al diffrattometro.

Le condizioni operative variano in funzione del tipo di apparecchiatura disponibile. Utilizzare in ogni caso una velocità del goniometro sufficientemente bassa (1/4 o 1/8 di grado al minuto). In Tabella n. 3 sono riportate a titolo esemplificativo sia le condizioni operative di un diffrattometro munito di contatore proporzionale con discriminatore di energia e di portacampioni rotante, sia i parametri di misura per i picchi analitici dei vari tipi di amianto e dell'argento (relativi alla $K\alpha$ del Cu).

Effettuare la scansione goniometrica dei picchi analitici degli amianti e dell'argento integrando il segnale tra il primo fondo e il secondo fondo opportunamente scelti, per ottenere l'intensità del picco (I_p^a).

Misurare il segnale del primo fondo (a goniometro fermo) per un tempo pari alla metà del tempo totale di integrazione del picco corrispondente, per ottenere l'intensità del fondo (I_{f1}^a).

Misurare il segnale del secondo fondo (a goniometro fermo) per un tempo pari alla metà del tempo totale di integrazione del picco corrispondente, per ottenere l'intensità del fondo (I_{f2}^a).

Per la correzione dell'assorbimento di massa (vedere punto 5.6A), la stessa procedura deve essere eseguita sul picco relativo all'argento prima del deposito del campione sul filtro, cioè sul filtro bianco. In alternativa, la misura dell'intensità del picco non attenuato dell'argento può essere fatta sul retro del filtro dopo la deposizione del campione. Una terza possibilità, che è anche la più conveniente, prevede, per ogni scatola (batch) di filtri di argento, tale misura su almeno 6 membrane vergini, di cui si farà la media che varrà per tutto il batch in questione.

Da tale misura si otterranno i valori:

$$I_{0,p}^{Ag}, \quad I_{0,f1}^{Ag}, \quad I_{0,f2}^{Ag}.$$

Dalla misura del picco attenuato dell'argento si otterranno i valori:

$$I_p^{Ag}, \quad I_{f1}^{Ag}, \quad I_{f2}^{Ag}.$$

5.5A Calcoli.

Calcolare le intensità nette (I_n) dei picchi analitici dell'amianto e dell'argento mediante le relazioni:

$$I_n^a = I_p^a - (I_{f1}^a + I_{f2}^a) \quad (\text{picco analitico dell'amianto})$$

$$I_n^{Ag} = I_p^{Ag} - (I_{f1}^{Ag} + I_{f2}^{Ag}) \quad (\text{picco analitico dell'argento in presenza del campione})$$

$$I_{0,n}^{Ag} = I_{0,p}^{Ag} - (I_{0,f1}^{Ag} + I_{0,f2}^{Ag}) \quad (\text{picco analitico dell'argento in assenza del campione})$$

5.6A Curva di taratura.

La retta di taratura è rappresentata dalla seguente relazione:

$$I_{corr}^a = m \cdot X + b$$

dove:

m = pendenza della retta

b = intercetta della retta

X = contenuto in massa di amianto

$$I_{corr}^a = I_n^a \cdot \Gamma$$

ove il fattore di correzione Γ dell'attenuazione dell'intensità diffratta dall'analita è:

$$\Gamma = (R \cdot \ln T_n) / (1 - T_n^R)$$

con

$$R = \sin \theta_{Ag} / \sin \theta_X \quad \text{e} \quad T_n = I_n^{Ag} / I_{0,n}^{Ag}$$

Nelle formule, θ_{Ag} e θ_X sono gli angoli di diffrazione rispettivamente dell'argento e dell'analita.