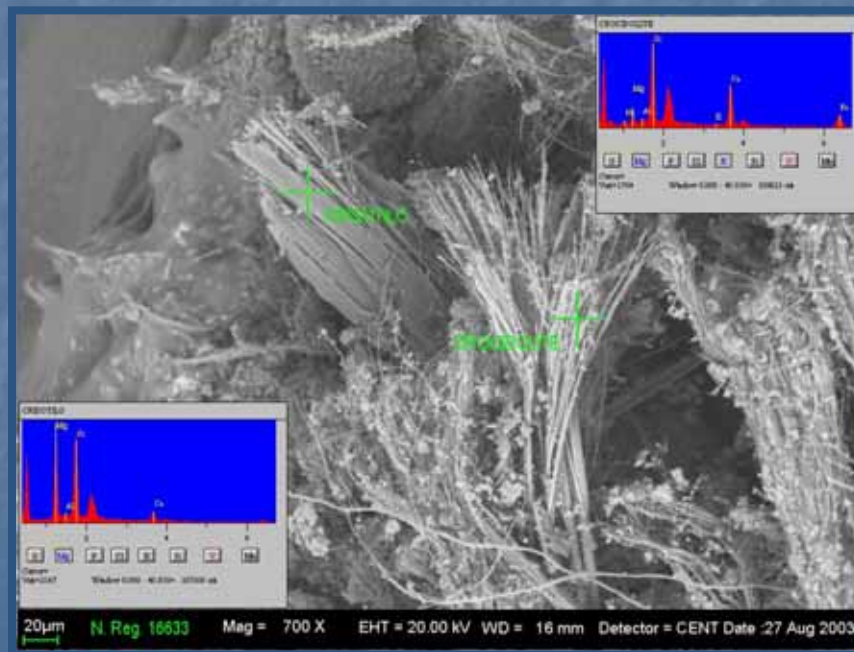


# 9° Giornata di studio sullo stato di attuazione del Piano Regionale Amianto

Genova, 23 ottobre 2012

Indagini analitiche  
e  
Loro prospettive

Sonja Prandi  
ARPAL



# Analisi dell'amianto

Microscopia Ottica >>>>> MOCF-MOLP

Microscopia Elettronica >>>> SEM-EDS

Diffrattometro >>>>>> DRX

Infrarosso >>>>>> FTIR

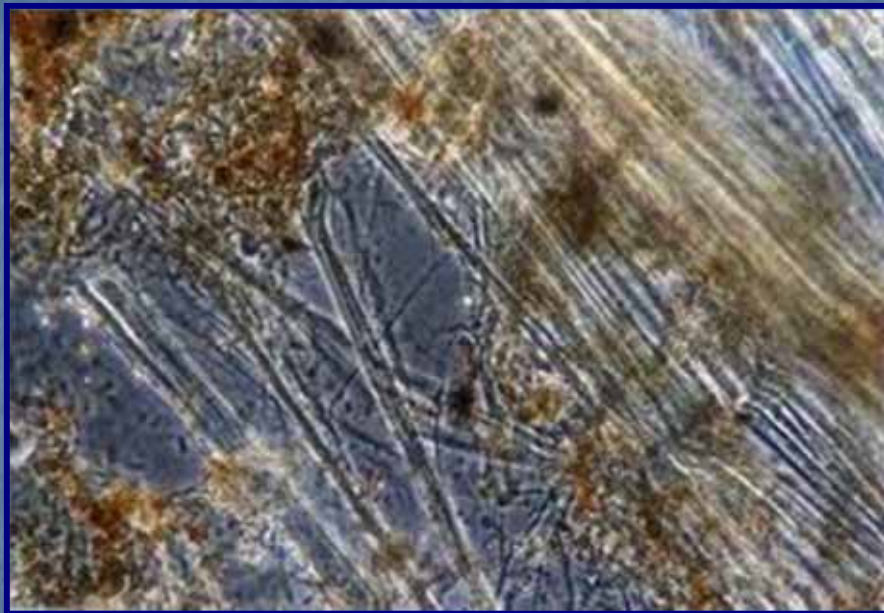
## Diapositiva 2

---

p12

pnc; 20/03/2007

# Tecniche di microscopia

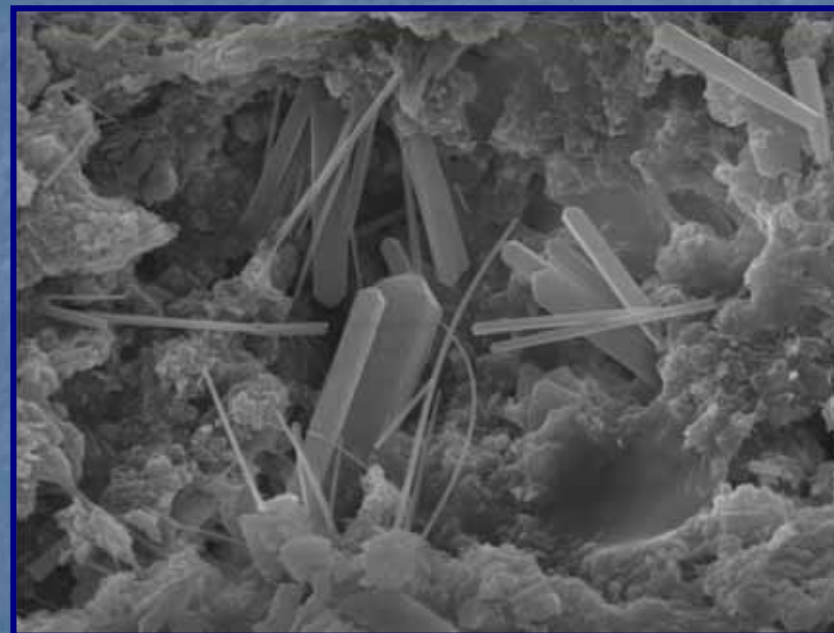


Microscopio ottico

Microscopio elettronico

Immagini - Morfologia

Individuazione fibre



Analisi quantitative di fibre in aria

## Diapositiva 3

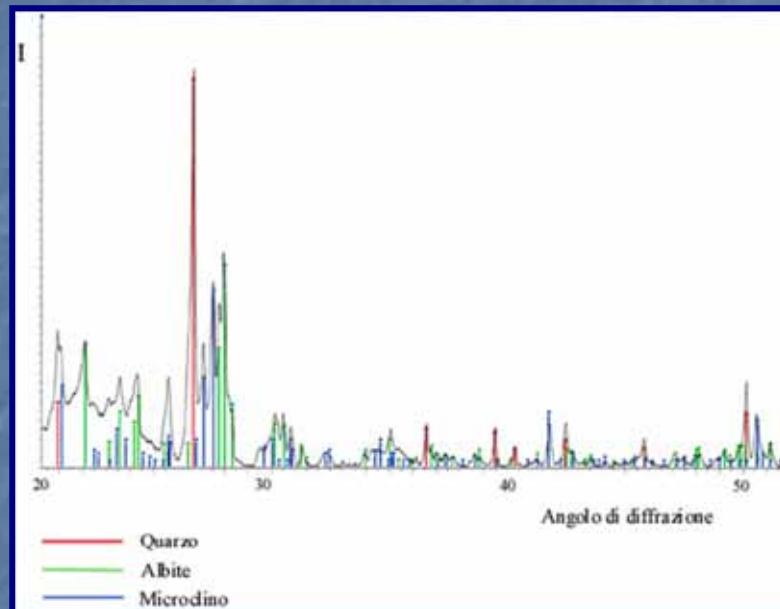
---

**p13**

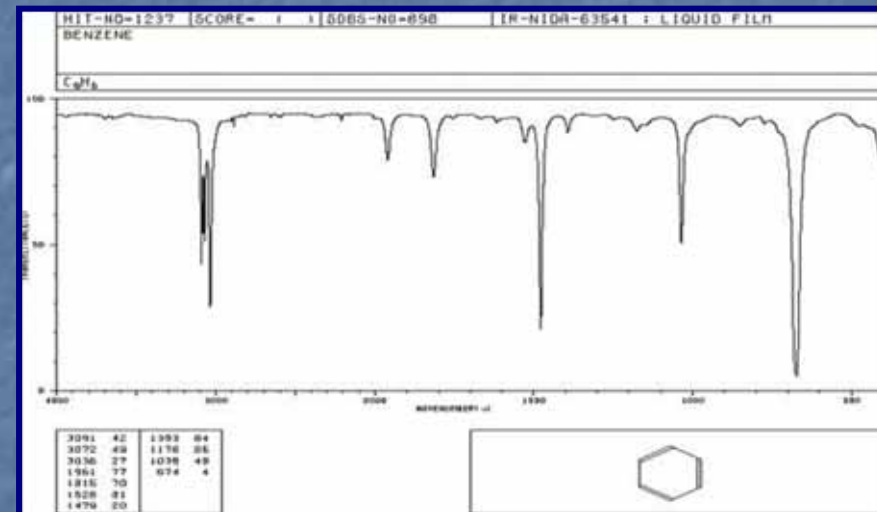
pnc; 20/03/2007

# Tecniche strumentali

Struttura cristallina – Legami molecolari



Diffrattometro a raggi X



Infrarosso in trasformata di Fourier

## Analisi quantitative sui manufatti

## Diapositiva 4

---

**p14**

pnc; 20/03/2007

# Indagini analitiche



Misurare la concentrazione  
di fibre in aria

Fibre regolamentate:  
lunghezza > 5  $\mu\text{m}$ ,  
larghezza < 3  $\mu\text{m}$ ,  
rapporto lunghezza/larghezza >3:1

MOCF

(Microscopia Ottica in Contrasto di Fase)  
concentrazione fibre totali in aria

SEM

(Microscopia Elettronica a Scansione con  
Microanalisi a Raggi X)  
concentrazione fibre di amianto in aria





## Diapositiva 5

---

**p15**

pnc; 20/03/2007

# Analisi in MOCF di fibre aerodisperse

## Preparazione del campione secondo il DM 06/09/94 – All 2A

- Diafanizzazione del filtro di cellulosa con vapori di acetone e triacetina
- Tempo di posa di 24 ore o riscaldamento a 50°C per 15 minuti

## Lettura del filtro seguendo le regole di conteggio OMS 1997

- Osservazione di 1 mmq di filtro con ingrandimento a 500X
- Individuazione e annotazione delle fibre presenti
- Elaborazione dei dati e determinazione della concentrazione:

$$C = \frac{n \cdot A}{N \cdot a \cdot V} \quad \text{fibre totali per litro di aria}$$

# Analisi in SEM di fibre aerodisperse

## Preparazione del campione secondo il DM 06/09/94 – All 2B

- Adesione del filtro allo stub e metallizzazione
- Introduzione del campione nella camera a vuoto del SEM

## Lettura del filtro seguendo le regole di conteggio OMS 1997

- Osservazione di 1 mmq di filtro con ingrandimento di 2000X
- Individuazione, riconoscimento e annotazione delle fibre
- Elaborazione dei dati e determinazione della concentrazione:

$$C = \frac{n \cdot A}{N \cdot a \cdot V} \quad \text{fibre di amianto per litro di aria}$$

# Confronto tra le due tecniche microscopiche

## MOCF

- costi limitati
- metodica ben standardizzata
- basso potere risolutivo
- non riconoscimento fibre
- variabilità alta a basse concentrazioni
- Limite rilevabilità statistico
- ambienti di lavoro

## SEM

- alto potere risolutivo
- identificazione univoca delle fibre
- costi elevati
- Limite rilevabilità statistico
- ambienti di vita
- ambiente esterno

# Perché il SEM per la restituibilità?

DM 6/09/94

## *6. Criteri per la certificazione della restituibilità di ambienti bonificati :*

### *6b) Criteri per la certificazione della restituibilità*

I locali dovranno essere riconsegnati a conclusione dei lavori di bonifica con certificazioni finali attestanti che:

- a) sono state eseguite, nei locali bonificati, valutazioni della concentrazione di fibre di amianto aerodisperse mediante l'uso della microscopia elettronica in scansione;
- b) è presente, nei locali stessi, una concentrazione media di fibre aerodisperse non superiore alle 2 ff/l.

I metodi analitici da impiegare vengono riportati nell'Allegato 2.

# Matrice del campione e relativa analisi



Manufatti  
(fibro-cemento, isolanti, linoleum...)

concentrazioni tipiche (>10%)

>>>>>>>

analisi qualitativa

MODC/MOLP o SEM/EDS

presenza/assenza di amianto  
tipologia delle fibre



## Diapositiva 10

---

**p16**

pnc; 20/03/2007

# Analisi qualitativa in MODC-MOLP di manufatti

## Preparazione del campione:

- Accurata osservazione del campione allo stereomicroscopio e prime valutazioni
- Nota: il metodo è applicabile quando le fibre sono separabili dalla matrice
- Prelievo di materiale fibroso
- Deposizione su vetrino portaoggetti di liquido disperdente idoneo e del materiale fibroso prelevato
- Occorre preparare un vetrino per ogni tipologia di fibra
- Distribuzione del materiale all'interno della goccia di liquido e copertura con vetrino coprioggetti

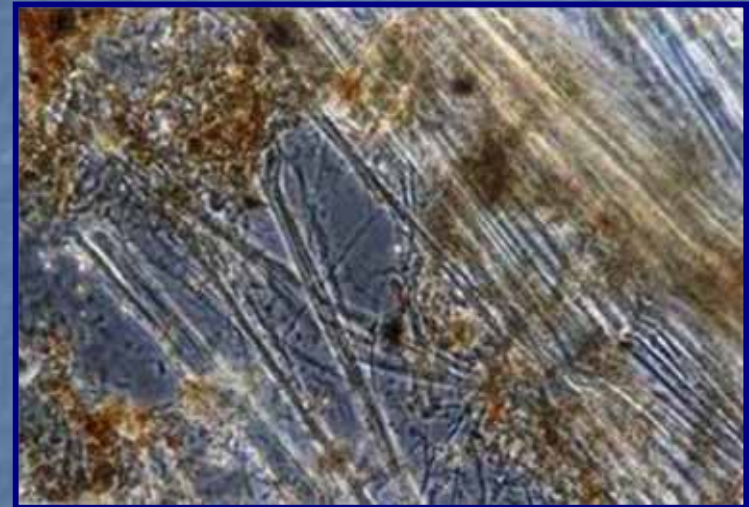




# Analisi qualitativa in MODC-MOLP di manufatti

## Analisi del preparato:

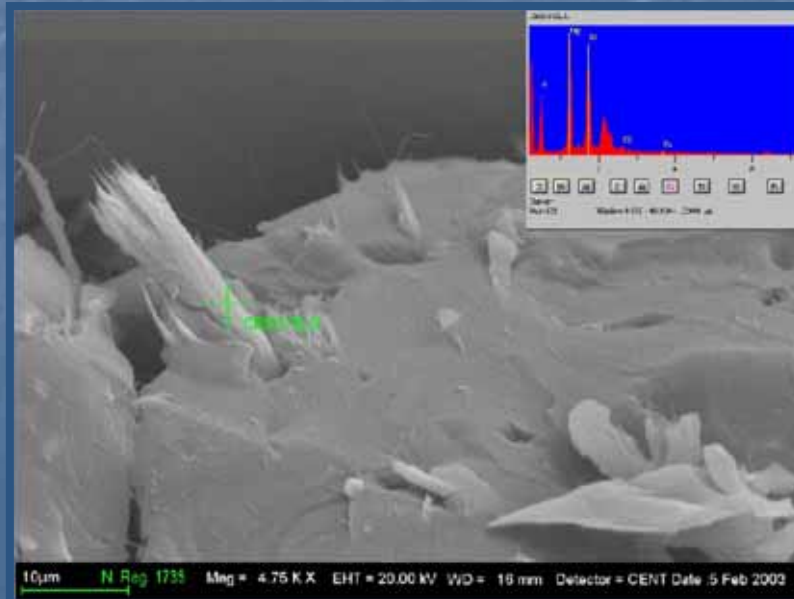
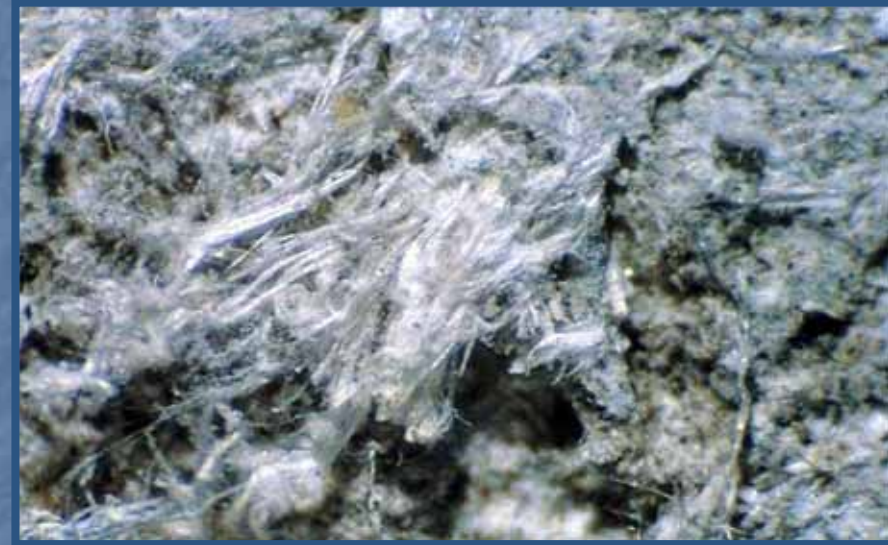
- Osservazione del vetrino al microscopio ottico sfruttando il fenomeno della variazione dell'indice di rifrazione all'interno dei materiali e usando luce polarizzata // o  $\perp$  alla fibra
- Riconoscimento delle fibre di amianto e loro tipologia
- Se il liquido usato non corrisponde alla tipologia ipotizzata occorre procedere ad una seconda preparazione cambiando il liquido di contrasto
- Compilazione del foglio di lavoro, inserimento dei dati sul programma di gestione dei campioni
- Emissione del referto finale di prova



# Analisi qualitativa in SEM di manufatti

## Preparazione del campione:

- Osservazione allo stereomicroscopio
- Prelievo di una minima porzione rappresentativa
- Nota: non è necessaria la macinazione del campione

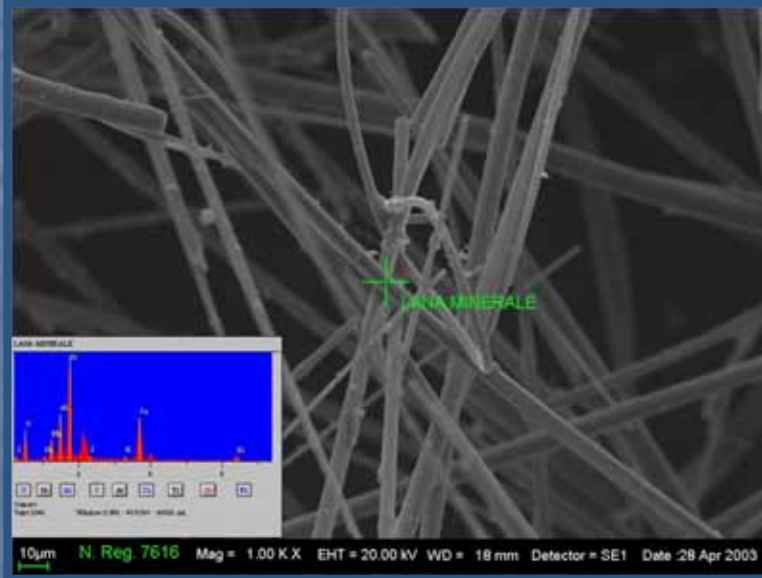


- Nel caso di materiale gommoso come linoleum si preleva una fettina con un bisturi o si esegue una rottura del campione tramite processo criogenico
- Fissaggio allo stub e metallizzazione
- Introduzione del campione nella camera del SEM

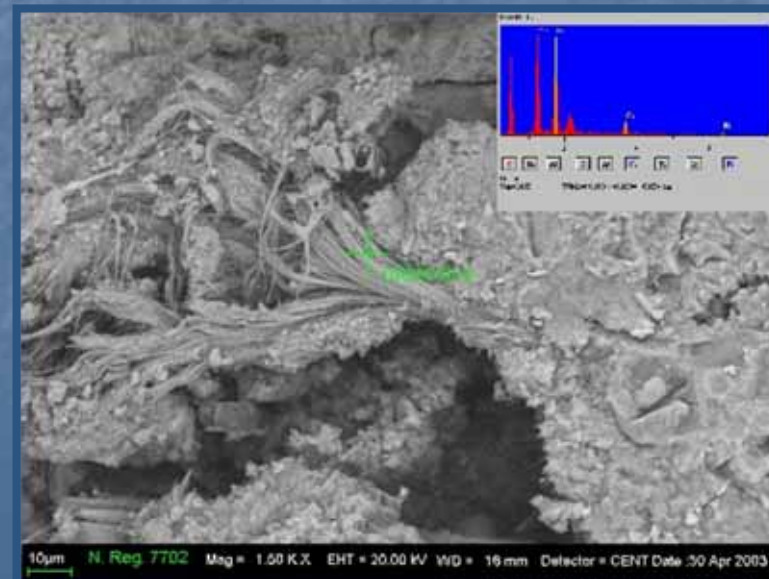
# Analisi qualitativa in SEM di manufatti

## Analisi del preparato:

- Formazione dell'immagine SEM e ispezione a diversi ingrandimenti
- Valutazione della presenza o assenza di fibre
- Analisi EDS delle parti fibrose con riconoscimento della varietà di amianto



- Elaborazione dei dati con salvataggio su PC delle immagini SEM e degli spettri EDS dei campioni con presenza di amianto
- Compilazione del foglio di lavoro, inserimento dei dati sul programma di gestione dei campioni
- Emissione del referto finale di prova



# Matrice del campione e relativa analisi

Manufatti  
(fibro-cemento)



analisi gravimetrica:

bilancia analitica

valutazione dello stato di conservazione di lastre

## Diapositiva 15

---

**p17**

pnc; 20/03/2007

# Valutazione stato di conservazione di coperture

- Ispezione visiva con documentazione fotografica
- Compilazione di modulo valutativo di sopralluogo
- Prelievo di frammento di lastra
- Applicazione del metodo UNI 10608 definito "a strappo"
- Osservazione allo stereomicroscopio
- Formulazione di un giudizio complessivo
- Indicazioni delle azioni da intraprendere



mg/cm <sup>2</sup>	Stato della superficie	Osservazione allo stereomicroscopio
0 - 0.5	Ottimo	Fibre completamente inglobate
0.51-1.00	Buono	Fibre parzialmente affioranti
1.01 - 2.0	Scadente	Fibre quasi totalmente distaccate dalla matrice e/o fibre libere
> 2.01	Pessimo	Fibre quasi totalmente distaccate dalla matrice e/o fibre libere

"Valutazione dello stato di conservazione di materiali contenenti amianto in matrice compatta"

# Matrice del campione e relativa analisi

Rocce

analisi quantitativa



SEM-EDS

presenza/assenza e Indice di Rilascio



## Diapositiva 17

---

**p18**

pnc; 20/03/2007

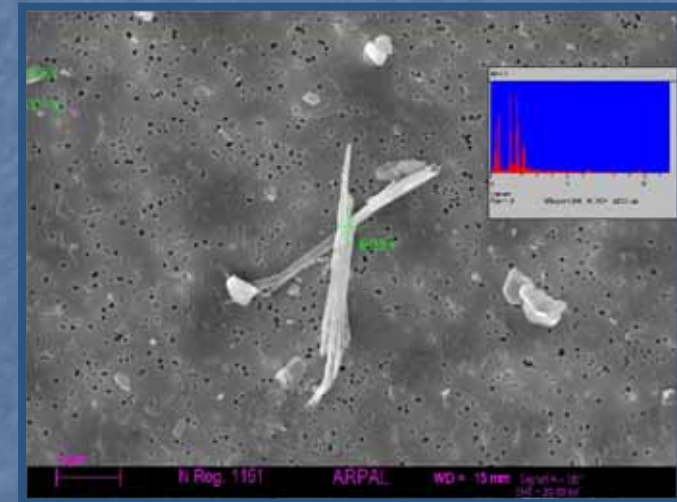


# Analisi quantitativa in SEM di campioni di cava (I.R.)

- Scopo: valutazione del valore di Indice di Rilascio per i campioni prelevati da cumulo

Preparazione del campione secondo il DM 14/05/96 – All 4B1:

- Essiccazione del campione
- Setacciatura del materiale e recupero della pezzatura tra 5 e 50mm.
- Pesata di 500 g della frazione sopra indicata
- Prova di sfregamento tramite automacinazione per 4 ore mediante cilindro ruotante ad una velocità di 1giri/min.
- Lavaggio del materiale
- Filtrazione del liquido di lavaggio
- Raccolta della polvere prodotta dall'automacinazione
- Essiccazione della polvere
- Continua la preparazione come per l'analisi quantitativa di un terreno



# Analisi quantitativa in SEM di campioni di cava (I.R.)

DM 14/05/96 - All 4B1 e DM 06/09/94 All 1B

Materiale da cumulo:

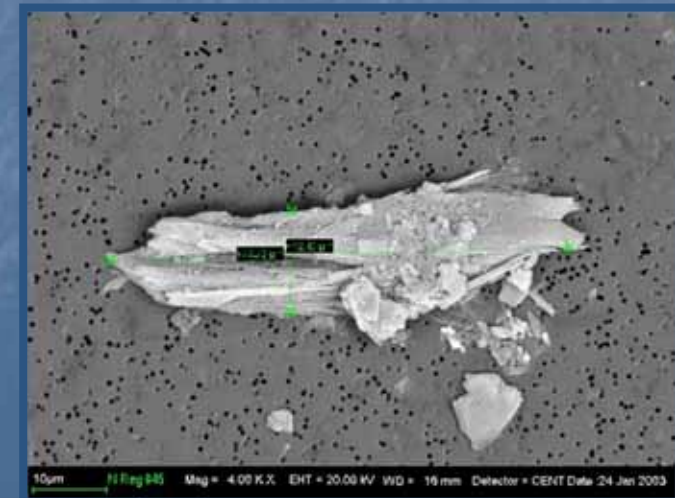
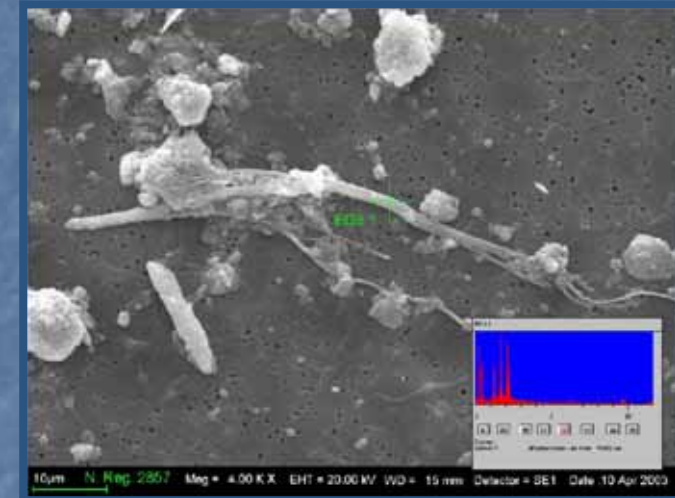
- Determinazione del valore di Indice di Rilascio

$$IR = \% \text{ amianto} / \% \text{ densità relativa}$$

- densità relativa = densità apparente/densità assoluta
- Come densità apparente si considera il valore di 1.45 ton/m<sup>3</sup> (come da ditte che commercializzano pietrisco)

Altro materiale di cava:

- Relazione geologica
- Analisi sul materiale 'sciolto'



# Matrice del campione e relativa analisi

## Suoli - Rifiuti

analisi quantitativa

SEM-EDS

presenza/assenza

e

concentrazione in ppm



## Diapositiva 20

---

p8

pnc; 20/03/2007

# Matrice del campione e relativa analisi



Acqua

analisi quantitativa

SEM-EDS

presenza/assenza  
concentrazione in MF/I



## Diapositiva 21

---

**p19**

pnc; 20/03/2007

# Prospettive



Amianto nell'acqua potabile  
(D.Lgs. 31/2001)

Stesura di  
un metodo analitico  
standardizzato



# Prospettive

Analisi in ambiente esterno per la valutazione della presenza di fondo di fibre di amianto.



Necessità di campionamenti dedicati  
Conseguenti analisi in SEM

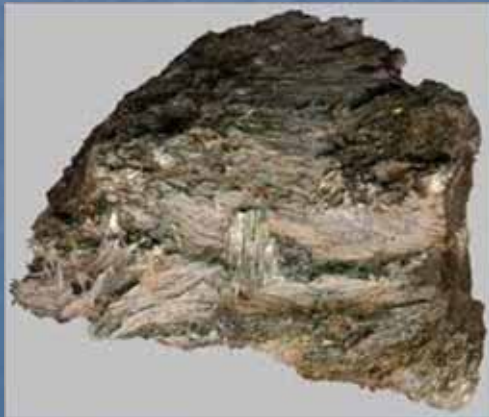


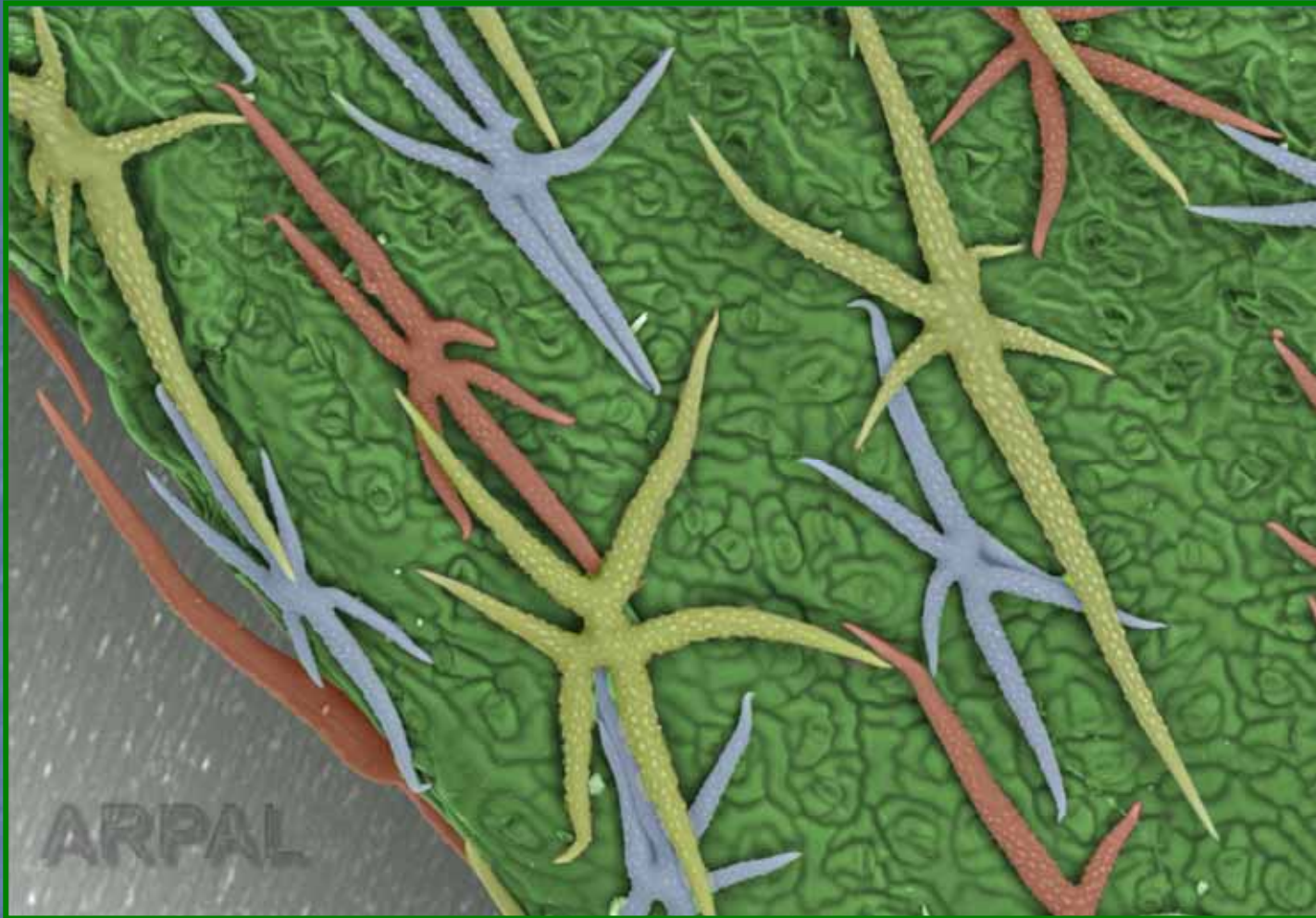
# Prospettive



Amianto nelle cave

Definizione di un  
protocollo condiviso  
per la gestione del  
materiale di cava.





*...immagini capaci di emozionare e stupire di fronte alla perfezione della natura...*