

ДОДАТОК 2.1.F (обов'язковий). Ідентифікація азбесту за допомогою ПЕМ у комерційних матеріалах.

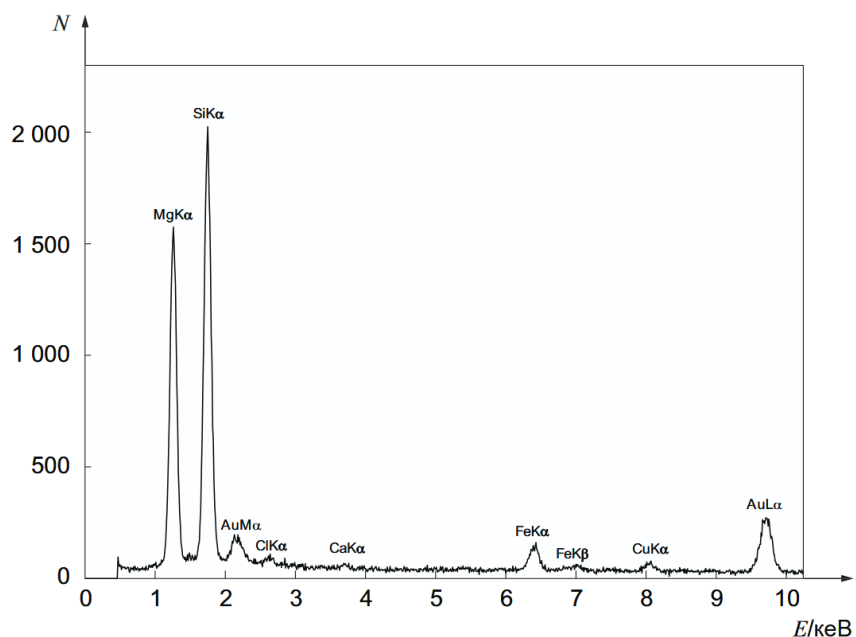
F.1 Загальні положення

Для ідентифікації азбесту у деяких типах сипких матеріалів, особливо для тих, у яких дослідження методом ПСМ дає неоднозначні результати, дослідження за допомогою ПЕМ зазвичай може вирішити неоднозначності та забезпечити остаточну ідентифікацію волокон. У більшості випадків отримання ЕДРА-спектра забезпечує достатні докази для ідентифікації будь-якого різновиду азбесту. Однак розрізнення тальку та антофіліту не може бути надійно виконане лише на основі ЕДРА-спектра, оскільки хімічний склад цих двох мінералів дуже схожий. Електронна дифракція дозволяє розрізнити тальк та антофіліт на основі їхніх різних кристалічних структур.

F.2 ЕДРА аналіз

На рисунках F.1-F.11 наведено приклади ЕДРА-спектрів, отриманих на ПЕМ, що працював за напруги 80 кВ з використанням кремнієвого твердотільного детектора з берилієвим вікном. Проби для ПЕМ були підготовлені методом мікропіпетки з референсних зразків азбесту SRM 1866, SRM 1867 та HSE. Всі проби були підготовлені з використанням золотих сіток, щоб уникнути перешкод у виявленні піку $\text{Na K}\alpha$ які виникли б через часткове перекривання піком $\text{Cu L}\alpha$, якби для проб використовували мідні сітки.

Перед використанням цього стандарту, отримують калібрувальні спектри з референсних зразків, використовуючи фактичну прискорювальну напругу та конкретний рентгенівський детектор.

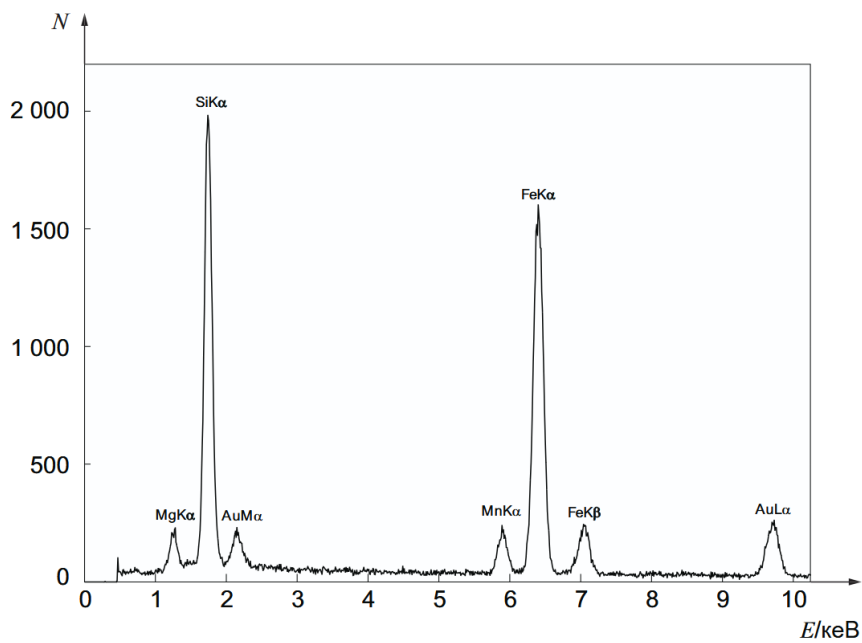


Умовні позначки:

N — кількість;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Рисунок F.1 — Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий із хризотилу SRM 1866. Піки золота та маленькі піки міді походять від золотої сітки проби

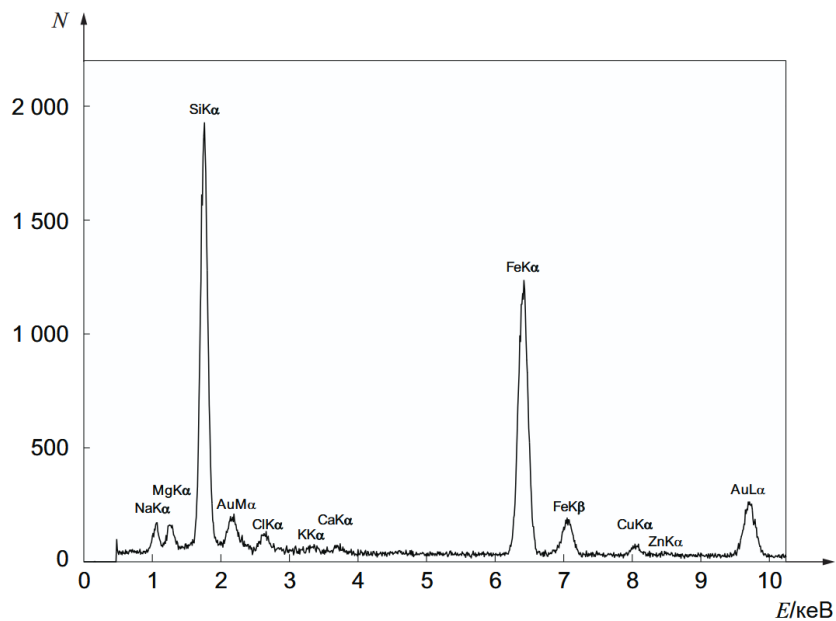


Умовні позначки:

N — кількість;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Рисунок F.2 — Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з амоситу SRM 1866. Піки золота походять від золотої сітки проби

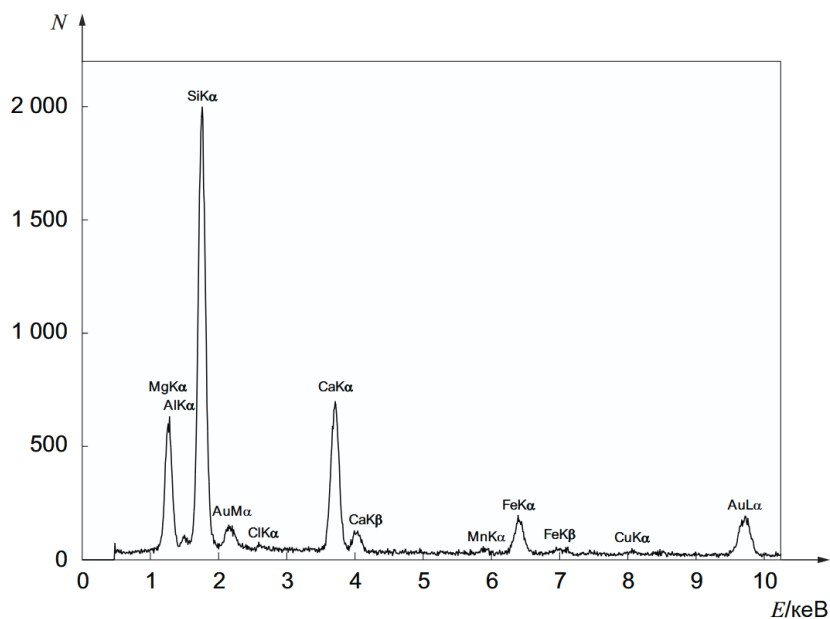


Умовні позначки:

N — кількість;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Рисунок F.3 — Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з крокідоліту SRM 1866. Піки золота та маленькі піки міді походять від золотої сітки проби

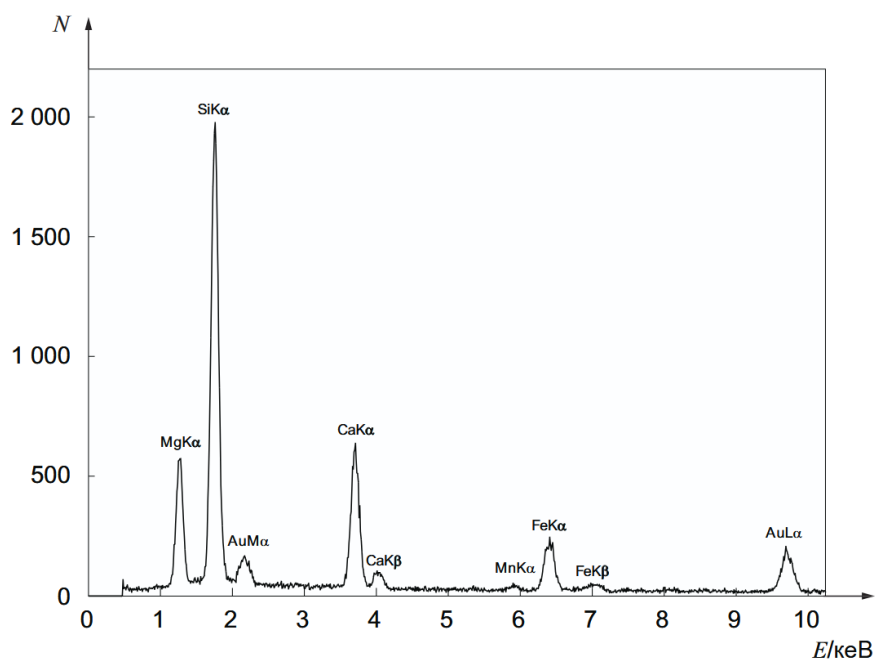


Умовні позначки:

N — кількість;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Рисунок F.4 — Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з тремоліту SRM 1867. Піки золота та маленькі піки міді походять від золотої сітки проби

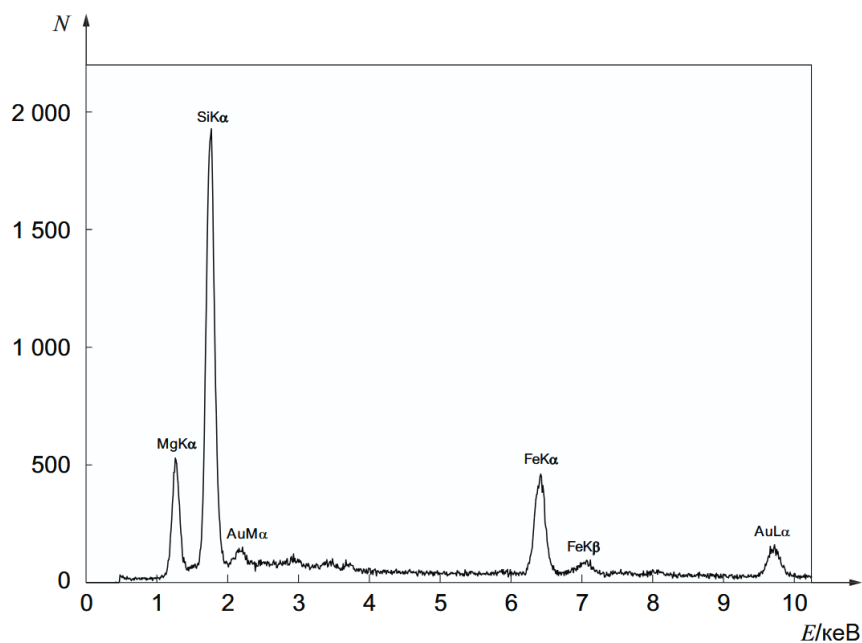


Умовні позначки:

N — кількість;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Рисунок F.5 — Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з актиноліту SRM 1867. Піки золота походять від золотої сітки проби

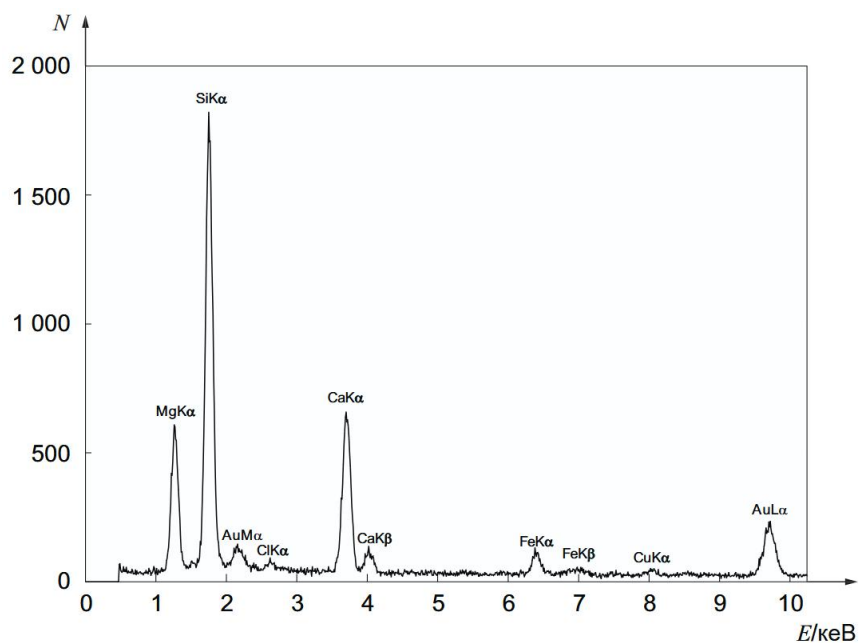


Умовні позначки:

N — кількість;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Рисунок F.6 — Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з антофіліту SRM 1867. Піки золота походять від золотої сітки проби

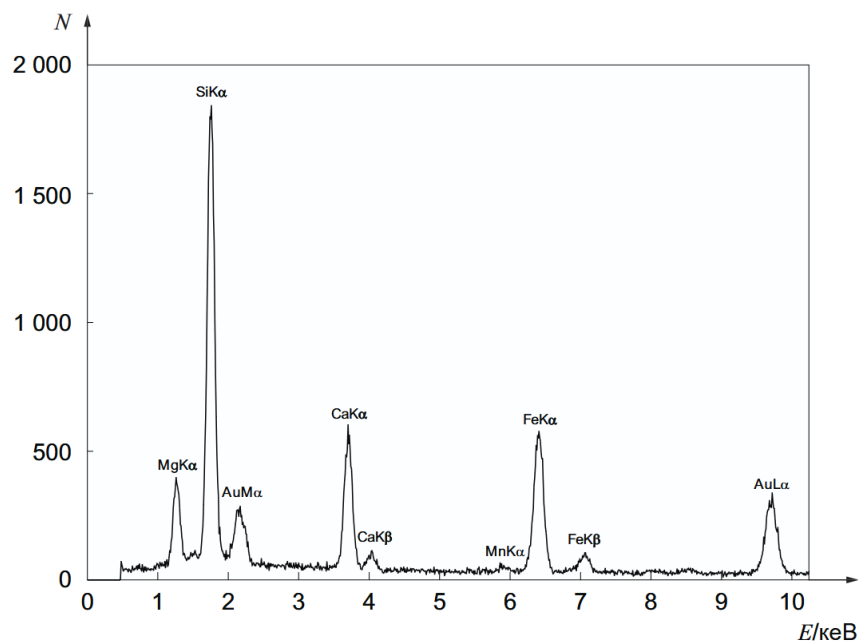


Умовні позначки:

N — кількість;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Рисунок F.7 — Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з тремоліту HSE. Піки золота та маленькі піки міді походять від золотої сітки проби

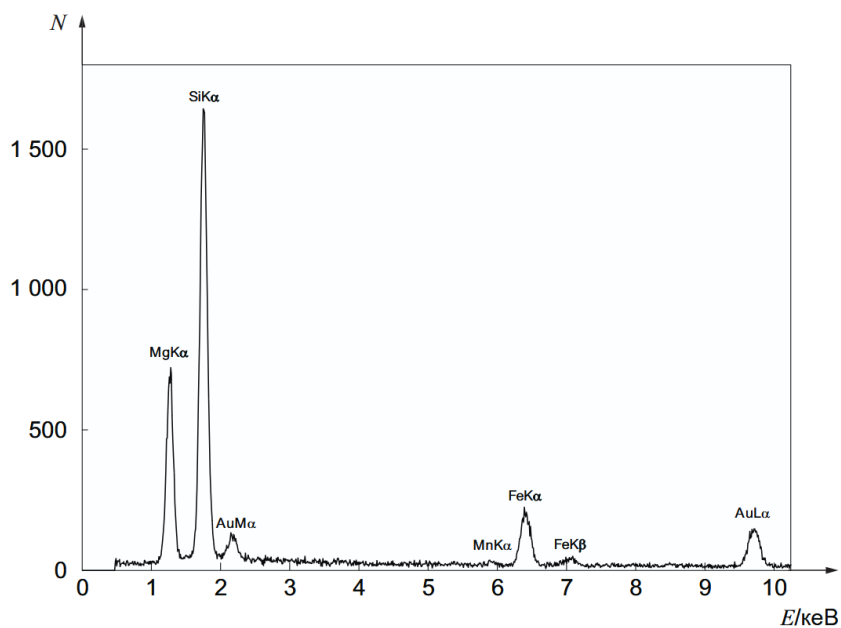


Умовні позначки:

N — кількість;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Рисунок F.8 — Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з актиноліту HSE. Піки золота походять від золотої сітки проби

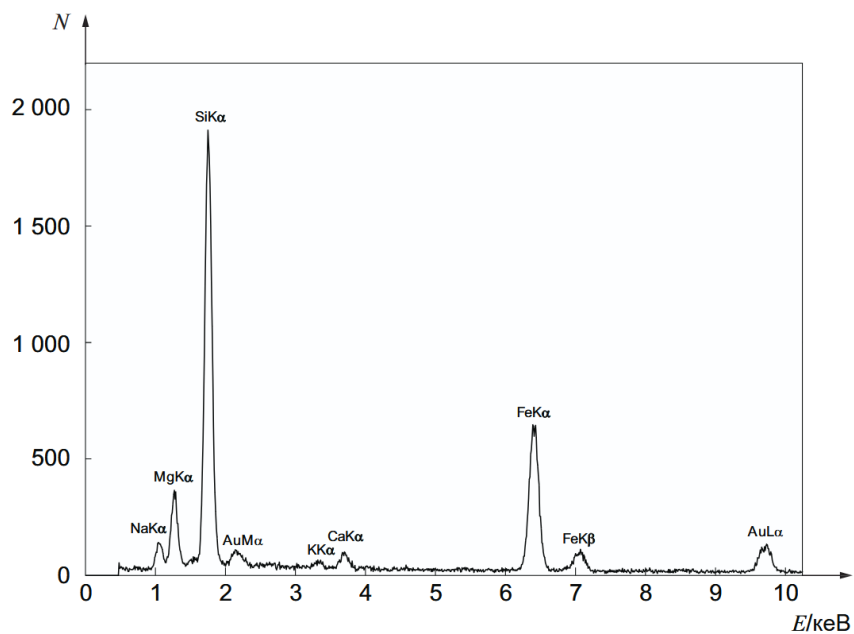


Умовні позначки:

N — кількість;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Рисунок F.9 — Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з антофіліту HSE. Піки золота походять від золотої сітки проби

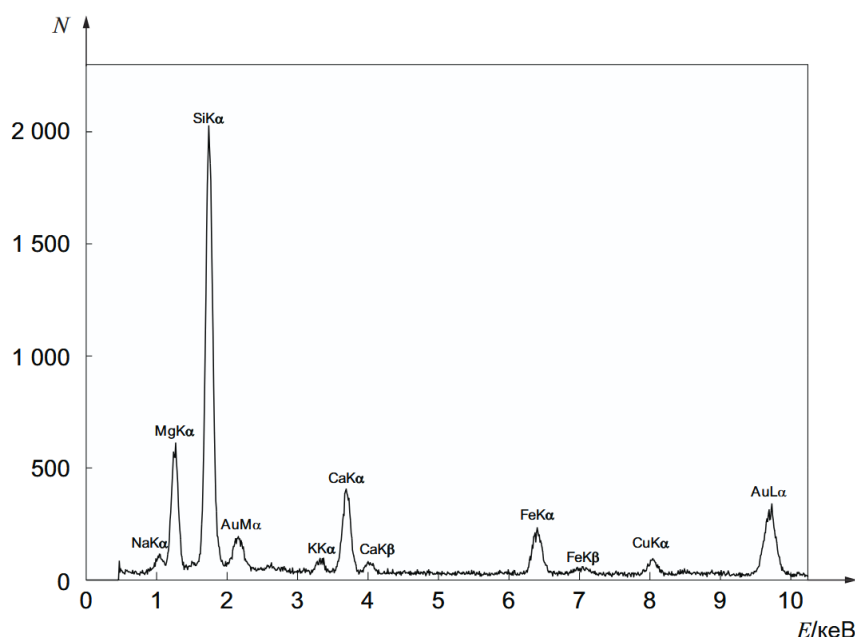


Умовні позначки:

N — кількість;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Рисунок F.10 — Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з болівійського крокідоліту. Піки золота походять від золотої сітки проби



Умовні позначки:

N — кількість;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Рисунок F.11 — Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з рихтериту/вінчиту. Піки золота та маленькі піки міді походять від золотої сітки проби

F.3 Електронна дифракція

Метод ЕД може бути якісним або кількісним. Якісна ЕД полягає у візуальному дослідженні, без детального вимірювання, загальних характеристик ЕД-картини, отриманої на екрані ПЕМ для спостереження за випадково орієнтованим волокном. ЕД-картини, отримані із волокон з циліндричною симетрією, таких як хризотил, не змінюються, коли волокна нахилиються навколо своїх осей, і ЕД-картини з випадково орієнтованих волокон цих мінералів можуть бути інтерпретовані кількісно. Для волокон, які не мають циліндричної симетрії, кількісно можна інтерпретувати лише ті ЕД-картини, які отримано тоді, коли волокно орієнтоване за головною кристалографічною віссю, майже паралельною напрямку падаючого електронного пучка. Цей тип ЕД-картини потрібно називати зонно-осьовою ЕД-картиною. Для кількісної інтерпретації зонно-осьової ЕД-картини її необхідно записати фотографічно, а також перевірити її відповідність відомим кристалічним структурам мінералів. Може бути використана комп'ютерна програма для порівняння вимірів зонно-осьової ЕД-картини з відповідними даними, розрахованими для відомих мінеральних структур. Зонно-осьова ЕД-картина, отримана дослідженням волокна в певній орієнтації, може бути недостатньо специфічною для однозначної ідентифікації мінерального волокна, але часто можливо нахилити волокно під іншим кутом і записати іншу ЕД-картину, що відповідає іншій зонній осі. Кут між двома зонними осями також може бути перевірений на відповідність структурі очікуваного мінералу.

Для візуального дослідження ЕД-картини довжину камери ПЕМ потрібно встановити на низьке значення приблизно 250 мм, а потім ЕД-картину потрібно розглядати через бінокляр. Ця процедура мінімізує можливе руйнування волокна електронним опроміненням. Однак картина спотворюється кутом нахилу екрана перегляду. Для можливості точного вимірювання картини під час запису ЕД-картини, потрібно використовувати камеру довжиною не менше ніж 2 м. Потрібно, щоб під час отримання ЕД-картини для візуальної оцінки або запису висота проби була належно відрегульована відносно евцентричної точки, а

зображення було сфокусовано в площині вибраної апертури області. Якщо цього не зробити, деякі компоненти ЕД-картини можуть не походити з вибраної області. Загалом, потрібно використовувати найменшу доступну апертуру ЕД-картини.

Для точних вимірювань ЕД-картини рекомендовано використовувати внутрішній калібрувальний стандарт. Наносять тонкий шар золота або іншого відповідного калібрувального матеріалу на нижню сторону проби ПЕМ. Це покриття може бути нанесене вакуумним випаровуванням, або, що зручніше, методом напилення. Полікристалічна золота плівка утворює дифракційні кільця на кожній ЕД-картині, і ці кільця забезпечують необхідну калібрувальну інформацію. Альтернативно, можна встановлювати калібровану апертуру об'єктива, щоб визначити, чи становить відстань між шарами та лініями ЕД-картини приблизно 0,53 нм, як очікується для волокон азбесту. Це добре працює навіть під час спостереження за піднятим екраном через бінокляр.

Для формування ЕД-картини, зображення волокна переміщують у центр екрана для спостереження, регулюють висоту проби до ецентричного положення та вставляють відповідну апертуру вибраної області в електронний промінь так, щоб волокно або його частина займала значну частину освітленої області. Розмір апертури та частини волокна повинні бути такими, щоб із вибраної області були виключені частинки, відмінні від тієї, що підлягає дослідженню. Спостерігають за ЕД-картиною через бінокляр. Під час спостереження лінзи об'єктива потрібно налаштувати до точки, де отримується найповніша ЕД-картина. Якщо отримана ЕД-картина все ще є неповною, частинку переміщують в межах вибраної області, щоб спробувати оптимізувати ЕД-картину або усунути можливі перешкоди від сусідніх частинок.

ЕД-картини можуть бути особливо корисними для диференціації волокнистого тальку від антофілітового азбесту, обидва з яких мають подібні ЕДРА-спектри. ЕД тальку створює псевдогексагональну картину, яка не змінюється під час нахилу волокна за допомогою гоніометра. З іншого боку, антофілітовий азбест утворює різноманітні плями, що з'являються та зникають уздовж ліній шарів, під час нахилу волокна за допомогою гоніометра. ЕД-картини також можуть бути корисним діагностичним інструментом для хризотилу, який настільки щільно покритий матрицею, що ЕДРА є непереколивим. Виявлення відбиттів 002, 110 та 130, як показано на рисунку F.12, у поєднанні з відстанню між лініями шарів 0,53 нм, підтверджує наявність хризотилу.

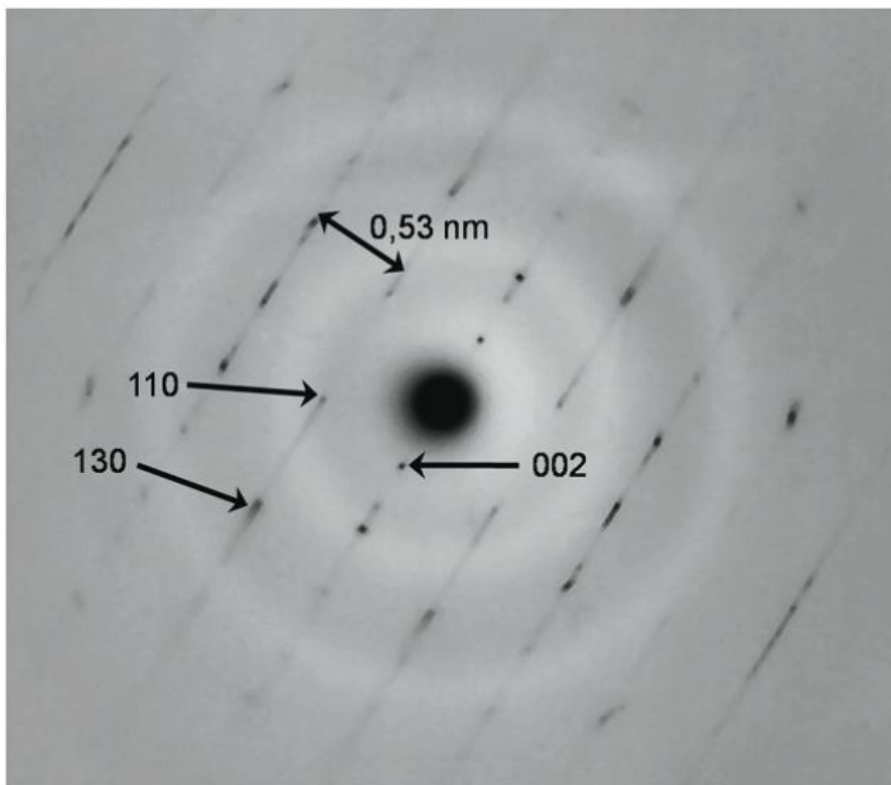


Рисунок F.12 — ЕДВО-картина хризотилу

Аналіз лабораторних проб рідко потребує вимірювань вздовж зонної осі. Однак, якщо необхідно провести ЕД-аналіз вздовж зонної осі волокна, пробу потрібно встановити у відповідний тримач. Найзручніший тримач дозволяє повне обертання сітки та нахил сітки навколо однієї осі. Повертають пробу, доки зображення волокна не покаже, що його довжина збігається з віссю нахилу гоніометра, і регулюють висоту проби, доки волокно не опиниться в евцентричному положенні. Нахиляють волокно, доки не з'явиться ЕД-картина, яка є симетричним двовимірним масивом плям. Розпізнавання умов зонно-осьового вирівнювання вимагає певного досвіду оператора. Під час нахилу волокна для отримання зонно-осьових умов потрібно спостерігати за зміною інтенсивності плям. Якщо в деяких точках матриці сильних відбиттів виникають слабкі відбиття, існує ймовірність утворення двійників або множинної дифракції, а також потрібно бути обережними під час вибору дифракційних плям для вимірювання та інтерпретації. Повний огляд електронної дифракції та множинної дифракції наведено в джерелах.

Важливо підкреслити, що не всі зонно-осьові дифракційні картини, які можна отримати, є визначальними. Потрібно записувати лише ті картини з близько розташованими відбиттями, що відповідають низьким індексам принаймні в одному напрямку. Картини, в яких усі d -відстані менше ніж приблизно 0,3 нм, не є визначальними. Корисною рекомендацією є те, що відбиття з найменшим кутом повинні знаходитися в межах радіуса найменшого кільця дифракційної картини золота (111), і що картини з меншими відстанями між відбиттями зазвичай є найбільш визначальними. Особливо важливо підкреслити, що коли ЕД використовують для розрізнення різних мінералів подібного складу, демонстрація того, що ЕД-картина відповідає кристалічній структурі конкретного мінералу, не є доказом ідентичності, якщо лише не було показано, що ЕД-картина також не відповідає кристалічним структурам інших можливих мінералів.

Комп'ютерні програми, такі як XIDENT, забезпечують зручний спосіб перевірки узгодженості будь-якої заданої ЕД-картини з кристалографічними даними окремих мінералів. Програма XIDENT має перевагу у тому, що не потребує знання орієнтації кристалів; розраховують всі можливі ЕД-картини для всіх орієнтацій та порівнюють зі спостережуваною ЕД-картині. Якщо результати, отримані з однієї ЕД-картини, не вирішують жодної неоднозначності в ідентифікації волокна, може бути досліджена друга ЕД-картина, отримана за іншої орієнтації волокна, а спостережуваний кут нахилу між двома орієнтаціями можна порівняти з теоретичним кутом, розрахованим за передбачуваною кристалічною структурою. Під час використання програми XIDENT, для вимірювання обираються п'ять плям, найближчих до центральної плями, вздовж двох пересічних ліній зонно-осьової картини, як показано на рисунку F.13. Відстані цих плям від центральної плями та чотири показані кути забезпечують необхідні дані для аналізу. Оскільки центральна пляма зазвичай є надмірно освітленою, вона не забезпечує чітко визначеного початку координат для цих вимірювань. Необхідні відстані найкраще отримувати вимірюваннями між парами плям, симетрично розташованих навколо центральної плями, бажано розділених кількома повторюваними відстанями.

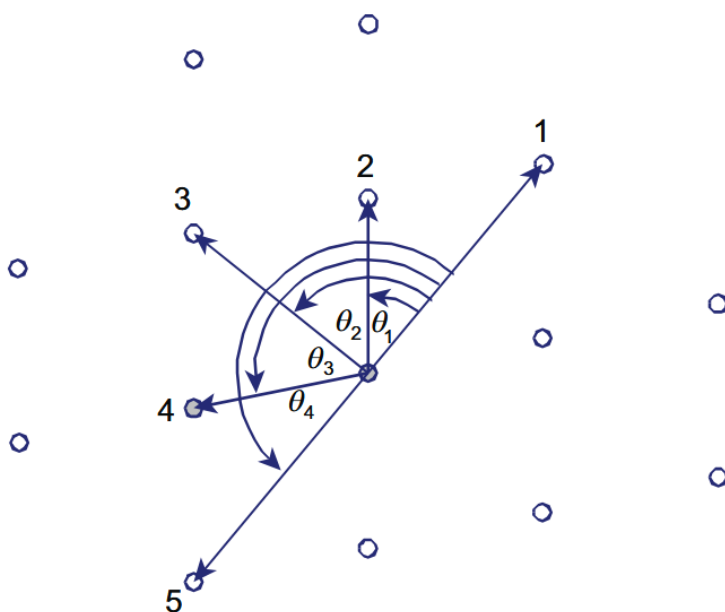


Рисунок F.13 — Вимірювання відстаней та кутів у зонно-осьовій ЕД-картині