

Analisis SEM-EDS

Studi kasus:
Identifikasi Asbestos

By: Yusuf Umardani M.Eng

LPPT-UGM

Outline

- Apa itu Asbes?
- Jenis-jenis Asbes
- **Metode identifikasi Asbes**

Jenis-jenis Asbes

- **Serpentine** (wavy)
 - Chrysotile (asbes putih) – 95% of all asbestos in use (in US)
- **Amphibole** (straight)
 - Amosite (asbes coklat)
 - Crocidolite (asbes biru)
 - Actinolite
 - Anthophyllite
 - Tremolite



Asbestos Minerals

Table 1. Asbestos Minerals

Mineral	Asbestos name	Mineral Group	Approx. Formula	Comments
Hiebeckite	Crocidolite (blue)	clino-amphibole	$\text{Na}_2\text{Fe}^{3+}_2(\text{Fe}^{2+}, \text{Mg})_3\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	only in pC BIF
Grunerite	Amosite (brown)	clino-amphibole	$(\text{Fe}^{2+})_2(\text{Fe}^{2+}, \text{Mg})_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	only in pC BIF, Transvaal, S. A.
Anthophyllite		ortho-amphibole	$\text{Mg}_7\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	Alpine UM rocks, East Finland
Actinolite		clino-amphibole	$\text{Ca}_2(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	rarely asbestiform
Tremolite		clino-amphibole	$\text{Ca}_2\text{Mg}_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	rarely asbestiform
Serpentine	Chrysotile (white)	trioctahedral, 1-o sheet silicate	$\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	serpentinized UM rx, Quebec, Russia, U.S.

amphiboles

sheet silicate

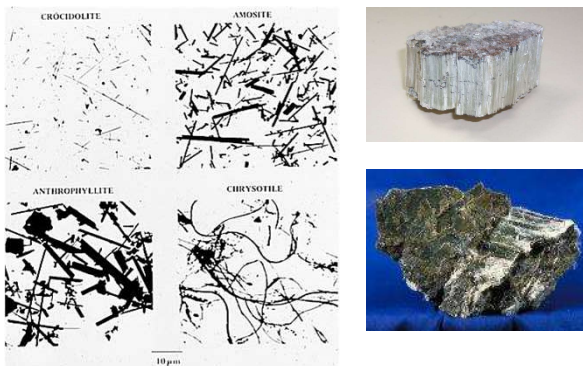
Chrysotile (white) Asbestos



Crocidolite (blue) Asbestos



Serpentine dan Amphibole



Serpentine Asbestos

- Bongkahan sebelum digiling



Chrysotile

Amphibole Asbestos

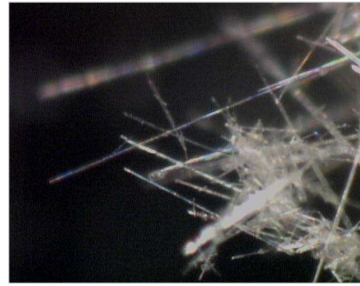
- Bongkahan sebelum digiling



Actinolite

Amphibole Asbestos

- 40x stereoscopic image

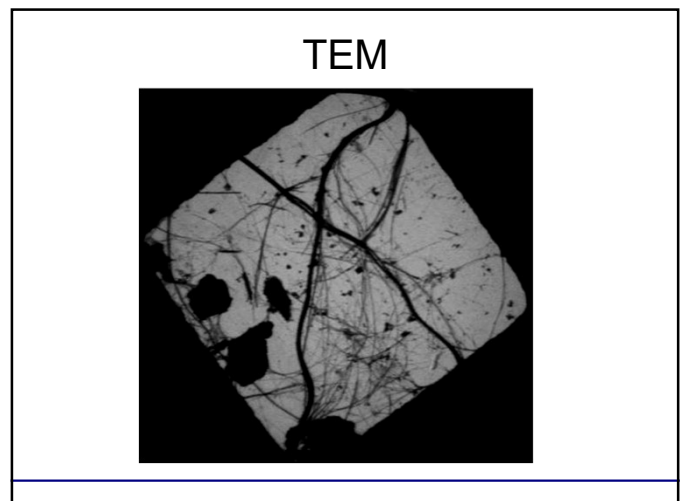
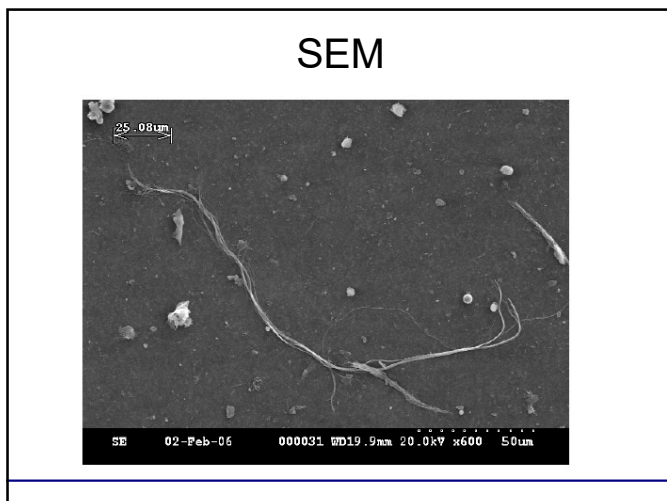
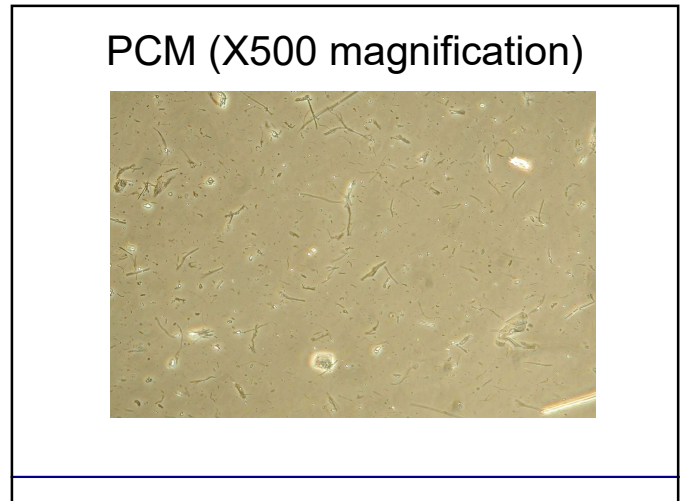
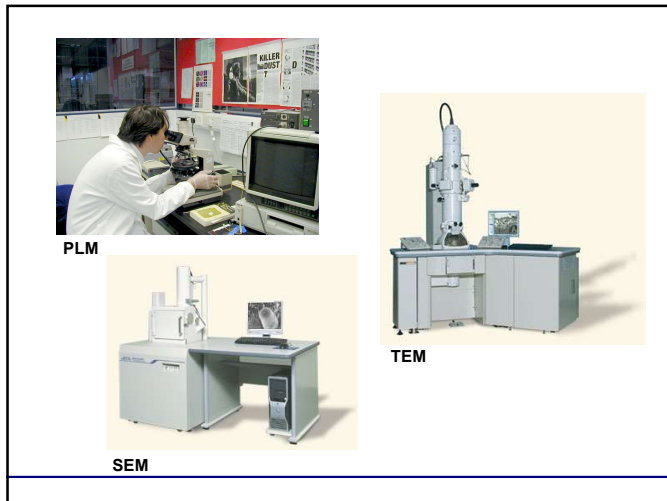


Actinolite

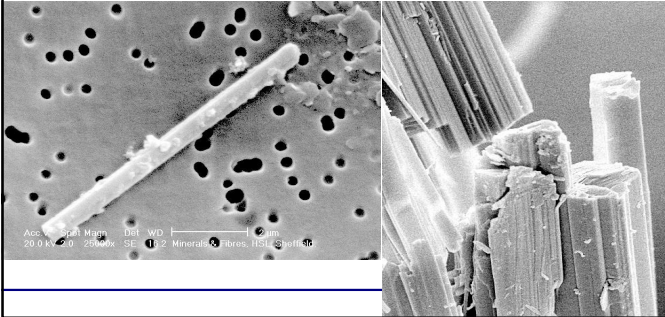
Metode Identifikasi Asbestos

Jenis mikroskop untuk menghitung serat asbes

- Phase contrast light microscopy (PCM)
- Scanning electron microscopy SEM
- Transmission electron microscopy TEM.
- **Polarised light microscopy (PLM) for bulk analysis.**



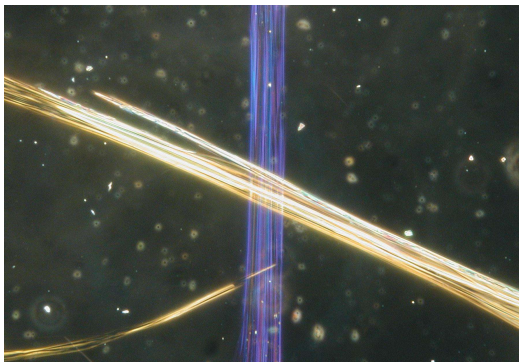
SEM higher Mag & 3D



TEM high mag chrysotile

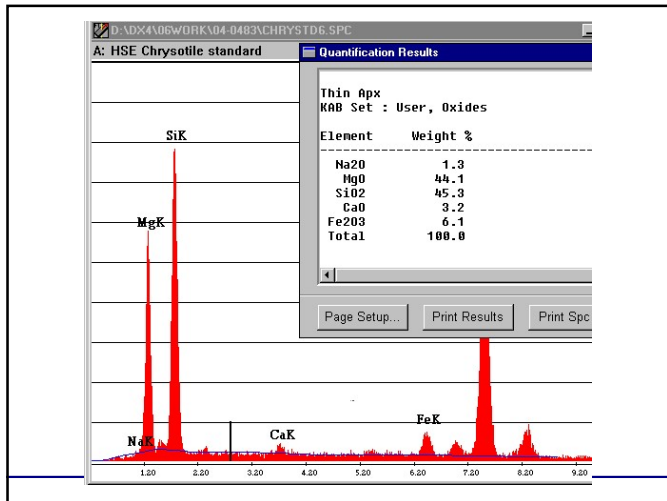


PLM : Dispersion staining



Diskriminasi jenis serat

- PCM: No discrimination or identification ;
- PLM Uses optical properties + refractive index/ dispersion colours to **identify** fibres; >0.8µm width;
- SEM uses **E**nergy **D**ispersive **X**-ray analysis to semi-quantitatively measure chemistry;
- TEM uses quantitative EDX and electron diffraction to **identify** fibres.



Analisis Asbes dengan SEM-EDS



Analisis dengan SEM

- Tegangan percepatan yang baik untuk bekerja pada adalah 10 kV - nilai ini ideal karena cukup mengurangi volume interaksi namun sudah cukup tinggi untuk merangsang elemen yang ada dalam fase yang dianalisis.
- Kunci untuk memahami hasil dari analisis sampel partikel adalah pengembangan skema klasifikasi yang efektif. Dalam kasus serat asbes, morfologi dan komposisi harus diukur dan pemilahan harus dibangun untuk mengidentifikasi serat individu dari aglomerat.

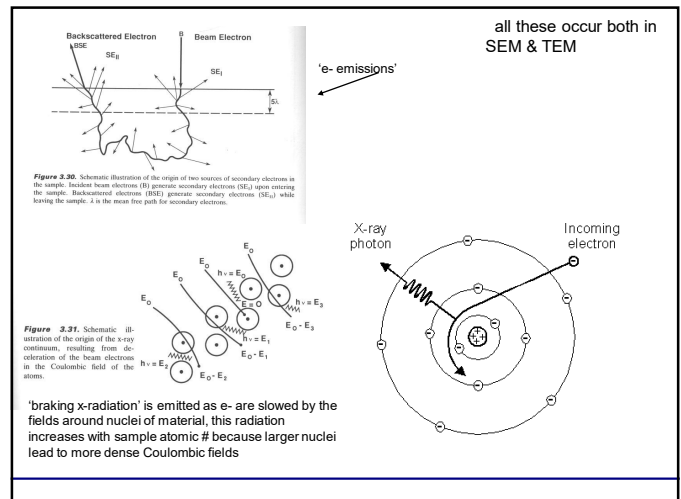
- Di sini dikembangkan skema yang menggunakan pendekatan hierarkis dimana partikel yang terdeteksi pertama kali diuji untuk melihat apakah itu serat asbes.
- Jika tidak termasuk dalam klasifikasi ini maka diuji sebagai serat non-asbes.
- Jika klasifikasi ini tidak terklasifikasikan, partikel tersebut kemudian diuji untuk melihat apakah komposisi asbesnya tidak berserat, serat silikat atau akhirnya partikel tak berserat. Dalam banyak kasus, skema klasifikasi ini mencakup sub-kelas di dalam kelas.

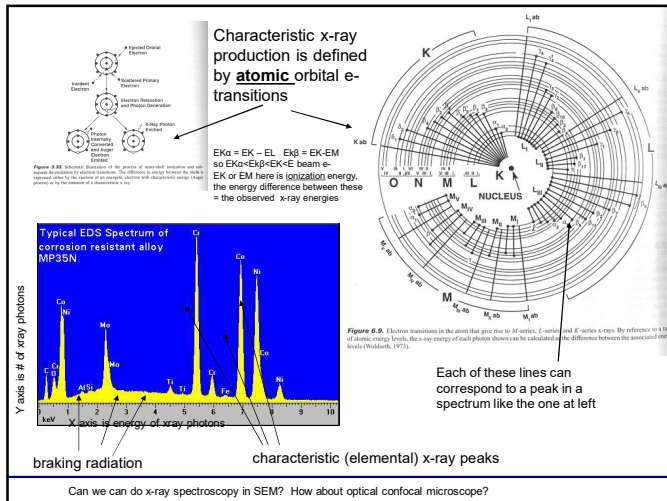
- Dalam kasus ini, kelas tingkat yang lebih tinggi didefinisikan oleh kriteria morfologi dengan kriteria kimia yang menentukan sub kelas individu.
- Ini berarti bahwa partikel diuji terlebih dahulu untuk morfologinya (yaitu serat atau tidak) dan kemudian, hanya jika memenuhi kriteria morfologi, maka diurutkan berdasarkan kimia. Jika tidak termasuk dalam sub kelas kimia, maka ditolak dari keseluruhan kelas dan kemudian diuji oleh kelas berikutnya. Pendekatan ini memungkinkan dilakukan klasifikasi komprehensif.
- Pengukuran morfologi didasarkan pada rasio aspek dan faktor bentuk yang diukur dari masing-masing partikel.
- Rasio aspek bertindak sebagai pemeriksaan pertama bahwa partikel itu memang serat dan faktor bentuk (ukuran penyimpangan bentuk fitur dari lingkaran sempurna) bertindak sebagai yang kedua, secara efektif mengecualikan bahan memanjang tapi tidak berserat.

Note:

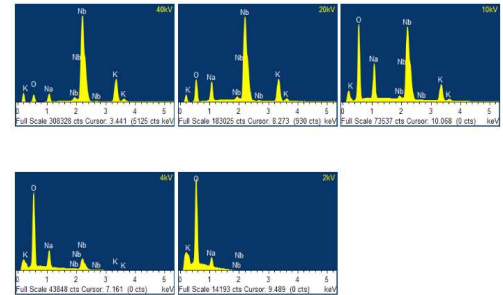
- Pendekatan ini menggunakan dua parameter yang memungkinkan serat bengkok untuk tetap digolongkan sebagai serat, sementara tidak membuat klasifikasi yg begitu luas agar tidak keliru partikel lain yg diklasifikasikan sebagai serat.
- Penyiapan sampel sedemikian rupa sehingga serat asbes bisa terdispersi merata dan tidak membentuk aglomerasi besar agar analisis bisa efektif.
- Dengan memanfaatkan voltase percepatan yang lebih rendah, beam electron dapat dilokalisasi dalam serat yang diinginkan
- Hindari terkenanya target lain yang mengganggu target analisis EDS.

EDS review





Penentuan tegangan aras



Analisis Asbes dengan EDS

- Mineral asbes dapat dibagi menjadi dua kelas utama berdasarkan struktur kristalnya, yaitu serpentin dan amphibol.
- Satu - satunya anggota kelompok serpentin adalah asbes chrysotile yang sejauh ini merupakan mineral asbes yang paling umum (paling banyak dipakai).
- Ada lima varietas amfibol, yaitu: crocidolite, amosite, anthophyllite, tremolite dan actinolite. Dari mineral amphibol ini hanya crocidolite dan amosite yang umum digunakan secara komersial, yang lain mungkin hadir sebagai mineral kontaminan dalam beberapa kasus.
- Terbaru ditemukan 2 jenis kelompok amphibol

Tabel bentuk mineral Asbestos

Commercial Name	Mineral Name	Mineral Group	Chemical Formula
Chrysotile	Chrysotile	Serpentine	$(\text{Mg, Fe})_3(\text{OH})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}$
Crocidolite	Riebeckite	Amphibole	$\text{Na}_2(\text{Fe}^{3+})_2(\text{Fe}^{2+})_2(\text{OH})_2\text{Si}_8\text{O}_{22}(\pm\text{Mg})$
Anthophyllite	Anthophyllite	Amphibole	$(\text{Mg, Fe})_2(\text{OH})_2\text{Si}_4\text{O}_{12}$
Amosite	Grunerite	Amphibole	$\text{Fe}_2(\text{OH})_2\text{Si}_4\text{O}_{12}(\pm\text{Mg, Mn})$
Actinolite	Actinolite	Amphibole	$\text{Ca}_2\text{Fe}_2(\text{OH})_2\text{Si}_8\text{O}_{22}(\pm\text{Mg})$
Tremolite	Tremolite	Amphibole	$\text{Ca}_2\text{Mg}_5(\text{OH})_2\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{Fe})$
Richterite	Richterite	Amphibole	$\text{Na}(\text{Ca, Na})\text{Mg}_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
Winchite	Winchite	Amphibole	$(\text{Ca, Na})\text{Mg}_4(\text{Al, Fe}^{3+})\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$

From: Lippmann, 2000, p. 66; Meeker et al., 2001; Christiansen et al., 2003

CHEMICAL COMPOSITION (%) OF ASBESTOS
MINERALS [20, 21]

Compound	Chrysotile	Amosite	Anthophyllite	Crocidolite
SiO ₂	39-42	49-53	56-58	49-53
MgO	38-43	1-7	28-34	0-3
FeO	0-2	34-44	3-12	13-20
Fe ₂ O ₃	0-2	-	-	17-20
Al ₂ O ₃	0-5	-	0.5-1.5	0-0.2
CaO	0.5-2	-	-	0.5-3
K ₂ O	-	0-0.5	-	0-0.5
Na ₂ O	0-0.1	-	-	4-9

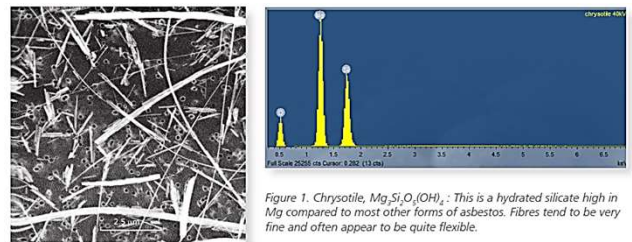
Lebih jauh dengan EDS

- Identifikasi asbes sangat bergantung pada kimia karena teknik lain seperti difraksi elektron tidak cukup untuk karakterisasi lengkap dari bahan ini. Hal ini dapat dilakukan di SEM dan TEM menggunakan sistem INCAEnergy EDS untuk identifikasi mineral, perbandingan mineral dan pencocokan dapat disesuaikan dengan custom database.
- Sistem ini dapat disesuaikan dengan fasilitas individual dengan menggunakan SEM, TEM, STEM atau kombinasi alat. Dg demikian, serat dapat dicirikan dan dihitung di bawah berkas elektron dan hasil yang dapat diandalkan disampaikan dalam waktu yang relative cepat. Hasil quantitaf juga bisa didapat bersamaan dengan pencocokan database untuk mengkonfirmasi fase yang mungkin ada.

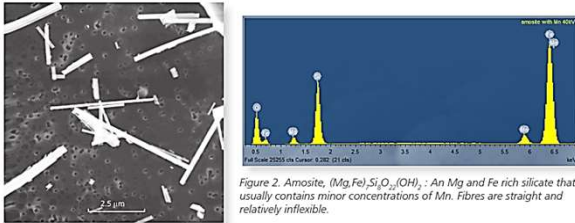
Lebih jauh dengan EDS (lanjutan)

- Fitur TEM INCAEnergy dengan Spectrum Compare dan Spectrum Matching adalah alat yang tepat untuk analisis mineral asbes.
- Membandingkan spectrum dapat digunakan untuk mengidentifikasi jenis-jenis serat. Dengan cara, mengidentifikasi elemen yang ada pada setiap sampel dan membandingkannya dengan database. INCA Spectrum Matching sangat ideal untuk menyiapkan database asbes dan mengasosiasikan.

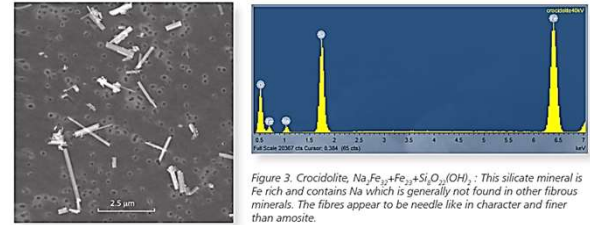
Spektra EDS dari Chrysotile



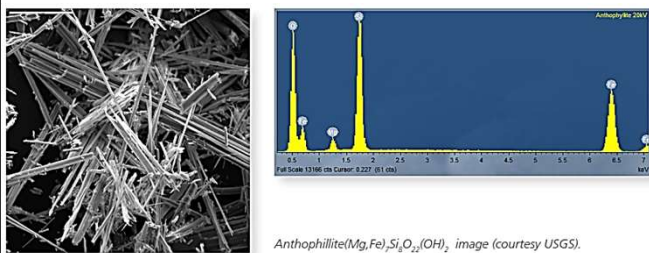
Spektra EDS dari Amosite



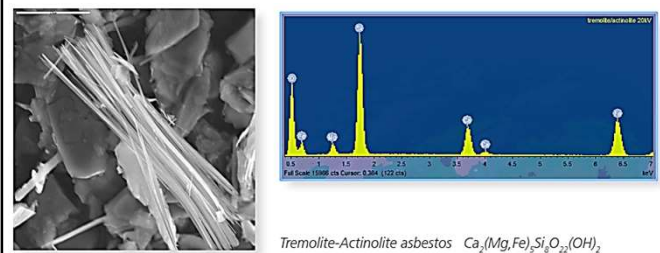
Spektra EDS dari Crocidolite



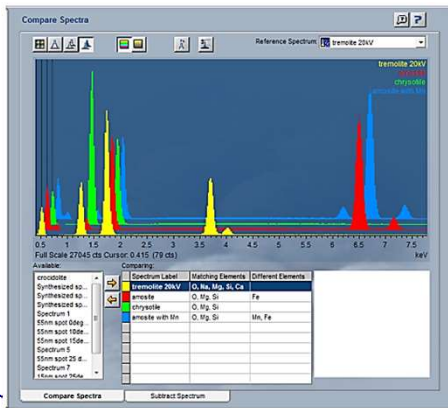
Spektra EDS dari Anthophyllite



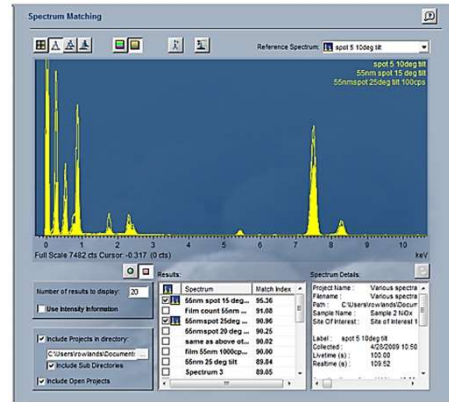
Spektra EDS dari Tremolite-Actinolite



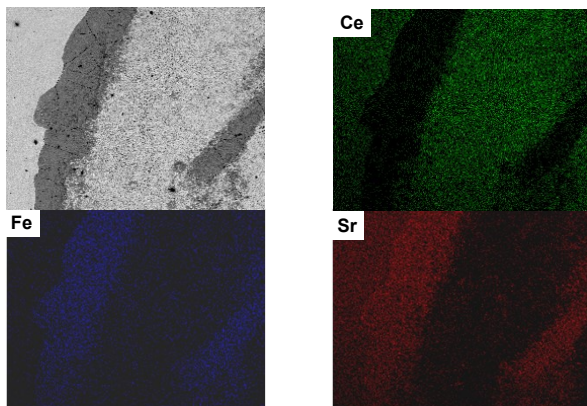
Membandingkan spektrum untuk menunjukkan perbedaan antara berbagai jenis asbes.



Indeks kecocokan spektrum dalam sampel dibandingkan dengan data yang disimpan dalam database.

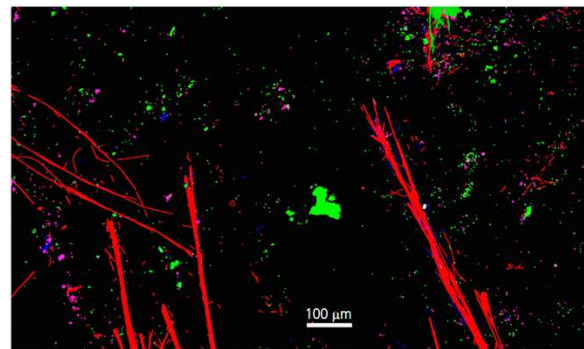


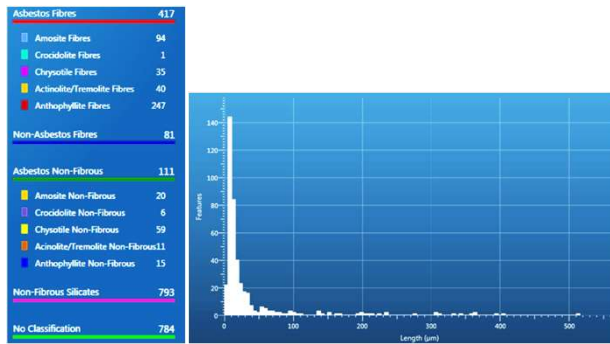
Chemistry mapping (EDS Mapping)



Images: Harald Fjeld, UiO

Analisa Asbes dengan mapping





TERIMAKASIH

Yusuf_ud@ugm.ac.id