



Identifikace azbestových vláken metodou SEM EDS - přednosti a úskalí.

Karel Lach, Eduard Ježo

Skenovací elektronový mikroskop



Identifikace azbestových vláken v technických produktech a stavebních materiálech na SEM je založena na německém postupu

VDI 3866 vydaném pod hlavičkou VEREIN DEUTSCHER INGENEURE

ICS 13.040.40		VDI-RICHTLINIEN		Oktober 2004 October 2004	
VEREIN DEUTSCHER INGENIEURE		Bestimmung von Asbest in technischen Produkten Rasterelektronenmikroskopisches Verfahren Determination of asbestos in technical products Scanning electron microscopy method		VDI 3866 Blatt 5 / Part 5 Ausc. deutsch/englisch Issue German/English	
<p><i>Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung im Bundesanzeiger einem öffentlichen Einspruchsverfahren unterworfen. Die deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.</i></p>		<p><i>The draft of this guideline has been subject to public scrutiny after announcement in the Bundesanzeiger (Federal Gazette). The German version of this guideline shall be taken as authoritative. No guarantee can be given with respect to the English translation.</i></p>			
Inhalt		Seite	Contents		Page
Vorbemerkung		2	Preliminary note		2

Frühere Ausgabe: 5.03 Entwurf, deutsch
Former edition: 5/03 draft, in German only

er Ingenieure, Düsseldorf 2004

ternal use – not permitted

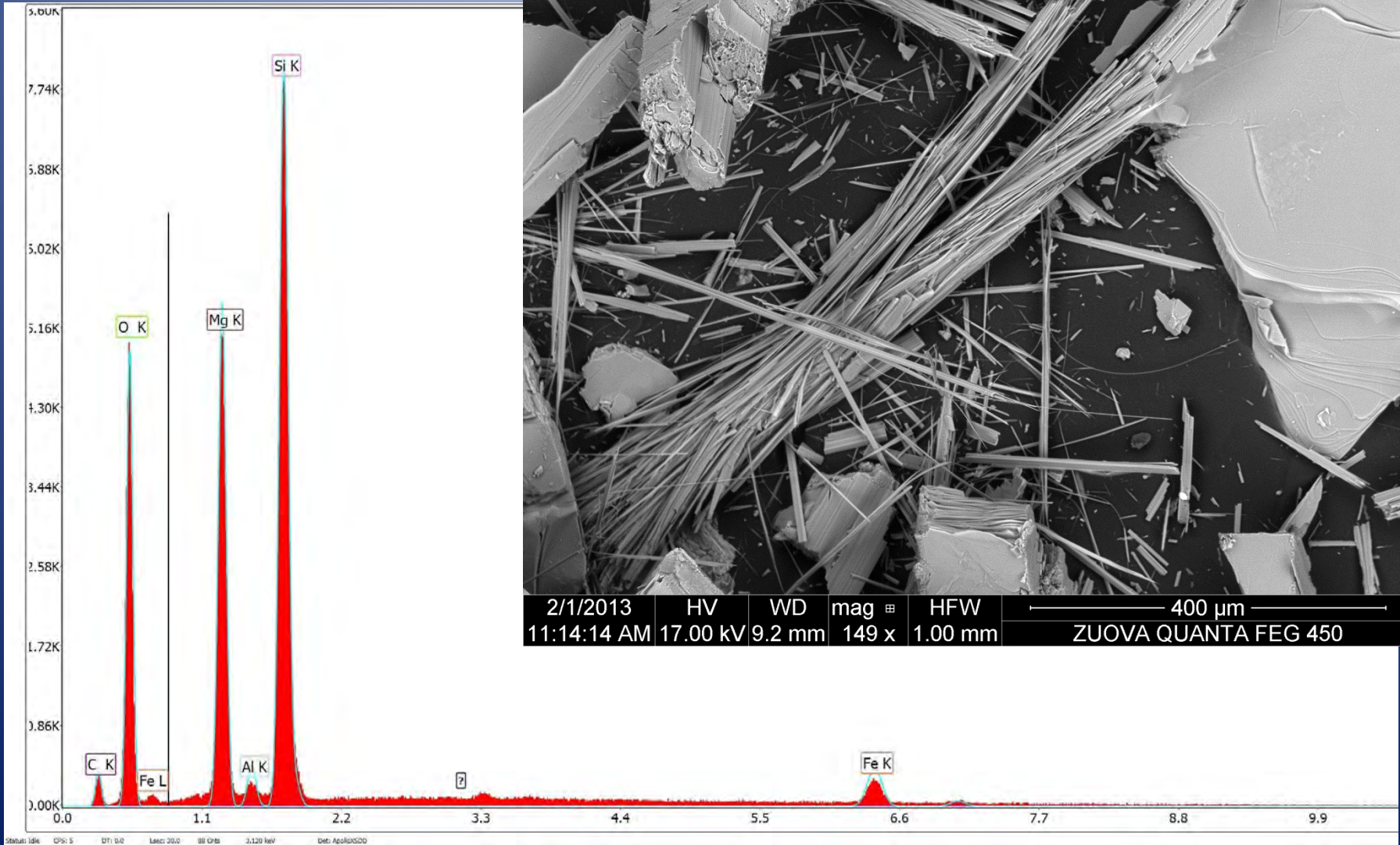
Identifikace azbestových vláken v technických produktech a stavebních materiálech na SEM je založena na německém postupu VDI 3866 vydaném pod hlavičkou VEREIN DEUTSCHER INGENEURE

Metoda je vhodná pro identifikaci azbestových vláken, jejichž hmotnostní obsah je vyšší než 1%.

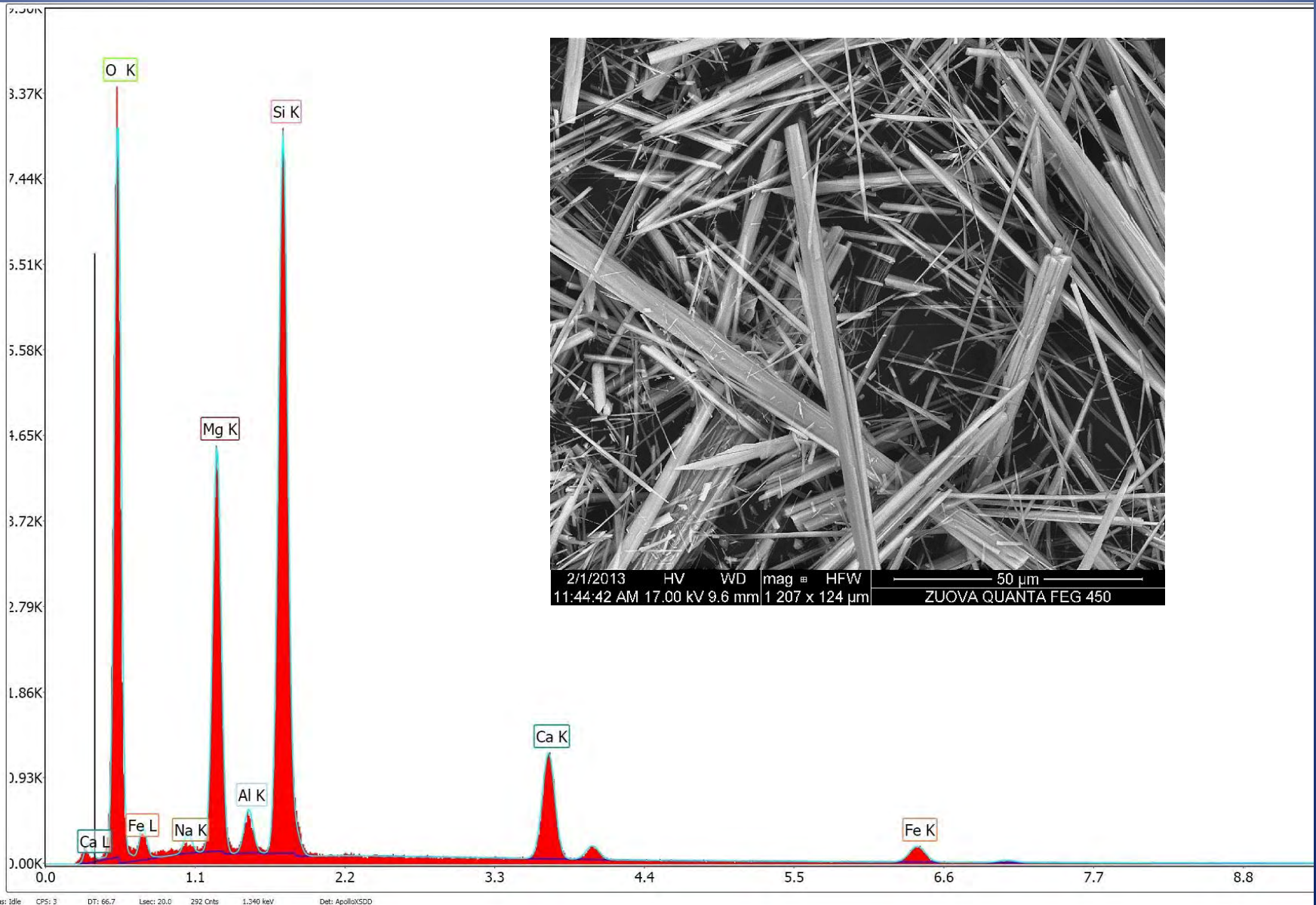
Prachový vzorek se zpracovává při zvětšení v rozsahu 100 až 5000krát.

Nalezená minerální vlákna nebo svazky vláken jsou podrobeny EDS analýze (EDXA) a na základě elementárního složení a rovněž i morfologie vlákna je analyzovaný objekt jednoznačně identifikován.

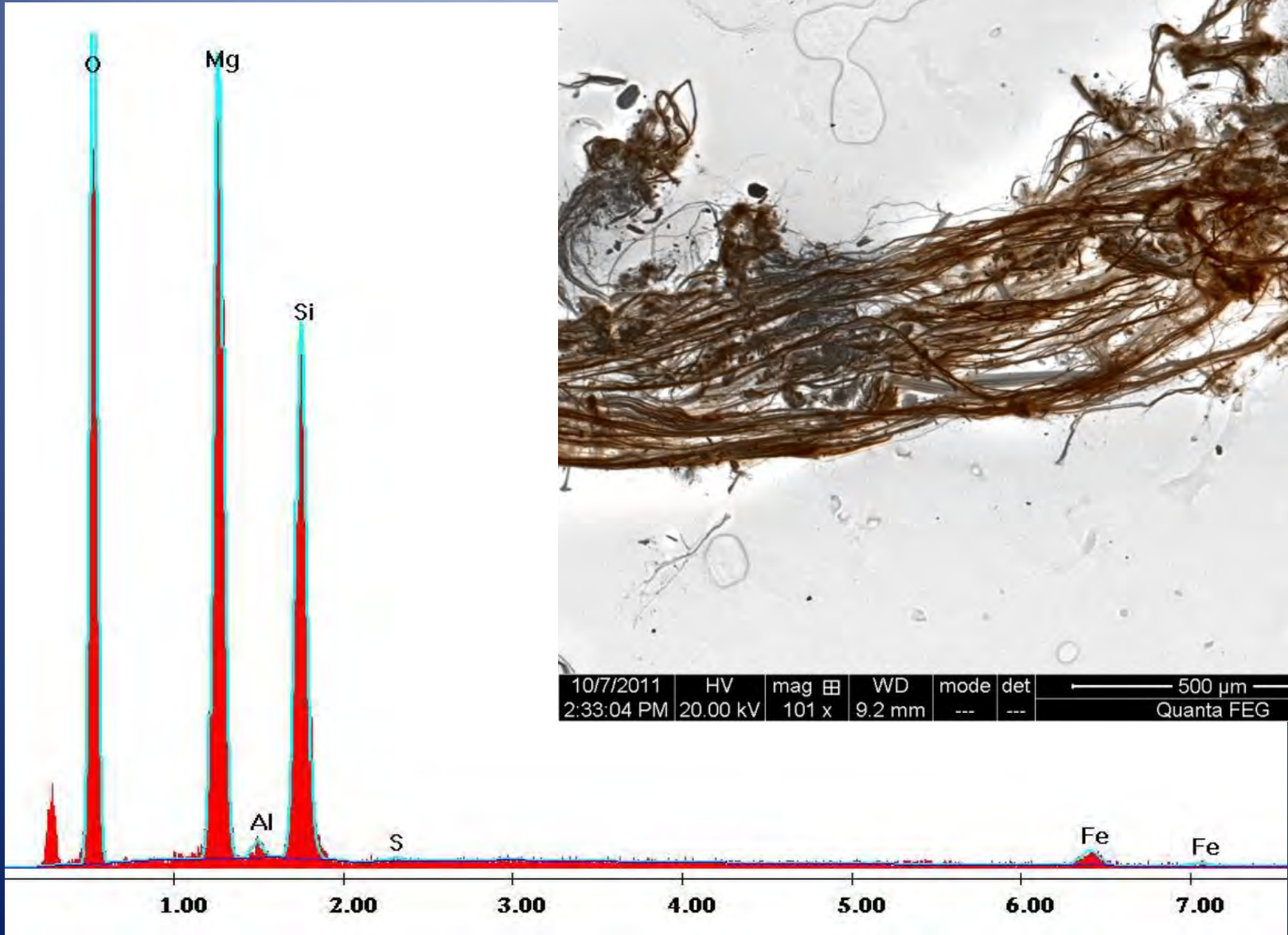
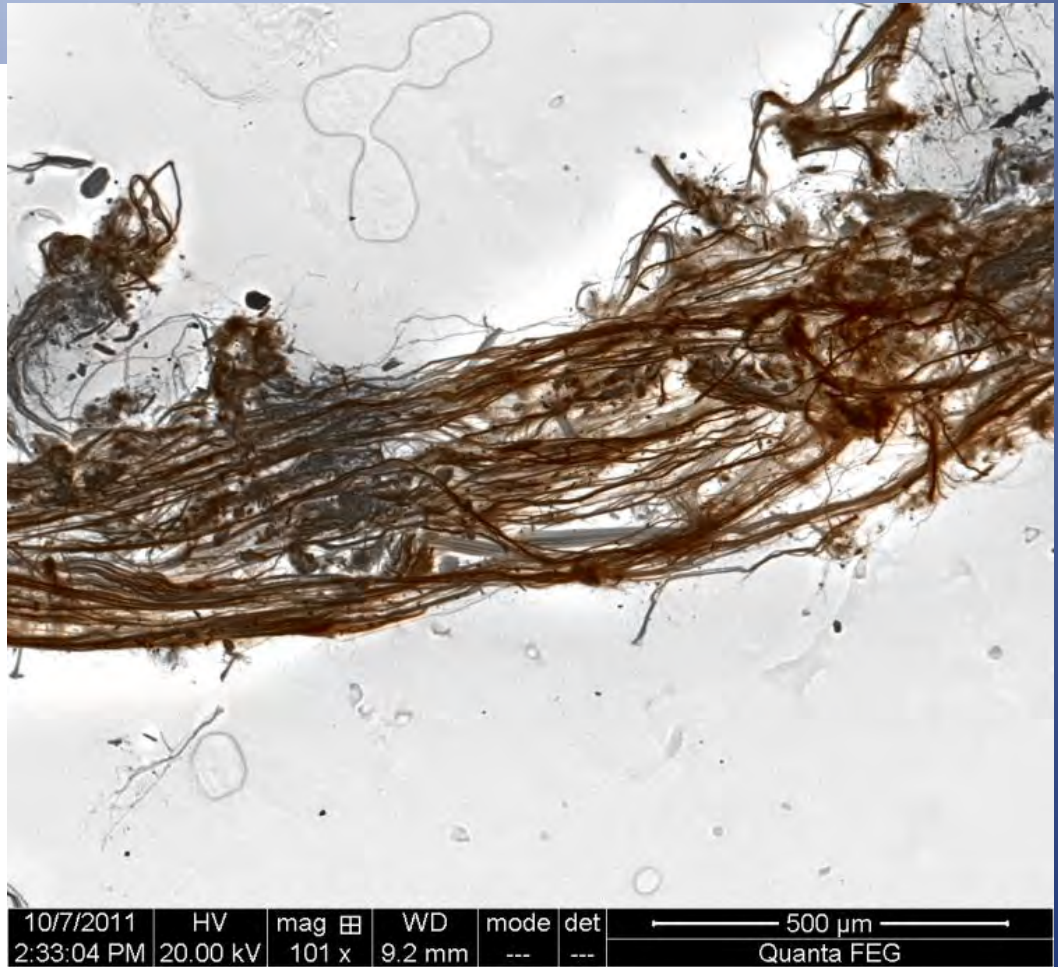
Antofylitový azbest



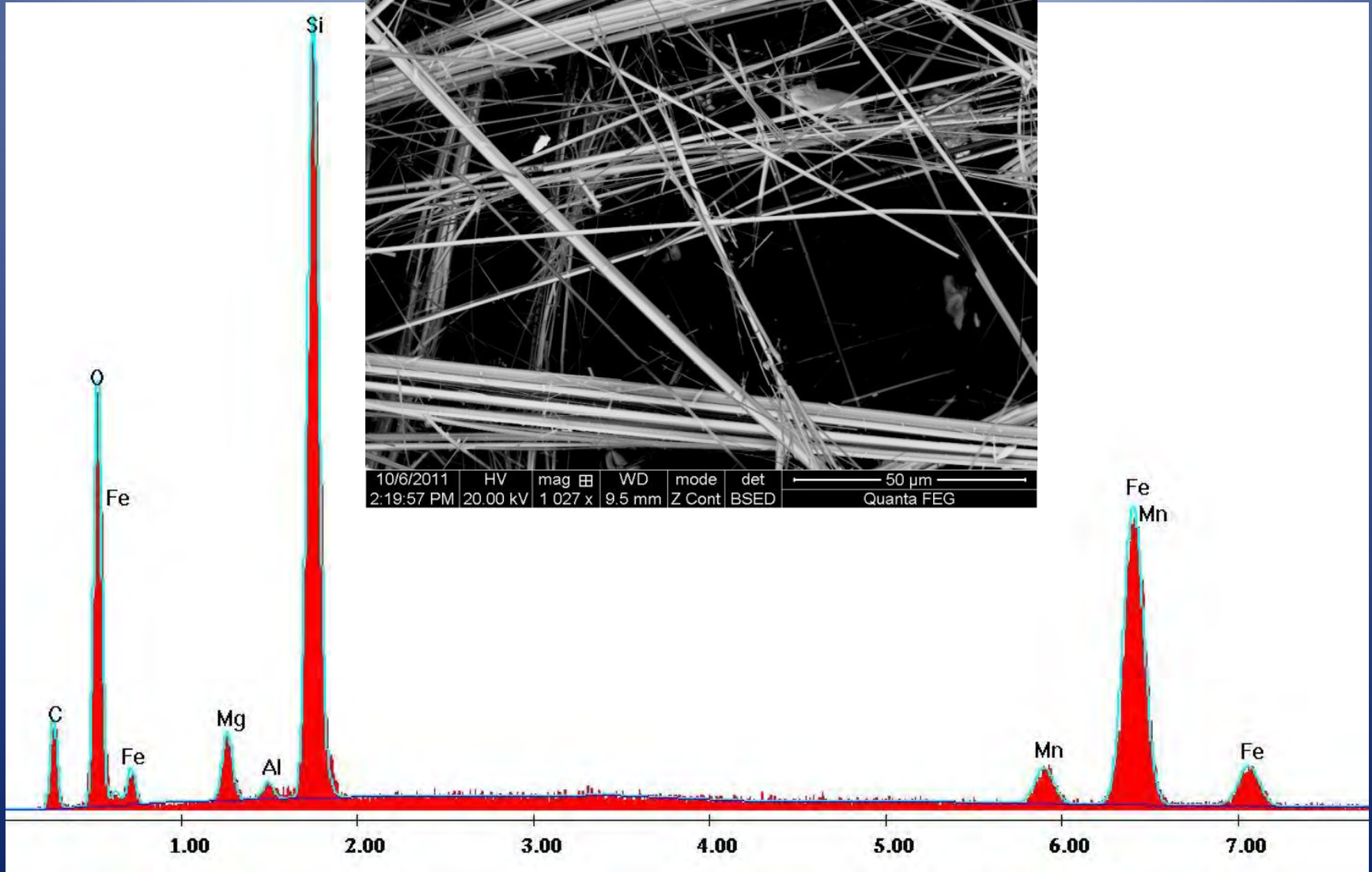
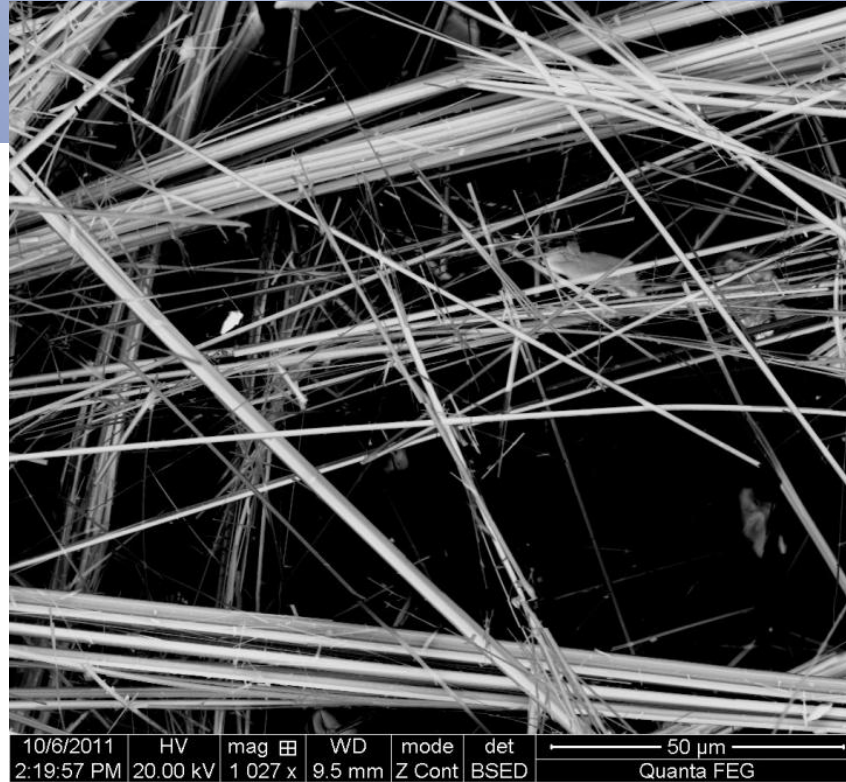
Aktinolit - tremolitový azbest



Chryzotil

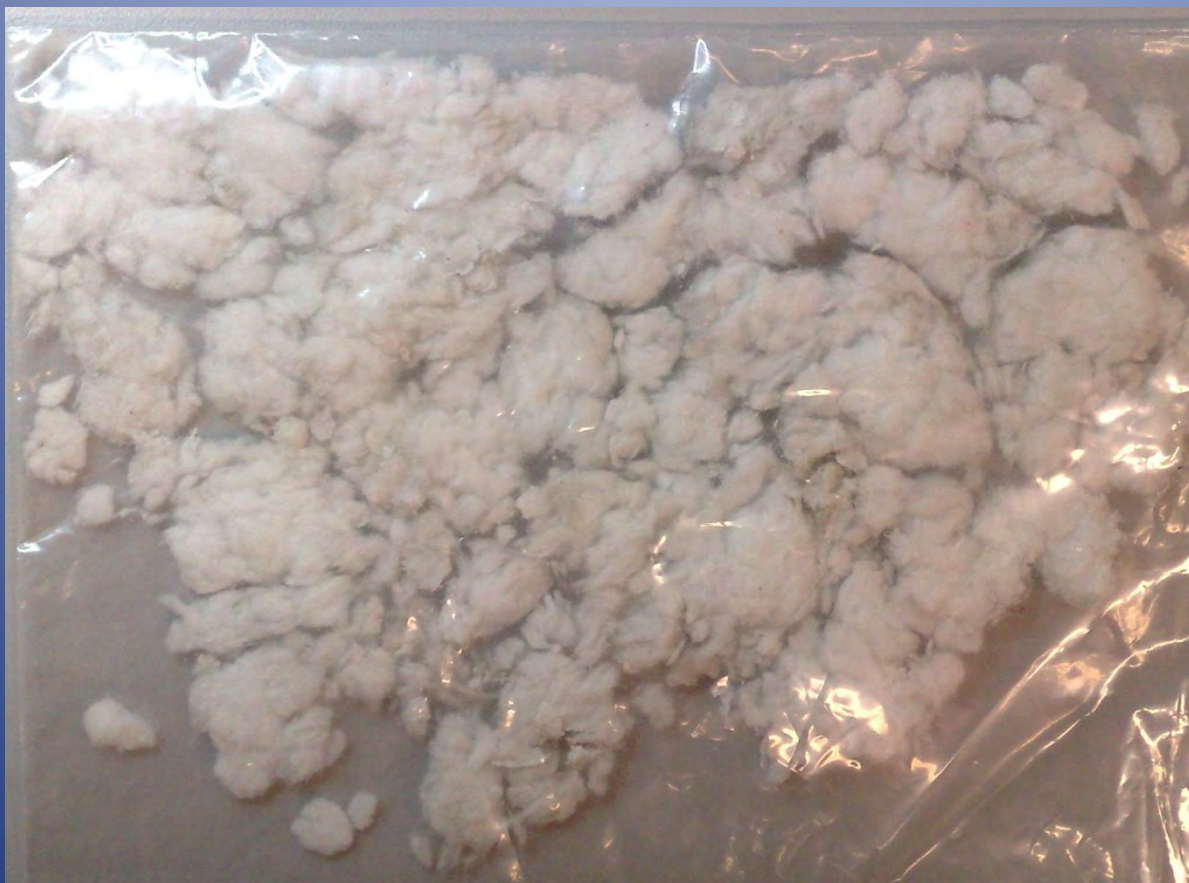


Amosite



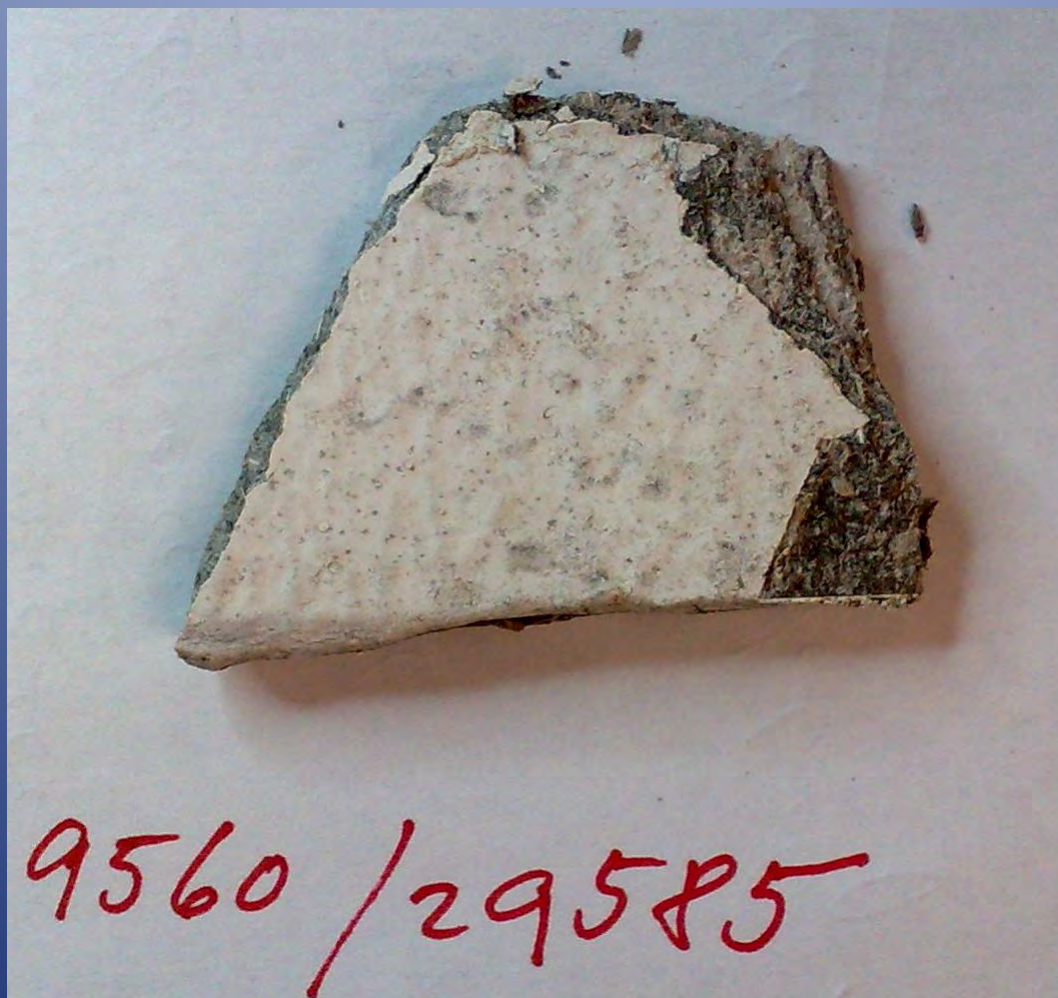


Příklady dodaných vzorků na identifikaci azbestových vláken





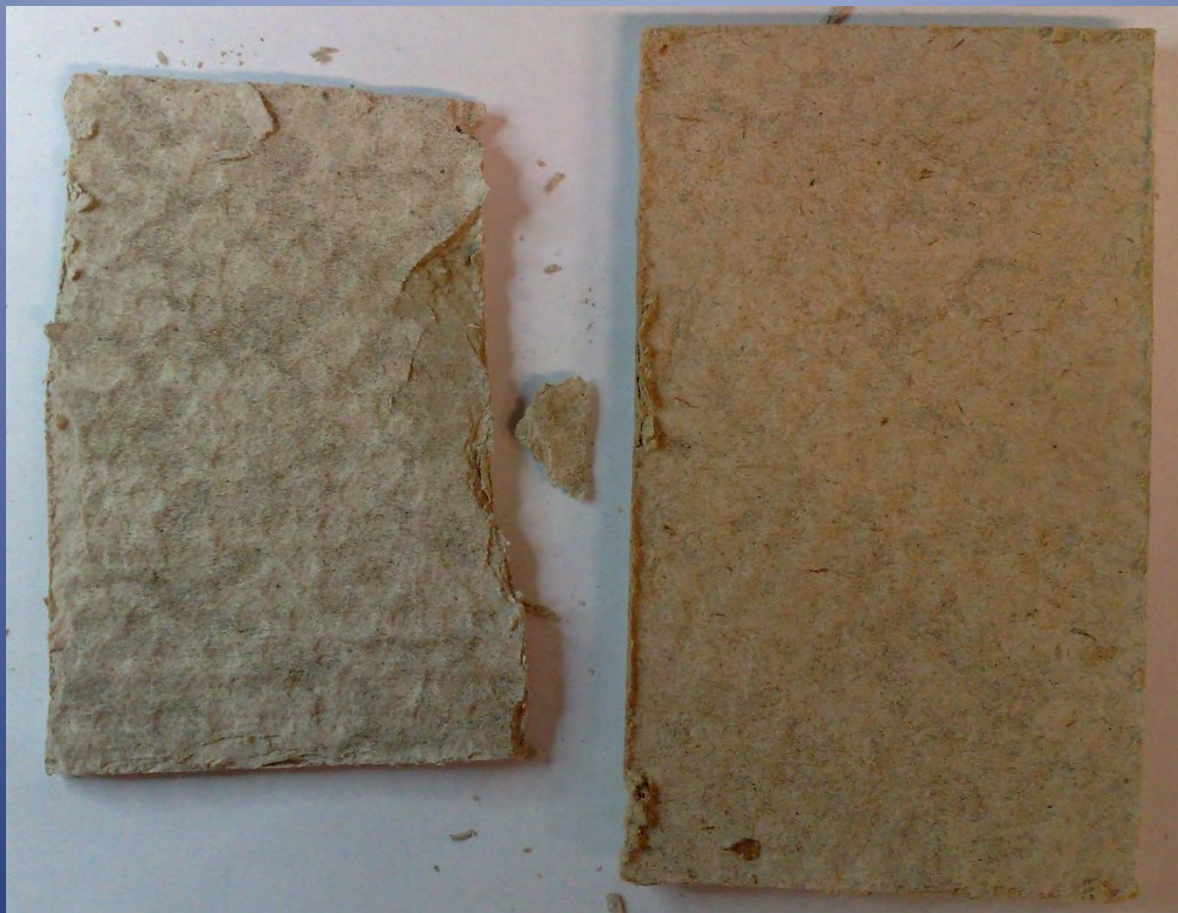
Příklady dodaných vzorků na identifikaci azbestových vláken



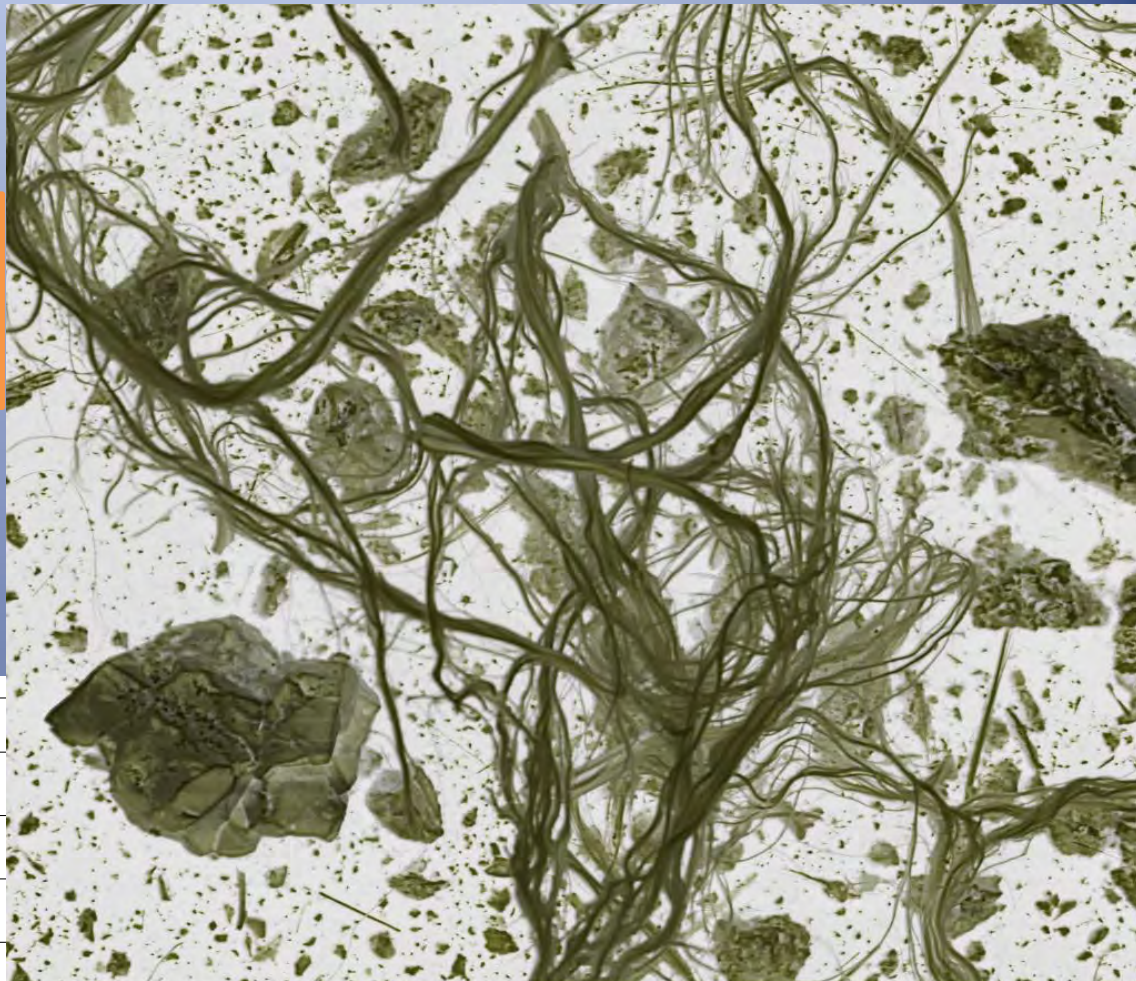
Příklady dodaných vzorků na identifikaci azbestových vláken



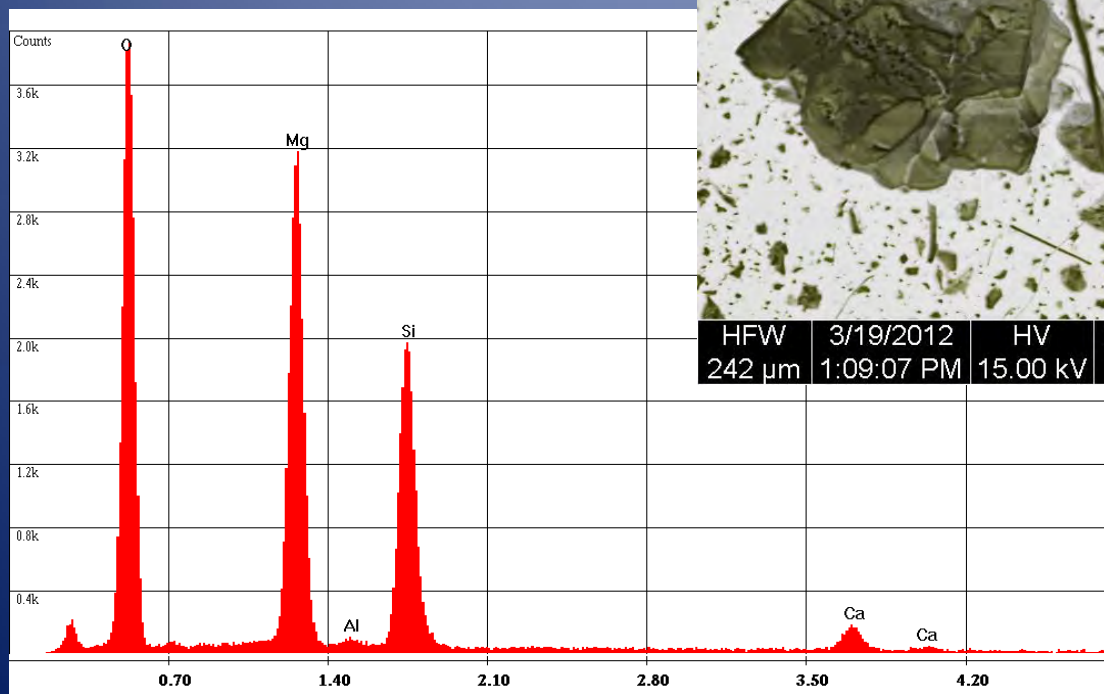
Příklady dodaných vzorků na identifikaci azbestových vláken



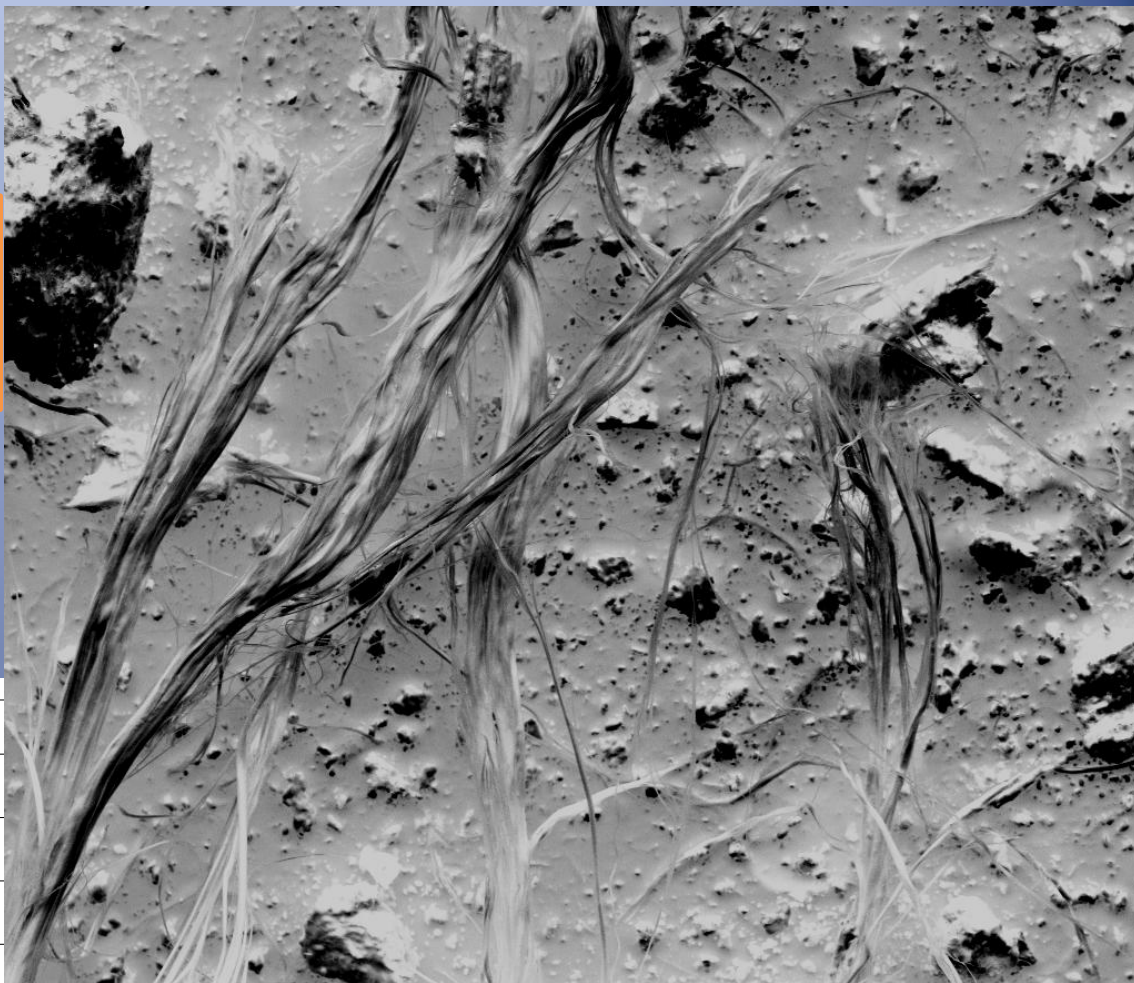
Vlákná azbestu – chryzotilu ve
stavebním materiálu –
azbestocementovém potrubí



HFW	3/19/2012	HV	mag	WD	mode	det	50 µm
242 µm	1:09:07 PM	15.00 kV	617 x	10.0 mm	---	---	Quanta FEG

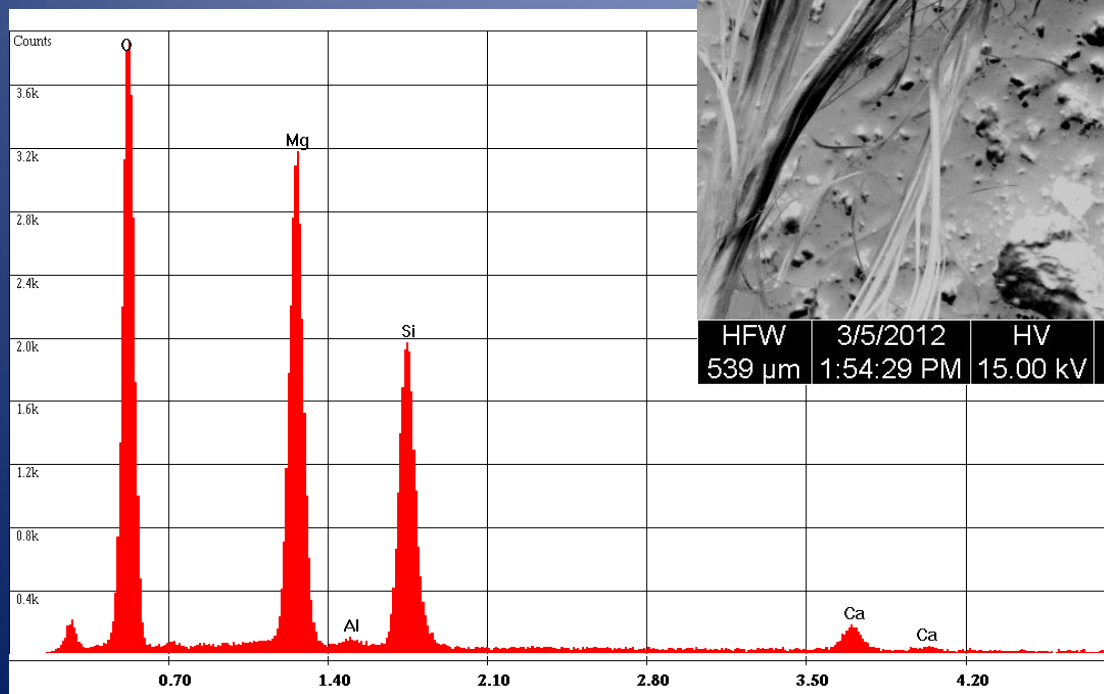


Vlákná azbestu – chryzotilu ve
stavebním materiálu –
azbestocementovém potrubí



HFW	3/5/2012	HV	mag	WD	mode	100 µm
539 µm	1:54:29 PM	15.00 kV	277 x	9.4 mm	Topo	

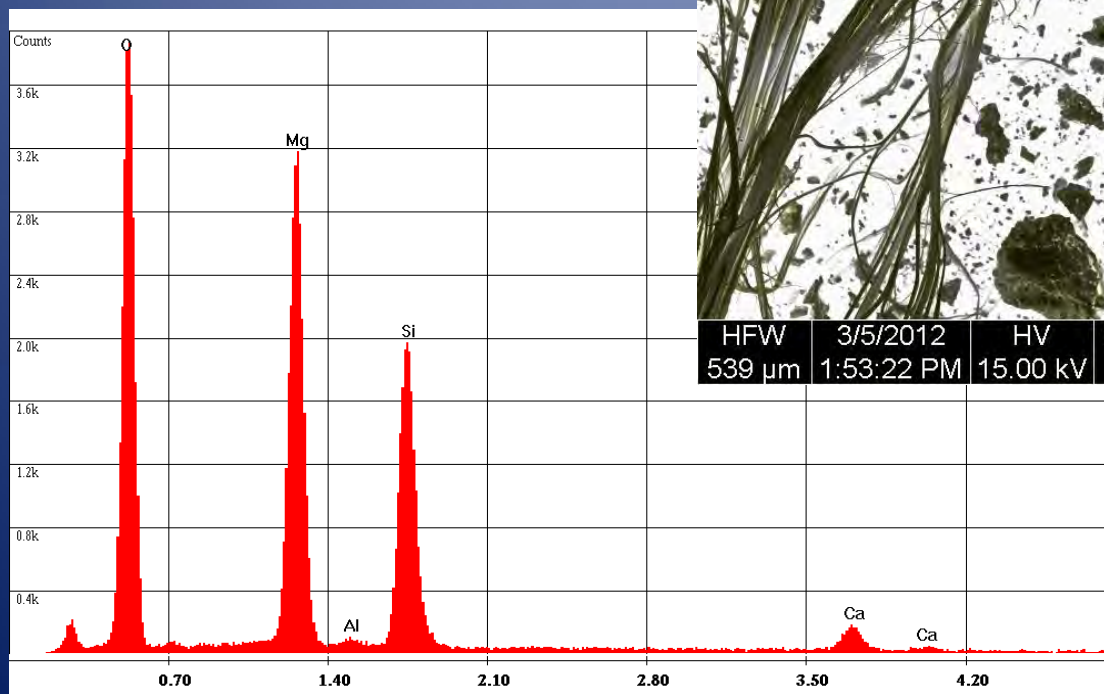
Quanta FEG



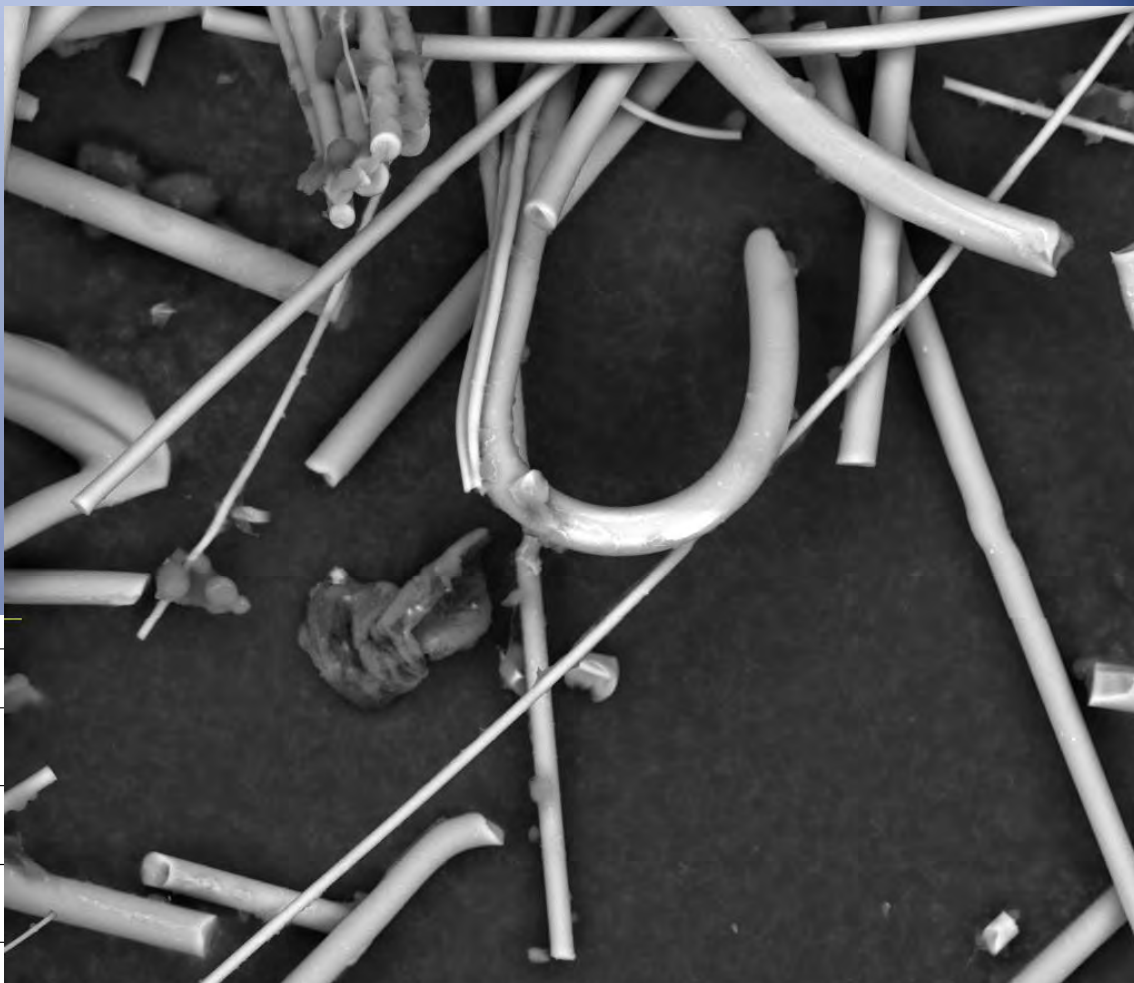
Vlákna azbestu – chryzotilu ve
stavebním materiálu –
azbestocementovém potrubí



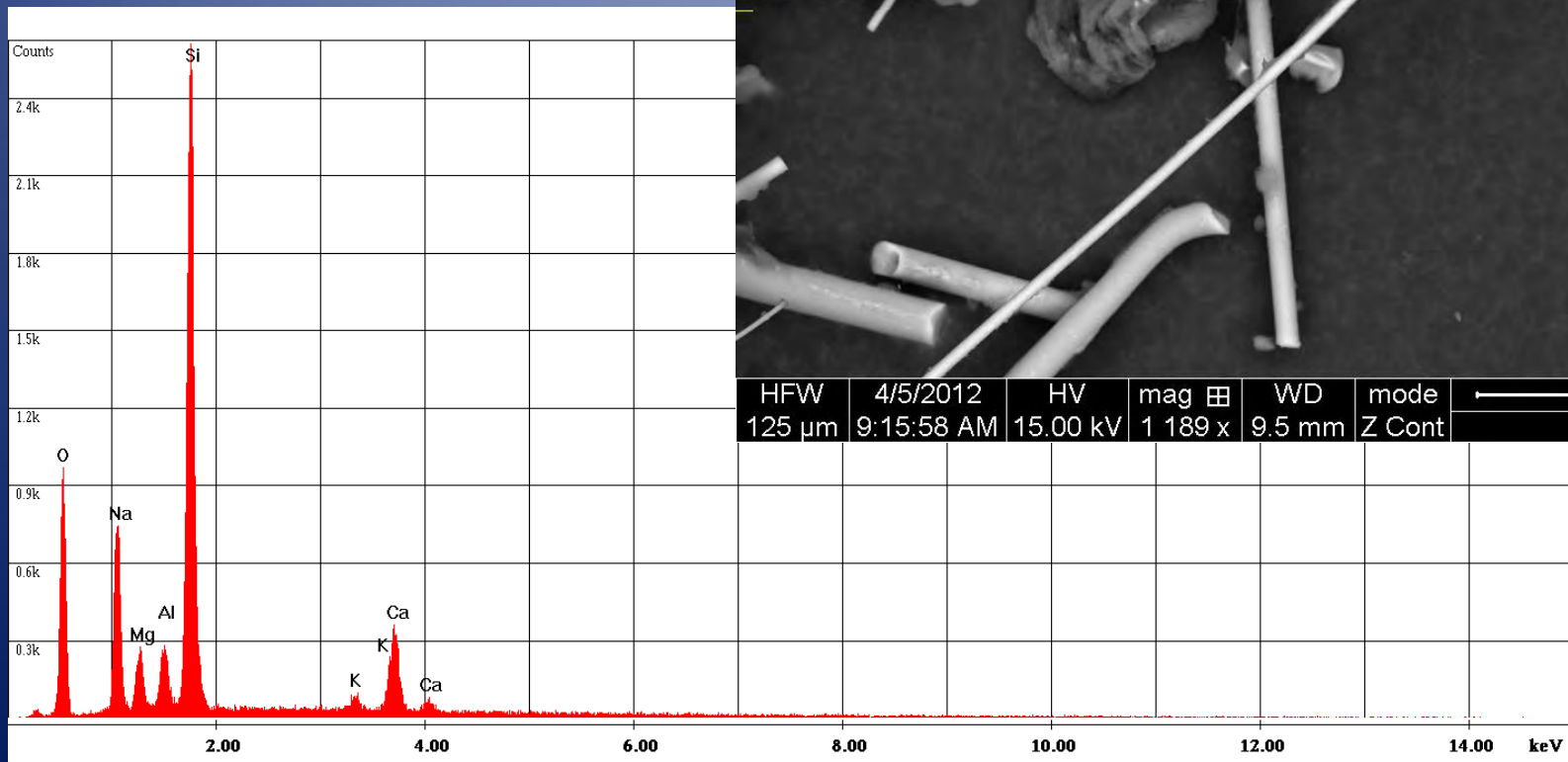
HFW	3/5/2012	HV	mag	WD	mode	det	100 µm
539 µm	1:53:22 PM	15.00 kV	277 x	9.4 mm	---	---	



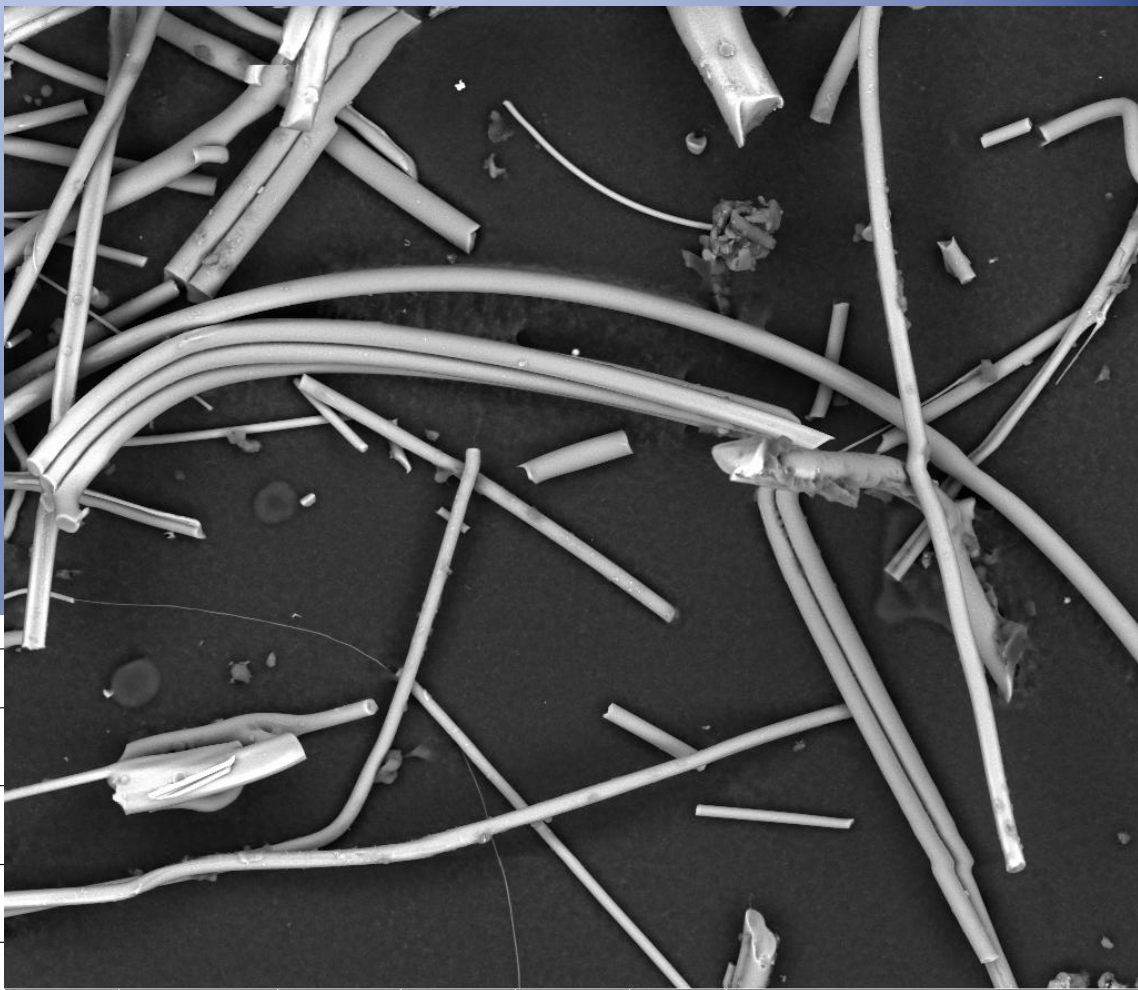
Vlákna skelné vaty



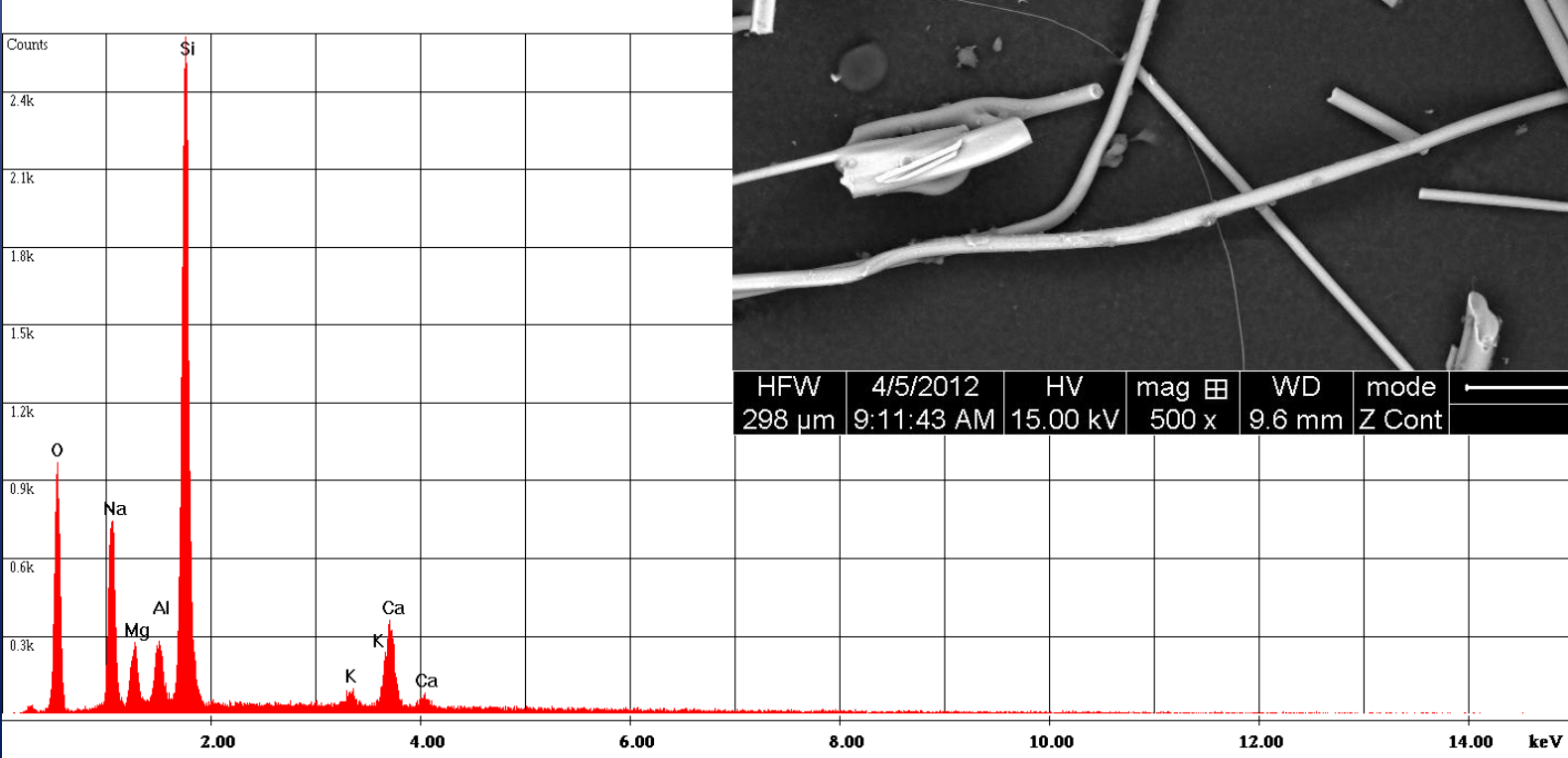
HFW 125 µm 4/5/2012 9:15:58 AM HV 15.00 kV mag 1 189 x WD 9.5 mm mode Z Cont 40 µm label



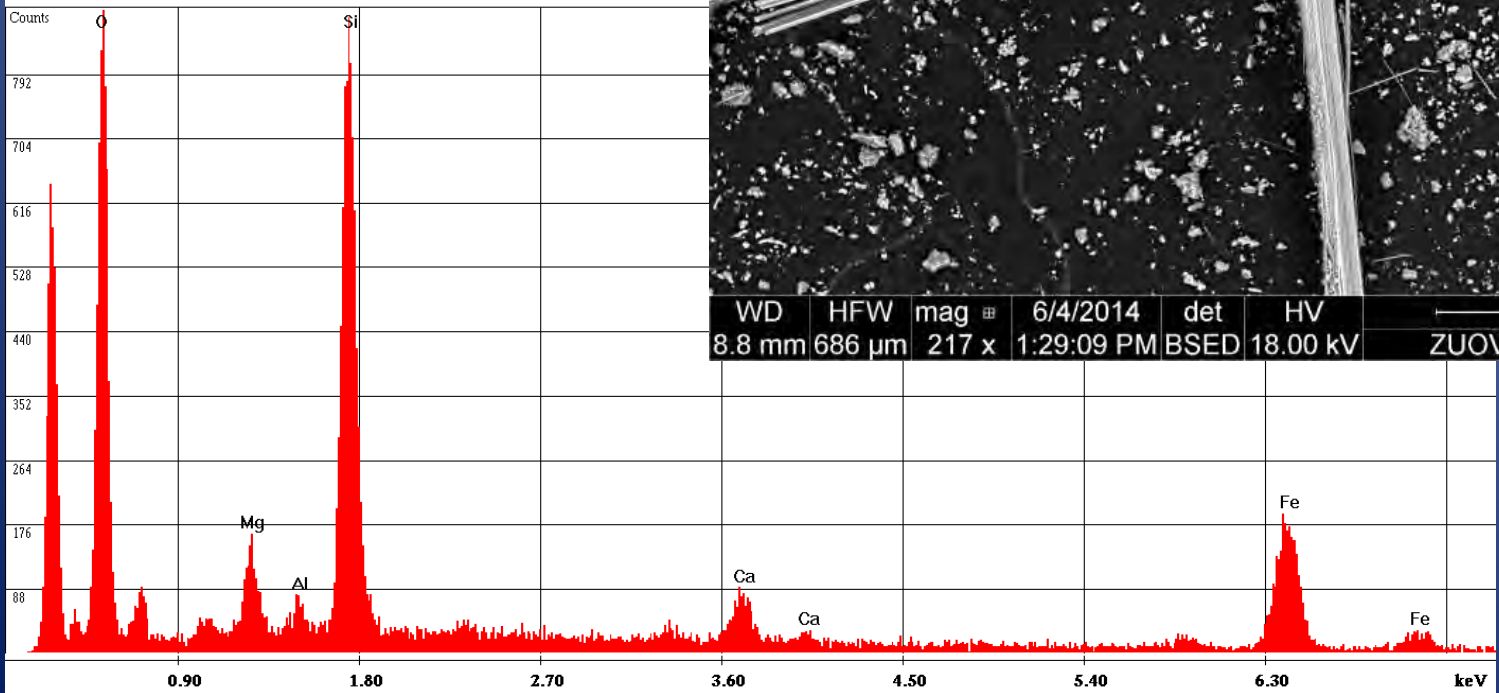
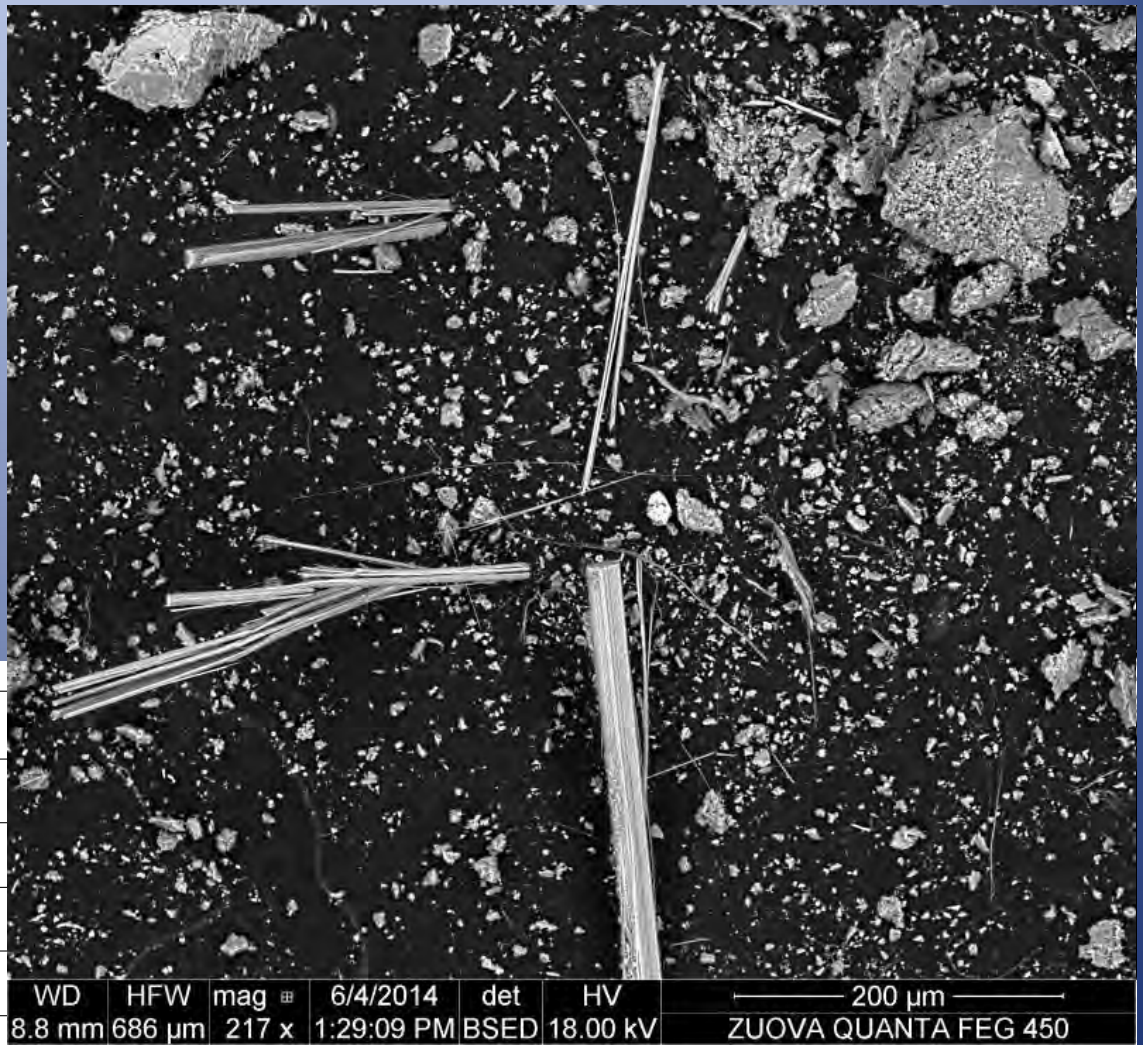
Vlákna skelné vaty



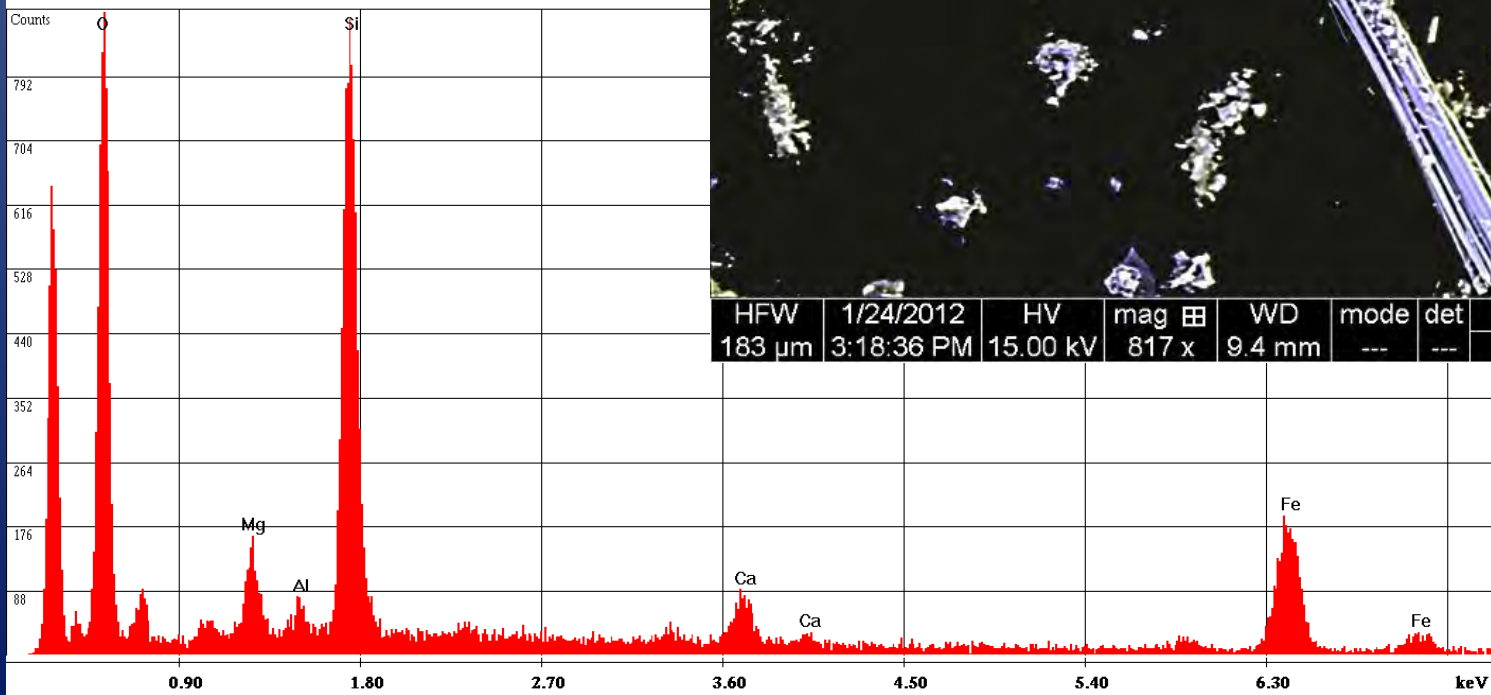
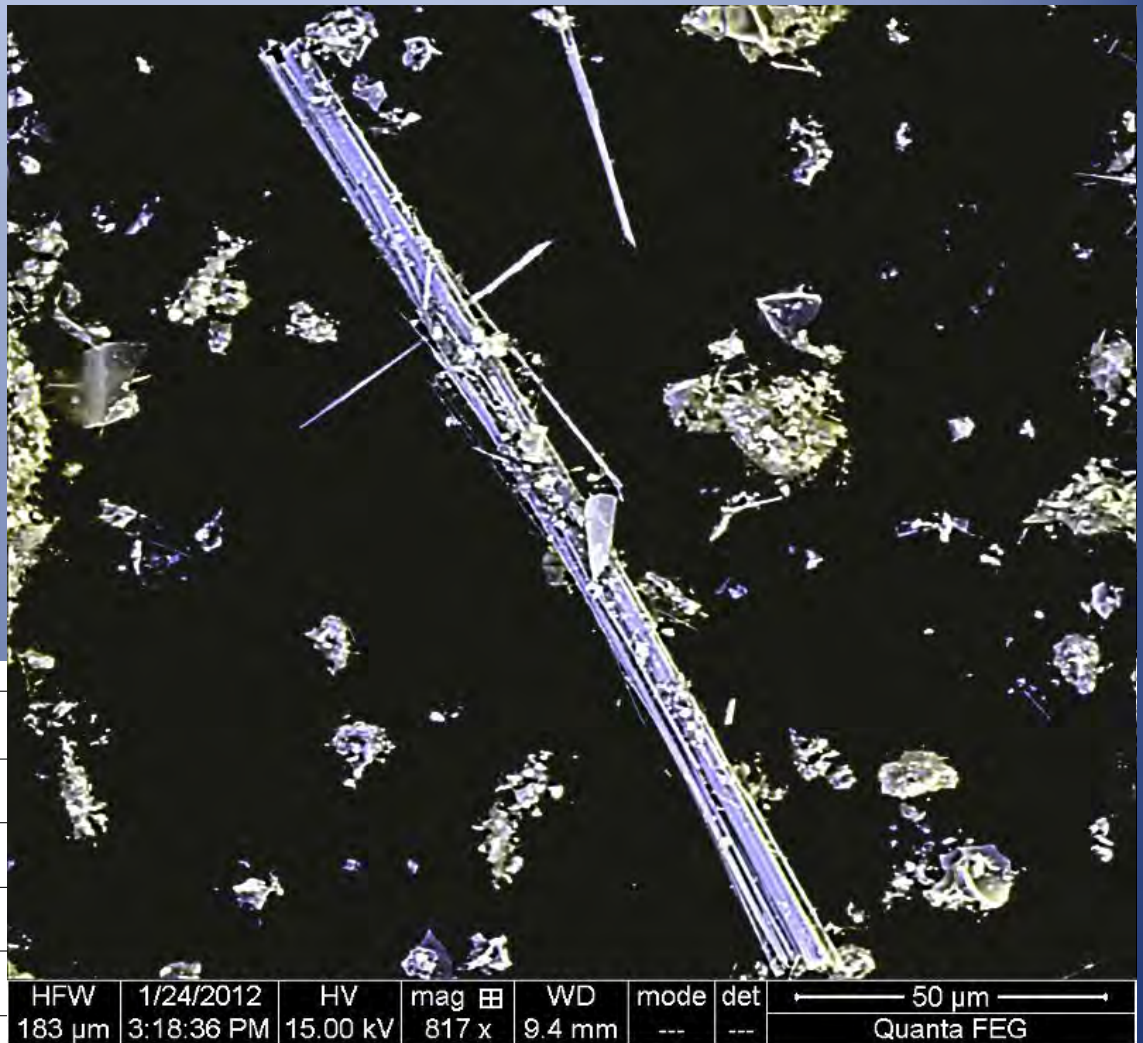
HFW	4/5/2012	HV	mag	WD	mode	100 µm label
298 µm	9:11:43 AM	15.00 kV	500 x	9.6 mm	Z Cont	



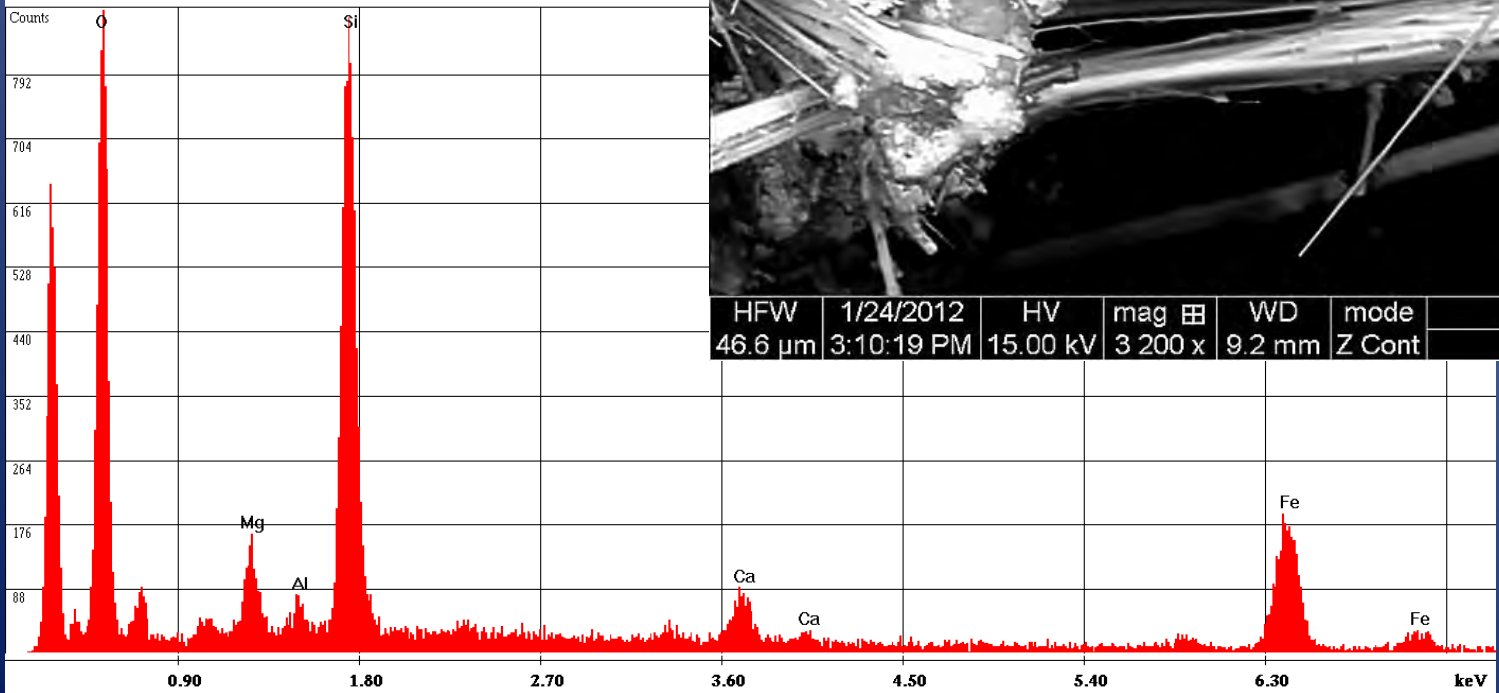
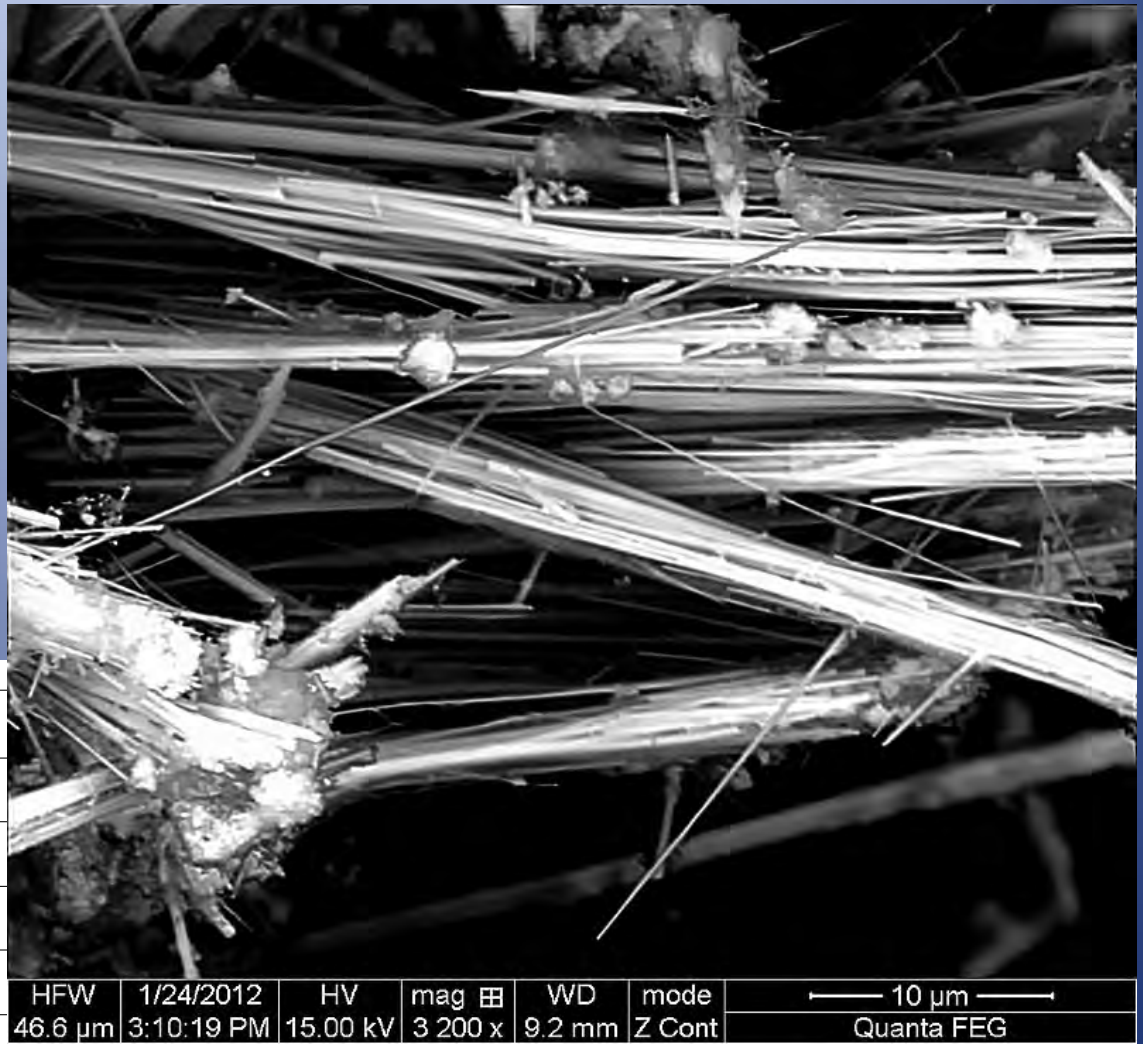
Amozit ve stavebním materiálu



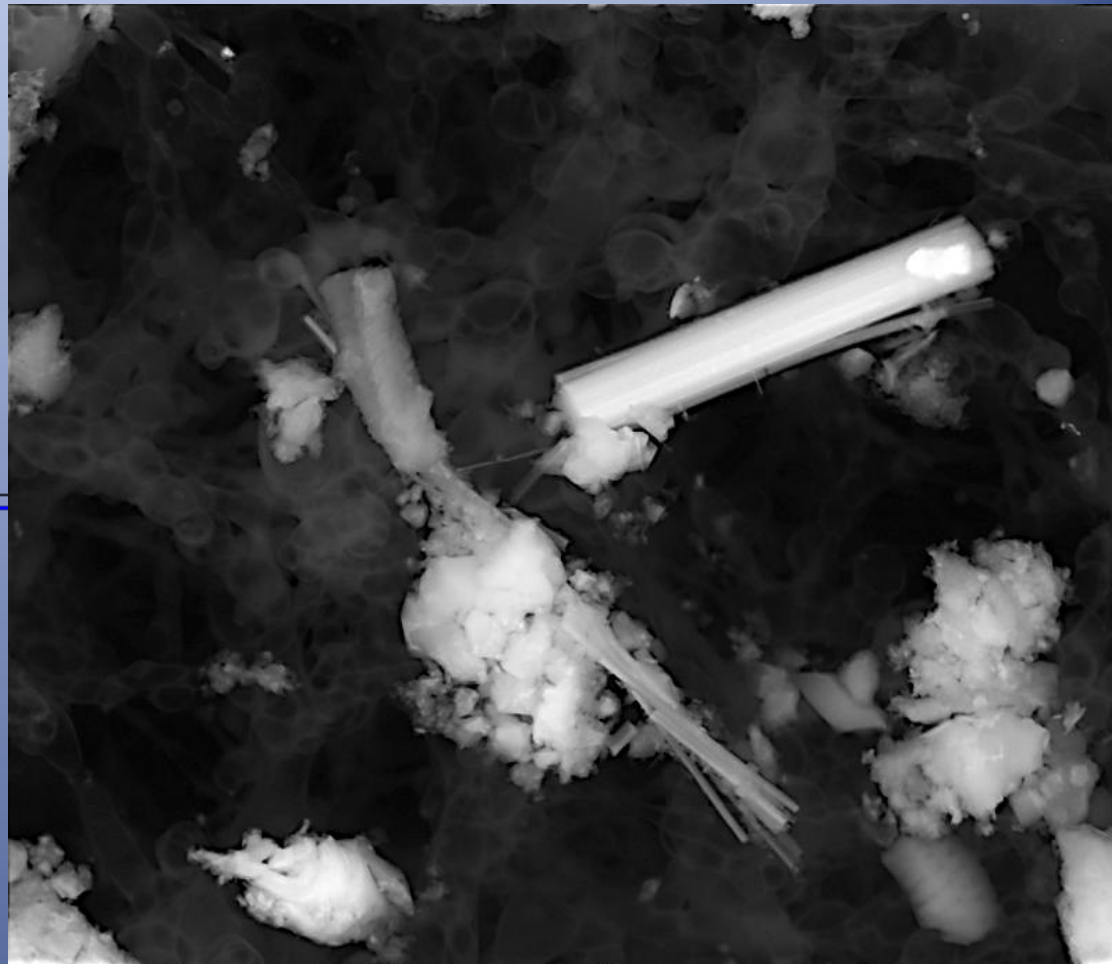
Amozit ve stavebním materiálu



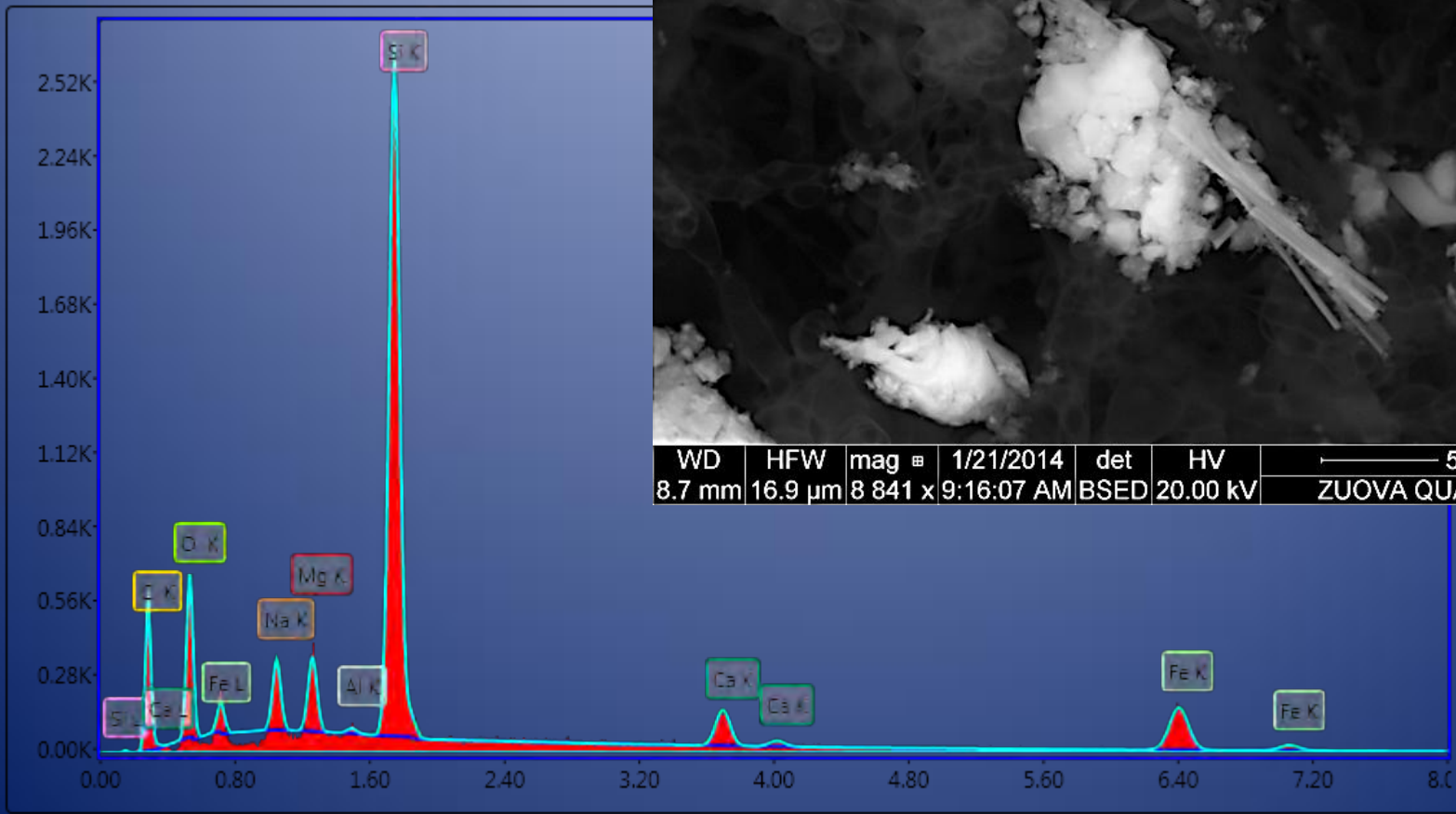
Amozit ve stavebním materiálu



Krokydolit ve stavebním materiálu

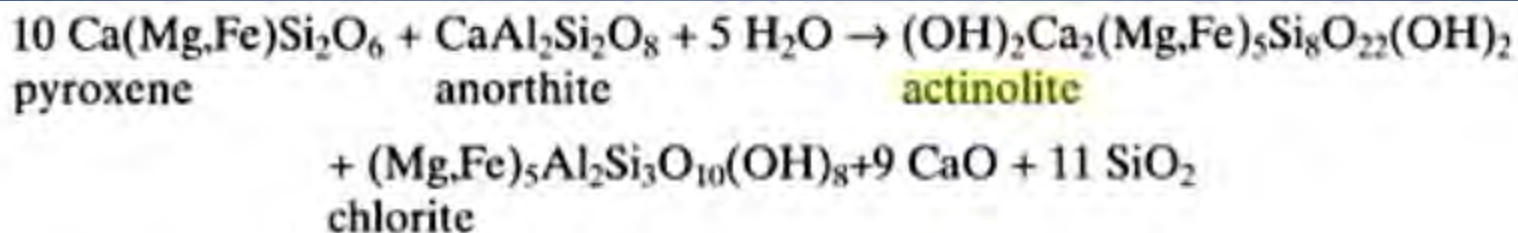


WD 8.7 mm HFW 16.9 µm mag 8 841 x 1/21/2014 9:16:07 AM det BSED HV 20.00 kV 5 µm ZUOVA QUANTA FEG 450



Identifikace azbestových vláken (převážně aktinolitu) emitovaných z přírodních zdrojů a přítomných v minerálech naráží na přirozenou rozmanitost, variabilitu a spojitou metamorfózu nerostů na bázi amfibolů.

Jsou identifikována minerální respirabilní vlákna s vyšším obsahem hliníku – jedná se o hornblend (aktinolitic-hornblende, magnesium-hornblende)??



With increasing grade of metamorphism the content of aluminium in the actinolite increases and in the biotite and garnet zones the amphibole approaches hornblende in composition.

Identifikace azbestových vláken (převážně aktinolitů) emitovaných z přírodních zdrojů a přítomnosti v prostředí

Jsou vlákna těchto nerostů toxická, resp. jsou karcinogenní?

Identifikace azbestových vláken (převážně

ak
pří

Further research is needed to better understand health risks associated with exposure to other thoracic-size elongate mineral particles (EMPs), including those with mineralogical compositions identical or similar to the asbestos minerals and those that have already been documented to cause asbestos-like disease, as well as the physicochemical characteristics that determine their toxicity.

ů a
nou

m

Wit
incr
composition

DHHS (NIOSH) Publication No. 2011-159

tinolite
ende in

IMA-AMPHIBOLE CLASSIFICATION SCHEME (2004)

General Formula: $A_{0-1} B_2 C_5 T_8 O_{22} (O, OH, F, Cl)_2$

T = Tetrahedral Site: Si, Al, Ti

C = Octahedral Site: Al, Ti, Fe³⁺, V, Cr³⁺, Mn³⁺, Zr, Mg, Zn, Ni, Co, Fe²⁺, Mn²⁺, Li

B = M4-Site: excess of C in reversed order (Li, Mn²⁺, ..), Ca, Sr, Ba, Na

A = A-Site: excess of B in reversed order (Na, Ba, ..), K

Compiled from LEAKE et al. (1997, 2004) by
 A. MOGESSIE (a.mogessie@uni-graz.at)
 K. ETTINGER (k.ettinger@uni-graz.at)
 Institute of Mineralogy and Petrology, University of Graz, Austria
 B.E. LEAKE (leake@cardiff.ac.uk)
 School of Earth, Ocean & Planetary Sciences, Cardiff University, Wales, UK

LEAKE et al. (1997) Nomenclature of Amphiboles: Report of the Subcommittee on Amphiboles of the International Mineralogical Association (CNMNC). *Mineralogical Magazine*, 61, 295-321.
 LEAKE et al. (2004) Nomenclature of Amphiboles: Additions and revisions to the International Mineralogical Association's amphibole nomenclature. *Mineralogical Magazine*, 68, 209-215.



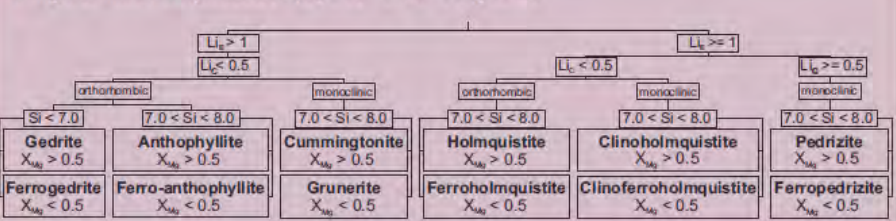
Compulsory Prefixes

Prefix	Meaning	Applicable to group
Alumino	$V_{Al} > 1.00$	I, II, V
Chromio	Cr > 1.00	All groups
Chloro	Cl > 1.00	All groups
Ferro	Fe ²⁺ > 1.00	I, II, III, V
Fluoro	F > 1.00	All groups
Manganio	Mn ²⁺ = 1.00-2.99	All, not kozoilite, ungarrettite
Permanganio	Mn ²⁺ = 3.00-4.99	All, not kozoilite, ungarrettite
Manganio	Mn ³⁺ > 1.00	All, not kornite, ungarrettite
Potassio	K > 0.50	All groups
Sodic	Na > 0.50	Mg-Fe-Mn-Li only
Titano	Ti > 0.50	All, not kaersutite, Oberite, Dellaventurite
Zinco	Zn > 1.00	All groups

Optional modifiers and their suggested ranges

Modifier	Meaning	Applicable to group
Bario	Ba > 0.10	All groups
Borano	B > 0.10	All groups
Calcio	Ca > 0.50	Mg-Fe-Mn-Li only
Chibiano	Cl = 0.25-0.99	All groups
Chromio	Cr = 0.25-0.99	All groups
Ferrio	Fe ²⁺ = 0.75-1.00	All groups, except sodic
Fluorio	F = 0.25-0.99	All groups
Idroxi	OH > 3.00	All groups
Litiano	Li > 0.25	All, not those defined by Li
Manganoso	Mn ²⁺ = 0.25-0.99	All, not those defined by Mn ²⁺
Manganico	Mn ³⁺ or Mn ⁴⁺ = 0.25-0.99	Ditto, Mn ³⁺ (e.g. kornite)
Nickeloso	Ni > 0.10	All groups
Ossigenico	(OH+F+Cl) < 1.00	All groups, not ungarrettite, Oberite, Dellaventurite
Potassio	K = 0.25-0.49	All groups
Plumbio	Pb > 0.10	All groups
Sodico	Na = 0.25-0.49	Mg-Fe-Mn-Li only
Strontio	Sr > 0.10	All groups
Titanio	Ti = 0.25-0.49	All, not those defined by Ti
Vanadico	V > 0.10	All groups
Zinco	Zn = 0.10-0.99	All groups
Zirconio	Zr > 0.10	All groups

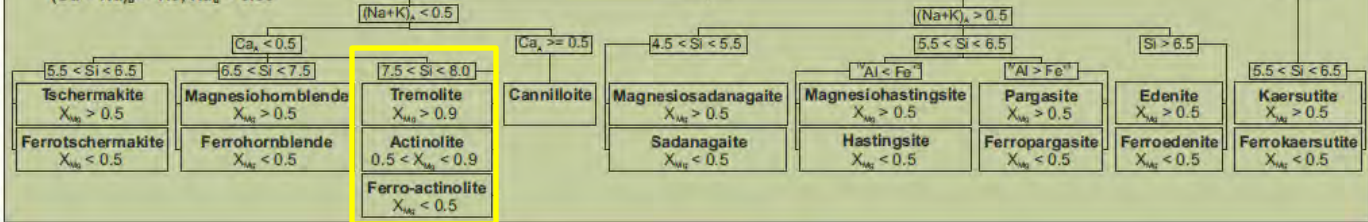
I. Mg-Fe-Mn-Li Amphiboles: $(Mg + Fe^{2+} + Mn^{2+} + Li)_B \geq 1.5$



Published by the Mineralogical Society, 41 Queen's Gate, London SW7 5HR, UK (www.minersoc.org)

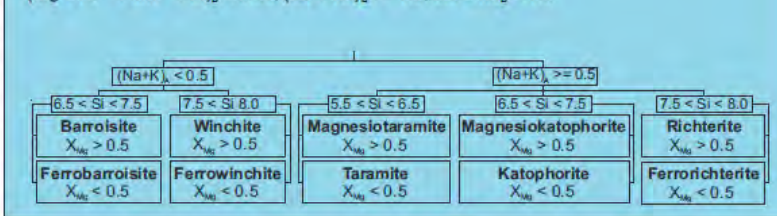
© A. MOGESSIE, K. ETTINGER, B.E. LEAKE (2004)

II. Calcic Amphiboles: $(Mg + Fe^{2+} + Mn^{2+} + Li)_B \leq 0.50$, $(Ca + Na)_B > 1.0$, $Na_B < 0.50$



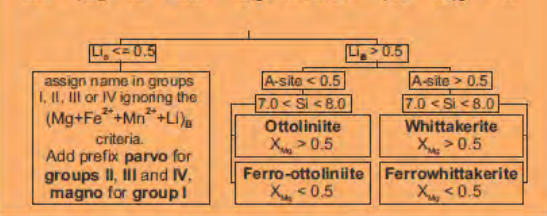
III. Sodic-Calcic Amphiboles:

$(Mg + Fe^{2+} + Mn^{2+} + Li)_B \leq 0.50$, $(Ca + Na)_B \geq 1.0$, $0.5 < Na_B < 1.5$

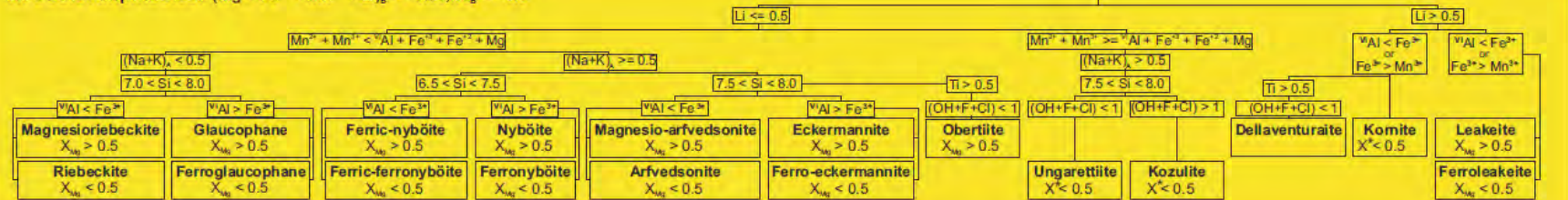


V. Na-Ca-Mg-Fe-Mn-Li Amphiboles:

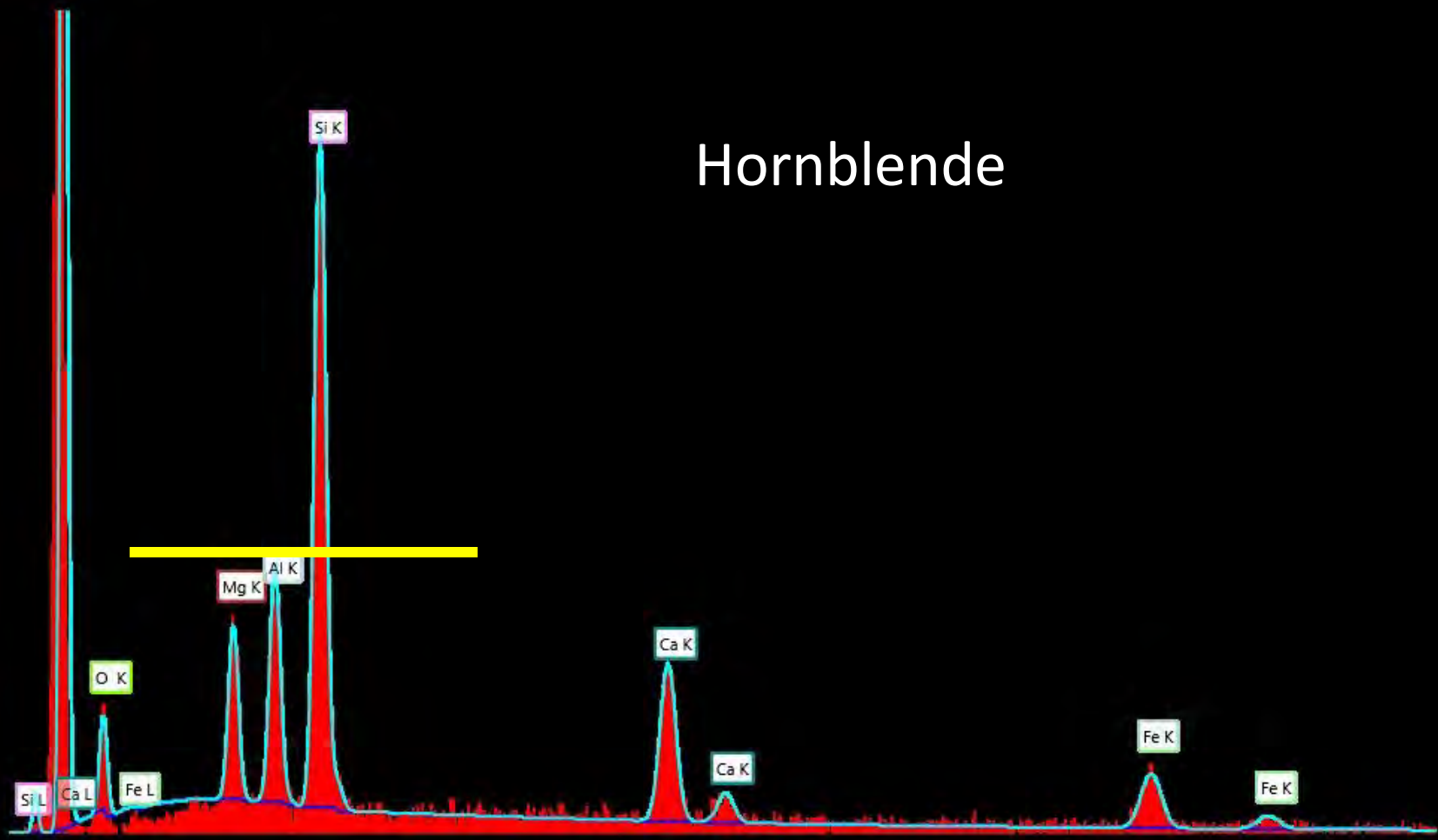
$0.50 < (Mg + Fe^{2+} + Mn^{2+} + Li)_B < 1.5$, $0.50 \leq (Ca + Na)_B \leq 1.5$



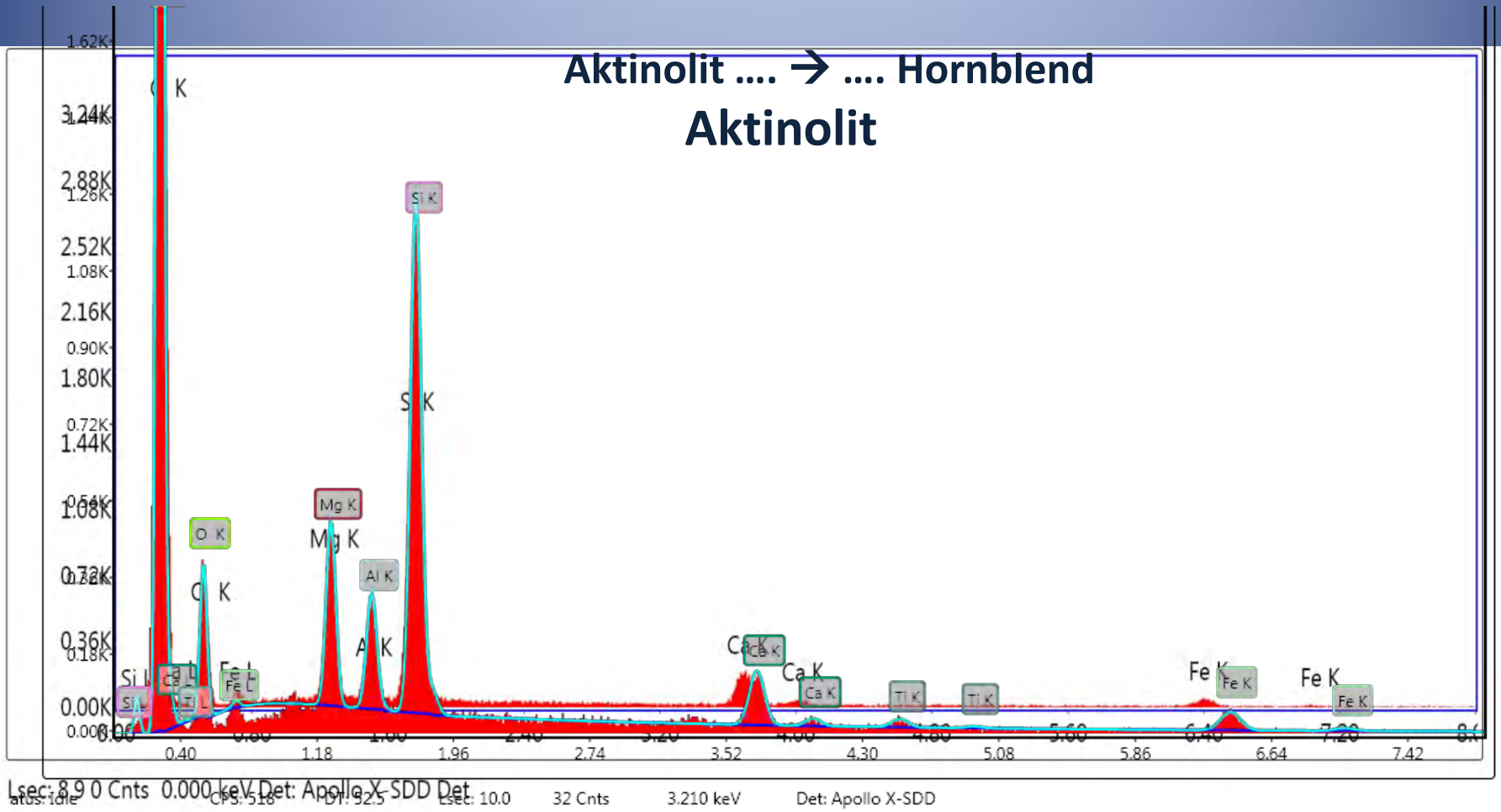
IV. Sodic Amphiboles: $(Mg + Fe^{2+} + Mn^{2+} + Li)_B \leq 0.50$, $Na_B \geq 1.5$



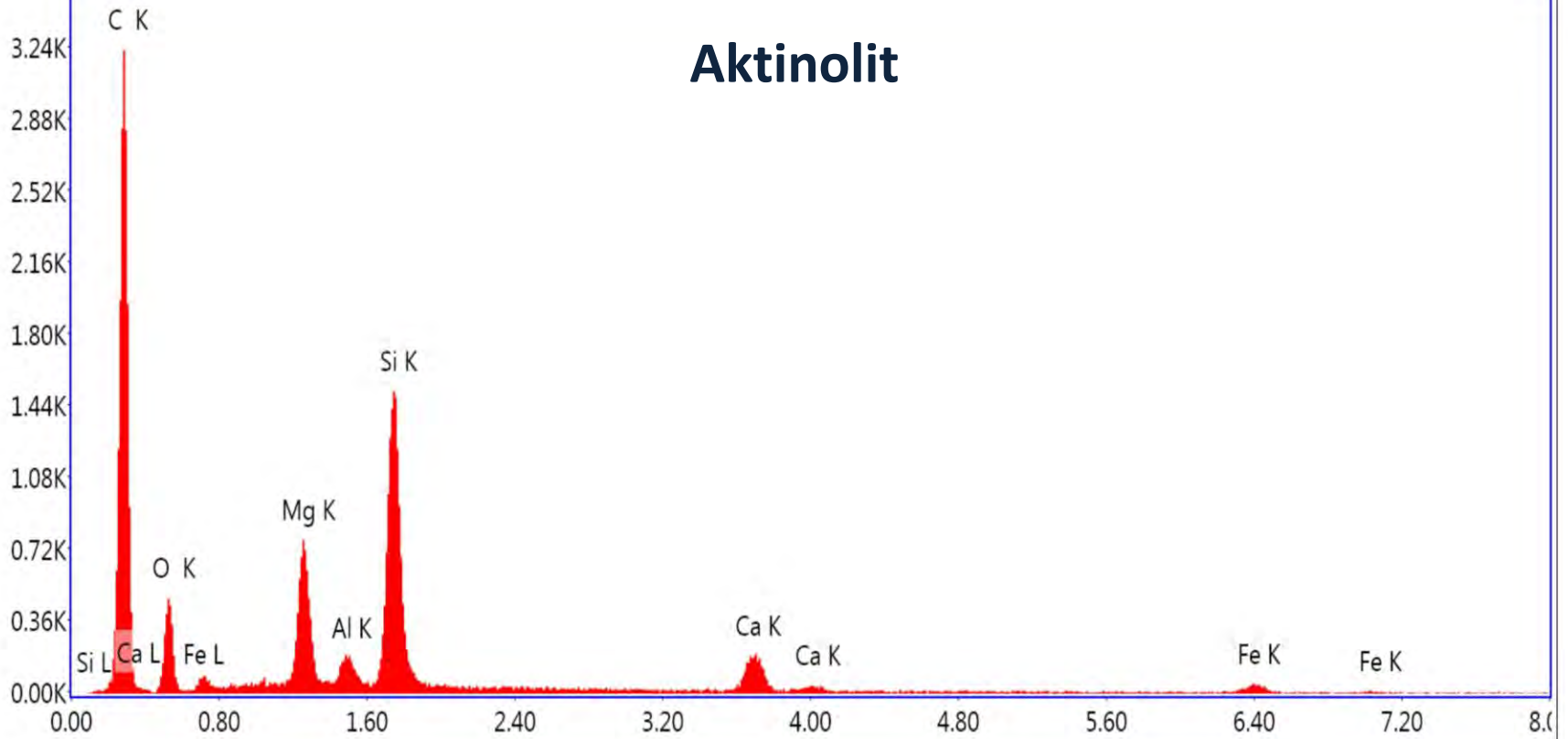
Hornblende



Aktinolit ... → ... Hornblend Aktinolit



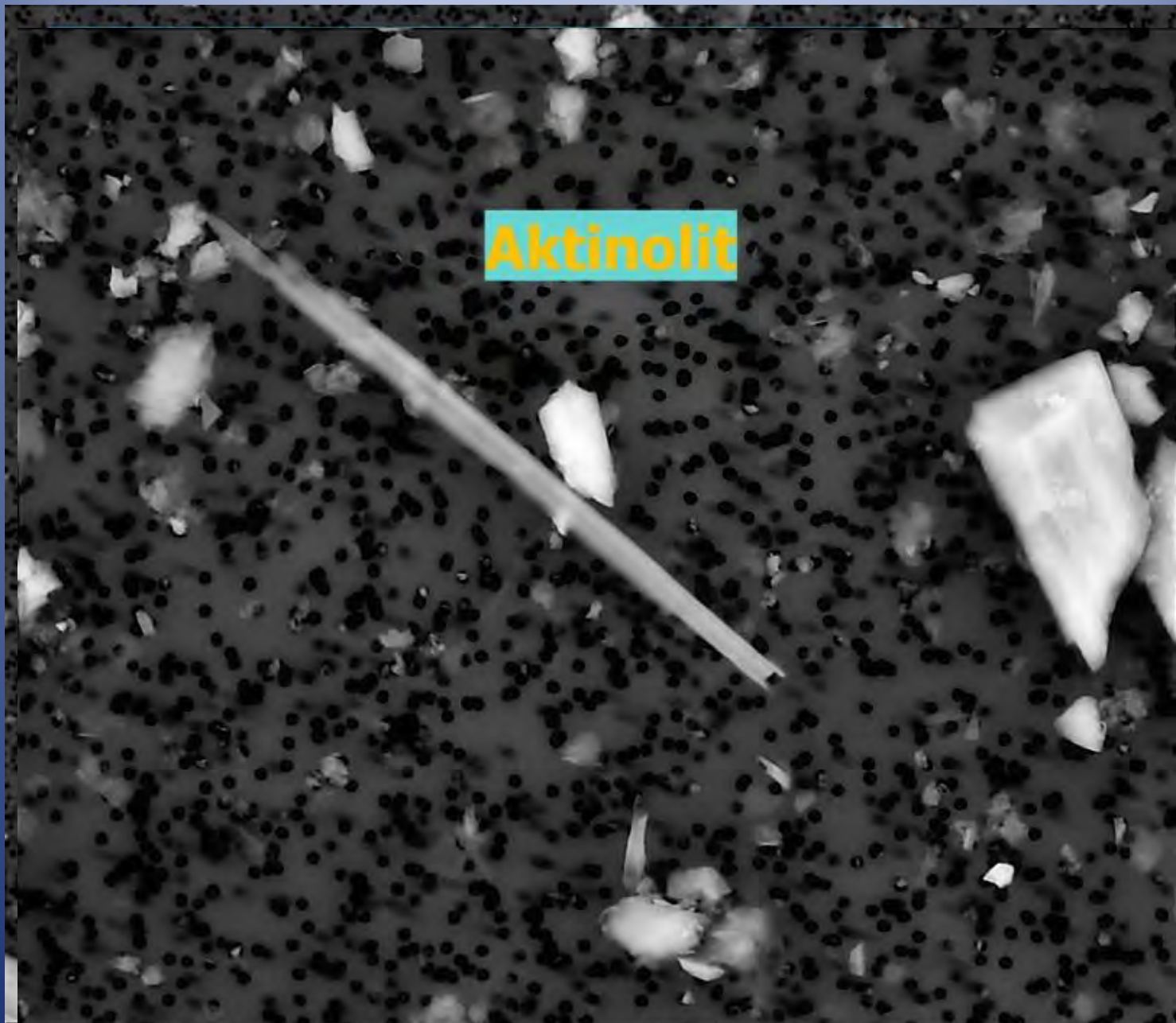
Aktinolit



Lsec: 8.9 0 Cnts 0.000 keV Det: Apollo X-SDD Det

Aktinolit

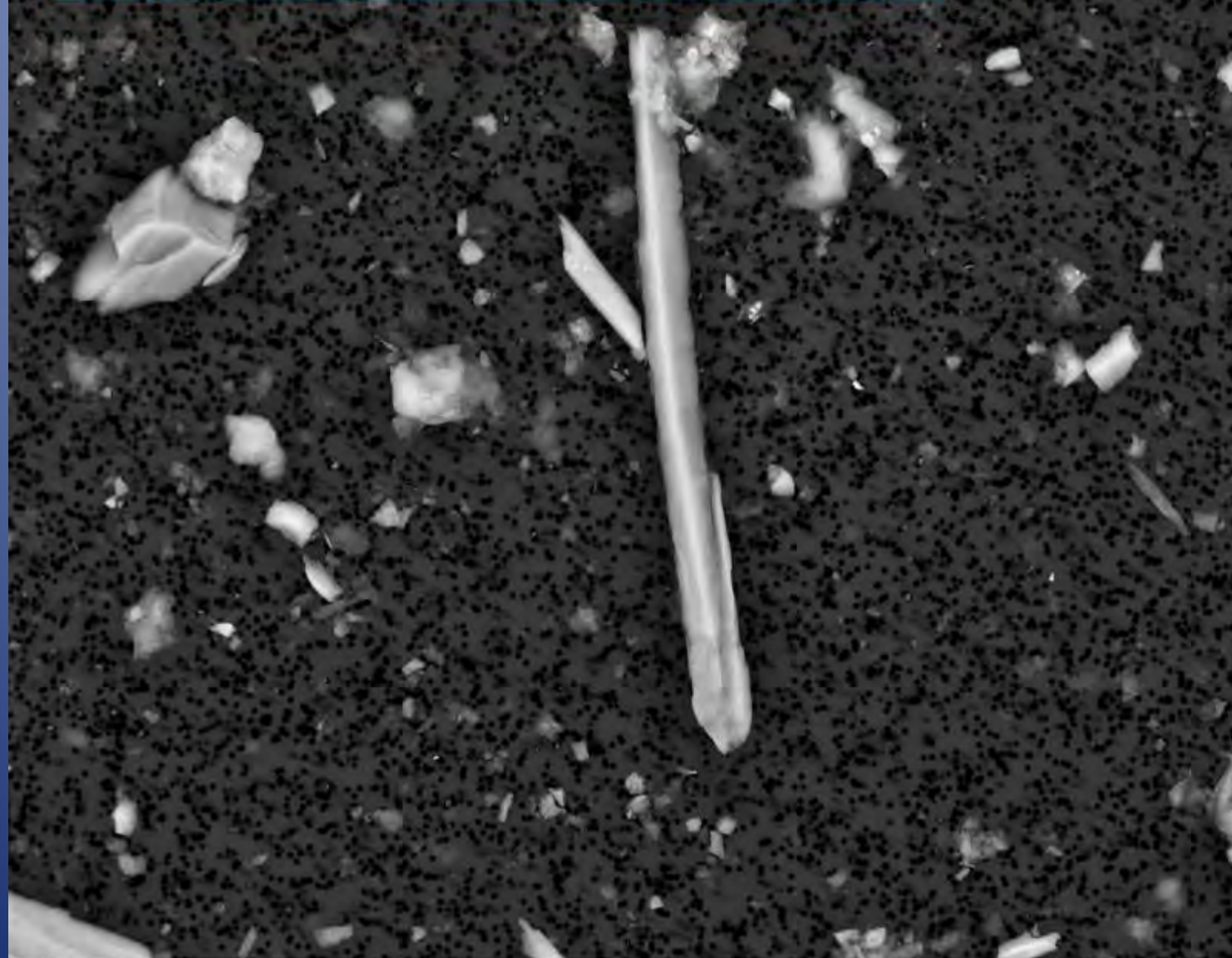
WD	HFW	mag	11/7/2014	det	HV	20 µm
8.7 mm	68.4 µm	2 181 x	9:02:39 AM	BSED	13.00 kV	ZUOVA QUANTA FEG 450



Aktinolit

WD	HFW	mag	10/23/2014	det	HV	5 μ m
9.0 mm	22.2 μ m	6 714 x	10:07:25 AM	BSED	13.00 kV	ZUOVA QUANTA FEG 450

Aktinolit ... -> ... hornblende



WD	HFW	mag	11/27/2014	det	HV	10 µm
9.8 mm	48.5 µm	3 073 x	9:39:48 AM	BSED	13.00 kV	ZUOVA QUANTA FEG 450

Hornblende

WD	HFW	mag	11/27/2014	det	HV	10 µm
9.8 mm	27.7 µm	5 385 x	10:06:53 AM	BSED	13.00 kV	ZUOVA QUANTA FEG 450

Problematika syntetických minerálních vláken

Jsou předmětem toxikologických studií a musí splňovat podmínku biodegradability – v EU pouze v Německu mají podrobně rozpracovány nutné podmínky pro použití těchto minerálních vláken za účelem tepelné a zvukové izolace. Musí splňovat alespoň jednu ze tří podmínek (TRGS 905):

- I. Vhodný intraperitoneální test nesmí prokázat znaky výrazné karcinogenity.
- II. Poločas *clearance* po intratracheální instilaci 2mg respirabilních vláken ve formě suspenze musí být menší nebo roven 40-ti dnům.
- III. Index karcinogenity (KI) definovaný vzorcem:

$$KI = \Sigma(\text{Na}_2\text{O}, \text{K}_2\text{O}, \text{B}_2\text{O}_3, \text{CaO}, \text{MgO}, \text{BaO}) - 2 \times \text{Al}_2\text{O}_3$$

musí být roven nebo větší 40.

Otázka dodržování akreditačních kritérií
- externí kontrola kvality

**Mezinárodní okružní test –
stanovení azbestových vláken metodou skenovací
elektronové mikroskopie (SEM).**

Health & Safety Laboratory

Harpur Hill, Buxton, Velká Británie



Zdravotní ústav
se sídlem v Ostravě

Akreditován postup kvantitativního stanovení azbestových vláken v nerostných surovinách a výrobcích z nich.

Metodika stanovení je vhodná pro všechny typy nerostných surovin, drceného kameniva a dalších výrobků.

Vynikající mez stanovení 0,008%. Nejistota vypočtená na základě vícenásobného počtu analýz reálných vzorků na různých koncentračních hladinách 40%.



Děkují za pozornost

