

L'attenuazione è provocata dall'assorbimento dei raggi X da parte del campione. Quando tale effetto non è trascurabile occorre effettuare la correzione. Nella Tabella n. 4 viene mostrato sia l'effetto di attenuazione riscontrato sperimentalmente a carico dell'intensità dei picchi analitici del crisotilo o della crocidolite da parte di varie matrici minerali, sia il risultato della correzione.

6A) Espressione dei risultati.

La percentuale di amianto presente nel campione sarà:

$$X(\%) = \frac{(I_{\text{cor}} - b)}{m \cdot W} \cdot 100$$

dove W è la massa totale di polvere sul filtro d'argento.

7A) Interferenze.

Teoricamente le fasi cristalline che possono interferire sui picchi analitici degli amianti sono moltissime. In pratica è sufficiente prendere in considerazione solo le sostanze che più comunemente si trovano associate all'amianto nei principali prodotti industriali.

I minerali non fibrosi di serpentino (lizardite o antigorite), i quali hanno la stessa struttura cristallina del crisotilo, costituiscono un'interferenza non eliminabile. Il problema tuttavia è limitato ai casi in cui i campioni da analizzare provengano dalle attività minerarie di estrazione del crisotilo.

L'alite, minerale di base nella produzione di manufatti di amianto-cemento, nei quali viene utilizzato quasi esclusivamente crisotilo, non produce interferenze sui due principali picchi analitici di questa forma di amianto.

Il gesso può interferire sul picco del crisotilo a 0,33 nm ma non sul picco secondario (0,36 nm).

Il caolino può interferire su entrambi i picchi del crisotilo, ma il disturbo sembra essere significativo solo per campioni aventi un contenuto in caolino superiore al 10%.

La clorite potrebbe interferire su entrambi i picchi del crisotilo ma è possibile la separazione analitica dei suoi picchi da quelli del crisotilo, rallentando adeguatamente la velocità di scansione nell'intorno della zona di uscita dei picchi che interessano.

Anche per la crocidolite o l'amosite, i corrispondenti minerali non fibrosi costituiscono un'interferenza non eliminabile, tuttavia la presenza di questi minerali nei campioni reali è molto rara.

In generale la distinzione tra crocidolite o amosite, quando sono presenti contemporaneamente (e questo può avvenire per taluni prodotti isolanti), risulta difficoltosa e si può tentare ricorrendo ai picchi secondari a 0,36 nm e 0,32 nm per l'amosite, e a 0,31 nm per la crocidolite, utilizzando il metodo della bassa velocità di scansione.

Altri minerali che possono trovarsi associati all'amianto in vari prodotti possono essere eliminati con adatti trattamenti chimici, ad esempio un trattamento con acido debole decompone i carbonati.

B) Microscopia elettronica analitica a scansione (per percentuali di amianto comprese fra le 100 ppm e l'1%).

1B) Oggetto e campo di applicazione.

Descrizione di un metodo per la determinazione, mediante microscopia elettronica analitica a scansione, della concentrazione (massa/massa) di amianto (crisotilo, crocidolite, amosite, tremolite) in campioni massivi, quali il cemento-amianto, o polverulenti, quali polveri di talco.

Il metodo è applicabile per concentrazioni di amianto comprese fra le 100 ppm (0,01%) e le 10000 ppm (1%) o superiori; l'intervallo in cui il metodo fornisce risultati quantitativi è compreso fra le 1000 ppm e le 10000 ppm o superiori.

Per concentrazioni di amianto inferiori alle 1000 ppm il metodo fornisce risultati semiquantitativi (vedi successivo punto 5.7B).

La sensibilità della metodica dipende da vari fattori: condizioni di lavoro del microscopio, area di deposizione del campione sul filtro di lavoro, numero di campi di lettura fissati sul filtro, in ogni caso si può stimare una sensibilità di circa 100 ppm quando il campione sia costituito da circa 0,1 mg di materiale depositato su un'area di circa 300 mm² (superficie circolare di circa 1 cm di raggio) e vengano letti 400 campi a 2000x (vedi successivo punto 5.7B).

2B) Principio del metodo.

Sospensione di una quantità non inferiore a 0,1 mg del campione polverulento in un volume noto di soluzione disperdente costituita da un tensioattivo in acqua deionizzata e filtrata. Se il campione da analizzare è un campione in massa viene ottenuta, per mezzo di una opportuna macinazione, la sua comminazione fino a che lo spettro granulometrico del particolato prodotto è compreso nell'intervallo fra 10 e 100 µm.

Filtrazione di un volume della sospensione contenente almeno 0,1 mg del campione su un filtro in polycarbonato a foro passante, di 0,4 - 0,8 µm di porosità, di 25 mm di diametro.

Montaggio del filtro su un portacampioni per SEM e metallizzazione della sua superficie con Au mediante sputtering catodico.

Lettura a 1000 - 2000 ingrandimenti di un numero di campi microscopici adeguato al limite di rivelabilità richiesto, tipicamente fra 200 e 400 campi.

Riconoscimento mediante spettroscopia X a dispersione di energia delle fibre di amianto presenti e misura delle loro dimensioni.

Calcolo dei volumi e dei corrispondenti pesi delle fibre di amianto utilizzando i pesi specifici dei minerali corrispondenti.