

INDICE

1	SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE	1
2	RIFERIMENTI NORMATIVI	1
3	TERMINI E DEFINIZIONI	1
figura 1	Campionamento isocinetico	2
figura 2	Illustrazione delle definizioni in relazione a un condotto circolare	3
4	PRINCIPIO	4
5	APPARECCHIATURA	4
5.1	Apparecchiatura per il campionamento	4
figura 3	Esempio di sistema di campionamento con filtro all'interno del condotto	5
figura 4	Esempio di sistema di campionamento con filtro all'esterno del condotto	6
figura 5	Filtri da 25 mm e 47 mm, macchie di impolveramento e area irradiata	7
prospetto 1	Caratteristiche dei filtri per il campionamento	8
figura 6	Esempi di unità di aspirazione e sistema di misurazione del gas	10
5.2	Attrezzatura per la pesatura e il condizionamento dei filtri	11
5.3	Materiali per il recupero del particolato	11
5.4	Apparecchiatura e materiali per l'analisi	11
figura 7	Esempio di apparato di filtrazione idoneo alla deposizione del particolato su filtro	12
6	CAMPIONAMENTO	13
6.1	Piano di misurazione	13
6.2	Piano di campionamento	13
6.3	Procedimento di campionamento	14
6.4	Recupero del particolato a monte del filtro	17
6.5	Trasporto dei campioni al laboratorio di prova	18
7	ANALISI	18
7.1	Generalità sull'analisi diffrattometrica	18
7.2	Analisi diretta e analisi indiretta	19
7.3	Dispositivi strumentali e parametri della scansione	19
7.4	Rette di taratura	20
prospetto 2	Esempio di schema di progettazione delle sospensioni liquide	21
7.5	Analisi dei campioni incogniti	24
7.6	Calcolo della massa di analita	28
8	ESPRESSIONE DEI RISULTATI	28
8.1	Portata volumetrica di campionamento	28
8.2	Determinazione concentrazione SLC	28
9	RAPPORTO DI PROVA	30
10	CARATTERISTICHE DI PRESTAZIONI DEL METODO	31
10.1	Limite di rilevabilità (LOD)	31
10.2	Limite di quantificazione (LOQ)	32
10.3	Incertezza	32
APPENDICE A	FATTORI DI CORREZIONE DELL'INTENSITÀ DIFFRATTOMETRICA MISURATA	33
(normativa)		
A.1	Variazione nel tempo dell'intensità di emissione di raggi X dal catodo	33

	figura	A.1	Esempio di variazione nel tempo dell'intensità diffrattometrica dovuta al progressivo scadimento prestazionale del catodo di emissione del fascio di raggi X	33
A.2			Assorbimento della radiazione X dovuto allo spessore del deposito di particolato	33
	figura	A.2	Esempio di riduzione dell'intensità dei riflessi diffrattometrici del quarzo	34
A.3			Variazione dell'intensità diffrattometrica in funzione dell'area di impolveramento del filtro	35
	figura	A.3	Esempio di variazione dell'intensità diffrattometrica attraverso l'area irradiata, nella direzione della lunghezza	36
	prospetto	A.1	Esempio di calcolo del fattore di correzione	36
APPENDICE (informativa)		B	PROCEDIMENTI DI RECUPERO DEL PARTICOLATO DAI FILTRI DI CAMPIONAMENTO	38
B.1			Recupero del particolato per incenerimento nel forno a muffola	38
B.2			Recupero del particolato per incenerimento nel forno al plasma	38
B.3			Recupero del particolato per trattamento chimico con THF	38
APPENDICE (informativa)		C	ANALISI DELLE INTERFERENZE	39
C.1			Generalità	39
C.2			Analisi visiva dei diffrattogrammi	39
	figura	C.1	Esempi di interferenze sul riflesso del quarzo	40
C.3			Analisi del rapporto fra le intensità dei picchi secondario e principale della fase	40
C.4			Analisi di un diffrattogramma del campione scansionato su un intervallo angolare ampio	41
	prospetto	C.1	Fasi interferenti più comuni per i principali riflessi diffrattometrici del quarzo (da HSE, 2014)	41
	prospetto	C.2	Fasi interferenti più comuni per i principali riflessi diffrattometrici della cristobalite (da HSE, 2014)	42
C.5			Informazioni relative al luogo di campionamento e formazione dell'analista	42
APPENDICE (informativa)		D	LIMITI DI RILEVABILITÀ (LOD)	43
D.1			Generalità	43
	prospetto	D.1	Tipici intervalli del limite di rilevabilità	43
			BIBLIOGRAFIA	44

SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente norma descrive un metodo per la determinazione del contenuto di quarzo e/o cristobalite, le due forme mineralogiche più abbondanti della silice libera cristallina (SLC), presente nel particolato trasportato nei flussi gassosi convogliati degli impianti industriali.

La presente norma è stata sviluppata a partire dalla UNI EN 13284-1:2017 per il campionamento di flussi gassosi emessi da impianti, in particolare da cementifici e impianti per la produzione di laterizi, ceramiche e prodotti affini.

La presente norma prevede la determinazione della massa di quarzo e cristobalite con la tecnica della diffrazione dei raggi X. In assenza di fasi interferenti sui riflessi principali delle due fasi di SLC, il metodo è stato sviluppato per determinare quantitativamente concentrazioni di quarzo e cristobalite presenti nei flussi gassosi convogliati fino a 10 mg/Nm³.

La presente norma fornisce le indicazioni per il calcolo sperimentale del limite di quantificazione (LOQ) all'interno di ogni laboratorio.

RIFERIMENTI NORMATIVI

La presente norma rimanda, mediante riferimenti datati e non, a disposizioni contenute in altre pubblicazioni. Tali riferimenti normativi sono citati nei punti appropriati del testo e sono di seguito elencati. Per quanto riguarda i riferimenti datati, successive modifiche o revisioni apportate a dette pubblicazioni valgono unicamente se introdotte nella presente norma come aggiornamento o revisione. Per i riferimenti non datati vale l'ultima edizione della pubblicazione alla quale si fa riferimento (compresi gli aggiornamenti).

UNI EN 13284-1:2017	Emissioni da sorgente fissa – Determinazione della concentrazione in massa di polveri in basse concentrazioni – Parte 1: Metodo manuale gravimetrico
UNI ISO 16258-1:2017	Atmosfere nell'ambiente di lavoro – Analisi della silice cristallina respirabile per diffrazione dei raggi X – Parte 1: Metodo dell'analisi diretta
UNI ISO 16258-2:2017	Atmosfere nell'ambiente di lavoro – Analisi della silice cristallina respirabile per diffrazione dei raggi X – Parte 2: Metodo dell'analisi indiretta
UNI EN 15259:2008	Qualità dell'aria – Misurazione di emissioni da sorgente fissa – Requisiti delle sezioni e dei siti di misurazione e dell'obiettivo, del piano e del rapporto di misurazione
UNI EN ISO 16911-1:2013	Emissioni da sorgente fissa – Determinazione manuale ed automatica della velocità e della portata di flussi in condotti – Parte 1: Metodo di riferimento manuale
UNI ISO 24095	Workplace air – Guidance for the measurement of respirable crystalline silica
UNI EN 482	Workplace exposure - General requirements for the performance of procedures for the measurement of chemical agents

TERMINI E DEFINIZIONI

Ai fini della presente norma, si applicano i termini e le definizioni seguenti.

3.1

particolato: Particelle, di qualsiasi forma, struttura o massa volumica, disperse nella fase gassosa alle condizioni del punto di campionamento che possono essere raccolte mediante filtrazione nelle condizioni specificate dopo il campionamento rappresentativo del gas da analizzare e che rimangono a monte del filtro e sul filtro dopo l'essiccazione nelle condizioni specificate.

3.2

silice libera cristallina (SLC): Insieme delle fasi minerali quarzo e cristobalite.