

Significatività delle misure di concentrazione.

Una valutazione dell'errore standard e_s/\bar{C} mediante l'equazione (e) è significativa solo se il numero N delle fibre individuate è sufficiente a rientrare nel limite dei grandi numeri (≥ 30), numeri minori non permettono una stima significativa né della media né della deviazione standard di una distribuzione.

Per numeri N di fibre maggiori di 30 la equazione (f) permette una valutazione della significatività dei valori di concentrazione C ottenuti con il metodo.

In tabella n. 5 è riportato l'errore sperimentale sulla concentrazione, $\Delta C/C$, calcolato in base alla equazione (f) adottando indicativamente, per l'errore standard e_s/\bar{C} , un valore di 0,3 compatibile con i dati sperimentali rintracciabili nella letteratura scientifica del settore.

I dati riportati nella tabella n. 5 indicano che la metodica descritta nell'intervallo di concentrazioni che vanno da circa 100 ppm a circa 1000 ppm di amianto può fornire solo risultati qualitativi.

Stime quantitative della concentrazione di amianto sono ottenibili con concentrazioni maggiori a 1000 ppm o, alternativamente, modificando la metodica per aumentare il numero totale di fibre campionate.

Definizioni, abbreviazioni e simboli

Amianto o Asbesto	termine generico comprendente alcuni minerali naturali rappresentati da silicati idrati facilmente separabili in fibre sottili, flessibili, resistenti alla trazione o al calore e chimicamente inerti. I minerali definiti come amianto comprendono le varietà asbestiformi del serpentino (crisotilo), della riebeckite (crocidolite), della serie cummingtonite grunerite (amosite), della antofillite, della tremolite e della actinolite.
Asbestiforme	Tipo specifico di fibrosità minerale in cui le fibre posseggono elevata resistenza alla trazione o flessibilità.
Filtro d'argento	Membrana di argento metallico avente struttura porosa.
DRX	Diffrattometria a Raggi X.
LLD	Limite inferiore di rivelabilità.
UICC	Union International Contre le Cancer (Unione Internazionale contro il cancro).
K α Cu	Riga di riferimento dell'anticalodo di rame.
θ	Angolo di diffrazione.
I_p	Intensità del picco totale.
I_{t1}	Intensità del primo fondo.
I_{t2}	Intensità del secondo fondo.
I_n	Intensità del picco netto.
I_n^a	Intensità del picco dell'argento nel filtro vergine.
I_{corr}	Intensità corretta del picco netto.
k	Fattore di correzione.
I_n	Trasmittanza del campione.
R	Rapporto tra il seno dell'angolo di diffrazione dell'argento o il seno dell'angolo di diffrazione dell'analita.
cps	Colpi per secondo (unità di misura dell'intensità di un picco di diffrazione).
X	Peso dell'amianto contenuto nella polvere depositata sul filtro d'argento.
W	Peso totale della polvere depositata sul filtro d'argento.
Aggregato di amianto	particella costituita da più fibre aggregate a formare fasci o oggetti di forma complessiva non fibrosa.
SEM	microscopio elettronico a scansione.
ppm	parti per milione.
crisotilo:	amianto costituito dalla varietà fibrosa del serpentino (filosilicato costituito da silicato di Mg).
crocidolite:	amianto costituito dalla varietà fibrosa della riebeckite (anfibolo costituito da silicato di Na e Fe).
amosite	amianto costituito dalla varietà fibrosa della cummingtonite (anfibolo costituito da silicato di Mg e Fe).
tremolite	anfibolo costituito da silicato di Mg e Ca.

Tabella n. 1a - Limiti inferiori di rivelabilità delle varie forme di amianto puro e inoltre della crocidolite in differenti matrici

Componente	LLD (μg)
Crisotilo	7.4
Amosite	6.3
Crocidolite	4.2
Croc. in Talco	5.3
Croc. in Cemento Portland	5.0
Croc. in SiO_2	5.0

Tempo di integrazione del picco analitico principale: 400 secondi.

Area di deposizione sul filtro d'argento: 1.0 cm^2 .

Peso totale dei campioni in matrice: 0.5 mg

Tabella n. 1b Limiti inferiori di rivelabilità del crisotilo puro e in differenti matrici.

Componente	LLD (μg)
Crisotilo puro	2.2
in Talco	2.7
in Cemento Portland	2.7
in SiO_2	3.1
in SiO_2	3.5

Tempo di integrazione del picco analitico principale: 1000 secondi

Area di deposizione sul filtro d'argento: 1.0 cm^2 .

Peso totale dei campioni in matrice: 0.5 mg

Tabella n. 2 - Risposta diffrattometrica e granulometria dei campioni.

Tempo di maturazione	cps per 400 μg <i>ma</i> (s)	lunghezza μm <i>mg</i> (sg)	diametro μm <i>mg</i> (sg)	volume μm^3 <i>mg</i> (sg)
0'	11.5 (2.1)	37 (2.8)	4.3 (2.2)	666 (770)
5'	16.6 (1.1)	27 (2.1)	2.4 (1.8)	155 (233)
15'	14.5 (0.8)	17 (0.9)	1.4 (2.2)	37 (104)
30'	13.8 (1.0)	16 (2.1)	1.2 (2.1)	24 (80)
45'	13.2 (0.8)	16 (2.1)	0.8 (2.1)	12 (53)

mg media geometrica

sg deviazione standard geometrica

ma media aritmetica

s deviazione standard

Tabella n. 3 - Condizioni operative e parametri di misura al diffrattometro.

Condizioni operative		
Tubo di rame. Eccitazione: 40 KV - 45 mA.		
Finestra di Nichel.		
Slit in entrata: 1° - Receiving slit: 0,2 mm - Scatter slit: 1°.		
Campionatore rotante. Velocità di rotazione: 100 giri/min.		
Velocità di scansione: (1/4)°/min.		
Tempo di integrazione: 400 sec.		
Parametri di misura		
Componente	Picco analitico (2 θ)	Intervallo scansione* (2 θ)
Crisotilo	12,04	11,20 - 12,87
Crocidolite	10,49	9,65 - 11,32
Amosite	10,28	9,44 - 11,11
Argento	38,05	37,22 - 38,89

(*) Riferiti alla $k\alpha$ del Cu: $\lambda = 0.154178$ nm.

Tabella n. 4 - Pendenze delle curve di calibrazione del crisotilo e della crocidolite in matrice prima e dopo la correzione per l'assorbimento.

Componente	Pendenza (cps/ μ g)	
	non corretta	corretta
Crisotilo puro	0.66	—
in Talco	0.50	0.57
in Cemento Portland	0.56	0.64
in SiO ₂	0.47	0.56
in TiO ₂	0.44	0.55
Crocidolite pura	0.92	—
in Talco	0.71	0.94
in Cemento Portland	0.73	0.89
in SiO ₂	0.63	0.88

Tabella n. 5.

N	4	8	16	32	64	100	400
$\Delta N/N$	0.5	0.35	0.25	0.18	0.13	0.10	0.05
$e_{\lambda f}$				0.3	0.3	0.3	0.3
$\Delta C/C$				0.48	0.46	0.40	0.35
C (ppm) (a)	120	250	500	1000	2000	3000	≈ 1%

(a) I valori di concentrazioni in ppm riportati sono stati calcolati mediante lo stesso fattore di conversione da numero di fibre a peso usato nel punto precedente.

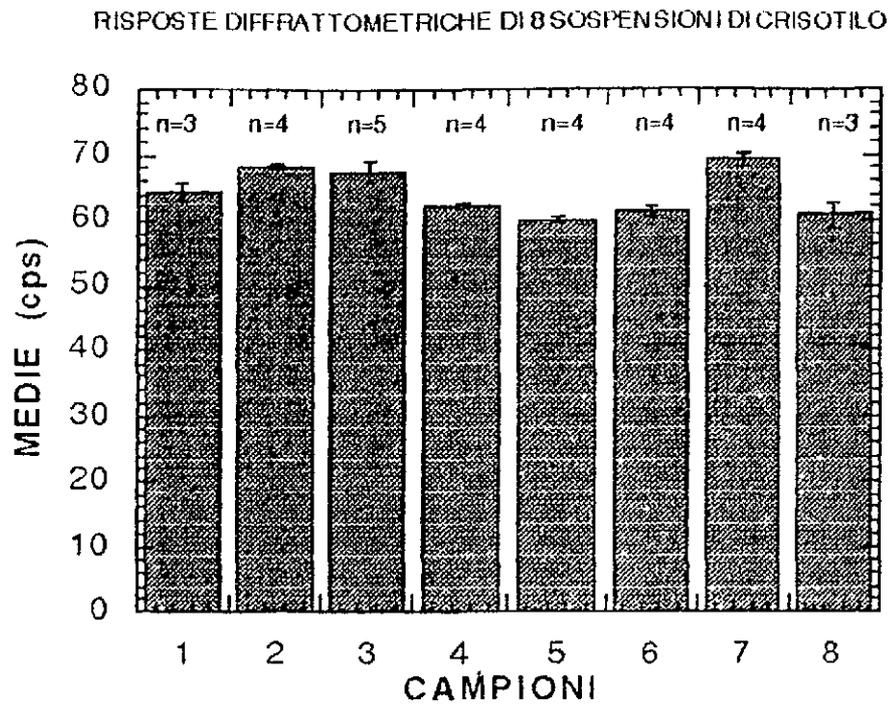


Figura 1

Risposte diffrattometriche di 31 campioni di crisotilo puro (100 μg) provenienti da 8 diverse sospensioni; n indica il numero di campioni preparati da ciascuna sospensione mentre il trattino verticale è una misura, nella stessa scala dell'asse delle ordinate, dell'errore standard associato alla media.

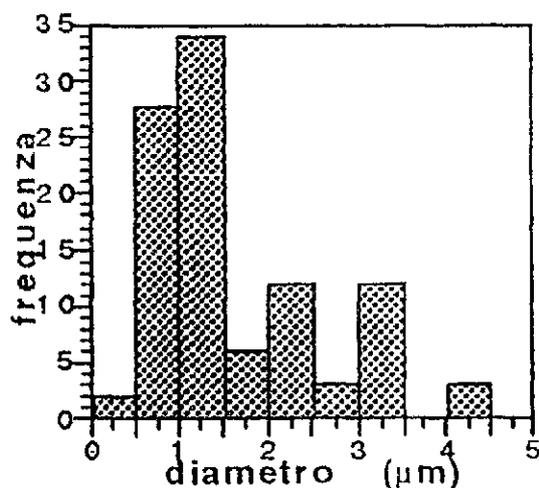


Figura 2

Distribuzione dei diametri delle fibre di crisotilo dopo 30 minuti di macinazione.

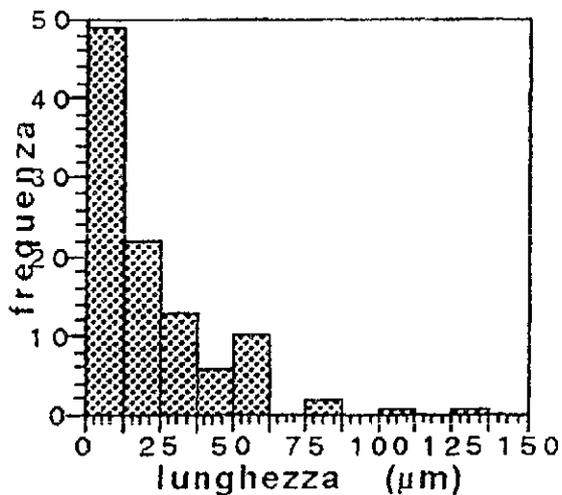


Figura 3

Distribuzione delle lunghezze delle fibre di crisotilo dopo 30 minuti di macinazione.

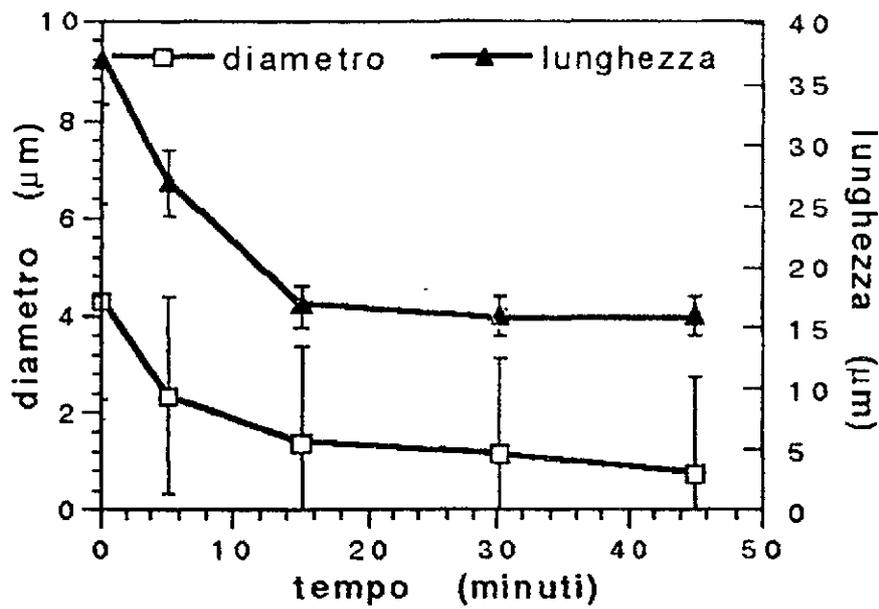


figura 4

Cinetica di comminuzione delle fibre di crisotilo.

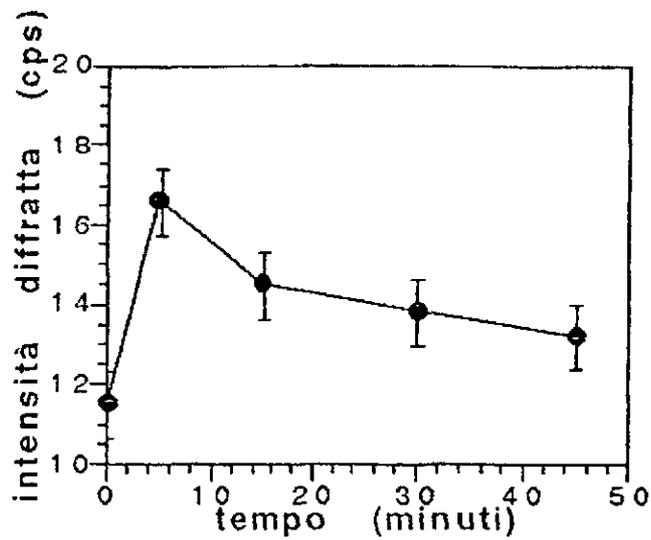


Figura 5

Risposta diffrattometrica del crisotilo in funzione del tempo di macinazione.
I dati si riferiscono a campioni di 400 µg di amianto-cemento.