

ДОДАТОК 5.1.D (обов'язковий). Процедура ідентифікації волокон.

D.1 Загальні

Критерії, що використовують для ідентифікації волокон азбесту, можуть бути обрані залежно від передбаченого використання вимірювань. У деяких випадках може бути вимога, щоб волокна були однозначно ідентифіковані як конкретний вид мінералу. В інших випадках може бути достатньо знань про зразок, щоб не було необхідності проводити ретельну ідентифікацію кожного волокна. Час, необхідний для проведення аналізу, а отже, і вартість аналізу, можуть значно відрізнятися залежно від критеріїв ідентифікації, які вважаються достатньо остаточними. Комбінація критеріїв, які вважають остаточними для ідентифікації волокон у конкретному аналізі, повинна бути визначена до початку аналізу, і цю комбінацію критеріїв потрібно називати «рівнем» аналізу. Різні чинники, пов'язані з обмеженнями приладів та характером зразка, можуть перешкоджати задоволенню всіх визначених критеріїв ідентифікації волокон для конкретного волокна. Тому необхідно зафіксувати критерії ідентифікації, які були задоволені для кожного підозрюваного волокна азбесту, включеного в аналіз. Наприклад, якщо для достатньої ідентифікації кожного волокна було визначено, що необхідно провести ED та EDXA, волокна з морфологією хризотилу, які з певних причин не дають ED-патерну, але дають EDXA-спектр, що відповідає хризотилу, класифікують так, щоб відобразити рівень достовірності ідентифікації.

D.2 Методи ED та EDXA

D.2.1 Загальні

Спочатку класифікують волокна на дві категорії за морфологією: волокна з трубчастою морфологією та волокна без трубчастої морфології. Проводять подальший аналіз кожного волокна за допомогою методів ED та EDXA. Під час дослідження волокон методами ED та EDXA необхідно дотримуватися таких процедур.

Кристалічна структура деяких мінеральних волокон, таких як хризотил, легко пошкоджується високою щільністю струму, необхідною для дослідження методом EDXA. Тому дослідження цих чутливих волокон методом ED потрібно завершити до того, як робити спроби отримати спектри EDXA з волокон. Під час дослідження більш стабільних волокон, таких як амфіболи, методи EDXA та ED можна застосовувати в будь-якому порядку.

D.2.2 Методи ED

Техніка ED може бути якісною або кількісною. Якісна ED складається з візуального огляду, без детальних вимірювань, загальних характеристик ED-патерну, отриманого на екрані TEM з випадково орієнтованого волокна. ED-патерни, отримані з волокон з циліндричною симетрією, таких як хризотил, не змінюються при нахилі волокон навколо їх осей, і патерни з випадково орієнтованих волокон цих мінералів можуть бути інтерпретовані кількісно. Для волокон, які не мають циліндричної симетрії, кількісно інтерпретувати можна лише ті ED-патерни, отримані при орієнтації волокна з головною кристалографічною віссю, близькою до напрямку падаючого електронного пучка. Цей тип ED-патерну називають ED-патерном зони осі. Для кількісної інтерпретації ED-патерну зони осі його необхідно зафіксувати фотографічно та перевірити на відповідність відомим мінеральним структурам. Для порівняння вимірювань ED-карти зони осі з відповідними даними, розрахованими на підставі відомих мінеральних структур, можна використовувати комп'ютерну програму. ED-карта зони осі, отримана в результаті дослідження волокна в певній орієнтації, може бути недостатньо специфічною для однозначної ідентифікації мінерального волокна, але часто можна нахилити волокно під іншим кутом і записати іншу ED-карту, що відповідає іншій зональній осі. Кут між двома зональними осями також можна перевірити на відповідність структурі підозрюваного мінералу.

Для візуального огляду ED-карти камера TEM повинна бути встановлена на невелику відстань, приблизно 250 мм, а ED-карту потрібно розглядати через бінокль. Ця процедура мінімізує можливе пошкодження волокна під дією електронного випромінювання. Однак карта спотворюється під кутом нахилу екрану. Для запису ED-картинки необхідно використовувати камеру довжиною не менше ніж 2 м, якщо потрібно отримати точні вимірювання картинки. Під час отримання ED-патерну для візуальної оцінки або запису необхідно правильно відрегулювати висоту зразка до ецентричної точки і сфокусувати зображення в площині обраної області апертури. Якщо цього не зробити, деякі компоненти ED-патерну можуть не походити з обраної області. Зазвичай, необхідно використовувати найменшу доступну апертуру ED.

Для точних вимірювань ED-патерну потрібно використовувати внутрішній калібрувальний стандарт. На нижню сторону зразка TEM наносять тонкий шар золота або іншого відповідного калібрувального матеріалу. Це

покриття можна наносити вакуумним випаровуванням або, що зручніше, розпиленням. Полікристалічна плівка золота утворює дифракційні кільця на кожному ED-патерні, і ці кільця надають необхідну калібрувальну інформацію.

Для формування ED-дифрактограми переміщують зображення волокна в центр екрану, відрегульовують висоту зразка до евцентричного положення та вставляють відповідну апертуру обраної області в електронний промінь так, щоб волокно або його частина займали більшу частину освітленої області. Розмір апертури та частина волокна повинні бути такими, щоб частинки, крім тих, що підлягають дослідженню, були виключені з обраної області. Спостерігають за ED-картиною через бінокль. Під час спостереження струм об'єктива потрібно регулювати до моменту отримання найбільш повної ED-картини. Якщо ED-картина все ще є неповною, переміщують частинку в межах обраної області, щоб спробувати оптимізувати ED-картину або усунути можливі перешкоди від сусідніх частинок.

Якщо необхідно провести аналіз ED по осі зони на волокні, зразок необхідно закріпити у відповідному тримачі. Найзручніший тримач дозволяє повністю обертати сітку зразка та нахилити її навколо однієї осі. Обертають зразок, доки зображення волокна не покаже, що воно орієнтоване так, що його довжина збігається з віссю нахилу гоніометра, і регулюйте висоту зразка, доки волокно не опиниться в евцентричному положенні. Нахилиють волокно, доки не з'явиться ED, що є симетричним двовимірним масивом плям. Визначення умов вирівнювання осі зони вимагає певного досвіду від оператора. Під час нахилу волокна для отримання умов осі зони потрібно спостерігати за тим, як змінюється інтенсивність плям. Якщо в деяких точках матриці сильних відбиттів виникають слабкі відбиття, існує ймовірність двійникування або множинної дифракції, тому потрібно бути обережним під час вибору плям дифракції для вимірювання та інтерпретації. Повне обговорення електронної дифракції та множинної дифракції можна знайти в посиланнях J.A. Gard, P.B. Hirsch, et al. та H.R. Wenk, включених до бібліографії. Не всі отримані карти зонних осей є остаточними. Потрібно реєструвати лише ті, які мають близько розташовані відбиття, що відповідають низьким індексам принаймні в одному напрямку. Карти, в яких всі d-відстані менші ніж приблизно 0,3 нм, не є остаточними. Корисною рекомендацією є те, що відбиття з найменшим кутом повинні знаходитися в радіусі першого золотого дифракційного кільця (111), а карти з меншими відстанями між відбиттями є найбільш остаточними.

Для вимірювання потрібно вибрати п'ять точок, найближчих до центральної точки, вздовж двох пересічних ліній схеми осі зони, як показано на [малюнку D.1](#). Відстані цих точок від центральної точки та чотири показані кути дають необхідні дані для аналізу. Оскільки центральна точка зазвичай дуже переэкспонована, вона не дає чітко визначеного початку для цих вимірювань. Тому необхідні відстані потрібно отримувати вимірюванням між парами точок, симетрично розташованих навколо центральної точки, бажано розділених декількома повторюваними відстанями. Відстані вимірюють з точністю не гірше ніж 0,3 мм, а кути – з точністю не гірше ніж 2,5°. Діаметр D першого або другого кільця калібрувального малюнка (111 і 200) також вимірюють з точністю не гірше ніж 0,3 мм.

У разі використання золота як калібрувального матеріалу, константа камери, що базується на радіусі, визначають за формулою:

$$\lambda \cdot L = 0,117\,74 \times D \text{ мм} \cdot \text{нм (перше кільце)}$$

$$\lambda \cdot L = 0,101\,97 \times D \text{ мм} \cdot \text{нм (друге кільце)}$$

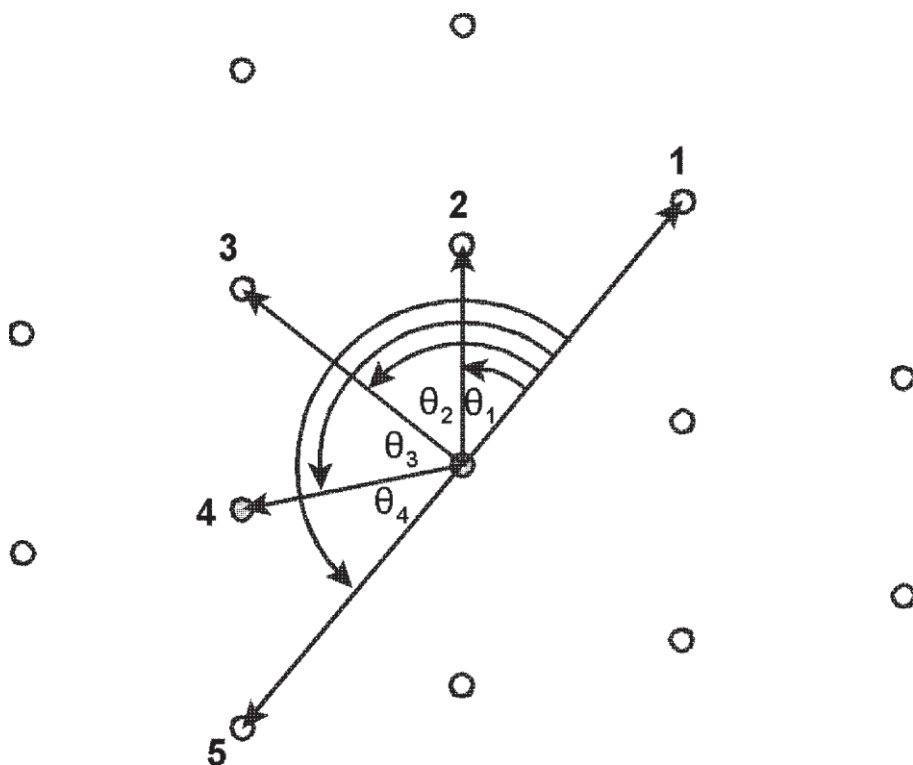


Рисунок D.1 – Приклад вимірювання SAED-дифракційних картин по осі зони

D.2.3 Вимірювання EDXA

Інтерпретація спектру EDXA може бути якісною або кількісною. Для якісної інтерпретації спектру реєструють рентгенівські піки, що походять від елементів у волокні. Для кількісної інтерпретації отримують чисті площі піків після вирахування фону для рентгенівських піків, що походять від елементів у волокні. Цей метод забезпечує кількісну інтерпретацію для мінералів, що містять кремній.

Для отримання спектру EDXA переміщують зображення волокна в центр екрана і знімають апертуру об'єктива. Обирають відповідний діаметр електронного пучка і відхиляють пучок так, щоб він потрапляв на волокно. Залежно від приладу, може бути необхідно нахилити зразок у бік рентгенівського детектора, а в деяких приладах - використовувати режим скануючої трансмісійної електронної мікроскопії (STEM).

Час отримання відповідного спектру залежить від діаметра волокна, а також від чинників, пов'язаних з приладом. Для кількісної інтерпретації спектри повинні мати статистично значущу кількість імпульсів у кожному піку. Найбільш критичним є аналіз волокон малого діаметра, що містять натрій, оскільки саме в низькому діапазоні енергій детектор рентгенівського випромінювання найменш чутливий. Відповідно, необхідно отримати спектр протягом достатньо довгого періоду, щоб можна було виявити наявність натрію в таких волокнах. Було встановлено, що задовільні кількісні аналізи можна отримати, якщо збір даних продовжувати доти, доки інтеграл піку $K\alpha$ кремнію з вирахуванням фону не перевищить 10 000 імпульсів. Потім спектр необхідно обробити, щоб відняти фон і отримати чисті площі піків елементів.

Після кількісної класифікації EDXA деяких волокон за допомогою комп'ютерного аналізу площі пікових значень, можна класифікувати інші волокна в тому самому зразку на підставі порівняння спектрів, отриманих на приладі. Часто візуальне порівняння можна провести після дещо коротшого часу збору даних.

D.3 Інтерпретація даних аналізу волокон

D.3.1 Хризотил

Морфологічна структура хризотилу є характерною і, з досвідом, може бути легко розпізнана. Однак, деякі інші мінерали мають схожий вигляд, і морфологічне спостереження саме по собі є недостатнім для більшості зразків. ED-патерн, отриманий для хризотилу, є досить специфічним для цього мінералу, якщо зазначені характеристики патерну відповідають характеристикам еталонного хризотилу. Однак, залежно від історії волокна та низки інших

чинників, кристалічна структура конкретного волокна може бути пошкоджена, і воно може не давати ED-патерну. У цьому випадку спектр EDXA може бути єдиним доступним джерелом даних, що доповнює морфологічні спостереження.

D.3.2 Амфіболи

Оскільки процедура ідентифікації волокон азбесту, крім хризотилу, може бути складною і трудомісткою, для інтерпретації ED-патернів осі зони рекомендують використовувати комп'ютерні програми, такі як розроблена Rhoades[30]. Опублікована література містить дані про склад і кристалографію всіх волокнистих мінералів, які можуть зустрічатися під час аналізу зразків повітря за допомогою TEM, і дані про склад і структуру невідомого волокна потрібно порівняти з опублікованими даними. Доведення того, що вимірювання відповідають даним для конкретного тестового мінералу, не дозволяє однозначно ідентифікувати невідоме, оскільки існує ймовірність, що дані інших мінералів також можуть бути сумісними. Однак мало ймовірно, що мінерал іншого структурного класу може дати дані, сумісні з даними амфіболового волокна, ідентифікованого за допомогою кількісного EDXA та двох ED-патернів з низьким індексом осі зони.

Підозрювані волокна амфіболу потрібно спочатку класифікувати на підставі хімічного складу. Для цієї класифікації можна використовувати якісну або кількісну інформацію EDXA. На підставі опублікованих даних про склад мінералів необхідно скласти перелік мінералів, склад яких відповідає складу невідомого волокна. Для подальшої роботи необхідно отримати ED-патерн осі першої зони відповідно до інструкцій у [пункті D.2.2](#).

Для ідентифікації амфіболу можна вказати конкретну схему осі зони, оскільки зазвичай характерними вважають кілька схем. На жаль, для волокон з випадковою орієнтацією на сітці TEM жодний з наявних у цей час тримачів зразків та гоніометрів не дозволяє зручно та швидко визначити дві заздалегідь обрані осі зони. Було прийнято найбільш практичний підхід, який полягає у прийнятті тих візерунків з низьким індексом, які легко отримати, а потім перевірити їх відповідність структурам мінералів, заздалегідь обраних на основі даних EDXA. Навіть структури неамфібольних мінералів у цьому попередньо обраному списку потрібно перевіряти на відповідність даним про осі зони, отриманим для невідомого волокна, оскільки неамфібольні мінерали в деяких орієнтаціях можуть давати подібні структури, що відповідають структурам амфіболів.

Інтерпретація ED по осі зони повинна охоплювати всі мінерали, раніше відібрані з файлу даних про мінерали як хімічно сумісні з даними EDXA. Ця процедура, зазвичай, скорочує список мінералів, для яких були знайдені рішення. Потім можна обробити другий набір даних по осі зони з іншого зразка, отриманого на тому самому волокні, або для подальшого підтвердження ідентифікації, або для спроби усунення неоднозначності. Крім того, кут, виміряний між орієнтаціями двох осей зони, можна перевірити на відповідність структурам мінералів. Потрібно бути обережним під час раціоналізації кута між осями зон, оскільки якщо волокно містить твінінг осі с, два ED-шаблони осей зони можуть походити від окремих кристалів-близнюків. На практиці повну процедуру ідентифікації зазвичай застосовують до дуже невеликої кількості волокон, за винятком випадків, коли з певних причин необхідна точна ідентифікація всіх волокон.

Для номенклатури амфіболів використовують процедуру Міжнародної мінералогічної асоціації (IMA).

D.4 Категорії класифікації волокон

D.4.1 Загальні

Не завжди можливо провести остаточну ідентифікацію волокна; це може бути пов'язано з обмеженнями обладнання або фактичною природою волокна. У багатьох аналізах остаточна ідентифікація кожного волокна може бути фактично непотрібною, якщо є інші відомості про зразок або якщо концентрація нижча ніж рівень, що представляє інтерес. Тому аналітична процедура повинна враховувати як обмеження інструментів, так і різноманітні аналітичні вимоги. Відповідно, для точного запису даних використовують систему класифікації волокон. Класифікації наведені в [таблицях D.1](#) і [D.2](#) і спрямовані на ідентифікацію відповідно хризотилу та амфіболу. Волокна повинні бути зазначені в цих категоріях. Може виникнути ситуація, коли структура містить як хризотил, так і амфібол, або більше одного типу амфіболу. Зазвичай це рідкісний випадок. Якщо це все-таки трапиться, класифікують первинну структуру як «Змішану», використовуючи код «М» замість «С» або «А».

Загальний принцип, якого потрібно дотримуватися в цій аналітичній процедурі, полягає в тому, щоб спочатку визначити найбільш конкретну класифікацію волокон, яку необхідно встановити, або «рівень» аналізу, який необхідно провести. Потім для кожного дослідженого волокна записують класифікацію, яка була фактично

встановлена. Залежно від передбачуваного використання результатів, критерії прийнятності волокон як «ідентифікованих» можуть бути встановлені в будь-який час після завершення аналізу.

У невідомому зразку хризотил вважатиметься підтвердженням лише в тому випадку, якщо отримано зареєстрований, відкалібрований ED-патерн з одного волокна в категоріях CD або якщо вимірювання ED-патерну зареєстровано на приладі. Амфібол вважатиметься підтвердженням лише за умови отримання зареєстрованих даних, які дають виключно амфіболові розчини для волокон, класифікованих у категоріях AZQ, AZZ або AZZQ.

Таблиця D.1 – Класифікація волокон з трубчастою морфологією за класом

Категорія	Опис
TM	Трубчаста морфологія, недостатньо характерна для класифікації як хризотил
CM	Характерна морфологія хризотилу
CD	Хризотилова SAED-структура
CQ	Склад хризотилу за кількісним EDXA
CMQ	Морфологія та склад хризотилу за допомогою кількісного EDXA-аналізу
CDQ	SAED-патерн та склад хризотилу за допомогою кількісного EDXA-аналізу
NAM	Неазбестові мінерали

Таблиця D.2 – Класифікація волокон без трубчастої морфології за Клаудіусом-Ангером ()

Категорія	Опис
UF	Неідентифіковані волокна
AD	Амфібол з випадковою орієнтацією SAED (показує структуру шарів з інтервалом 0,53 нм)
AX	Амфібол за якісним EDXA. Спектр має елементний склад, що відповідає амфіболу
ADX	Амфібол за випадковою орієнтацією SAED та якісним EDXA
AQ	Амфібол за кількісним EDXA
AZ	Амфібол за одним зоною-осі SAED
ADQ	Амфібол за допомогою SAED з випадковою орієнтацією та кількісного EDXA
AZQ	Амфібол за одним SAED-патерном по осі зони та кількісним EDXA
AZZ	Амфібол за двома SAED-шаблонами зони осі, з однаковим міжосьовим кутом
AZZQ	Амфібол за двома SAED-структурами по осі зони, з однаковим міжосьовим кутом, та кількісний EDXA
NAM	Мінерал, що не містить азбесту

D.4.2 Процедура класифікації волокон з трубчастою морфологією, що підозрюються як хризотил

Іноді зустрічаються волокна, які мають трубчасту морфологію, схожу на хризотил, але які не можуть бути додатково охарактеризовані за допомогою ED або EDXA. Вони можуть бути некристалічними, і в цьому випадку

методи ED не є корисними, або вони можуть знаходитися в такому положенні на сітці, яке не дозволяє отримати спектр EDXA. Крім того, волокно може бути органічного походження, але його морфологія та склад можуть бути недостатньо визначеними, щоб його можна було ігнорувати. Відповідно, необхідно реєструвати кожне волокно та вказувати ступінь впевненості в його ідентифікації. Класифікація волокон буде мати різний ступінь успішності. На [рисунку D.2](#) показано процедуру класифікації волокон, які мають будь-яку трубчасту морфологію. Діаграма є зрозумілою, і кожне волокно або відхиляють як неазбестовий мінерал (NAM), або класифікують певним чином, який за деякими пізнішими критеріями все ще може сприяти підрахунку волокон хризотилу.

Першим критерієм є морфологія, і якщо вона не схожа на морфологію, яка зазвичай спостерігається в стандартних зразках хризотилу, призначають початкову класифікацію як ТМ. Незалежно від сумнівної морфології, досліджують волокно методами ED та EDXA відповідно до [рисунку D.2](#). Якщо морфологія є більш визначеною, можна класифікувати волокно як таке, що має морфологію хризотилу (CM).

Для класифікації як CM необхідні такі морфологічні характеристики:

- a) окремі фібрили повинні мати високе співвідношення сторін, що перевищує 5:1, і діаметр близько 30-40 нм;
- b) електронна розсіювальна здатність волокна при прискорювальному потенціалі від 60 до 100 кВ повинна бути достатньо низькою, щоб була видима внутрішня структура;
- c) повинні бути деякі ознаки внутрішньої структури, що вказують на трубчасту форму, подібну до тієї, що показана в еталонному зразку хризотилу UICC, яка може руйнуватися під дією електронного пучка.

Досліджують кожне волокно, що має ці морфологічні характеристики, за допомогою методу ED, і класифікують як хризотил за ED (CD) лише ті, які дають дифракційні карти з точними характеристиками, показаними на [рисунку D.3](#). Оскільки хризотил має циліндричну симетрію, карти ED залишаються незмінними під час осьового обертання волокна. Відповідні особливості цього малюнка для ідентифікації хризотилу такі

- a) відбиття (002) потрібно перевірити, щоб визначити, чи вони точно відповідають відстані 0,73 нм;
- b) відстань між повтореннями ліній шарів повинна відповідати 0,53 нм; та
- c) повинні бути «смугастість» відбитків.

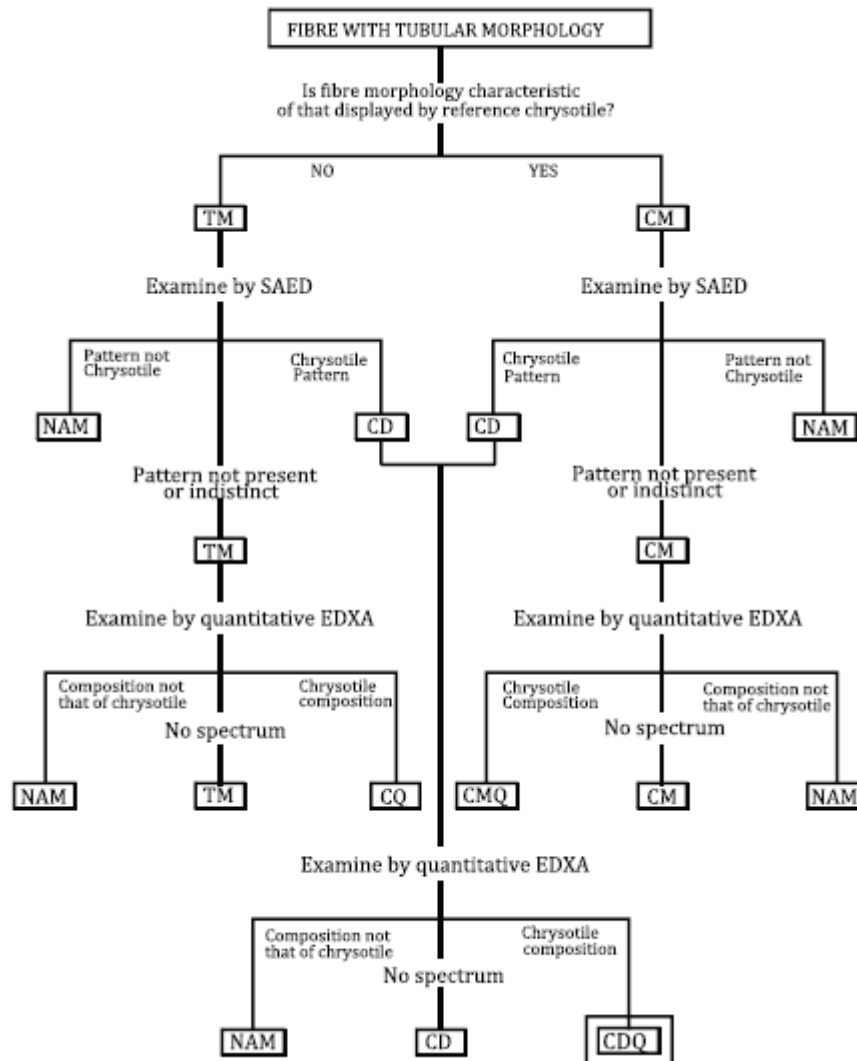


Рисунок D.2 – Таблиця класифікації для волокон з трубчастою морфологією

За допомогою міліметрової шкали на екрані ТЕМ ці спостереження можна легко зробити на приладі. Якщо необхідні документальні докази ідентифікації волокон, зафіксують мікрографію ТЕМ принаймні одного типового волокна та зафіксують його ЕД-патерн на окремій плівці або пластині. Ця плівка або пластина також повинна мати калібрувальні кільця з відомої полікристалічної речовини, такої як золото. Цей калібрований малюнок є єдиним документальним доказом того, що конкретне волокно є хризотилом, а не якимось іншим трубчастим або скрученим видом, таким як галлоїзит, палігорскит, тальк, вермикуліт[17] або лізардит[37]. Частка волокон, які можна успішно ідентифікувати як хризотил за допомогою ЕД, є змінною і певною мірою залежить як від приладу, так і від процедур оператора. Волокна, які не дають ідентифікованого ЕД-патерну, залишаються в категоріях ТМ або КМ, якщо вони не були досліджені за допомогою ЕДХА.

В аналізі EDXA хризотилу є лише два елементи, що мають значення. Для класифікації волокон аналіз EDXA повинен бути кількісним. Якщо спектр показує виразні піки магнію та кремнію, з відповідним співвідношенням площ, і лише незначні піки інших елементів, класифікуйте волокно як хризотил за допомогою кількісного EDXA, відповідно до категорій CQ, CMQ або CDQ.

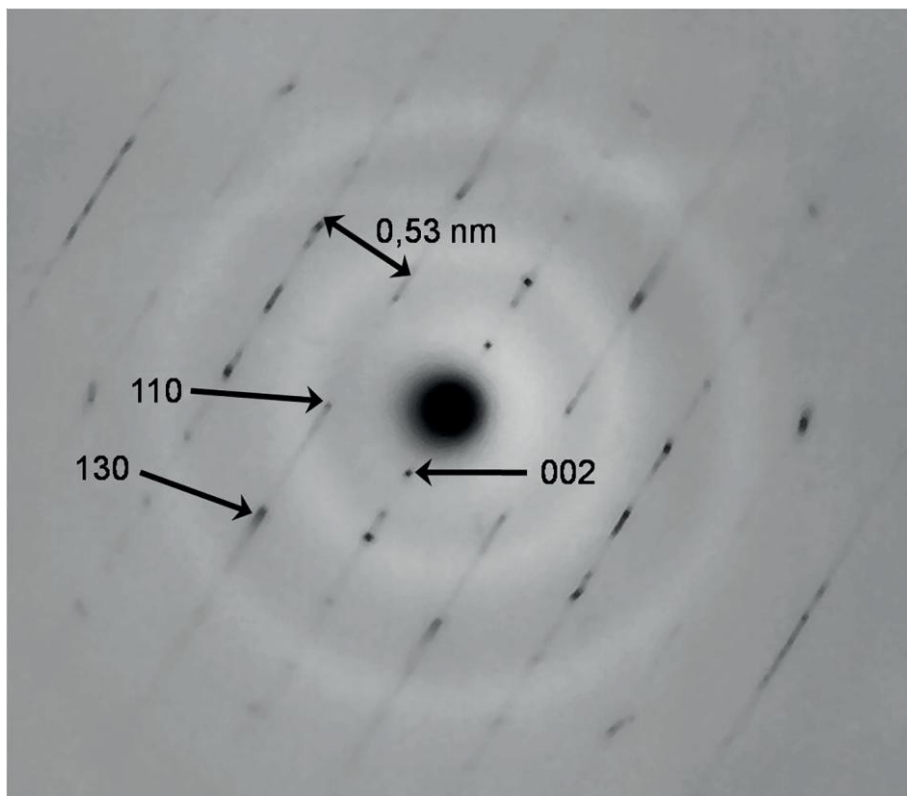


Рисунок D.3 – Хризотил SAE D

D.4.3 Процедура класифікації волокон без трубчастої морфології, що підозрюються на амфібол

Кожна частинка без трубчастої морфології, яка не має очевидного біологічного походження, зі співвідношенням сторін 5:1 або більше та паралельними або ступінчастими боками, повинна вважатися волокном, що підозрюється на амфібол. Подальше дослідження волокон методами ED та EDXA матиме різний ступінь успіху, залежно від природи волокон та ряду обмежень обладнання. Неможливо повністю ідентифікувати кожне волокно, навіть якщо час і вартість не мають значення. Більше того, підтвердження наявності амфіболу можна отримати лише кількісною інтерпретацією ED-карти зонних осей, що є дуже трудомісткою процедурою. Відповідно, для рутинних зразків невідомого походження ця аналітична процедура обмежує вимогу щодо роботи з ED осі зони до мінімуму одного волокна, репрезентативного для кожного класу складу, про який повідомляють. У деяких зразках може бути необхідним ідентифікувати більше волокон за допомогою методу осі зони. Під час аналізу зразків з добре охарактеризованих джерел вартість ідентифікації методами осі зони може бути не виправданою.

Відстань між шарами 0,53 нм у зразку з випадковою орієнтацією не є діагностичною ознакою амфіболу. Однак наявність твінгу осі c у багатьох волокнах призводить до того, що до шару в зразку належать кілька окремих паралельних кристалів з різною осьовою орієнтацією. Це, на перший погляд, випадкове розташування плям уздовж ліній шарів, якщо воно також пов'язане з високим співвідношенням сторін волокна, є характерною ознакою амфіболового азбесту і, отже, має певну діагностичну цінність. Якщо візерунок такого типу не виявлено, ідентифікація волокна залишається неоднозначною, оскільки відсутність впізнаваного візерунка може бути наслідком невідповідної орієнтації відносно електронного пучка або волокно може належати до іншого виду мінералу.

[На рисунку D.4](#) наведено таблицю класифікації волокон, яку використовують для волокон, що підозрюються на амфібол. Ця таблиця показує всі можливі шляхи класифікації під час аналізу волокон, що підозрюються на

У невідомому зразку для однозначного підтвердження наявності амфіболу необхідно провести аналіз осі зони. Для цього рівня аналізу пробують підвищити класифікацію кожного підозрілого волокна амфіболу до категорії ADQ перевіркою випадкової орієнтації ED-патерну та EDXA-спектру. Крім того, для підтвердження ідентифікації обстежують принаймні одне волокно кожного типу підозрілого амфіболу, виявленого методами осі зони. У більшості випадків, оскільки існує інформація про можливі джерела азбесту в безпосередній близькості від місця відбору проб повітря, можна допустити певну неоднозначність ідентифікації. Тому в таких ситуаціях можна прийняти нижчі рівні аналізу.

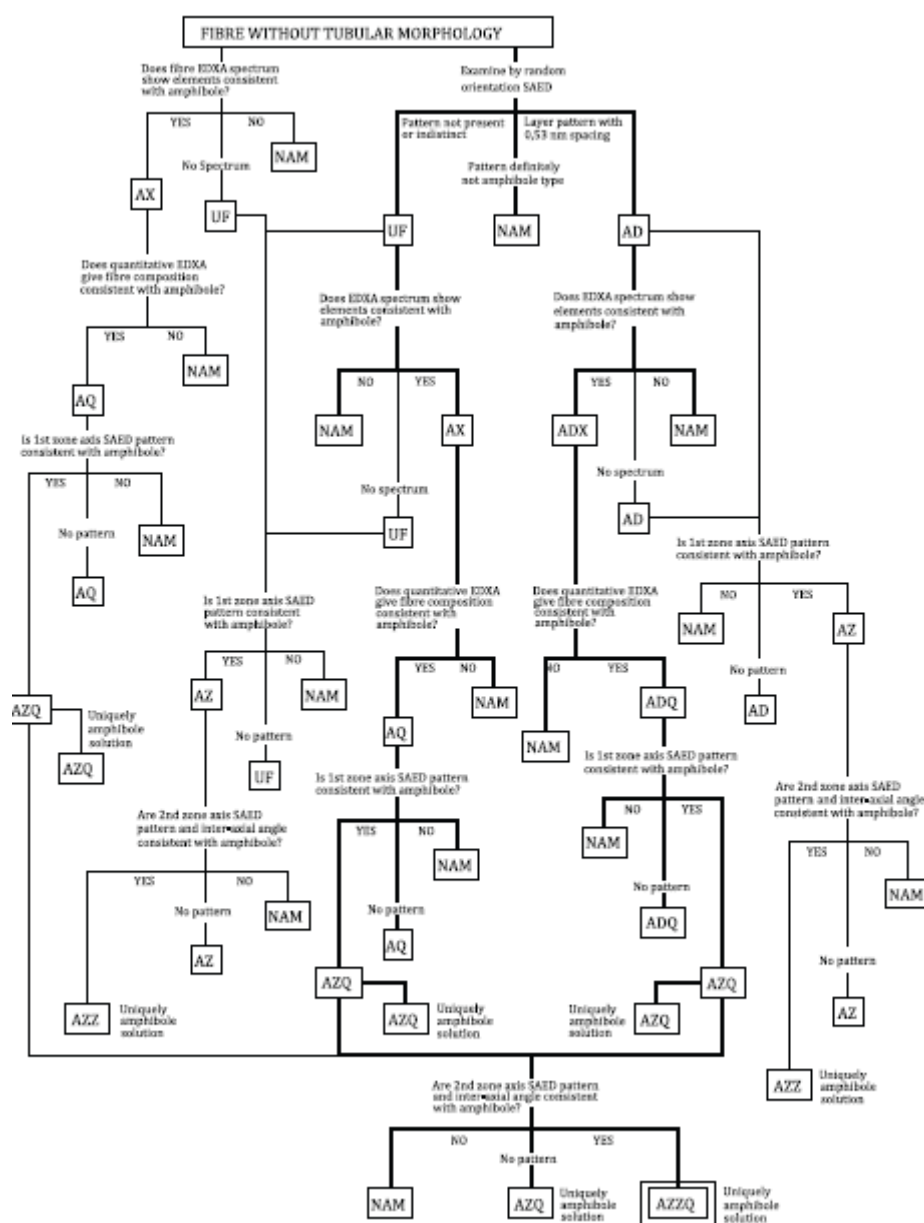


Рисунок D.4 – Класифікаційна таблиця для волокон без трубчастої морфології

D.5 Типова ідентифікація волокон для дослідження відомих джерел регульованих різновидів азбесту

Для аналізів, в яких мінерали, що представляють інтерес, обмежуються дослідженням відомих джерел регульованих комерційних різновидів азбесту або ріхтеріту-вінчіту, можна використовувати простішу процедуру ідентифікації волокон. Склад трьох основних комерційних регульованих різновидів азбесту (хризотил, амозит і кроцидоліт) має лише незначні відмінності щодо основних хімічних елементів (натрію, магнію, кремнію та заліза). Амозит може мати або не мати невеликий пік EDXA від марганцю.

Для ідентифікації хризотилу достатньо спостереження характерної трубчастої морфології в поєднанні зі спектром EDXA, дуже схожим на спектр еталонного хризотилу. Для амозиту та кроцидоліту достатньо виявити у щонайменше одному типовому волокні ED-патерн з випадковою орієнтацією шару, як зазначено в [D.4.3](#), у поєднанні зі спектром EDXA, дуже схожим на спектр еталонного амфіболового азбесту.

Тремоліт, актиноліт, антофіліт і ріхтеріт-вінхіт мають різний склад. Якщо досліджують відоме джерело, для ідентифікації достатньо використовувати ED-патерн з випадковою орієнтацією типу шару, отриманий принаймні з одного типового волокна, у поєднанні з EDXA-спектрами, які є дуже схожими до спектрів, отриманих з відомого вихідного матеріалу. Якщо джерело невідоме, ідентифікацію потрібно проводити за стандартними процедурами, наведеними в цьому додатку.

Наведені нижче еталонні спектри EDXA наведено лише як приклади. Вони були отримані з зразків TEM, підготовлених на золотих сітках, з використанням рентгенівського детектора з берилієвим вікном. Рентгенівські детектори з ультратонкими вікнами дають спектри EDXA з вищою ефективністю для елементів з низьким атомним номером. Необхідно створити еталонні спектри EDXA спеціально для системи, що використовують. Якщо польові зразки підготовлені на мідних сітках для TEM, виявлення піку K α натрію кроцидоліту потрібно продемонструвати за допомогою волокон кроцидоліту, підготовлених на мідній сітці для TEM.

Еталонні спектри EDXA для NIST SRM 1866 хризотилу, амозиту та кроцидоліту наведено на [рисунках D.5–D.7](#). Хоча кроцидоліт, що характеризується значно вищою концентрацією магнію та нижчою концентрацією заліза, ніж інші джерела кроцидоліту, зустрічається рідко, спектр EDXA для болівійського кроцидоліту з цими характеристиками наведено на [рисунку D.8](#).

На [рисунку D.9](#) показано спектр EDXA з антофіліту NIST SRM 1867, а на [рисунку D.10](#) – спектр EDXA з еталонного антофіліту HSE. Ці два джерела антофіліту мають різну концентрацію заліза, і можна зустріти антофіліт із значно нижчою концентрацією заліза, ніж показано на [рисунках D.9](#) і [D.10](#). У деяких джерелах антофіліту залізо не виявляється за допомогою EDXA.

На [рис. D.11](#) і [D.12](#) показано спектри EDXA, отримані з тремолітового азбесту NIST SRM 1867 і актинолітового азбесту NIST SRM 1867. Тремолітовий азбест NIST SRM 1867 має концентрацію заліза трохи нижче ніж межа між тремолітом і актинолітом, визначена Міжнародною мінералогічною асоціацією. Актиноліт-азбест NIST SRM 1867 має концентрацію заліза трохи вище цієї межі. Відповідно, ці два еталонні зразки є корисними для класифікації невідомих волокон тремоліту-актиноліту. Спектр EDXA еталонного тремоліту HSE, показаний на [рисунку D.13](#), є прикладом тремоліту з нижчою концентрацією заліза. Спектр EDXA еталонного актиноліту HSE, показаний на [рисунку D.14](#), є прикладом актиноліту з високою концентрацією заліза.

На [рисунку D.15](#) показано спектр EDXA, отриманий від ріхтеріту-вінчіту. Цей мінерал пов'язаний з деякими джерелами вермикуліту. [Рисунок D.15](#) потрібно розглядати лише як приклад, оскільки концентрації натрію, калію та кальцію можуть бути досить мінливими навіть у матеріалах з одного джерела.

Позначки

N Кількість

E Енергія рентгенівського
випромінювання

ПРИМІТКА: Піки золота та невеликої міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок D.5 – Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з SRM 1866 хризотилу
 E/keV

Позначки

N кількість

E Енергія рентгенівського
випромінювання

ПРИМІТКА: Піки золота походять від золотої сітки зразка.

Рисунок D.6 – Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з SRM 1866 амозиту

Позначки

N Кількість

E Енергія рентгенівського випромінювання

ПРИМІТКА: Піки золота та міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок D.7 – Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з SRM 1866 кроцидоліту

Позначки

N Кількість

E Енергія рентгенівського випромінювання

ПРИМІТКА: Піки золота та міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок D.8 – Енергодисперсійний рентгенівський спектр випромінювання, отриманий від болівійського кроцидоліту

Позначки

N Кількість

E Енергія рентгенівського випромінювання

ПРИМІТКА: Піки золота та міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок D.9 – Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з SRM 1867 антофіліту

Позначки

N Кількість

E Енергія рентгенівського випромінювання

ПРИМІТКА: Піки золота та міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок D.10 – Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з антофіліту HSE

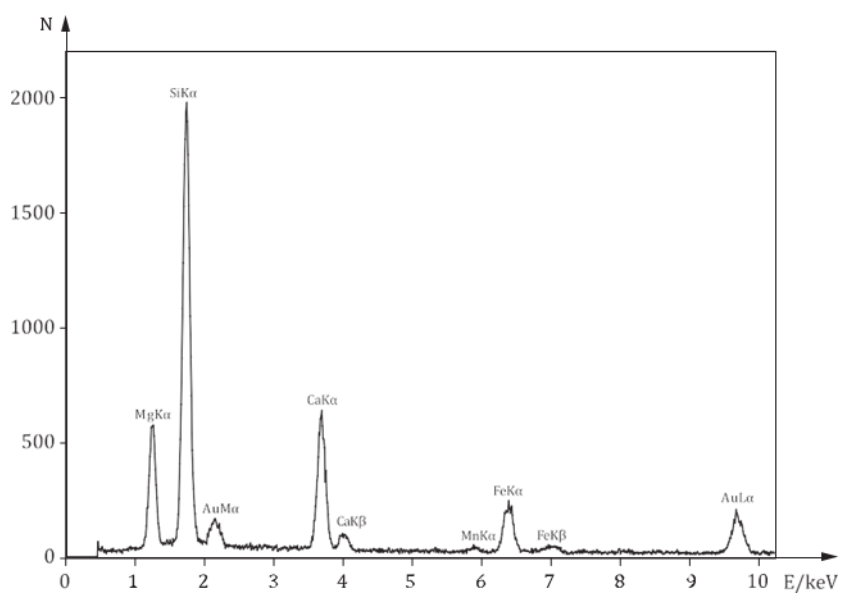
Позначки

N Кількість

E Енергія рентгенівського випромінювання

ПРИМІТКА: Піки золота та міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок D.11 – Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з SRM 1867 тремоліту



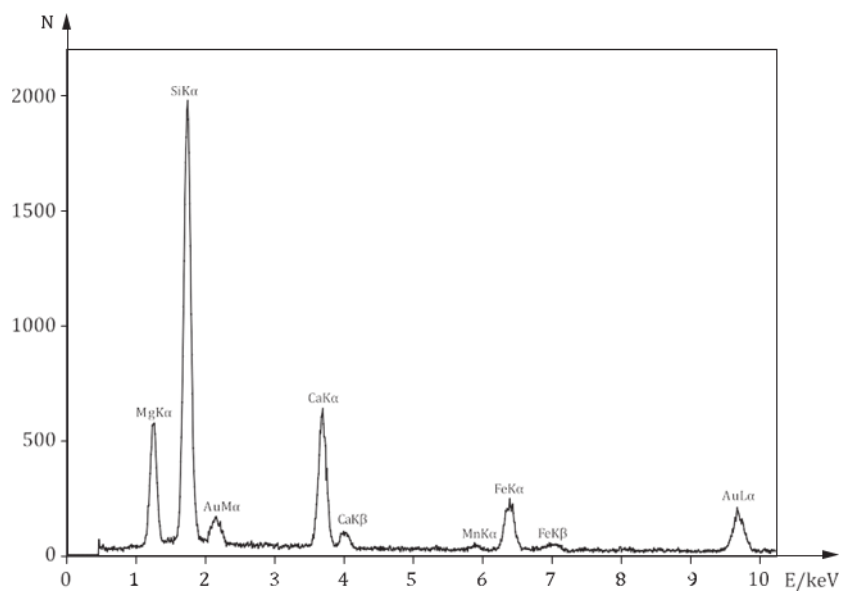
Позначки

N Кількість

E Енергія рентгенівського випромінювання

ПРИМІТКА: Піки золота та міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок D.12 – Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з SRM 1867 актиноліту



Позначки

N Кількість

E Енергія рентгенівського випромінювання

ПРИМІТКА: Піки золота та міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок D.13 – Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з тремоліту HSE

Позначки

N Кількість

E Енергія рентгенівського випромінювання

ПРИМІТКА: Піки золота та міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок D.14 – Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з актиноліту HSE

Позначки

N Кількість

E Енергія рентгенівського випромінювання

ПРИМІТКА: Піки золота та міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок D.15 – Енергодисперсійний рентгенівський спектр, отриманий з рихтериту/вінхіту азбесту