

ДОДАТОК 5.2.Е (обов'язковий). Процедура ідентифікації волокна.

Е.1 Загальні положення

Критерії, що застосовують для ідентифікації азбестових волокон, можна відбирати залежно від запланованого використання результатів вимірювань.

В окремих випадках може бути вимога, щоб волокна були однозначно ідентифіковані як певний мінеральний вид. В інших випадках може бути достатньо знань про зразок, щоб сувора ідентифікація кожного волокна не була необхідною.

Час, потрібний для проведення аналізування (а отже, і його вартість), може значно відрізнятись залежно від критеріїв ідентифікації, які вважають достатньо визначальними.

Комбінацію критеріїв, що визнають остаточними для ідентифікації волокон у конкретному аналізуванні, має бути визначено до початку аналізування, і цю комбінацію називають «рівнем» аналізування.

Різні чинники, пов'язані з обмеженнями приладів та характером зразка, можуть перешкоджати виконанню всіх зазначених критеріїв ідентифікації для конкретного волокна. Тому потрібно вести запис про критерії ідентифікації, виконані для кожного підозрюваного азбестового волокна, долученого до аналізування.

Наприклад, якщо для остаточної ідентифікації кожного волокна було зазначено виконати і ED, і EDXA, волокна з морфологією хризотилу, які з певних причин не дають ED-дифракційної картини, але дають спектр EDXA, що відповідає хризотилу, класифікують так, щоб відобразити рівень упевненості в ідентифікації.

Е.2 Методи ED та EDXA

Е.2.1 Загальні положення

Насамперед класифікують волокна на дві категорії за морфологією: волокна з трубчастою морфологією та волокна без трубчастої морфології.

Проводять подальше аналізування кожного волокна методами ED і EDXA.

Нижче наведено процедури, яких потрібно дотримуватися під час дослідження волокон за допомогою ED і EDXA.

Кристалічна структура деяких мінеральних волокон (наприклад, хризотилу) легко пошкоджується через високу густину струму, необхідну для аналізування методом EDXA. Тому дослідження таких чутливих волокон методом ED має бути завершено до спроб отримати спектри EDXA. Для стабільніших волокон, таких як амфіболи, порядок проведення EDXA та ED може бути довільним.

Е.2.2 Методи ED

Метод ED може бути якісним або кількісним. Якісний ED полягає у візуальному дослідженні, без детальних вимірювань, загальних характеристик ED-картини, отриманої на екрані TEM від випадково орієнтованого волокна. ED-картини, отримані від волокон із циліндричною симетрією (наприклад, хризотилу), не змінюються, якщо волокна нахилити навколо їхніх осей. Тому картини від випадково орієнтованих волокон таких мінералів можна інтерпретувати кількісно. Для волокон без циліндричної симетрії кількісно інтерпретують лише ED-картини, отримані за орієнтації волокна з головною кристалографічною віссю, майже паралельною напрямку пучка електронів. Такий тип ED-картини називають зонно-осьовою ED-картиною. Щоб інтерпретувати зонно-осьову ED-картину кількісно, її потрібно зафіксувати фотографічно й перевірити на відповідність відомим мінеральним структурам. Комп'ютерну програму може бути використано для порівняння вимірювань зонно-осьової ED-картини з відповідними даними, розрахованими на підставі відомих мінеральних структур. Зонно-осьова ED-картина, отримана під час дослідження волокна в певній орієнтації, може бути недостатньо специфічною для однозначної ідентифікації мінерального волокна, проте часто можливо нахилити волокно під іншим кутом та зафіксувати іншу ED-картину, що відповідає іншій зонній осі. Кут між двома зонними осями також може бути перевірено на відповідність структурі передбачуваного мінералу.

Для візуального дослідження ED-картини довжину камери TEM має бути встановлено на невелике значення, приблизно 250 мм, після чого ED-картину потрібно розглядати через бінокляр. Ця процедура мінімізує можливе пошкодження волокна електронним опроміненням. Однак картина спотворюється через кут нахилу оглядового екрана. Довжину камери не менше ніж 2 м використовують, коли ED-картина фіксується, якщо потрібне точне вимірювання картини. Необхідно, щоб під час отримання ED-картини для візуального оцінювання або для фіксування висота зразка була правильно відрегульована до евцентричної точки, а зображення сфокусоване в площині апертури вибраної ділянки. Якщо цього не зробити, деякі компоненти ED-картини можуть не походити з обраної ділянки. Зазвичай потрібно використовувати найменшу доступну ED-апертуру.

Для точних вимірювань ED-картини потрібно застосовувати внутрішній калібрувальний стандарт. На нижній бік зразка TEM потрібно нанести тонке покриття золота або іншого відповідного калібрувального матеріалу. Це покриття може бути нанесене вакуумним напиленням або, зручніше, методом напилення розпиленням. Полікристалічна золота плівка утворює дифракційні кільця на кожній ED-картині, й ці кільця забезпечують необхідну калібрувальну інформацію.

Для формування ED-картини переміщують зображення волокна в центр оглядового екрана, відрегульовують висоту зразка до евцентричного положення та вставляють у пучок електронів відповідну апертуру обраної ділянки так, щоб волокно або його частина займали значну частину освітленої ділянки. Розмір апертури й частини волокна має бути таким, щоб частинки, які відрізняються від тієї, що досліджують, вилучено з вибраної ділянки. Спостерігають ED-картину через бінокляр. Під час спостереження струм об'єктивної лінзи потрібно регулювати до моменту отримання найповнішої ED-картини. Якщо повної ED-картини все-таки не отримано, переміщують частинку в межах обраної ділянки, щоб спробувати оптимізувати ED-картину або усунути можливі перешкоди від сусідніх частинок.

Якщо планують зонно-осьове ED-аналізування волокна, зразок потрібно змонтувати у відповідний тримач. Найзручніший тримач забезпечує повне обертання сітки зразка й нахил сітки навколо однієї осі. Повертають зразок так, щоб зображення волокна вказувало на його орієнтацію, за якої довжина збігається з віссю нахилу гонометра, та відрегульовують висоту зразка до евцентричного положення. Нахиляють волокно до появи ED-картинки, яка є симетричним двовимірним масивом точок. Розпізнавання умов вирівнювання по зонній осі потребує певного досвіду від оператора. Під час нахилу волокна для отримання умов зонної осі потрібно спостерігати зміну інтенсивності точок. Якщо в певних точках на матриці яскравих відбиттів виникають слабкі відбиття, це може свідчити про двійниковання або множинну дифракцію, і за вибору дифракційних плям для вимірювання та інтерпретації потрібно дотримуватись обережності. Детальний опис електронної дифракції та множинної дифракції наведено в працях J. A. Gard, P. B. Hirsch та ін. і H. R. Wenk, долучених до бібліографії. Не всі зонно-осьові картини, які можна отримати, визначальні. Лише ті, що мають щільно розташовані відбиття з низькими індексами принаймні в одному напрямку, потрібно фіксувати. Картини, у яких усі міжплощинні відстані (d-spacings) менші приблизно ніж 0,3 нм, не є визначальними. Корисним орієнтиром є те, що відбиття з найменшим кутом мають бути розташованими в межах радіуса першого золотого дифракційного кільця (111), а картини з меншими відстанями між відбиттями найвизначальніші.

П'ять точок, найближчих до центральної точки, вздовж двох перехрещених ліній зонно-осьової картини потрібно вибрати для вимірювання, як показано на рисунку Е.1. Відстані цих точок від центральної точки й чотири зазначені кути забезпечують необхідні дані для аналізування. Оскільки центральна точка зазвичай дуже пересвітлена, вона не дає чітко визначеного початку відліку для цих вимірювань. Необхідні відстані потрібно, отже, отримувати вимірюванням між парами точок, симетрично розташованими відносно центральної точки, бажано розділеними кількома повторюваними відстанями. Відстані потрібно вимірювати з точністю краще ніж 0,3 мм, а кути — з точністю краще ніж 2,5°. Діаметр D першого або другого кільця калібрувальної картини (111 і 200) також потрібно вимірювати з точністю краще ніж 0,3 мм.

Використовуючи золото як калібрувальний матеріал, константу камери, що ґрунтується на радіусі, визначають за такими формулами:

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

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

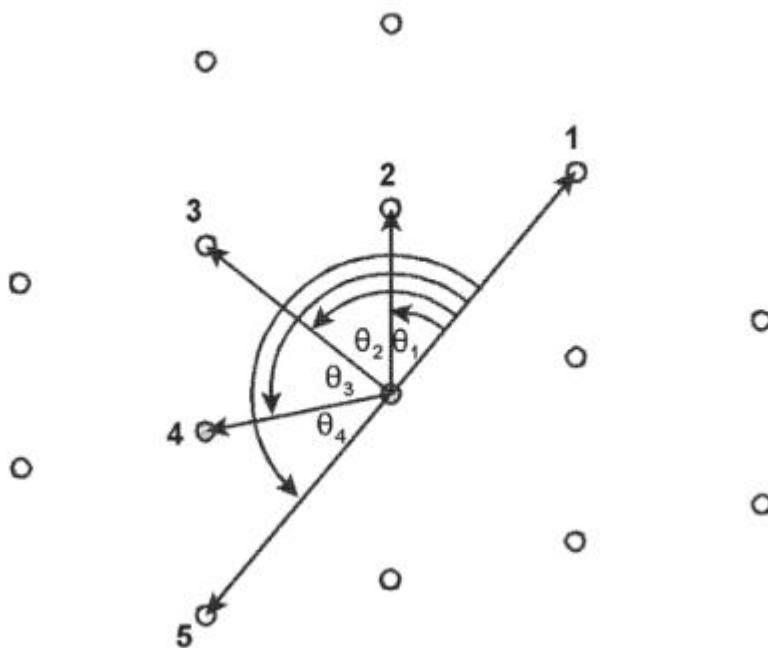


Рисунок Е.1 — Приклад вимірювання зонно-осьових SAED-картин

Е.2.3 Вимірювання EDXA

Інтерпретація спектра EDXA може бути як якісною, так і кількісною. Для якісної інтерпретації спектра реєструють піки рентгенівського випромінювання, що походять від елементів у волокні. Для кількісної інтерпретації визначають інтегральні значення піків після віднімання фону для рентгенівських піків, що походять від елементів у волокні. Цей метод забезпечує кількісну інтерпретацію для тих мінералів, які містять кремній.

Щоб отримати спектр EDXA, переміщують зображення волокна в центр екрана та знімають об'єктивну апертуру. Вибирають відповідний діаметр електронного променя та відхиляють промінь так, щоб він потрапляв на волокно. Залежно від конструкції приладу, може виникнути потреба нахилити зразок у бік рентгенівського детектора, а в деяких приладах — використати режим сканувальної просвічувальної електронної мікроскопії (STEM).

Час, потрібний для отримання придатного спектра, змінюється залежно від діаметра волокна, а також від параметрів приладу. Для кількісної інтерпретації спектри повинні мати статистично достатню кількість відліків у кожному піку. Найкритичнішими є аналізування волокон малого діаметра, які містять натрій, оскільки саме в діапазоні низьких енергій чутливість рентгенівського детектора найменша. Тому потрібно проводити реєстрацію спектра протягом достатнього часу, щоб у таких волокнах можна було виявити наявність натрію. Встановлено, що задовільне кількісне аналізування можна отримати, якщо реєстрацію продовжувати доти, доки інтегральне значення піка K α кремнію після віднімання фону не перевищує 10 000 відліків. Після цього спектр необхідно обробити для віднімання фону та визначення інтегральних значень піків елементів.

Після кількісної класифікації деяких волокон методом EDXA комп'ютерним аналізуванням інтегральних значень піків може з'явитися можливість класифікувати інші волокна в цій самій пробі на підставі порівняння спектрів безпосередньо на приладі. Часто візуальне порівняння можна проводити після дещо коротшого часу реєстрації.

Е.3 Інтерпретація даних аналізування волокон

Е.3.1 Хризотил

Морфологічна структура хризотилу характерна і за наявності досвіду її легко розпізнавати. Однак деякі інші мінерали мають подібний вигляд, і морфологічне спостереження саме по собі недостатнє для більшості зразків. Диференційно-електронограма (ED-патерн), отримана від хризотилу, досить специфічна для цього мінералу, якщо задані характеристики патерна відповідають характеристикам еталонного хризотилу. Проте, залежно від попередньої історії волокна та низки інших чинників, кристалічна структура конкретного волокна може бути пошкоджена, й воно може не давати ED-патерну. В такому разі спектр EDXA може бути єдиними доступними даними для доповнення морфологічних спостережень.

Е.3.2 Амфіболи

Оскільки процедура ідентифікації азбестових волокон, які відрізняються від хризотилу, може бути складною й тривалою, для інтерпретації дифракційних картин уздовж зонної осі (ED) рекомендують використовувати комп'ютерні програми, такі як розроблена Rhoades. Опублікована література містить дані щодо складу та кристалографічних характеристик для всіх волокнистих мінералів, які ймовірно можуть траплятися під час ТЕМ-аналізування зразків повітря, й дані про склад та структуру невідомого волокна потрібно порівнювати з опублікованими даними. Підтвердження того, що результати вимірювань узгоджуються з даними для певного тестового мінералу, не означає однозначної ідентифікації невідомого зразка, оскільки можлива ситуація, коли дані для інших мінералів також збігаються. Проте мало ймовірно, що мінерал іншого структурного класу дасть результати, які відповідатимуть даним для амфіболового волокна, ідентифікованого кількісним EDXA та двох ED-патернів по низько індексних осях зони.

Підозрювані амфіболові волокна потрібно спочатку класифікувати на підставі хімічного складу. Для цієї класифікації можуть бути використані як якісні, так і кількісні дані EDXA. На підставі опублікованих даних про склад мінералів потрібно скласти перелік мінералів, склад яких відповідає даним, виміряним для невідомого волокна. Для подальшого аналізування потрібно отримати перший ED-патерн по осі зони відповідно до інструкцій у Е.2.2.

Можливо визначити конкретний патерн по осі зони для ідентифікації амфіболу, оскільки деякі патерни часто вважають характерними. На жаль, для волокна зі випадковою орієнтацією на ТЕМ-сітці жодний доступний утримувач зразка або гоніометр не забезпечує швидке й зручне знаходження двох заздалегідь обраних осей зони. Найпрактичнішим є підхід, за якого беруть ті низькоіндексні патерни, які легко отримати, а потім перевіряють їх узгодженість зі структурами мінералів, попередньо відібраних на основі даних EDXA. Навіть структури немафіболових мінералів у цьому попередньому переліку мають бути перевірені за даними осей зони, оскільки в певних орієнтаціях немафіболові мінерали можуть давати подібні патерни, сумісні зі структурами амфіболів.

Інтерпретація ED-патернів по осі зони має охоплювати всі мінерали, попередньо відібрані з бази даних мінералів як хімічно сумісні з даними EDXA. Така процедура зазвичай скорочує перелік мінералів, для яких знайдено розв'язок. Другий набір даних по осі зони, отриманий з іншого патерна того самого волокна, може бути використано для додаткового підтвердження ідентифікації або усунення неоднозначності. Крім того, вимірний кут між орієнтаціями двох осей зони можна перевірити на узгодженість зі структурами мінералів. Потрібно бути обережним у тлумаченні міжосьового кута, оскільки, якщо волокно містить двійниковання по осі c , два ED-патерни по осі зони можуть походити від окремих двійникових кристалів. На практиці повну процедуру ідентифікації зазвичай застосовують лише до дуже невеликої кількості волокон, якщо лише не потрібна особливо точна ідентифікація всіх волокон.

Е.4 Категорії класифікації волокон

Е.4.1 Загальні положення

Не завжди можливо виконати остаточну ідентифікацію волокна; це може бути зумовлено як обмеженнями приладу, так і фактичною природою волокна. У багатьох випадках остаточна ідентифікація кожного волокна може бути й не потрібна, якщо є інші відомості про зразок або якщо концентрація нижча, ніж рівень, що

становить інтерес. Тому аналітична процедура повинна враховувати як обмеження приладів, так і різні аналітичні вимоги.

Відповідно, для забезпечення точного запису даних використовують систему класифікації волокон. Класифікації наведено в таблицях Е.1 та Е.2 та спрямовано на ідентифікацію хризотилу й амфіболів відповідно. Волокна мають належати до цих категорій. Може трапитися, що структура містить як хризотил, так і амфібол, або більше ніж один тип амфіболу. Це зазвичай рідкісне явище. У таких випадках основну структуру потрібно класифікувати як «змішана» з використанням коду «М» замість «С» або «А».

Загальний принцип, якого потрібно дотримуватись у цій аналітичній процедурі, полягає в тому, щоб спочатку визначити найконкретнішу класифікацію волокна, яку планують виконати, або «рівень» проведення аналізування. Потім для кожного дослідженого волокна потрібно зафіксувати класифікацію, якої фактично досягнуто. Залежно від передбачуваного використання результату, критерії прийняття волокон як «ідентифікованих» можуть бути встановлено в будь-який час після завершення аналізування.

У невідомому зразку хризотил вважатимуть підтвердженням лише в разі, якщо отримано зафіксований, відкалібрований ED-патерн від одного волокна з категорій CD або якщо вимірювання ED-патерну зафіксовано безпосередньо на приладі. Амфібол вважатимуть підтвердженням лише у разі отримання записаних даних, які дають виключно амфіболові рішення для волокон, класифікованих у категоріях AZQ, AZZ або AZZQ.

Таблиця Е.1 — Класифікація волокон з трубчастою морфологією

Категорія	Опис
TM	Трубчаста морфологія, недостатньо характерна для класифікації як хризотил
CM	Характерна морфологія хризотилу
CD	SAED-візерунок хризотилу
CQ	Склад хризотилу за результатами кількісного EDXA
CMQ	Морфологія та склад хризотилу за результатами кількісного EDXA
CDQ	SAED-візерунок хризотилу та склад за результатами кількісного EDXA
NAM	Неазбестовий мінерал

Таблиця Е.2 — Класифікація волокон без трубчастої морфології

Категорія	Опис
UF	Невизначене волокно
AD	Амфібол за випадковою орієнтацією SAED (показує шаруватий візерунок із міжшаровою відстанню 0,53 нм)
AX	Амфібол за якісним EDXA. Спектр має елементний склад, сумісний з амфіболом
ADX	Амфібол за випадковою орієнтацією SAED та якісним EDXA
AQ	Амфібол за кількісним EDXA

AZ	Амфібол за одним зразком SAED з осьовою зоною
ADQ	Амфібол за випадковою орієнтацією SAED та кількісним EDXA
AZQ	Амфібол за одним зразком SAED з осьовою зоною та кількісним EDXA
AZZ	Амфібол за двома зразками SAED з осьовою зоною з узгодженим міжосьовим кутом
AZZQ	Амфібол за двома зразками SAED з осьовою зоною з узгодженим міжосьовим кутом та кількісним EDXA
NAM	Неазбестовий мінерал

Е.4.2 Процедура класифікації волокон з трубчастою морфологією, які підозрюють як хризотил

Іноді трапляються волокна, які мають трубчасту морфологію, подібну до хризотилу, але які неможливо додатково охарактеризувати за допомогою методів ED або EDXA. Вони можуть бути некристалічними, у такому разі методи ED не корисні, або вони можуть бути в положенні на сітці, яке не дає можливості отримати спектр EDXA. Крім того, волокно може мати органічне походження, але його морфологія та склад можуть бути недостатньо визначальними, щоб його можна було вилучити. Відповідно, є вимога реєструвати кожне волокно та зазначати, наскільки впевнено можна його ідентифікувати. Класифікація волокон матиме різний ступінь успішності. На рисунку Е.2 показано процедуру класифікації, яку застосовують для волокон, що мають будь-яку трубчасту морфологію. Схема зрозуміла сама по собі, й кожне волокно або відхиляють як неазбестовий мінерал (NAM), або класифікують так, щоб за деякими подальшими критеріями його все ще можна було враховувати під час підрахунку волокон хризотилу. Морфологія є першим чинником для розгляду, і якщо вона не подібна до тієї, що зазвичай спостерігається у стандартних зразках хризотилу, призначають початкову класифікацію ТМ. Незалежно від сумнівної морфології досліджують волокно методами ED та EDXA згідно з рисунком Е.2. Якщо морфологія визначальніша, може бути можливим класифікувати волокно як таке, що має морфологію хризотилу (CM).

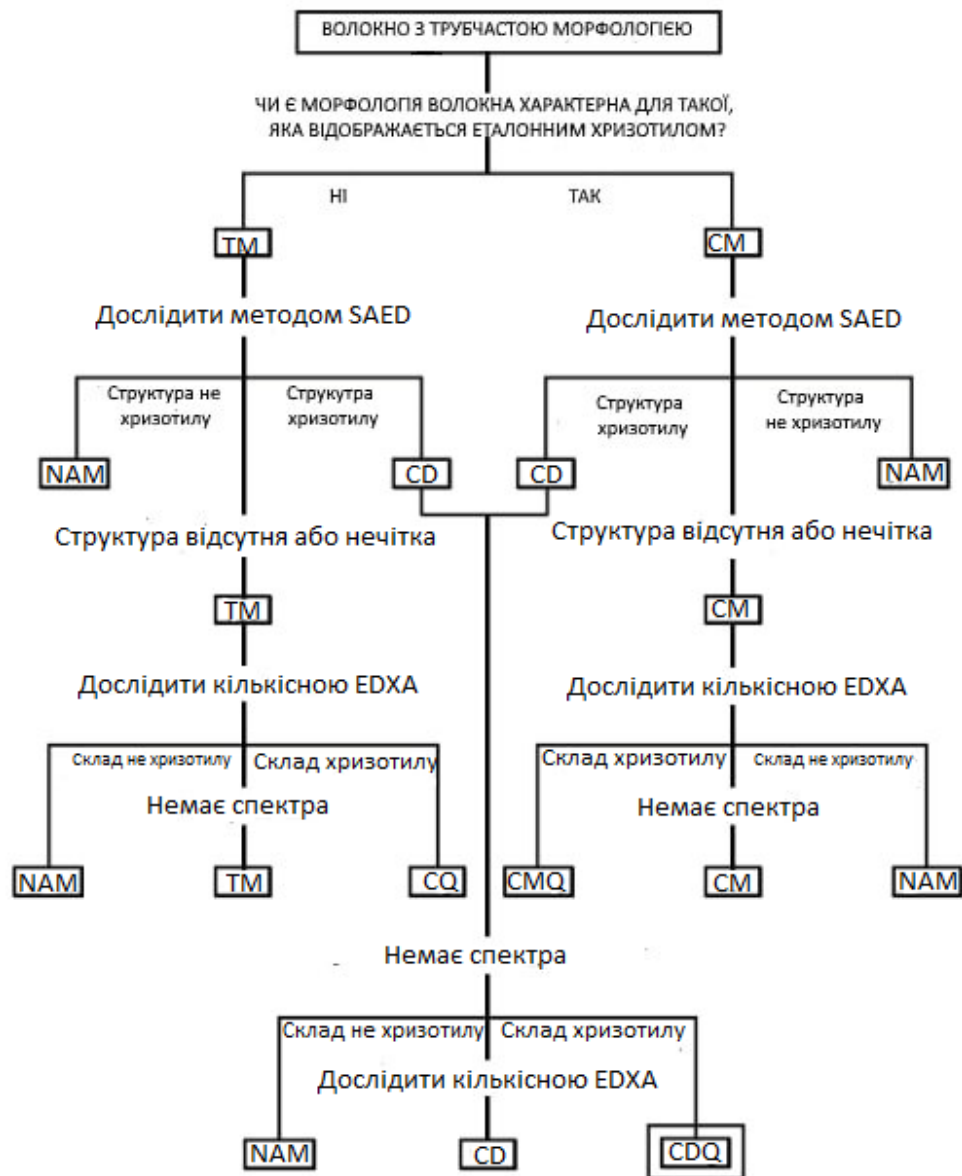


Рисунок Е.2 — Схема класифікації волокон з трубчастою морфологією

Для класифікації як CM потрібні такі морфологічні характеристики:

- окремі фібрили повинні мати великі співвідношення сторін, що перевищують 5:1, та діаметр приблизно від 30 нм до 40 нм;
- здатність волокна до розсіювання електронів за прискорювальної напруги від 60 до 100 кВ має бути достатньо низькою, щоб була видимою внутрішня структура;
- мають бути деякі ознаки внутрішньої структури, що вказують на трубчастий вигляд, подібний до зразка хризотилу UICC, який може погіршуватися в електронному пучку.

Потрібно дослідити кожне волокно, що має ці морфологічні характеристики, за допомогою методу ED, і класифікувати як хризотил за ED (CD) лише ті, які дають дифракційні картини з точними характеристиками, показаними на рисунку Е.3. Оскільки хризотил має циліндричну симетрію, дифракційна картина ED

залишається незмінною під час осьового обертання волокна. Відповідні ознаки цієї картини для ідентифікації хризотилу такі:

- відбиття (002) потрібно перевірити, щоб визначити, що вони відповідають відстані 0,73 нм;
- відстань повтору шарової лінії повинна відповідати 0,53 нм;
- повинно спостерігатися «розтягування» відбиттів (110) і (130).

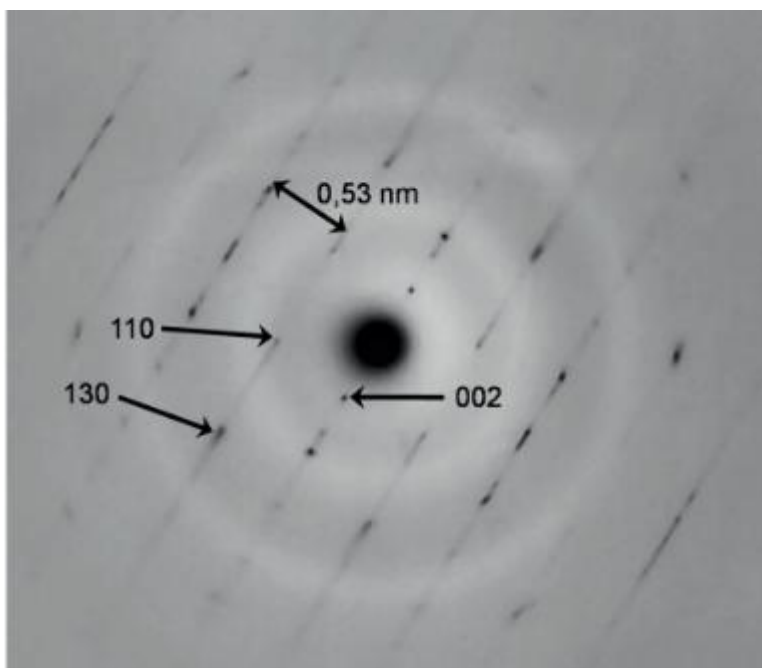


Рисунок Е.3 — Схема SAED хризотилу

Використовуючи міліметрові шкали на екрані перегляду TEM, ці спостереження можна легко виконати безпосередньо на приладі. Якщо потрібен документальний доказ ідентифікації волокна, необхідно зробити TEM-мікрофотографію принаймні одного репрезентативного волокна та зафіксувати його ED-зображення на окремій плівці або пластині. Ця плівка або пластина повинна також містити калібрувальні кільця від відомої полікристалічної речовини, наприклад золота. Це відкаліброване зображення є єдиним документальним доказом того, що таке конкретне волокно є хризотилом, а не іншим трубчастим або згорнутим видом, таким як галузит, палагорськіт, тальк, вермикуліт або лізардит.

Частка волокон, які можна успішно ідентифікувати як хризотил за допомогою ED, є змінною та певною мірою залежить як від приладу, так і від методики оператора. Волокна, для яких не вдається отримати ідентифіковане ED-зображення, залишатимуться в категоріях ТМ або СМ, якщо вони не будуть досліджені методом EDXA.

В аналізованні EDXA хризотилу є лише два елементи, які мають значення. Для класифікації волокон аналізування EDXA має бути кількісним. Якщо спектр показує виражені піки магнію та кремнію з відношенням площ під піками у відповідній пропорції та лише незначними піками інших елементів, волокно класифікують як хризотил за кількісним EDXA у категоріях CQ, CMQ або CDQ, залежно від випадку.

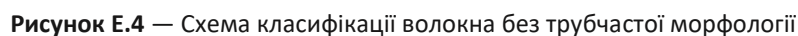
Е.4.3 Процедура класифікації волокон без трубчастої морфології, які підозрюють як амфібол

Кожну частинку без трубчастої морфології, яка явно не має біологічного походження, з відношенням сторін 5:1 чи більше та паралельними або ступінчастими боками потрібно розглядати як підозрюване волокно амфіболу. Подальше дослідження волокна методами ED та EDXA дає різний ступінь успіху залежно від природи волокна та низки інструментальних обмежень. Неможливо повністю ідентифікувати кожне волокно, навіть якщо час та витрати не мають значення. Більше того, підтвердження наявності амфіболу може бути досягнуто лише кількісною інтерпретацією зонно-осьових ED-зображень, що є дуже трудомісткою процедурою. Відповідно, для рутинних зразків невідомого походження ця аналітична процедура обмежує вимогу зонно-осьової ED-роботи мінімумом — для одного волокна, репрезентативного для кожного повідомленого композиційного класу. У деяких зразках може виникнути потреба ідентифікувати більше волокон методом зонно-осьової зйомки. Під час аналізування зразків із добре охарактеризованих джерел витрати на ідентифікацію зонно-осьовими методами можуть бути не виправданими.

Відстань між шарами 0,53 нм на ED-зображенні за випадкової орієнтації сама по собі не є діагностичною для амфіболу. Однак наявність двійникування по осі c у багатьох волокнах призводить до внеску в шари на зображеннях кількох окремих паралельних кристалів з різною вісьовою орієнтацією. Таке, на перший погляд, випадкове розташування плям уздовж шарових ліній, якщо воно також пов'язане з великим відношенням сторін волокна, є характерною ознакою амфіболового азбесту та, отже, має певну обмежену діагностичну цінність. Якщо такого зображення не отримано, ідентичність волокна залишається неоднозначною, оскільки відсутність розпізнаваного зображення може бути наслідком невідповідної орієнтації відносно пучка електронів або ж волокно може бути іншим мінеральним видом.

На рисунку Е.4 подано схему класифікації волокон, яку потрібно використовувати для підозрюваних волокон амфіболу. Ця схема показує всі можливі шляхи класифікації під час аналізування підозрюваного волокна амфіболу, якщо його досліджують систематично методами ED та EDXA. Можливі два маршрути, залежно від того, чи спочатку намагаються отримати спектр EDXA, чи ED-зображення за випадкової орієнтації. Звичайна процедура для аналізування зразка невідомого походження полягає у дослідженні волокна методом ED за випадкової орієнтації, якісним EDXA, кількісним EDXA та зонно-осьовим ED у такій послідовності. Кінцеву класифікацію волокна буде визначено або успішним аналізуванням на максимально необхідному рівні, або інструментальними обмеженнями. Будь-які інструментальні обмеження, які впливають на якість результатів, має бути зазначено. Максимальну досягнену класифікацію для кожного волокна має бути записано у відповідній колонці на аркуші підрахунку. Різні категорії класифікації потім можуть бути об'єднані будь-яким бажаним способом для розрахунку концентрації волокон. Повний запис отриманих результатів під час спроби ідентифікувати кожне волокно також може бути використано для повторного оцінювання даних у разі потреби.

У невідомому зразку аналізування за зонно-осьовою методикою буде необхідним, якщо наявність амфіболу має бути однозначно підтверджено. Для цього рівня аналізування потрібно намагатися підвищити класифікацію кожного підозрюваного волокна амфіболу до категорії ADQ вивченням ED-зображення за випадкової орієнтації та спектра EDXA. Крім того, потрібно дослідити принаймні одне волокно кожного типу підозрюваного амфіболу методами зонно-осьового аналізування для підтвердження їх ідентифікації. У більшості випадків, оскільки є інформація про можливі джерела азбесту поблизу місця відбирання проб повітря, можна допустити певний ступінь неоднозначності ідентифікації. Для таких ситуацій можна брати нижчі рівні аналізування.



Е.5 Стандартна ідентифікація волокон для дослідження відомих джерел регламентованих різновидів азбесту

Для аналізувань, у яких мінерали, що становлять інтерес, обмежені дослідженням відомих джерел регламентованих комерційних різновидів азбесту або ріхтерит-вінчиту, можна застосовувати спрощену процедуру ідентифікації волокон. Склад трьох основних комерційних регламентованих різновидів азбесту (хризотил, амозит і крокидоліт) демонструє лише обмежені варіації щодо основних хімічних елементів (натрій, магній, кремній і залізо). Амозит може мати або не мати невеликий пік EDXA від марганцю.

Для хризотилу спостереження характерної трубчастої морфології в поєднанні зі спектром EDXA, близьким до спектра еталонного хризотилу, достатнього для ідентифікації. Для амозиту та крокидоліту шаруватий тип електронограми дифракції у випадковій орієнтації (ED), як зазначено в Е.4.3, від принаймні одного типового волокна в поєднанні зі спектром EDXA, який близький до спектра еталонного амфіболового азбесту, достатній.

Тремоліт, актиноліт, антофіліт та ріхтерит-вінчит мають варіації у складі. Якщо досліджують відоме джерело, шаруватий тип електронограми дифракції у випадковій орієнтації від принаймні одного типового волокна в поєднанні зі спектрами EDXA, близькими до отриманих із відомого вихідного матеріалу, допустима як достатня ідентифікація. Якщо джерело невідоме, ідентифікацію потрібно проводити згідно зі стандартними процедурами цього додатка.

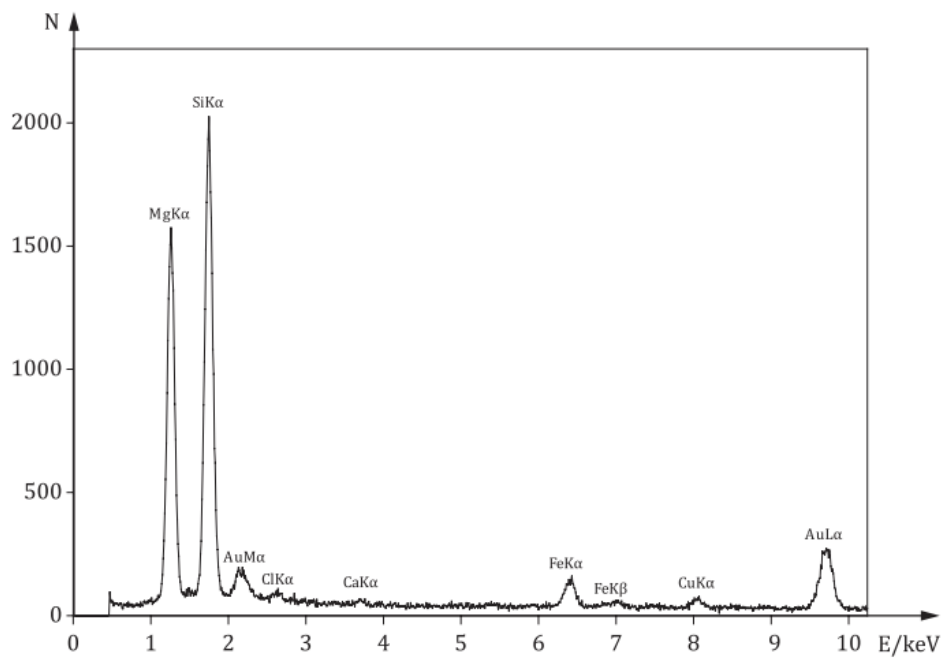
Наведені далі еталонні спектри EDXA показано лише як приклади. Їх отримано зі зразків TEM, підготовлених на золотих сітках, із використанням рентгенівського детектора з берилієвим вікном. Рентгенівські детектори з надтонкими вікнами створюють спектри EDXA з більшою ефективністю для елементів із низьким атомним номером. Потрібно генерувати еталонні спектри EDXA спеціально для використовуваної системи. Якщо польові зразки готують на мідних сітках TEM, потрібно використовувати волокна крокидоліту, підготовлені на мідній сітці TEM, щоб переконатися, що пік Na K α крокидоліту можна відрізнити від піка Cu L α , який походить від сітки.

Еталонні спектри EDXA для хризотилу NIST SRM 1866, амозиту та крокидоліту наведено на рисунках Е.5–Е.7. Хоча малоімовірно, що крокидоліт, який характеризується значно вищим умістом магнію та нижчим умістом заліза, ніж інші джерела крокидоліту, траплятиметься, спектр EDXA для болівійського крокидоліту з такими характеристиками наведено на рисунку Е.8.

Рисунок Е.9 показує спектр EDXA для антофіліту NIST SRM 1867, а рисунок Е.10 — спектр EDXA для еталонного антофіліту HSE. Ці два джерела антофіліту мають різний уміст заліза, й антофіліт може траплятися зі значно нижчим умістом заліза, ніж ті, що показані на рисунках Е.9 і Е.10. У деяких джерелах антофіліту залізо не визначають методом EDXA.

Рисунки Е.11 та Е.12 показують спектри EDXA, отримані з тремолітового азбесту NIST SRM 1867 та актинолітового азбесту NIST SRM 1867 відповідно. Тремолітовий азбест NIST SRM 1867 має вміст заліза трохи нижчий, ніж межа між тремолітом й актинолітом, визначена Міжнародною мінералогічною асоціацією. Актинітовий азбест NIST SRM 1867 має вміст заліза трохи вищий, ніж ця межа. Відповідно, ці два еталонні зразки корисні для класифікації невідомих волокон тремоліту-актиноліту. Спектр EDXA для еталонного тремоліту HSE, наведений на рисунку Е.13, є прикладом тремоліту з нижчим умістом заліза. Спектр EDXA для еталонного актиноліту HSE, наведений на рисунку Е.14, є прикладом актиноліту з високим умістом заліза.

Рисунок Е.15 показує спектр EDXA, отриманий із ріхтерит-вінчиту. Цей мінерал пов'язаний із деякими джерелами вермикуліту. Рисунок Е.15 потрібно розглядати лише як приклад, оскільки концентрації натрію, калію та кальцію можуть бути досить змінними навіть у межах матеріалів з одного джерела.



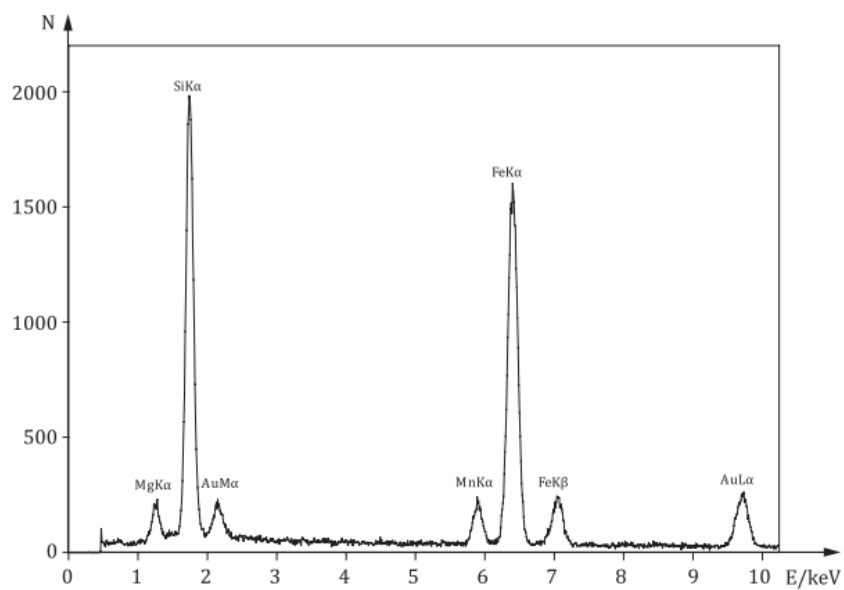
Умовні позначки:

N — кількість імпульсів;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Примітка. Піки золота та невеликі піки міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок Е.5 — Енергетично-дисперсійний рентгенівський спектр, отриманий від SRM 1866 хризотилу



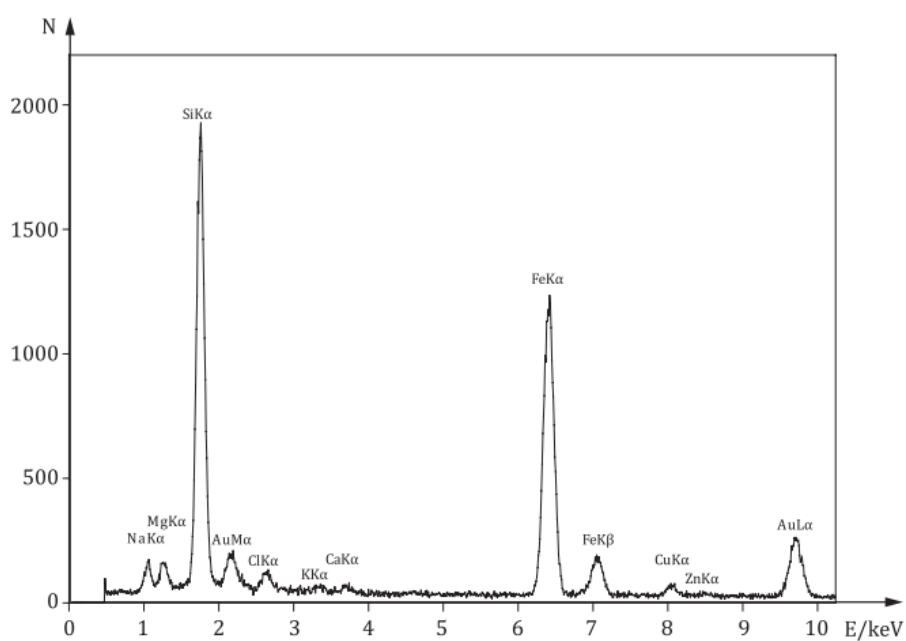
Умовні позначки:

N — кількість імпульсів;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Примітка. Піки золота походять від золотої сітки для зразків.

Рисунок Е.6 — Енергетично-дисперсійний рентгенівський спектр, отриманий від SRM 1866 амоситу



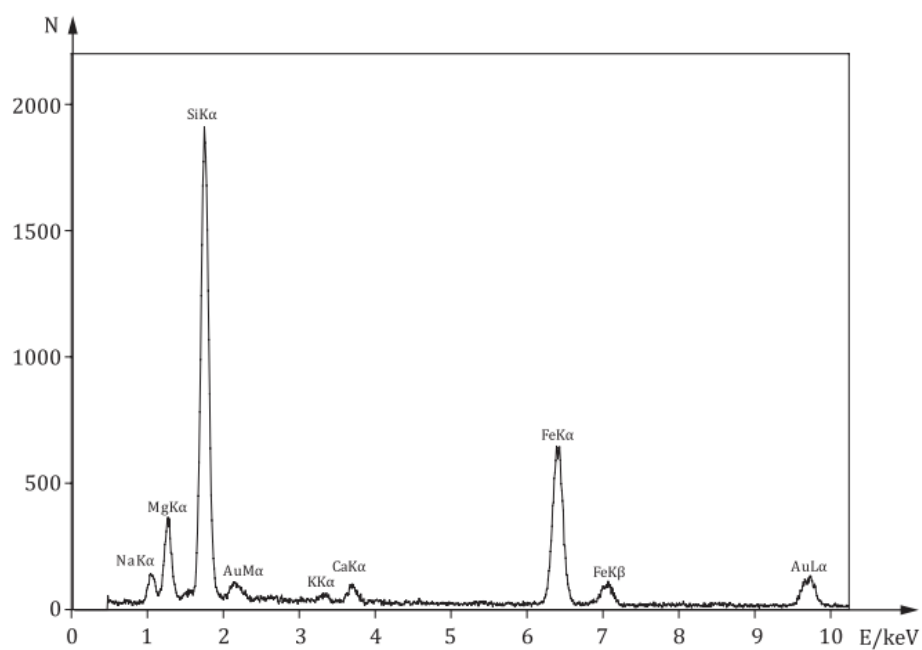
Умовні позначки:

N — кількість імпульсів;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Примітка. Піки золота та невеликі піки міді походять від золотої сітки для зразків.

Рисунок Е.7 — Спектр енергодисперсійного рентгенівського аналізування, отриманий від SRM 1866 кризидоліту



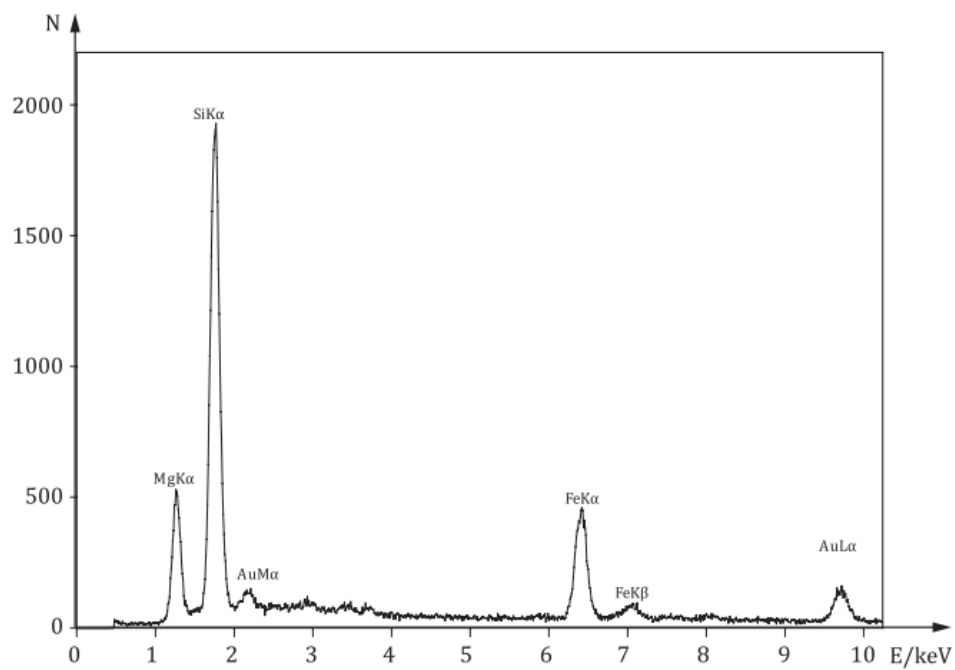
Умовні позначки:

N — кількість імпульсів;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Примітка. Піки золота походять від золотої сітки для зразків.

Рисунок Е.8 — Спектр енергодисперсійного рентгенівського аналізування, отриманий від болівійського крокидоліту



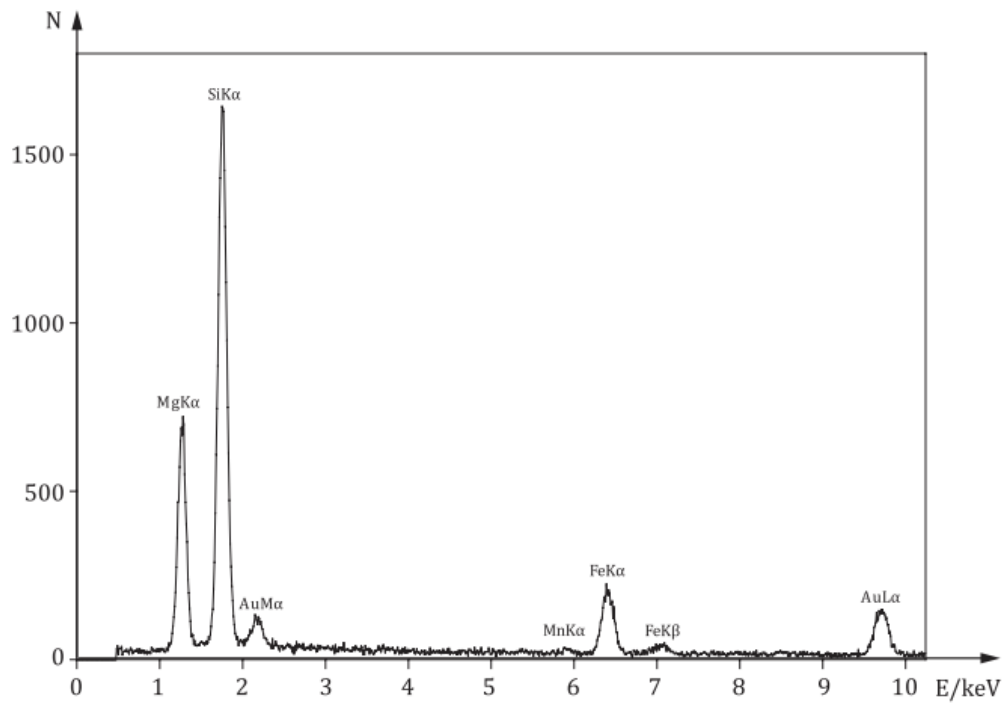
Умовні позначки:

N — кількість імпульсів;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Примітка. Піки золота походять від золотої сітки зразка.

Рисунок Е.9 — Спектр енергодисперсійного рентгенівського аналізування, отриманий від антофіліту SRM 1867



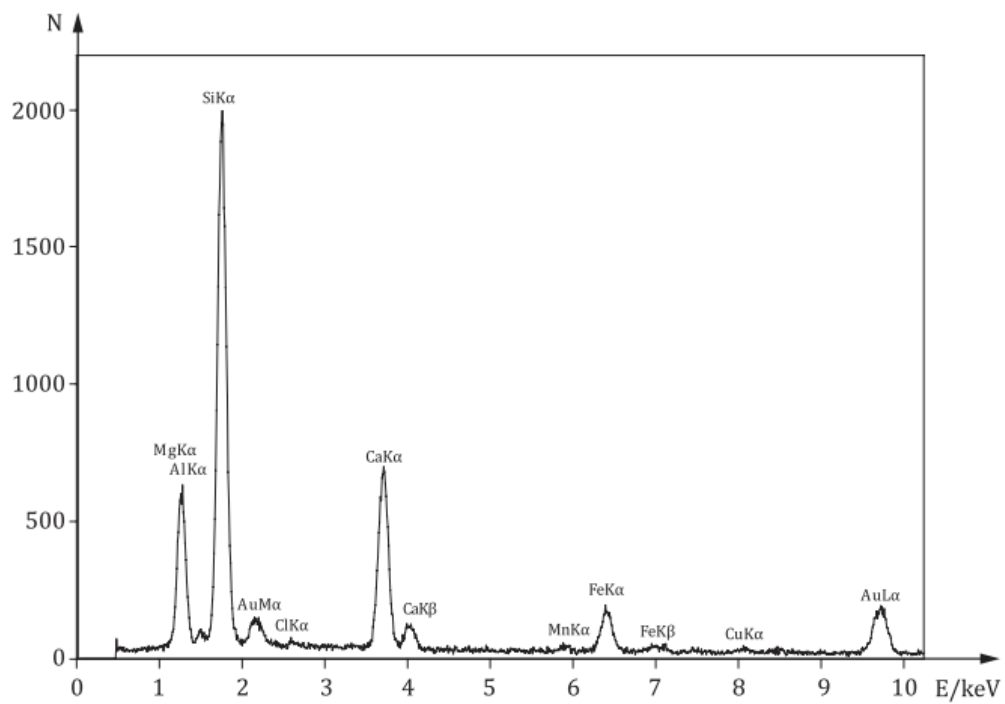
Умовні позначки:

N — кількість імпульсів;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Примітка. Піки золота походять від золотої сітки зразка.

Рисунок Е.10 — Спектр енергодисперсійного рентгенівського аналізування, отриманий від антофіліту НСЕ



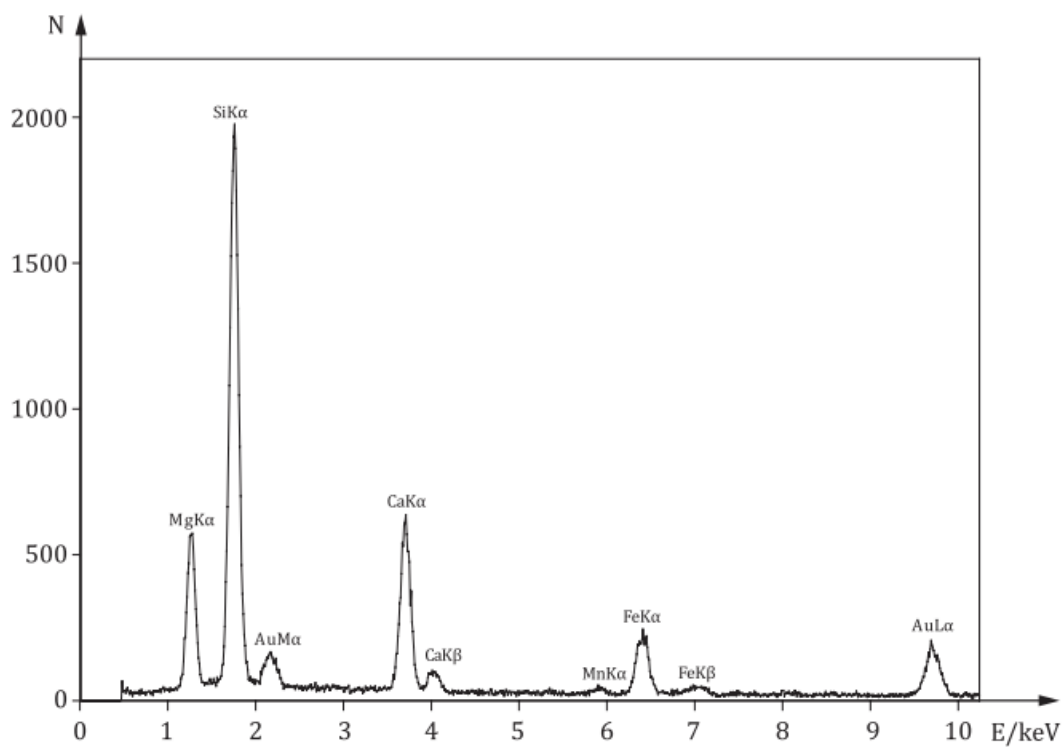
Умовні позначки:

N — кількість імпульсів;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Примітка. Піки золота та невеликі піки міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок Е.11 — Спектр енергодисперсійного рентгенівського аналізування, отриманий від тремоліту SRM 1867



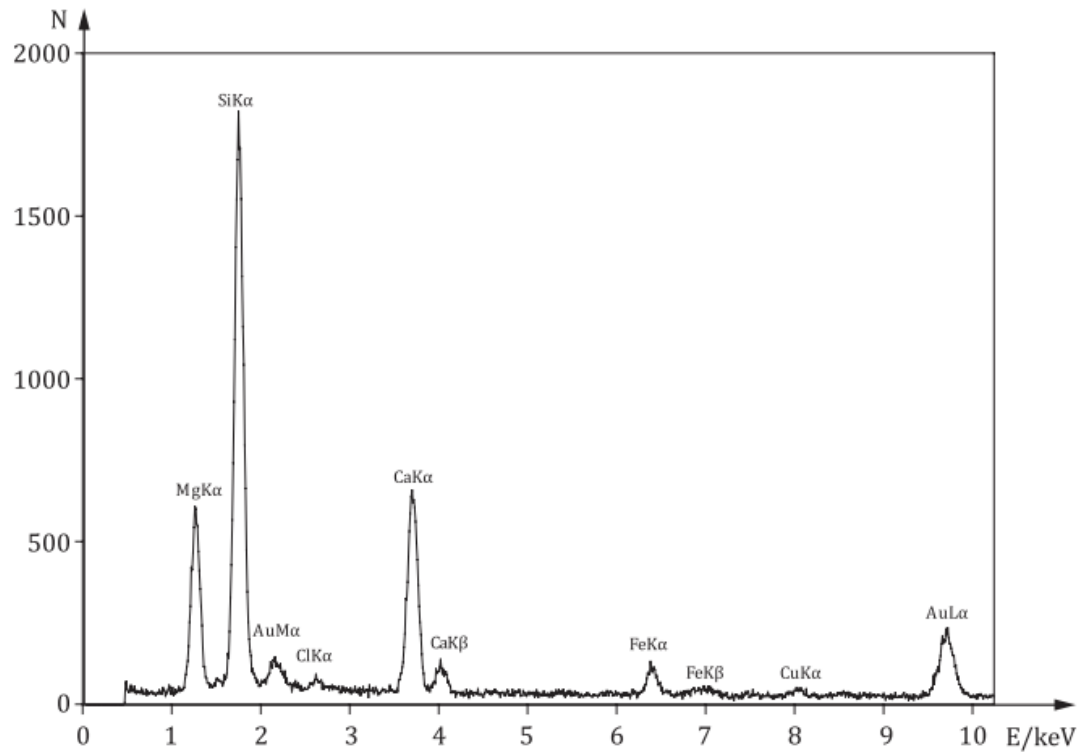
Умовні позначки:

N — кількість імпульсів;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Примітка. Піки золота походять від золотої сітки зразка.

Рисунок Е.12 — Спектр енергодисперсійного рентгенівського аналізування, отриманий від актиноліту SRM 1867



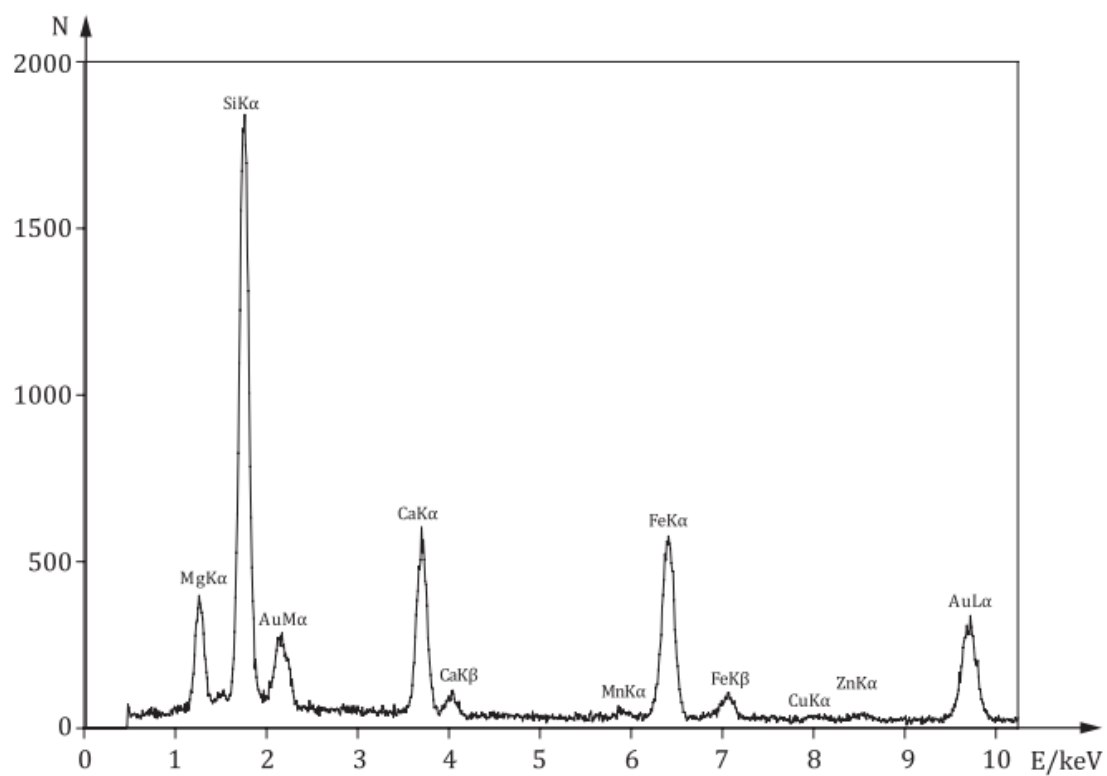
Умовні позначки:

N — кількість імпульсів;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Примітка. Піки золота та малі піки міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок Е.13 — Спектр енергодисперсійного рентгенівського аналізування, отриманий від тремоліту HSE



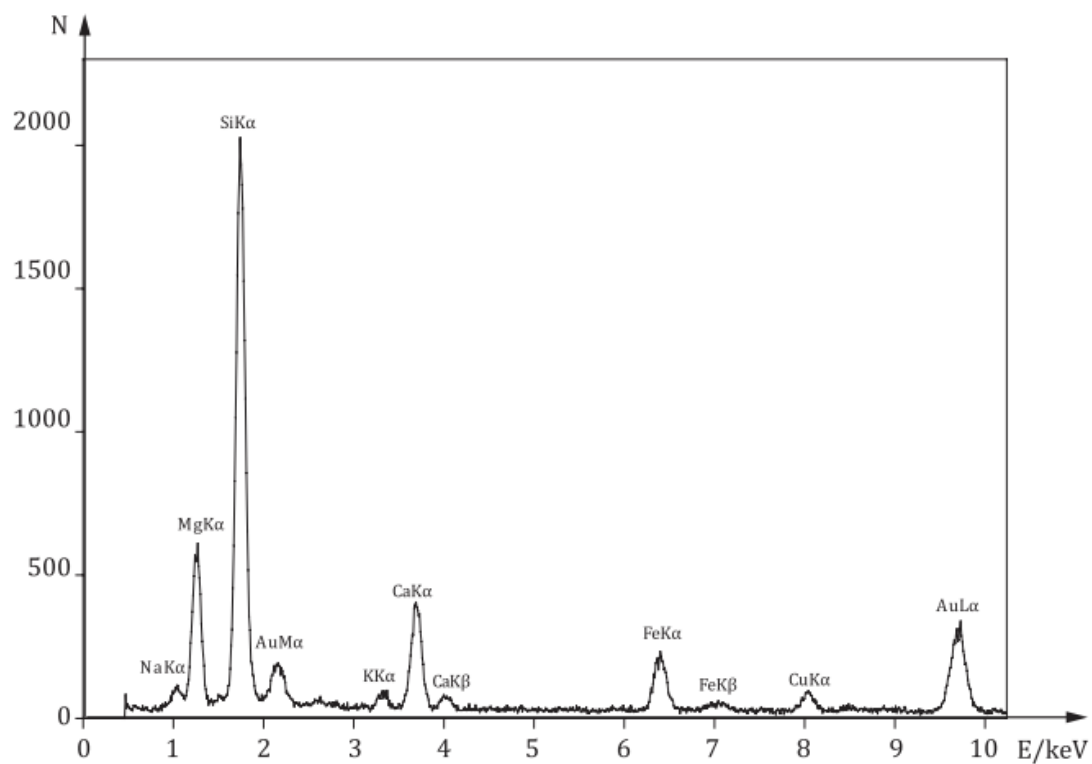
Умовні позначки:

N — кількість імпульсів;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Примітка. Піки золота походять від золотої сітки зразка.

Рисунок Е.14 — Спектр енергодисперсійного рентгенівського аналізування, отриманий від актиноліту HSE



Умовні позначки:

N — кількість імпульсів;

E — енергія рентгенівського випромінювання.

Примітка. Піки золота та малі піки міді походять від золотої сітки зразка.

Рисунок Е.15 — Спектр енергодисперсійного рентгенівського аналізування, отриманий від азбесту ріхтериту / вінчиту