

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'Au. In ogni caso l'immagine in elettroni secondari del filtro risulterà di minore qualità a causa del più basso coefficiente di emissione secondaria del carbonio rispetto all'Au.

5.4B Scelta delle condizioni strumentali.

Il potere risolutivo di un SEM è molto elevato (si può valutare intorno ai 5 nm), tuttavia, con campioni del tipo di quelli descritti, ad un ingrandimento di lavoro (1000-2000X) che permetta tempi di analisi non eccessivamente lunghi e con condizioni strumentali compatibili con una buona risoluzione analitica (efficienza di produzione e rivelazione di raggi X elevate) risultano rivelabili e classificabili fibre intorno a 0.1 µm di spessore.

Condizioni strumentali in grado di assicurare tali prestazioni corrispondono a: una energia del fascio incidente fra 20 e 30 KeV; una distanza di lavoro tipicamente dai 12 ai 25 mm e comunque tale da massimizzare l'efficienza di raccolta dei raggi X da parte del rivelatore; un angolo di tilt compatibile con la geometria del rivelatore dei raggi X, se tale angolo è diverso da zero ne va tenuto conto nella valutazione delle dimensioni delle fibre.

Fissare l'ingrandimento di lavoro fra 1000 e 2000X; valutare la superficie corrispondente ad un campo di lettura all'ingrandimento fissato (tipicamente a 2000X questa risulta intorno a 2500 µm² e a 1000X intorno a 10000 µm² per cui occorrono rispettivamente circa 400 e circa 100 campi di lettura per esplorare 1 mm² del filtro); osservare il filtro in elettroni secondari utilizzando il «modo» TV.

5.5B Lettura del filtro e determinazione delle dimensioni delle fibre di amianto.

In funzione dell'ingrandimento di lavoro fissato leggere un numero di campi sufficienti almeno ad esplorare circa 1 mm² del filtro (tipicamente a 2000X occorrono 400 campi). Scegliere i campi di lettura in modo da esplorare tutta la superficie del filtro evitando la sovrapposizione dei campi stessi. È consigliabile a tal fine seguire un percorso sistematico sul filtro secondo un qualche schema prestabilito.

Prendere in considerazione, nell'analisi del filtro, tutte le fibre o gli aggregati di fibre o gli aggregati di fibre con altro materiale; valutare, utilizzando i riferimenti dimensionali disponibili sullo schermo, la lunghezza e la larghezza di ciascuna fibra risolvibile con il SEM (non considerare in tale valutazione eventuali particelle di altra natura occasionalmente sovrapposte od aggregate alle fibre). Le fibre che non giacciono completamente nel campo di lettura vanno considerate solo per la parte compresa nel campo stesso.

Identificare e classificare le fibre in base alla loro morfologia ed alla loro composizione; in linea generale per la classificazione delle varietà minerali degli amianti sarà sufficiente una analisi qualitativa con riconoscimento, nello spettro X della fibra, delle righe degli elementi caratteristici con le attese intensità relative (generalmente saranno presenti sullo spettro anche righe più deboli corrispondenti ad elementi, come Fe, Al, Mn, presenti in tracce); tener presente che se sulla fibra o sull'aggregato di fibre di amianto è depositato o aggregato materiale di altra natura (non necessariamente evidente sull'immagine elettromicroscopica), le righe X degli elementi presenti nella composizione del materiale appaiono sullo spettro finale.

5.6B Elaborazione dei dati, calcolo della concentrazione di amianto e valutazione dell'errore.

Valutare il volume di ciascuna fibra e aggregato di fibre d'amianto approssimando la morfologia delle particelle a cilindri di altezza pari alla lunghezza e diametro pari alla larghezza misurati.

Valutare la massa delle fibre utilizzando una densità di 2.6 gr/cm³ per il crisotilo e 3.0 gr/cm³ per gli anfiboli.

Calcolare la concentrazione C dell'amianto nel campione (espressa in ppm) mediante la:

$$C = \frac{A \cdot (p_c + p_a)}{n \cdot a \cdot P} \cdot 10^{-6} \text{ ppm} \quad (a)$$

dove:

- A = area effettiva del filtro (mm²);
- a = area del campo di lettura (mm²);
- n = numero campi di lettura;
- P = peso totale del campione depositato sul filtro (mg);
- p_c = d_c · Σ_i v_i = peso totale fibre di crisotilo (mg);
- d_c = densità del crisotilo (gr/cm³ = mg/mm³);
- v_i = volume dell'i-esima fibra di crisotilo (mm³);
- p_a = d_a · Σ_j v_j = peso totale fibre di anfibolo (mg);
- d_a = densità degli anfiboli (gr/cm³ = mg/mm³);
- v_j = volume dell'j-esima fibra di anfibolo (mm³).

L'errore sperimentale nella misura della concentrazione C di amianto nel campione è essenzialmente dovuto alla statistica del campionamento delle fibre durante la lettura del filtro (il numero N delle fibre campionate su una data superficie presenta una distribuzione Poissoniana se le fibre sono distribuite in modo casuale sul filtro) e alla larghezza dello spettro granulometrico delle fibre contenute nel campione (lo spettro granulometrico delle fibre di amianto prodotte nella macinazione di un campione generalmente è descritto bene da una distribuzione lognormale). Per valutare