

TCVN 6502 : 1999

ISO 10312 : 1995

**KHÔNG KHÍ XUNG QUANH – XÁC ĐỊNH
SỢI AMIĂNG – PHƯƠNG PHÁP KÍNH HIỂN VI
ĐIỆN TỬ TRUYỀN DẪN TRỰC TIẾP**

*Ambient air – Determination of asbestos fibres –
Direct – transfer transmission electron microscopy method*

HÀ NỘI – 1999

Lời nói đầu

TCVN 6502 : 1999 hoàn toàn tương đương với ISO 10312 : 1995.

TCVN 6502 : 1999 do Ban kỹ thuật TCVN/TC 146 – Chất lượng không khí biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Không khí xung quanh – Xác định sợi amiăng – Phương pháp kính hiển vi điện tử truyền dẫn trực tiếp

*Ambient air – Determination of asbestos fibres –
Direct - transfer transmission electron microscopy method*

1 Phạm vi

1.1 Chất được xác định

Tiêu chuẩn này quy định một phương pháp chuẩn sử dụng kính hiển vi điện tử truyền dẫn trực tiếp để xác định nồng độ các cấu trúc amiăng trong không khí xung quanh và kèm theo phép đo chiều dài, chiều rộng và tỷ số chiều dài so với chiều rộng của các cấu trúc (phần tử) amiăng. Phương pháp này cho phép xác định các loại sợi amiăng hiện có. Phương pháp này không thể phân biệt được các sợi amiăng đơn lẻ với các sợi tương tự của khoáng amphibol nhưng không phải là amiăng.

1.2 Loại mẫu

Phương pháp này được xác định cho các giấy lọc polycarbonate có lỗ mao quản hoặc giấy lọc este xenlulô (hoặc hỗn hợp este của xenlulô hoặc xenlulô nitrat) qua đó một thể tích không khí xác định được hút vào. Phương pháp này phù hợp cho việc xác định amiăng ở trong không khí cả bên ngoài và bên trong nhà.

1.3 Phạm vi đo

Phạm vi nồng độ có thể xác định được là 50 phần tử/mm² tới 7 000 phần tử/mm² trên giấy lọc. Những giá trị nồng độ này là một hàm số của thể tích khí lấy mẫu. Không có giới hạn dưới về kích thước của các sợi amiăng có thể phát hiện được. Trong thực tế người soi kính có khả năng phát hiện các sợi amiăng rất nhỏ. Vì thế chiều dài tối thiểu là 0,5 µm được xác định là sợi ngắn nhất được đưa ra trong các kết quả được báo cáo.

1.4 Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện theo lý thuyết có thể được hạ xuống không hạn chế bằng cách lọc các thể tích không khí lớn hơn tăng dần và mở rộng sự khảo sát tiêu bản trong kính hiển vi điện tử. Trong thực tế, giới hạn

TCVN 6502 : 1999

phát hiện dưới có thể đạt được cho vùng cá biệt của tiêu bản kính hiển vi điện tử truyền dẫn (TEM) được kiểm soát bằng tổng nồng độ các hạt lơ lửng.

Với tổng nồng độ các hạt lơ lửng xấp xỉ $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ tương ứng với không khí nông thôn sạch, và giả thử lọc 4 000 lít không khí thì độ nhạy phân tích có thể đạt được là 0,5 phần tử/lít, tương đương với giới hạn phát hiện 1,8 phần tử/lít, nếu diện tích $0,195 \text{ mm}^2$ tiêu bản kính hiển vi điện tử truyền dẫn được khảo sát. Nếu tổng nồng độ các hạt lơ lửng cao hơn, thì thể tích không khí được lọc phải giảm xuống để duy trì sức tải các hạt trên giấy lọc có thể chấp nhận được, dẫn đến việc làm tăng tương ứng độ nhạy phân tích.

Trong trường hợp này giới hạn phát hiện dưới có thể đạt được bằng cách tăng diện tích tiêu bản kính hiển vi điện tử truyền dẫn được khảo sát. Để đạt được giới hạn phát hiện dưới đối với các sợi và các bó sợi dài hơn $5 \mu\text{m}$, và đối với các sợi tương đương khi soi kính hiển vi quang học phản pha (PCM), độ phóng đại thấp hơn được quy định để cho phép khảo sát nhanh hơn các diện tích lớn hơn của tiêu bản kính hiển vi điện tử truyền dẫn khi việc khảo sát bị giới hạn bởi các kích thước này của sợi. Phương pháp phân tích trực tiếp không thể sử dụng nếu sức tải các hạt nói chung của giấy lọc thu mẫu vượt quá xấp xỉ $10 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ bề mặt giấy lọc, tương ứng với gần 10 % độ che phủ giấy lọc thu được bởi các hạt. Nếu tổng số các hạt lơ lửng là chất vô cơ lớn, thì giới hạn phát hiện có thể thấp đáng kể bằng cách dùng phương pháp chuẩn bị gián tiếp.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 5966 : 1995 (ISO 4225 : 1994) Chất lượng không khí – Những vấn đề chung – Thuật ngữ.

TCVN 5967 : 1995 (ISO 4226:1993) Chất lượng không khí – Những vấn đề chung – Đơn vị đo.

ISO Cẩm nang Tiêu chuẩn số 2:1993 Các đại lượng và đơn vị.

ISO Cẩm nang Tiêu chuẩn số 3:1989 Các phương pháp thống kê.

3 Định nghĩa

Phục vụ cho mục đích của tiêu chuẩn này áp dụng các định nghĩa sau đây (xem TCVN 5966: 1995/ ISO 4225)

3.1 acicular hình kim: Hình dạng của tinh thể cực mảnh có các kích thước cắt ngang tương đối nhỏ so với chiều dài, nghĩa là như cái kim.

3.2 amphibol: Một nhóm chất khoáng silicat feromagiê tạo nên đá liên quan chặt chẽ về dạng tinh thể và thành phần có công thức danh nghĩa như sau:



trong đó

A = K, Na

B = Fe^{2+} , Mn, Mg, Ca, Na

C = Al, Cr, Ti, Fe^{3+} , Mg, Fe^{2+}

T = Si, Al, Cr, Fe^{3+} , Ti

Trong một số loại amphibol, các nguyên tố này có thể được thay thế từng phần bởi Li, Pb, hoặc Zn. Amphibol được đặc trưng bởi một chuỗi kép liên kết ngang của tứ diện Si – O với tỷ lệ silic : oxi 4:11 bằng dạng dọc hoặc tinh thể lăng trụ dạng sợi và bằng sự tách chế lăng trụ thành 2 chiều song song với các mặt tinh thể và giao nhau ở góc khoảng 56° và 124°.

3.3 amiăng amphibol: Amphibol ở dạng amiăng.

3.4 độ nhạy phân tích: Nồng độ các phần tử amiăng trong không khí tính được (số phần tử amiăng/lít) tương đương với việc đếm được số phần tử amiăng trong phép phân tích. Phương pháp trong tiêu chuẩn này không qui định độ nhạy phân tích.

3.5 dạng amiăng: Một dạng sợi khoáng đặc trưng mà trong đó các sợi và các đánh sợi có độ bền kéo cao và mềm dẻo.

3.6 amiăng: Thuật ngữ đặt cho một nhóm chất khoáng silicat thuộc nhóm serpentinit và nhóm amphibol kết tinh ở dạng amiăng tạo cho chúng dễ dàng bị tách ra thành các sợi dài, mỏng, và bền khi bị nghiền hoặc chế biến. Số đăng ký giao dịch với tạp chí Hóa học tóm tắt (Chemical Abstracts) cho biết các dạng amiăng thông thường nhất là chryrotil (12001 – 29 – 5) Crocidolit (12001 – 28 – 4) amosit (12172 – 73 – 5) anthophylet (77536 – 67 – 5) amiăng tremolit (77536 – 68 – 6) và amiăng actinolit (77536 – 66 – 4).

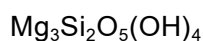
3.7 phần tử (cấu trúc) amiăng: Một thuật ngữ dùng cho bất cứ nhóm sợi hoặc bó sợi amiăng nào chồng lên nhau hoặc nối với nhau có hoặc không có các hạt khác.

3.8 tỷ số hình dạng: Tỷ số giữa chiều dài và chiều rộng của hạt.

3.9 Mẫu trắng: Phép đếm phần tử tiến hành trên tiêu bản kính hiển vi điện tử truyền dẫn được chuẩn bị từ giấy lọc trắng (không qua sử dụng) để xác định phép đo nền.

3.10 độ dài camera: Độ dài máy chiếu tương đương giữa tiêu bản và hình nhiễu xạ điện tử trong trường hợp không có sự hoạt động của thấu kính.

3.11 chrysotil: Chất khoáng dạng sợi của nhóm serpentinit có thành phần danh nghĩa



Hầu hết chrysotil tự nhiên sai khác một ít so với thành phần danh nghĩa này. Trong một vài dạng khác nhau của chrysotil có thể xảy ra một phần nhỏ silic được thay thế bằng Al^{3+} . Một phần nhỏ Mg bằng Al^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} và Co^{2+} cũng có thể có. Chrysotil là loại amiăng phổ biến nhất.

3.12 sự phân cắt: Phá vỡ khoáng vật dọc theo các phương tinh thể học của nó.

3.13 mảnh phân cắt: Mảnh của tinh thể bị giới hạn bởi các mặt phân cắt.

TCVN 6502 : 1999

3.14 đám: Một phần tử trong đó hai hoặc nhiều sợi hoặc các bó sợi định hướng ngẫu nhiên trong một nhóm nối kết với nhau.

3.15 khoảng cách d: Khoảng cách giữa các mặt phẳng gần kề đồng nhất và song song của các nguyên tử trong tinh thể.

3.16 nhiễu xạ điện tử: Một kỹ thuật trong kính hiển vi điện tử mà cấu trúc tinh thể của mẫu vật được khảo sát.

3.17 năng lượng phân tán điện tử: Mức năng lượng mà một lớp mỏng của một chất làm phân tán các điện tử chệch khỏi các hướng ban đầu của chúng.

3.18 phép phân tích tia X phân tán năng lượng: Phép đo năng lượng và cường độ của các tia X bằng cách sử dụng một đầu dò trạng thái rắn và hệ thống máy phân tích nhiều kênh.

3.19 tâm ảo: Là điều kiện khi diện tích quan tâm của vật thể được đặt lên trục nghiêng ở chỗ giao nhau của chùm tia điện tử với trục ấy và nằm trong mặt phẳng hội tụ.

3.20 mẫu trắng hiện trường: Một hộp giấy lọc được mang ra vị trí lấy mẫu, mở ra và đóng lại. Giấy lọc như thế được sử dụng để xác định số đếm phần tử nền cho phép đo.

3.21 sợi mảnh: Một sợi đơn amiăng không thể chia tách nữa theo chiều dài thành những thành phần nhỏ hơn mà không mất đi các tính chất hoặc hình dạng sợi.

3.22 sợi: Một hạt kéo dài có các mặt song song hoặc không cách đều. Vì mục đích của tiêu chuẩn này, sợi được định nghĩa là có tỷ số hình thể bằng hoặc lớn hơn 5:1 và độ dài tối thiểu 0,5 μm .

3.23 bó sợi: Một phần tử bao gồm các sợi song song có đường kính nhỏ hơn gần dọc theo chiều dài của sợi.

Một bó sợi có thể thể hiện các sợi rẽ ra ở một hoặc cả hai đầu.

3.24 phần tử sợi: Một sợi, hoặc nhóm các sợi kết nối với nhau, có hoặc không có các hạt khác.

3.25 dáng vẻ: Dạng phát triển tinh thể đặc trưng của một khoáng vật (hoặc sự kết hợp của các dạng này), kể cả các đặc trưng bất thường khác.

3.26 giới hạn phát hiện: Nồng độ phần tử amiăng trong không khí được tính bằng phần tử/lít tương đương với số đếm 2,99 phần tử amiăng trong phép phân tích.

3.27 mạng: Cấu trúc mà trong đó một hoặc nhiều sợi hoặc các bó sợi, được áp gắn vào, hoặc bị che lấy từng phần bởi một hạt đơn hoặc nhóm kết nối các hạt không có xơ sợi.

3.28 chỉ số Miller: Một tập hợp gồm ba hoặc bốn số nguyên dùng để chỉ hướng của mặt phẳng tinh thể học liên quan với các trục tinh thể.

3.29 sợi tương đương PCM: Một sợi có tỷ số hình dạng lớn hơn hoặc bằng 3:1 dài hơn 5 μm và có đường kính trong khoảng 0,2 μm và 3,0 μm.

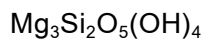
3.30 phần tử tương đương PCM: Một phần tử sợi có tỷ số hình dạng lớn hơn hoặc bằng 3:1 dài hơn 5 μm và có đường kính trong khoảng 0,2 μm – 3,0 μm.

3.31 phần tử ban đầu: Một phần tử sợi là một thực thể riêng biệt trong hình ảnh của kính hiển vi điện tử truyền dẫn.

3.32 sự sao chép: Quy trình làm bản sao mỏng hoặc phiên bản của bề mặt trong khi chuẩn bị tiêu bản kính hiển vi điện tử.

3.33 nhiễu xạ điện tử vùng chọn lọc: Một kỹ thuật trong hiển vi điện tử khi cấu trúc tinh thể của một vùng nhỏ của mẫu được khảo sát.

3.34 serpentin: Một nhóm khoáng vật dạng đá thông thường, có công thức danh định



3.35 phần tử: Sợi đơn, bó sợi, đám hoặc mạng.

3.36 tinh thể kép: Sự xuất hiện các tinh thể cùng loại kết nối với nhau theo một hướng chung đặc thù, như vậy các hướng cân đối với nhau được liên quan theo một qui tắc nhất định.

3.37 sợi không tách: Bó sợi amiăng đường kính lớn không tách được ra thành các sợi mảnh thành phần hoặc các sợi.

3.38 trục vùng tinh thể: Đường hoặc hướng tinh thể học qua tâm của tinh thể song song với các cạnh giao nhau của các mặt tinh thể định ra vùng tinh thể.

4 Nguyên tắc

Mẫu bụi trong không khí được lấy bằng cách hút một thể tích không khí xác định qua hoặc giấy lọc màng polycarbonat kích thước lỗ mao quản cỡ lớn nhất 0,4 μm hoặc giấy lọc màng este xenlulô (hoặc hỗn hợp của este xenlulô hoặc xenlulô nitrat) kích thước lỗ lọc tối đa 0,45 μm bằng một cái bơm chạy bằng acqui hoặc điện lưới. Các tiêu bản TEM được chuẩn bị từ giấy lọc polycarbonat bằng cách ép một màng mỏng cacbon vào bề mặt giấy lọc với cách bay hơi chân không. Những diện tích nhỏ được cắt ra từ giấy lọc đã được phủ cacbon được đỡ trên lưới của tiêu bản TEM và chất liệu lọc bị hòa tan hết nhờ qui trình chiết bằng dung môi. Qui trình này để lại màng cacbon mỏng che kín những khoảng trống trong lưới tiêu bản TEM và giữ mọi hạt trên giấy lọc gốc ở vị trí ban đầu của nó. Các giấy lọc este của xenlulô được xử lý

TCVN 6502 : 1999

hóa học để xóa đi cấu trúc lỗ của giấy lọc và bề mặt của giấy đã xóa bỏ cấu trúc lỗ được tro hóa trong plasma oxy để đảm bảo rằng tất cả các hạt lộ ra. Màng cacbon mỏng được làm bay hơi lên bề mặt giấy lọc và các diện tích nhỏ được cắt ra từ giấy lọc. Các phần này được đỡ trên lưới tiêu bản TEM và chất liệu lọc bị hoà tan hết bởi qui trình chiết bằng dung môi.

Các lưới tiêu bản TEM từ một trong hai phương pháp chuẩn bị được kiểm tra ở cả độ phóng đại cao và thấp để kiểm tra xem chúng có phù hợp cho phép phân tích không trước khi thực hiện đếm số lượng các phần tử trên các khe hở của lưới được chọn một cách ngẫu nhiên. Trong phép phân tích TEM, nhiễu xạ điện tử được sử dụng để kiểm tra cấu trúc tinh thể của sợi và thành phần nguyên tố của nó được xác định bằng phép phân tích tia X phân tán năng lượng (EDXA). Vì một số lý do, không thể nhận dạng mỗi sợi một cách rõ ràng, và các sợi được phân loại theo các kỹ thuật dùng để nhận dạng chúng. Một mã đơn giản được sử dụng để ghi lại cách thức được phân loại đối với mỗi sợi. Qui trình phân loại trên cơ sở kiểm tra lần lượt về hình thái học, mẫu nhiễu xạ điện tử cho vùng đã chọn, và các phép phân tích định tính và định lượng bằng tia X phân tán năng lượng. Sự khẳng định dạng chrysotil chỉ được thực hiện nhờ phân tích định lượng bằng ED, và sự khẳng định amphibol chỉ được làm nhờ phân tích định lượng bằng EDXA và phân tích định lượng bằng ED dọc trục tinh thể.

Ngoài các sợi riêng rẽ, mẫu không khí xung quanh thường chứa nhiều khối sợi phức tạp hơn có hoặc không có các hạt khác kèm theo. Một vài hạt là hợp phần của các sợi amiăng với các khoáng chất khác. Các sợi riêng lẻ và các phần tử phức tạp hơn được quy cho là "các phần tử amiăng". Một hệ thống mã được sử dụng để ghi lại loại phần tử sợi và cung cấp mô tả tối ưu của mỗi phần tử phức tạp này. Hai mã loại bỏ yêu cầu giải thích dữ liệu đếm phần tử từ người soi kính và cho phép đánh giá mà không đòi hỏi kiểm tra lại các tiêu bản TEM. Một vài mức độ của phép phân tích được qui định, các mức độ cao hơn tạo ra sự tiếp cận tỉ mỉ hơn để nhận diện các sợi. Qui trình cho phép một chuẩn cứ tối thiểu cần thiết để nhận diện sợi được xác định trên cơ sở của sự hiểu biết trước đây hoặc không cần mẫu riêng. Sau đó mọi cố gắng được làm để đạt được chuẩn cứ tối thiểu này cho mỗi sợi và mức độ của kết quả được ghi lại cho mỗi sợi. Chiều dài và độ rộng của tất cả các phần tử và sợi đã phân loại được ghi lại. Số phần tử amiăng tìm thấy trên diện tích đã biết của mẫu kính hiển vi, cùng với thể tích không khí tương đương được lọc qua diện tích này được sử dụng để tính toán nồng độ các phần tử sợi amiăng trong không khí/lít không khí.

5 Ký hiệu của đơn vị và các chữ viết tắt

5.1 Ký hiệu đơn vị (xem TCVN 5967: 1995/ISO 4226 và ISO Handbook số 2)

eV = Electron von;

kV = kilovon;

l/min = lít/phút;

μg = microgam (10^{-6} gram);

μm = micromet (10^{-6} met);

nm = nanomet (10^{-9} met).

W = oat;

5.2 Chữ viết tắt

| | |
|------|--|
| DMF | Dimethylformamid |
| DE | Nhiều xạ điện tử |
| EDXA | Phép phân tích tia X phân tán năng lượng |
| FWHM | Toàn bộ chiều rộng, tối đa một nửa |
| HEPA | Hạt hiệu suất cao tuyệt đối |
| MEC | Hỗn hợp este của xenlulô |
| PC | Polycarbonat |
| PMC | Kính hiển vi quang học tương phản pha |
| SAED | Nhiều xạ điện tử ở diện tích được chọn lựa |
| SEM | Kính hiển vi điện tử quét |
| STEM | Kính hiển vi điện tử truyền dẫn quét |
| TEM | Kính hiển vi điện tử truyền dẫn |
| UICC | Hội chống Ung thư quốc tế. |

6 Thuốc thử

Trong khi phân tích (trừ những qui định khác), chỉ sử dụng các hóa chất loại phân tích đã được công nhận và nước (6.1).

Cảnh báo: sử dụng các thuốc thử phải phù hợp với các qui định về an toàn và sức khỏe tương ứng.

6.1 nước, không có sợi

TCVN 6502 : 1999

Phải sử dụng nguồn cấp nước mới chưng cất, không có sợi hoặc các nguồn nước khác không có sợi, không có pyrogen (không có sunfua).

6.2 Chloroform, loại phân tích được chưng cất trong bình thủy tinh, bảo quản với 1% (thể tích/thể tích) etanol.

6.3 1-Methyl 2-pyrrolidone

6.4 Dimethylformamide

6.5 Axit axêtic băng

6.6 Axêton

7 Các thiết bị

7.1 Lấy mẫu không khí – Thiết bị và vật tư tiêu hao

7.1.1 Hộp đựng giấy lọc

Phải sử dụng các thiết bị quan trắc hiện trường, bao gồm hộp 3 bộ phận đường kính 25 mm – 50 mm có chụp mà hình chiếu nhỏ hơn 2 cm trước bề mặt giấy lọc sẽ được dùng để lấy mẫu. Hộp phải được cài đặt giấy lọc polycarbonat lỗ mao quản tối đa 0,4 μm hoặc hỗn hợp este xenlulô hoặc xenlulô nitrat với cỡ lỗ tối đa 0,45 μm . Giấy lọc phải được đỡ bằng giấy lọc este xenlulô cỡ lỗ lọc 5 μm hoặc bằng giấy lọc xenlulô nitrat, và được đỡ bằng miếng đệm xenlulô. Khi đã đặt giấy lọc vào, phải dùng băng xenlulô đàn hồi hoặc băng dính để tránh sự dò khí. Phải chú ý để đảm bảo rằng các giấy lọc được kẹp chặt trong cụm sao cho không xảy ra tình trạng rò khí ra xung quanh giấy lọc.

Các giấy lọc đại diện từ lô giấy lọc phải được phân tích như được qui định trong phần 9.7 để xem sự có mặt của các phần tử amiăng trước khi bất kỳ giấy lọc nào được sử dụng để thu mẫu không khí .

7.1.2 Bơm lấy mẫu

Bơm lấy mẫu phải có tốc độ dòng đủ đạt được độ nhạy phân tích mong muốn. Tốc độ bề mặt qua giấy lọc phải nằm giữa khoảng 4,0 cm/s và 25,0 cm/s. Bơm lấy mẫu được sử dụng phải tạo được dòng khí ổn định qua giấy lọc, và phải duy trì tốc độ dòng thể tích ban đầu trong phạm vi dao động $\pm 10\%$ trong suốt giai đoạn lấy mẫu. Một máy bơm dòng khí không đổi hoặc được kiểm soát bằng lỗ giới hạn đáp ứng được những yêu cầu này. Phải sử dụng ống mềm để nối hộp giấy lọc với bơm lấy mẫu.

Cần có phương tiện để hiệu chuẩn tốc độ dòng của mỗi bơm.

7.1.3 Giá đỡ

Phải dùng một giá để giữ hộp giấy lọc ở độ cao mong muốn để lấy mẫu và tách rời khỏi ảnh hưởng do rung của bơm (7.1.2).

7.1.4 Lưu lượng kế có khoảng biến đổi được

Cần một lưu lượng kế có phạm vi khoảng từ 1 lít/phút – 10 lít/phút để hiệu chuẩn hệ thống lấy mẫu không khí.

Lưu lượng kế phải được làm sạch trước khi dùng để tránh mang sợi amiăng nhiễm bẩn từ lưu lượng kế sang mẫu đang được lấy.

7.2 Phòng thí nghiệm chuẩn bị tiêu bản

Amiăng, đặc biệt là chrysotil, có mặt với những lượng rất khác nhau trong các hóa chất phòng thí nghiệm. Nhiều vật liệu xây dựng cũng chứa số lượng amiăng đáng kể hoặc các sợi khoáng khác có thể gây nhiều phép phân tích nếu chúng tình cờ được đưa vào trong khi chuẩn bị tiêu bản. Một điều quan trọng là phải bảo đảm rằng, sự nhiễm bẩn các tiêu bản kính hiển vi điện tử truyền dẫn do bất cứ sợi amiăng nào từ bên ngoài phải được giảm đến mức thấp nhất trong khi chuẩn bị mẫu. Vì thế mà tất cả các bước chuẩn bị tiêu bản phải thực hiện trong một môi trường mà sự nhiễm bẩn mẫu là nhỏ nhất. Yêu cầu cơ bản của phòng thí nghiệm chuẩn bị mẫu là xác định mẫu trắng phải thu được kết quả đáp ứng các yêu cầu đã chỉ ra trong phần 9.7. Thiết bị tối thiểu được coi là phù hợp với sự chuẩn bị tiêu bản kính hiển vi điện tử truyền dẫn là tủ hút dòng chảy với áp lực dương. Tuy nhiên, đã xác định được rằng tiến hành công việc trong khi chuẩn bị tiêu bản dường như là quan trọng hơn việc các phương tiện thao tác trong sử dụng được giữ sạch sẽ. Sự chuẩn bị các mẫu chỉ được thực hiện sau khi các giá trị mẫu trắng có thể chấp nhận đã được chứng minh.

Chú thích 1 – Khuyến rằng các hoạt động liên quan đến sự thao tác các mẫu amiăng xộp không nên thực hiện trong cùng một khu vực như chuẩn bị tiêu bản kính hiển vi điện tử truyền dẫn bởi vì khả năng nhiễm bẩn các tiêu bản kính hiển vi điện tử truyền dẫn.

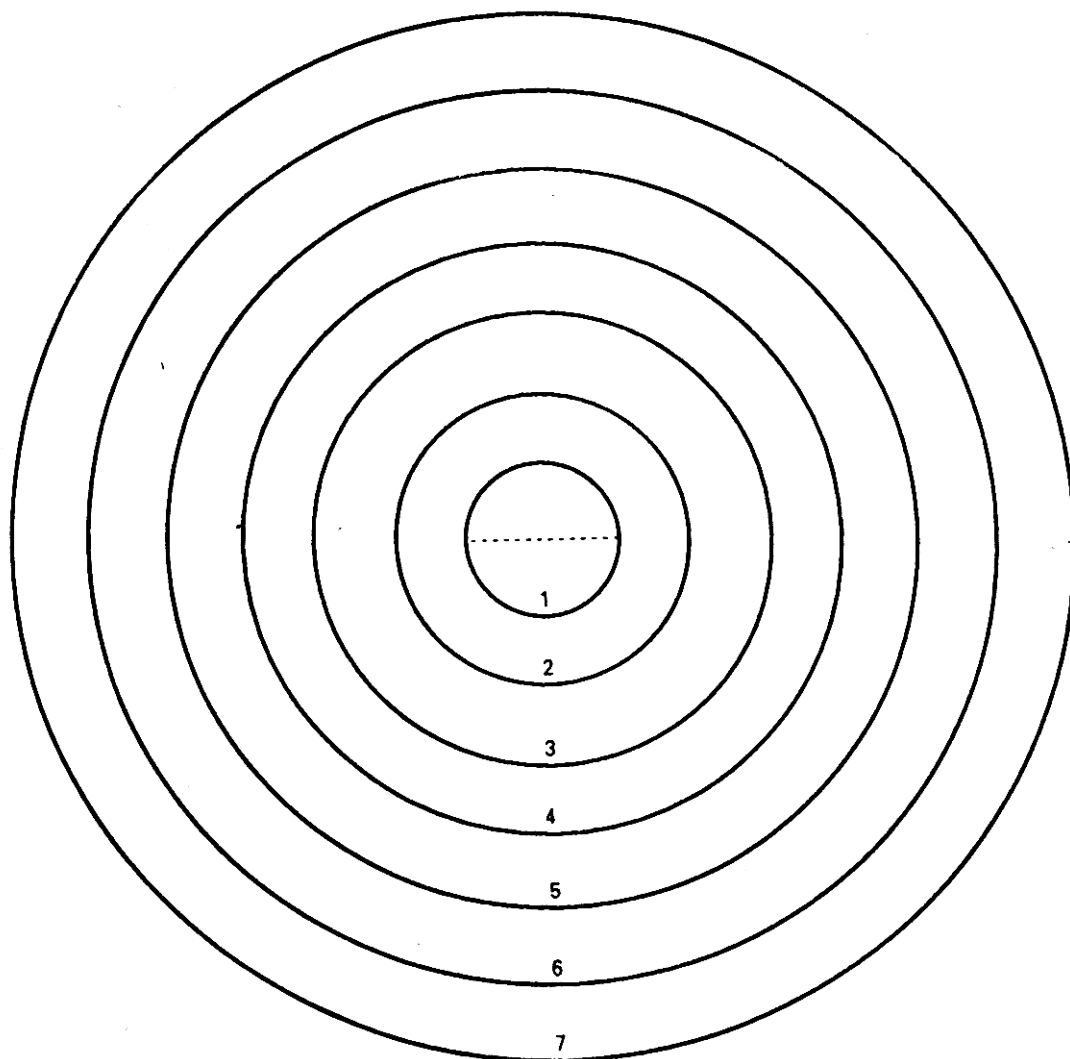
7.3 Thiết bị để phân tích

7.3.1 Kính hiển vi điện tử truyền dẫn

Phải sử dụng loại TEM hoạt động ở điện thế tăng 80 kV tới 120 kV với độ phân giải tốt hơn 1 nm và phạm vi độ phóng đại xấp xỉ $\times 300$ đến $\times 100\,000$.

Khả năng thu được độ phóng đại màn hình trực tiếp khoảng $\times 100\,000$ là cần thiết để kiểm tra hình thái học của sợi, độ phóng đại này có thể thu được bằng sự phóng đại quang học bổ sung ảnh màn hình qua cách dùng hai mắt kính nếu như không thể thu được một cách trực tiếp. Nó cũng đòi hỏi là màn hình để nhìn của kính hiển vi được hiệu chuẩn sao cho chiều dài và chiều rộng hình ảnh sợi xuống đến 1 mm vẫn có thể đo được mỗi khi tăng lên 1 mm, không phụ thuộc vào hướng của hình ảnh. Yêu cầu này

thường được đáp ứng thông qua sử dụng màn huỳnh quang có các bước hiệu chuẩn ở dạng vòng tròn như trình bày ở hình 1.



Hình 1– Ví dụ về ghi dấu hiệu chuẩn lên màn hình TEM

Để góc Bragg nhỏ hơn 0,01 rad, thì kính hiển vi điện tử truyền dẫn phải có khả năng thực hiện nhiễu xạ điện tử từ diện tích $0,6 \mu\text{m}^2$ hoặc nhỏ hơn được chọn từ hình ảnh hội tụ ở độ phóng đại màn hình x 20 000. Yêu cầu tính năng này xác định sự phân biệt tối thiểu giữa các hạt mà các hình nhiễu xạ điện tử độc lập có thể thu được từ mỗi hạt. Nếu SAED được sử dụng, hiệu suất của một thiết bị cụ thể thường được tính toán bằng phương trình sau

$$A = 0,7854 \times \left(\frac{D}{M} + 2000C_s\theta^3 \right)^2$$

trong đó

- A là diện tích SAED hiệu dụng tính bằng μm^2 ;
- D là đường kính tính bằng μm của khẩu độ SAED;
- M là độ phóng đại của vật kính;
- C_s là hệ số quang sai cầu tính bằng mm của vật kính ;
- θ là góc Bragg yêu cầu tối đa, tính bằng rad.

Không thể giảm vô hạn diện tích SAED hiệu dụng bằng cách sử dụng các thiết bị có khẩu độ SAED nhỏ dần vì có giới hạn cơ bản được ấn định bởi hệ số quang sai cầu của vật kính .

Nếu phép phân tích ED trực tinh thể được thực hiện, thì TEM phải lồng thêm một giá có thước đo góc cho phép tiêu bản TEM

- a) xoay tròn 360° kết hợp với độ nghiêng ít nhất $+ 30^\circ$ tới $- 30^\circ$ xung quanh một trục trong mặt phẳng của tiêu bản; hoặc
- b) độ nghiêng ít nhất $+ 30^\circ$ tới $- 30^\circ$ xung quanh hai trục vuông góc trong mặt phẳng của tiêu bản .

Phép phân tích được tiến hành rất thuận lợi nếu thước đo góc cho phép nghiêng vào trung tâm mặc dù điều này không phải là cơ bản. Nếu EDXA và ED dọc trục tinh thể là cần trên cùng sợi thì thước đo góc phải là loại cho phép độ nghiêng tiêu bản và sự thu nhận của quang phổ EDXA không làm thay đổi bộ phận giữ tiêu bản.

TEM phải có một hệ thống thấu kính tụ quang và chiếu sáng có khả năng ghép một đầu dò điện tử đường kính < 250 nm.

Chú thích 2 – Khuyến dùng một bẫy chống nhiễm bẩn xung quanh tiêu bản nếu tính năng được yêu cầu của dụng cụ vẫn có thể đạt được.

7.3.2 Máy phân tích tia X phân tán năng lượng

TEM phải được trang bị cùng với máy phân tích tia X phân tán năng lượng có khả năng đạt được độ phân giải tốt hơn 180 eV (FWHM) trên $\text{MnK}\alpha$. Vì tính năng của sự kết hợp đơn lẻ TEM với các thiết bị EDXA phụ thuộc vào một số yếu tố hình học, tính năng cần thiết của sự kết hợp giữa TEM và máy phân tích tia X được xác định theo cường độ tia X được đo thu được từ sợi đường kính nhỏ, sử dụng đường kính chùm tia điện tử đã biết. Các đầu dò tia X trạng thái rắn kém nhạy nhất ở vùng năng lượng thấp, và vì thế phép đo Na trong crocidolit phải là chuẩn cứ tính năng. Sự kết hợp kính hiển vi điện tử và máy phân tích tia X sẽ thu được, trong các điều kiện phân tích hàng ngày, một tốc độ đếm pic hợp thành $\text{NaK}\alpha$ trừ đi nền lớn hơn 1 lần đếm/giây (cps) từ 1 sợi crocidolite UICE đường kính 50 nm hoặc nhỏ hơn, khi được chiếu bởi một đầu dò điện tử đường kính 250 nm hoặc nhỏ hơn ở thế năng tăng tốc 80 kV. Tỷ số pic/nền đối với phép thử tính năng này sẽ vượt quá 1,0.

Máy EDXA phải cung cấp giá trị để trừ nền, nhận dạng các pic nguyên tố và sự tính toán các diện tích pic đã trừ nền.

7.3.3 Máy tính

TCVN 6502 : 1999

Các tính toán số học lặp lại nhiều lần là cần thiết và điều này có thể được thực hiện một cách thuận tiện bằng các chương trình máy vi tính tương đối đơn giản. Để phân tích các phép đo mẫu ED trực tiếp thì máy tính có bộ nhớ phù hợp là cần để chứa các chương trình liên quan phức tạp hơn.

7.3.4 Máy tro hóa plasma

Để chuẩn bị các tiêu bản TEM từ các giấy lọc MEC một máy tro hóa plasma với năng lượng tần số radio công suất 50 W hoặc cao hơn, phải được sử dụng để tro hóa bề mặt của các giấy lọc MEC đã xóa bỏ lưới lọc. Máy tro hóa phải được cung cấp dòng oxi được kiểm soát và phải được điều chỉnh, nếu cần thiết, dùng một cái van để kiểm soát tốc độ của đường dẫn khí vào sao cho sự nạp khí nhanh không gây nhiễu loạn các hạt trên bề mặt của giấy lọc sau bước tro hóa.

Chú thích 3 – Khuyến khích các giấy lọc nên được gắn với nguồn oxi và đường nạp không khí.

7.3.5 Máy phủ chân không

Một máy phủ chân không có thể tạo ra chân không tốt hơn 0,013 Pa phải được sử dụng để lắng đọng chân không cacbon trên các giấy lọc màng.

Cần giá đỡ mẫu để cho tiêu bản kính hiển vi bằng thủy tinh được xoay liên tục trong qui trình tẩm phủ.

Chú thích 4 – Một cơ cấu cho phép tiêu bản quay ở độ nghiêng một góc xấp xỉ 45° trong qui trình tẩm phủ được khuyến nghị áp dụng. Một bể lạnh nitơ lỏng ở trên bơm khuếch tán có thể sử dụng để giảm thiểu khả năng nhiễm bẩn bề mặt giấy lọc do dầu từ hệ thống bơm. Máy phủ chân không cũng có thể được sử dụng để lắng màng mỏng bằng vàng hoặc bằng vật liệu chuẩn khác, khi cần coi như là một sự hiệu chuẩn nội bộ của các mô hình ED trên các tiêu bản TEM.

7.3.6 Máy phun phủ

Một máy phun phủ có đối catot bằng vàng được sử dụng để lắng vàng lên tiêu bản TEM như một sự hiệu chuẩn tổ hợp của các mô hình nhiễu xạ điện tử. Một số chất liệu hiệu chuẩn khác cũng được chấp nhận. Kinh nghiệm chỉ ra rằng máy phun phủ cho phép kiểm soát tốt hơn độ dày của vật liệu hiệu chuẩn.

7.3.7 Đĩa rửa dung môi (Đĩa rửa Jaffe)

Mục đích của đĩa rửa Jaffe là cho phép hòa tan chất lọc polyme trong lúc để lại nguyên vẹn màng mỏng cacbon bay hơi để giữ các sợi và các hạt khác từ bề mặt giấy lọc.

Một đĩa mẫu rửa thích hợp cho các dung môi và chất liệu lọc khác nhau được chỉ ra ở hình 2. Nói chung hoặc chloroform hoặc 1-methyl-2-pyrrolidon được sử dụng để hòa tan giấy lọc polycarbonat và dimethylformamid hoặc axêton được sử dụng để hòa tan MEC hoặc giấy lọc xenlulô nitrat. Tốc độ bay hơi cao hơn của chloroform và axêton đòi hỏi dùng đĩa chứa được từ 10 – 50 ml dung môi được sử dụng, và có thể cần thiết bổ xung thêm trong quá trình thực hiện. Dimethylformamid và 1-methyl-2-pyrrolidon có áp suất bay hơi thấp hơn và thể tích dung môi nhỏ hơn nhiều có thể nên được sử dụng. Khuyến nghị rằng tất cả các đĩa rửa được sử dụng trong tủ hút, và khi các tiêu bản không được đưa vào hoặc lấy ra thì nắp đĩa petri phải đậy lại trong khi hoà tan dung môi. Đĩa rửa phải được làm sạch trước khi sử dụng cho mỗi một nhóm tiêu bản .

7.3.8 Máy rửa ngưng tụ

Để sự hòa tan nhanh hơn chất lọc polyme hoặc nếu gặp khó khăn khi hòa tan chất lọc polyme thì sử dụng máy rửa ngưng tụ bao gồm một bình cổ hẹp bộ phận ngưng tụ và bộ cột làm lạnh, có lớp vỏ đun nóng và phương tiện để kiểm soát nhiệt độ. Một bộ rửa phù hợp chỉ ra ở hình 3, sử dụng hoặc axêton, hoặc chloroform làm dung môi, tùy theo loại giấy lọc.

7.3.9 Máy làm ấm tiêu bản hoặc lò làm nóng tiêu bản

Sử dụng hoặc máy làm ấm tiêu bản TEM hoặc là lò để đốt nóng các tiêu bản trong khi chuẩn bị các tiêu bản TEM từ MEC hoặc giấy lọc xenlulô nitrat. Nó đòi hỏi duy trì nhiệt độ ở 65 – 70°C.

7.3.10 Thùng siêu âm

Sử dụng một thùng siêu âm để làm sạch các dụng cụ dùng cho công việc chuẩn bị tiêu bản TEM.

7.3.11 Phiên bản lưới cacbon

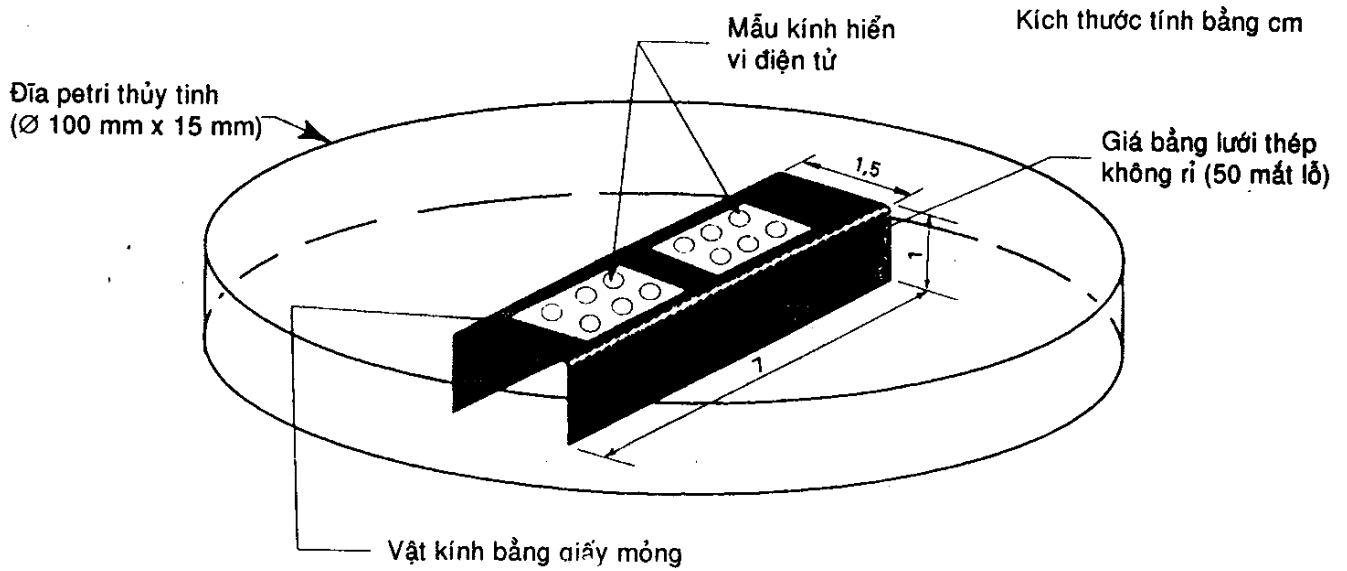
Một phiên bản lưới cacbon có khoảng 2 000 đường song song/mm phải được sử dụng để hiệu chuẩn độ phóng đại của TEM.

7.3.12 Các lưới tiêu bản chuẩn cho EDXA

Các lưới tiêu bản TEM được chuẩn bị từ sự phân tán các vật liệu hiệu chuẩn là cần để hiệu chỉnh hệ thống EDXA. Một vài vật liệu hiệu chuẩn là riebeckit, chrysotil, halloysit, phlogopit, wollastonit và bustamit. Chất được dùng để hiệu chuẩn hệ thống EDXA đối với Na phải được chuẩn bị bằng cách dùng lưới TEM bằng vàng.

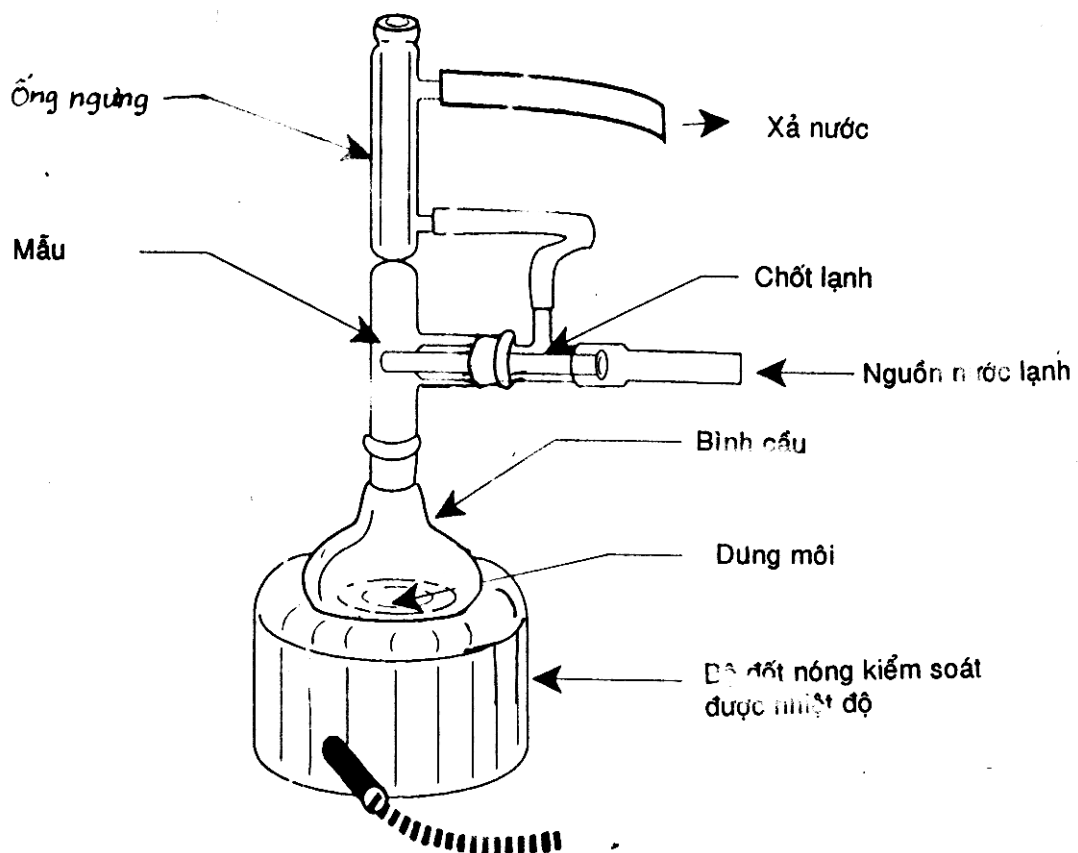
7.3.13 Máy làm nhọn thanh cacbon

Sử dụng những thanh cacbon có chỗ thắt hoặc tương đương cho phép cacbon được bay hơi lên các giấy lọc với sự đun nóng ít nhất.



Chú thích – Dung môi được thêm vào cho đến khi mặt dung môi trong đĩa tiếp xúc với mặt dưới của giá bằng lưới thép không rỉ.

Hình 2 – Ví dụ về thiết kế dụng cụ rửa dung môi (Dụng cụ rửa Jaffe)



Hình 3 – Ví dụ về thiết kế dụng cụ rửa ngưng tụ

7.3.14 Micropipet đầu dùng một lần

Một micropipet đầu dùng một lần có thể chuyển một thể tích xấp xỉ 30 μl là cần thiết cho công việc chuẩn bị các lưới tiêu bản TEM từ các giấy lọc MEC.

7.4 Các vật tư tiêu hao

7.4.1 Lưới kính hiển vi điện tử bằng đồng

Lưới TEM bằng đồng có mắt 200 lưới được khuyến nghị. Lưới mà có các ô lưới cùng kính thước như vậy đáp ứng yêu cầu đã chỉ ra ở phần 9.6.2 phải được chọn.

Để dễ tái định vị của từng ô lưới riêng biệt vì mục đích đảm bảo chất lượng, nên sử dụng lưới có đánh số hoặc đánh dấu theo vần chữ cái các ô lưới.

7.4.2 Lưới kính hiển vi điện tử bằng vàng

Lưới TEM bằng vàng có mắt 200 lưới được khuyến nghị để gắn các tiêu bản TEM, khi các phép đo Na được yêu cầu trong qui trình nhận dạng sợi. Các lưới có các ô lưới đồng kích thước như vậy chúng đáp ứng yêu cầu chỉ ra ở phần 9.6.2 phải được chọn để thuận lợi cho đặt lại vị trí của ô lưới riêng biệt vì mục đích đảm bảo chất lượng, nên sử dụng các lưới có đánh số hoặc the vần chữ cái của các ô lưới.

7.4.3 Điện cực thanh cacbon

Các thanh cacbon tinh chất về mặt quang phổ phải được sử dụng trong máy bay hơi chân không (7.3.5) trong khi tẩm phủ giấy lọc bằng cacbon.

7.4.4 Các dụng cụ kính hiển vi điện tử thông thường và vật dụng khác

Các kẹp đầu nhọn, cán dao mổ và lưới, các phiến kính kính hiển vi, băng dính có vỏ hai mặt, vải mỏng, dây vàng, sợi vonfram và các dụng cụ thông thường khác được yêu cầu.

7.4.5 Các mẫu amiăng đối chứng

Để chuẩn bị các tiêu bản TEM đối chứng của các khoáng amiăng cơ bản thì phải là các mẫu amiăng. Bộ UICC của các khoáng là phù hợp cho mục đích này.

8 Thu thập mẫu không khí

Độ nhạy phép phân tích mong muốn là một thông số phải được đặt ra cho phép phân tích trước khi thu thập mẫu. Nó được định nghĩa như là nồng độ phần tử tương ứng với sự phát hiện một phần tử trong phép phân tích.

Đối với phương pháp chuẩn bị tiêu bản TEM của các phương pháp truyền dẫn trực tiếp, thì độ nhạy của phép phân tích là hàm số của thể tích không khí đã lấy, diện tích hiệu dụng của giấy lọc thu mẫu và diện tích tiêu bản TEM trên đó các phần tử được đếm. Nếu tổng số các mức độ bụi trong không khí là cao, cần thiết ngừng lấy mẫu trước khi đạt được thể tích yêu cầu được lấy. Nếu xảy ra trường hợp này, độ nhạy phân tích yêu cầu chỉ có thể đạt được bằng cách đếm các phần tử trên nhiều ô lưới hoặc bằng

TCVN 6502 : 1999

nồng độ có lựa chọn của phần tử amiăng khi dùng kỹ thuật chuẩn bị tiêu bản TEM gián tiếp. Chọn tốc độ lấy mẫu và thời gian lấy mẫu để có độ nhạy phân tích yêu cầu như đã mô tả chi tiết ở bảng 1. Trước khi các mẫu không khí được thu thập, phải phân tích các giấy lọc chưa qua sử dụng như mô tả trong phần 9.7 để xác định số phần tử amiăng trung bình cho các giấy lọc trắng.

Các mẫu không khí phải được thu thập bằng cách sử dụng các hộp giấy lọc (7.1.1). Trong lúc lấy mẫu hộp giấy lọc phải được đỡ trên một giá (7.1.3) cách xa các rung động của bơm (7.1.2). Hộp phải giữ quay mặt xuống dưới ở độ cao xấp xỉ 1,5 – 2 m trên mức mặt đất hoặc sàn nhà và phải nối với bơm bằng một ống mềm.

Đo tốc độ dòng lấy mẫu ở phần trước hộp, cả lúc đầu và cuối giai đoạn lấy mẫu. Dùng một lưu lượng kế đã hiệu chuẩn (7.1.4) gắn tạm thời với đầu vào của hộp. Giá trị trung bình của hai phép đo này được sử dụng để tính tổng thể tích không khí đã lấy mẫu.

Các chương trình cơ bản để quan trắc các nguồn amiăng trong không khí của môi trường được mô tả ở phụ lục G. Sau khi lấy mẫu phải đậy nắp hộp lại và đóng gói hộp với mặt giấy lọc hướng lên trên để đưa về phòng thí nghiệm. Các giấy lọc trắng hiện trường cũng phải đưa vào như đã qui định ở phần 9.7 và tuân theo qui trình phân tích cùng với các mẫu.

Chú thích

5) Trong bảng 1, một diện tích giấy lọc thu được 3,85 mm² được giả thiết, và các ô lưới TEM được cho là 85 mm². Giới hạn phát hiện được xác định khi giới hạn tin cậy trên của phân bố Poisson là 95 % cho một số đếm 0 phần tử. Trong trường hợp không có nền, giá trị này bằng 2,99 lần độ nhạy phân tích. Các nền mà khác 0 trong khi phân tích các giấy lọc trắng sẽ giảm giới hạn phát hiện.

6) Độ nhạy phân tích S, được biểu diễn bằng số phần tử/lít, được tính toán bằng cách sử dụng phương trình sau

$$S = \frac{A_f}{kA_g V}$$

trong đó

A_f là diện tích hoạt động tính bằng milimét vuông của giấy lọc lấy mẫu;

A_g là diện tích trung bình tính bằng milimet vuông các ô lưới được kiểm tra;

k là số ô lưới đã kiểm tra;

V là thể tích không khí đã lấy mẫu, tính bằng lít.

Bảng 1 – Các ví dụ về số ô lưới tối thiểu đòi hỏi để đạt được độ nhạy phân tích đặc biệt và giới hạn phát hiện

| Độ nhạy phân tích phần tử /l | Giới hạn phát hiện phần tử /l | Thể tích không khí lấy mẫu (l) | | | | | |
|------------------------------|-------------------------------|--------------------------------|------|------|------|------|------|
| | | 500 | 1000 | 2000 | 3000 | 4000 | 5000 |
| 0,1 | 0,30 | 1 066 | 533 | 267 | 178 | 134 | 107 |
| 0,2 | 0,60 | 533 | 267 | 134 | 89 | 67 | 54 |
| 0,3 | 0,90 | 356 | 178 | 89 | 60 | 45 | 36 |
| 0,4 | 1,2 | 267 | 134 | 67 | 45 | 34 | 27 |
| 0,5 | 1,5 | 214 | 107 | 54 | 36 | 27 | 22 |
| 0,7 | 2,1 | 153 | 77 | 39 | 26 | 20 | 16 |
| 1,0 | 3,0 | 107 | 54 | 27 | 18 | 14 | 11 |
| 2,0 | 6,0 | 54 | 27 | 14 | 9 | 7 | 6 |
| 3,0 | 9,0 | 36 | 18 | 9 | 6 | 5 | 4 |
| 4,0 | 12 | 27 | 14 | 7 | 5 | 4 | 4 |
| 5,0 | 15 | 22 | 11 | 6 | 4 | 4 | 4 |
| 7,0 | 21 | 16 | 8 | 4 | 4 | 4 | 4 |
| 10 | 30 | 11 | 6 | 4 | 4 | 4 | 4 |

9 Qui trình để phân tích

9.1 Khái quát

Các kỹ thuật sử dụng để chuẩn bị các tiêu bản TEM khác với các giấy lọc polycarbonat và este xenlulô. Phương pháp chuẩn bị được sử dụng phải là một trong hai mục 9.3 hoặc 9.4 tùy thuộc vào loại giấy lọc màng sử dụng để lấy mẫu không khí. Làm sạch hộp mẫu trước khi chúng được mở ra. Việc chuẩn bị máy bay hơi cacbon, tiêu chuẩn cho các lưới tiêu bản có thể chấp nhận được và yêu cầu đối với xác định mẫu trắng là giống nhau đối với hai kỹ thuật chuẩn bị. Sự kiểm tra TEM, việc đếm các phần tử nhận dạng sợi và báo cáo kết quả không phụ thuộc loại giấy lọc hoặc kỹ thuật chuẩn bị được sử dụng. Khả năng đáp ứng tiêu chuẩn mẫu trắng phụ thuộc vào độ sạch của thiết bị và các dụng cụ khác.

Quan tâm đến tất cả các phụ kiện như là các tiêu bản kính hiển vi và đồ thủy tinh là các nguồn tiềm năng nhiễm bẩn amiăng. Cần rửa tất cả các đồ thủy tinh trước khi sử dụng chúng. Rửa tất cả các dụng cụ hoặc đồ thủy tinh mà tiếp xúc với giấy lọc lấy mẫu không khí hoặc chuẩn bị tiêu bản TEM cả trước khi sử dụng và trong khi xử lý các mẫu cá nhân. Nơi nào có thể thì sử dụng các dụng cụ dùng một lần.

9.2 Làm sạch hộp mẫu

Các sợi amiăng có thể dính vào mặt ngoài của hộp lấy mẫu không khí và các sợi này có thể vô tình chuyển vào mẫu trong khi xử lý. Để ngăn ngừa khả năng nhiễm bẩn này, và sau khi đảm bảo rằng hộp được gắn chặt, lau bề mặt bên ngoài của mỗi hộp lấy mẫu trước khi hộp được đặt vào thiết bị sạch hoặc tủ hút dòng chảy.

9.3 Chuẩn bị trực tiếp các tiêu bản TEM bằng các giấy lọc polycacbonat

9.3.1 Chọn diện tích giấy lọc để tẩm phủ cacbon

Dùng một phiến kính kính hiển vi sạch để đỡ các phần đại diện giấy lọc polycacbonat trong khi bay hơi cacbon. Dùng băng dính trắng hai mặt để gắn phần giấy lọc lên phiến kính. Chú ý không làm căng các giấy lọc polycacbonat trong khi xử lý. Dùng kẹp mới làm sạch lấy giấy lọc polycacbonat từ hộp lấy mẫu và đặt lên phiến kính kính hiển vi thủy tinh sạch thứ hai được sử dụng làm bề mặt để cắt. Dùng một con dao mổ có chiều cong sạch cắt giấy lọc bằng cách di dao từ một điểm ấn dao xuống giấy lọc. Lặp lại quá trình này nếu cần thiết. Một vài phần giấy lọc như vậy có thể gắn trên cùng phiến kính kính hiển vi. Dao mổ và kẹp phải được rửa sạch và làm khô trước khi xử lý từng giấy lọc. Đánh dấu các phần giấy lọc bằng cách viết lên phiến kính.

9.3.2 Phủ cacbon các phần giấy lọc

Đặt phiến kính giữ phần giấy lọc lên thiết bị nghiêng xoay tròn khoảng 10 – 12 cm từ nguồn bay hơi, và hút chân không buồng máy bay hơi (7.3.5) đến chân không $\leq 0,013$ Pa. Sự bay hơi của cacbon phải được thực hiện trong các vụ nổ rất ngắn cách nhau vài giây cho phép điện cực nguội đi. Nếu sự bay hơi cacbon quá nhanh, các mảnh giấy lọc polycacbonat sẽ bắt đầu quăn và liên kết ngang trên bề mặt giấy lọc sẽ xuất hiện. Liên kết ngang này sinh ra một lớp polyme tương đối khó hoà tan trong các dung môi hữu cơ và nó không có khả năng chuẩn bị các tiêu bản TEM phù hợp. Yêu cầu độ dày cacbon phụ thuộc vào kích thước các hạt trên giấy lọc và độ dày thích hợp là từ 30 nm – 50 nm. Nếu màng cacbon quá mỏng, các hạt lớn sẽ làm vỡ màng trong các giai đoạn sau của quá trình chuẩn bị và sẽ có rất ít ô lưới hoàn thiện và không bị hỏng trên tiêu bản. Quá dày màng cacbon sẽ dẫn đến hình ảnh TEM thiếu độ tương phản và khả năng thu được các mẫu ED sẽ bị nghi ngờ. Độ dày màng cacbon phải làm mỏng tới mức tối thiểu có thể trong khi vẫn giữ nguyên phần lớn ô lưới tiêu bản TEM.

9.3.3 Sự chuẩn bị của đĩa rửa Jaffe

Đặt vài mảnh vải mỏng trong suốt như trong hình 2, lên cầu bằng thép không gỉ (7.1. 3) và đổ vào đĩa rửa (xem 7.3.7) dung dịch chloroform (6.2) hoặc 1-methyl-2-pyrrolidon (6.3) tới một mức mà ở đó bề mặt dung môi tiếp xúc với mặt dưới của lưới, làm cho thấm đẫm miếng vải mỏng.

9.3.4 Đặt các tiêu bản vào đĩa rửa Jaffe

Sử dụng lưới dao mổ cong cắt 3 mảnh vuông 3 mm² giấy lọc polycacbonat đã phủ cacbon tạo phần giấy lọc đã phủ cacbon. Chọn 3 ô vuông đại diện cho trung tâm và ngoại vi của bề mặt hoạt động của giấy lọc. Đặt mỗi hình vuông giấy lọc, mặt cacbon lên trên lên lưới tiêu bản TEM và đặt lưới và giấy lọc lên miếng vải mỏng đã đấm dung môi trong đĩa rửa Jaffe. Đặt 3 lưới tiêu bản từ mỗi mẫu lên cùng miếng vải mỏng (trong đĩa Jaffe). Bất cứ số mảnh vải mỏng riêng rẽ nào cũng có thể được đặt vào trong cùng cùng đĩa rửa Jaffe. Đậy máy rửa Jaffe bằng nắp đậy và để đĩa đứng yên một chỗ ít nhất là 8 giờ.

Chú thích 7 – Người ta thấy rằng một số giấy lọc polycacbonat sẽ không hòa tan hoàn toàn trong máy rửa Jaffe ngay cả khi tiếp xúc với chloroform trong ba ngày. Vấn đề này càng nghiêm trọng nếu bề mặt của giấy lọc bị nóng quá trong khi bay hơi cacbon. Có thể khắc phục vấn đề polyme giấy lọc không hòa tan còn dư lại bằng một vài cách:

- a) rửa ngưng tụ các lưới dùng chloroform làm dung môi sau khi xử lý ban đầu bằng đĩa rửa Jaffe, thường có thể loại bỏ rất nhiều chất lọc còn dư trong một giai đoạn khoảng 30 phút. Để thực hiện qui trình này, chuyển mảnh vải mỏng đỡ lưới tiêu bản tới cột lạnh của máy rửa ngưng tụ (7.3.8) mà nó đạt được các điều kiện làm việc ổn định. Chạy máy rửa khoảng 30 phút sau khi lồng lưới vào.
- b) sử dụng 1-methyl-2-pyrrolidon trong đĩa rửa jaffe cho thấy là một dung môi hiệu quả hơn chloroform đối với các giấy lọc polycacbonat. Dung dịch này hiệu quả hơn nếu không dùng giấy trong và các lưới được đặt trực tiếp lên mạng lưới thép không rỉ của đĩa rửa Jaffe. Thời gian hòa tan từ 2 – 6 giờ là phù hợp. Sau khi hòa tan hoàn tất, nhấc lưới thép không rỉ ra khỏi đĩa rửa Jaffe và để lưới khô. 1-methyl-2-pyrrolidon bay hơi rất chậm. Nếu đòi hỏi làm khô lưới nhanh hơn thì chuyển cầu thép không rỉ vào một đĩa petri khác và thêm nước (6.1) cho đến khi bề mặt nước tiếp xúc với mặt dưới của lưới. Sau khoảng 15 phút lấy lưới ra và để lưới khô. Nếu cần giữ lại các loại hạt hòa tan được trong nước trên các lưới TEM thì có thể sử dụng ethanol thay thế nước (6.1) cho lần rửa thứ hai.
- c) một hỗn hợp 20% 1,2-diaminoethan (ethylendiamin) và 80% 1-methyl-2-pyrrolidon sử dụng trong đĩa rửa Jaffe hòa tan hoàn toàn giấy lọc polycacbonat trong 15 phút thậm chí nếu bề mặt của giấy lọc bị nóng quá. Để dùng dung môi này, đặt lưới trực tiếp lên lưới thép không rỉ của đĩa rửa jaffe. Không dùng giấy trong. Sau thời gian 15 phút, chuyển cầu thép không rỉ sang một đĩa Petri khác và thêm nước (6.1) cho đến bề mặt nước tiếp xúc với mặt dưới của lưới. Sau gần 15 phút, lấy lưới ra và để lưới đến khô.

9.3.5 Chuẩn bị nhanh các tiêu bản TEM bằng giấy lọc PC

Các mẫu tiêu bản có thể được chuẩn bị nhanh từ các giấy lọc PC nếu muốn bằng cách rửa khoảng 1 giờ trong đĩa rửa Jaffe, sau đó để 30 phút trong máy rửa ngưng tụ dùng chloroform làm dung môi. Qui trình hoà tan giấy lọc lựa chọn mô tả trong phần chú thích 7 cũng có thể được sử dụng.

9.4 Chuẩn bị trực tiếp các tiêu bản TEM từ các giấy lọc este xenlulo.

9.4.1 Lựa chọn diện tích giấy lọc để chuẩn bị

Dùng kẹp sạch lấy giấy lọc ra khỏi hộp giấy lọc và đặt lên phiến kính kính hiển vi sạch. Dùng một lưỡi dao mổ cong sạch cắt một phần giấy lọc ra.

9.4.2 Chuẩn bị dung dịch hòa tan để phá các giấy lọc este xenlulô

Trộn 35 ml dimethylformamid (6.4) và 15 ml axit axêtic băng (6.5) với 50 ml nước (6.1). Lưu giữ hỗn hợp này trong một chai sạch. Hỗn hợp này bền và sử dụng được tới 3 tháng sau khi chuẩn bị.

9.4.3 Qui trình làm tan giấy lọc

Dùng 1 micropipet có đầu dùng một lần (7.3.14) nhỏ 15 $\mu\text{l}/\text{cm}^2$ đến 25 $\mu\text{l}/\text{cm}^2$ dung dịch đã chuẩn bị trong mục 9.4.2 lên phiến kính hiển vi đã được làm sạch và sử dụng đầu nhọn pipet dàn dung dịch lên phần diện tích giấy lọc. Đặt phần giấy lọc, bề mặt hoạt động lên trên dung dịch, hạ thấp cạnh giấy lọc xuống một góc khoảng 20 độ sao cho không tạo ra bọt khí. Loại bỏ phần dung dịch thừa bằng miếng giấy xấp tiếp xúc với dung dịch ở góc của giấy lọc. Có thể đặt vài phần giấy lọc lên một phiến kính. Đặt tiêu bản lên máy làm ấm tiêu bản điều nhiệt ở nhiệt độ 65 – 70 °C hoặc trong lò (7.3.9) ở nhiệt độ này trong 10 phút. Giấy lọc tan chậm tới khoảng 15 % bề dày ban đầu. Qui trình để lại một màng polyme mỏng, trong suốt, có các hạt và các sợi nằm chặt ở trên bề mặt.

9.4.4 Tro hóa plasma bề mặt giấy lọc

Điều kiện và thời gian tối ưu để tro hóa plasma (xem 7.3.4) được xác định bằng kinh nghiệm từ sự thu hồi các sợi chrysotil mảnh trên giấy lọc MEC cỡ lỗ 0,8 μm . Các điều kiện đòi hỏi ở máy plasma cụ thể phải được thiết lập khi sử dụng qui trình này đã chỉ ra trong phụ lục A. Đặt phiến kính hiển vi có các phần giấy lọc đã làm tan vào máy tro hóa plasma, và khắc tro hóa theo thời gian và điều kiện đã xác định. Đảm bảo giữ đúng các điều kiện. Sau khi khắc tro hóa để không khí chậm chậm vào buồng tro hóa và lấy tiêu bản kính hiển vi ra.

Điều chỉnh van nhận không khí vào máy tro hóa plasma sao cho thời gian để buồng tro hóa trở về áp suất không khí hơn 2 phút. Không khí vào nhanh có thể gây nhiễu loạn các hạt trên bề mặt của giấy lọc đã tro hóa.

9.4.5 Tẩm phủ cacbon

Tẩm phủ tiêu bản kính hiển vi giữ các phần giấy lọc bằng cacbon như đã chỉ ra ở 9.3.2.

9.4.6 Chuẩn bị đĩa rửa Jaffe

Đặt vài miếng vải trong mỏng lên cầu thép không rỉ và đổ vào đĩa rửa dimethylformamid (6.4) hoặc axêton (6.6) tới mức mặt trên của dung môi tiếp xúc với mặt dưới của lưới, làm thấm ướt đẫm vải.

9.4.7 Đặt các tiêu bản vào đĩa rửa Jaffe

Đặt các tiêu bản vào đĩa rửa Jaffe như đã chỉ ra ở phần 9.3.4. Các tiêu bản được làm trong thường sau đó khoảng 4 giờ.

9.4.8 Chuẩn bị nhanh các tiêu bản TEM từ các giấy lọc este xenlulô

Qui trình rửa luân phiên có thể được sử dụng để chuẩn bị các tiêu bản TEM từ các giấy lọc este xenlulô nhanh hơn qui trình Jaffe. Sau khi các tiêu bản được rửa trong đĩa rửa Jaffe khoảng gần một giờ, đưa mẫu vải mỏng đỡ các tiêu bản vào cột lạnh của máy rửa ngưng tụ (7.3.8) dùng axêton làm dung môi bởi vì dimethylformamid không được sử dụng trong máy rửa ngưng tụ. Chạy máy rửa ngưng tụ khoảng 30 phút. Việc xử lý này loại bỏ toàn bộ polyme giấy lọc còn lại.

9.5 Chuẩn cứ đối với lưới tiêu bản TEM chấp nhận được

Dữ liệu có giá trị không thể thu được trừ khi các tiêu bản TEM đáp ứng các chuẩn cứ chất lượng đã được qui định. Khảo sát lưới tiêu bản TEM ở kính hiển vi điện tử ở độ phóng đại thấp ($\times 300$ tới $\times 1000$) với ô lưới hoàn chỉnh để kiểm tra. Loại bỏ lưới tiêu bản nếu:

- a) tiêu bản TEM không được làm sạch giấy lọc do các bước hòa tan giấy lọc. Nếu tiêu bản TEM có các diện tích có giấy lọc không tan và nếu ít nhất hai hoặc ba lưới tiêu bản không được làm trong thì hoặc phải rửa thêm với dung môi hoặc chuẩn bị tiêu bản mới lấy từ giấy lọc.
- b) mẫu chứa quá nhiều các hạt. Nếu lưới tiêu bản thể hiện xấp xỉ hơn 10% bị che khuất trên đa số các ô lưới, thì tiêu bản phải được coi là quá tải. Giấy lọc này không được phân tích phù hợp bằng cách sử dụng các phương pháp chuẩn bị trực tiếp bởi vì lưới bị chất quá nhiều các mảnh vụn không cho phép khảo sát riêng các hạt riêng lẻ bằng ED và EDXA và sự che khuất các sợi bởi các hạt khác có thể dẫn đến đếm phần tử amiăng dưới mức có thực.
- c) các hạt lắng trên tiêu bản không được phân bố đồng nhất từ ô lưới này tới ô lưới bên cạnh. Nếu các hạt lắng trên tiêu bản chắc chắn không đồng nhất từ một ô lưới tới ô lưới bên cạnh, thì tiêu bản phải ghi rõ là không đồng nhất. Tình trạng này là một hàm số của các điều kiện lấy mẫu không khí và/hoặc của bản chất hạt trong không khí. Phép phân tích phù hợp giấy lọc này là không thể có trừ khi một số lượng lớn ô lưới được khảo sát.
- d) lưới TEM chất quá nhiều phần tử sợi không thể đếm chính xác được. Không thể đếm được chính xác nếu lưới có nhiều hơn 7 000 phần tử /mm² hoặc
- e) trên toàn bộ ô lưới có lớn hơn khoảng 25 % của ô lưới bị vỡ màng cacbon. Vì chỗ nứt gãy của màng cacbon thường hay ở những nơi lắng đọng nhiều, nên việc đếm những ô không bị nứt vỡ có thể dẫn đến việc đếm các phần tử amiăng dưới mức có thực.

Chú thích 8 – Nếu các tiêu bản bị loại bỏ bởi vì số ô lưới biểu hiện vỡ màng cacbon không thể chấp nhận được, thì phủ cacbon bổ sung thêm có thể áp dụng với giấy lọc đã phủ cacbon, và chuẩn bị một lưới tiêu bản mới. Các hạt lớn thường có thể được đo bằng cách sử dụng màng cacbon dày hơn. Nếu biện pháp này không tạo ra lưới tiêu bản có thể chấp nhận được, thì giấy lọc này không thể được phân tích bằng sử dụng các phương pháp chuẩn bị trực tiếp.

TCVN 6502 : 1999

Nếu có một hoặc nhiều điều kiện đã mô tả trong b), c), d) hoặc e) thì không thể phân tích mẫu bằng phương pháp này.

9.6 Qui trình để đếm các phần tử bằng TEM

9.6.1 Khái quát

Công việc khảo sát gồm có đếm các phần tử amiăng có mặt trên số ô lưới xác định. Các sợi được phân loại thành các nhóm trên cơ sở quan sát hình dáng, các mẫu ED và quang phổ EDXA. Tổng số các phần tử được đếm phụ thuộc vào độ chính xác thống kê đòi hỏi. Khi không có mặt phần tử amiăng, thì diện tích của các lưới tiêu bản TEM mà phải được kiểm tra phụ thuộc vào độ nhạy phân tích yêu cầu. Độ chính xác của phép đếm phần tử phụ thuộc vào không chỉ tổng số các phần tử được đếm mà còn phụ thuộc vào độ đồng nhất của chúng từ ô lưới này sang ô lưới khác. Cần đếm bổ sung các phần tử nếu cần độ chính xác lớn hơn.

Để ước tính mật độ các phần tử trên giấy lọc mẫu không được dựa vào diện tích nhỏ đại diện bởi một ô lưới, các ô lưới phải được kiểm tra trên hai hoặc ba lưới đã chuẩn bị. Sau đó kết hợp kết quả để tính toán mật độ các phần tử. Phép đếm các phần tử phải được làm ở độ phóng đại xấp xỉ x20 000 và phải kết thúc ở phần cuối của lưới tiêu bản mà trên đó phần tử amiăng thứ 100 được quan sát thấy, ngoại trừ việc đếm phải tiếp tục cho đến tối thiểu 4 ô lưới được kiểm tra. Ngoài ra việc đếm các phần tử phải tiếp tục tới số ô lưới mà độ nhạy phân tích đã qui định phải đạt được.

Chú thích 9 – Phạm vi bình thường cho số ô lưới phải kiểm tra là từ 4 – 20 ô. Nếu không đủ lượng không khí lấy qua giấy lọc thì phép tính ở mục 9.6.4 có thể chứng tỏ rằng một số lớn không thực tế ô lưới phải được kiểm tra. Khi xảy ra tình huống này phải chấp nhận giá trị độ nhạy phân tích lớn hơn.

9.6.2 Đo diện tích trung bình của ô lưới

Diện tích trung bình của ô lưới phải được đo đạc cho loại ô lưới tiêu bản TEM đang sử dụng. Độ lệch chuẩn cứ trung bình diện tích của 10 ô lưới được lựa chọn từ 10 lưới phải nhỏ hơn 5 %. Như là thủ tục không bắt buộc, hoặc nếu chuẩn cứ 5% độ lệch chuẩn không được chứng minh, thì kích thước của mỗi ô lưới được khảo sát trong TEM phải được đo ở độ phóng đại đã được hiệu chuẩn.

9.6.3 Sắp xếp TEM và qui trình hiệu chuẩn

Sắp xếp TEM theo các thông số thiết bị trước khi đếm các phần tử. Hiệu chuẩn hệ thống TEM và EDXA theo các qui trình đã qui định ở phụ lục B.

9.6.4 Xác định điểm dừng

Trước khi bắt đầu đếm các phần tử, tính toán diện tích tiêu bản được kiểm tra để đạt được độ nhạy phân tích đã chọn. Tính toán số ô lưới tối đa được kiểm tra bằng sử dụng phương trình sau:

$$k = \frac{A_r}{A_g VS}$$

trong đó

- k là số ô lưới được kiểm tra làm tròn lên tới số nguyên cao nhất tiếp theo;
- A_f là diện tích tính bằng milimét vuông của giấy lọc lấy mẫu;
- A_g là diện tích tính bằng milimét vuông lưới tiêu bản TEM
- V là thể tích không khí lấy mẫu tính bằng lít
- S là độ nhạy phân tích đòi hỏi tính bằng số phần tử/lít.

9.6.5 Qui trình chung để đếm các phần tử và phép phân tích kích cỡ

Dùng ít nhất 2 lưới tiêu bản chuẩn bị từ giấy lọc để đếm phần tử. Chọn ngẫu nhiên một vài ô lưới từ mỗi lưới và kết hợp số liệu lại trong tính toán kết quả.

Sử dụng một mẫu giống như chỉ ra ở hình 4 để ghi lại dữ liệu. Đưa lưới tiêu bản đầu tiên vào TEM.

Chú thích 10 – Để tạo thuận lợi cho việc đảm bảo chất lượng, các phép đo mà đòi hỏi kiểm tra lại cùng một ô lưới bởi các nhà soi kính khác nhau, thì lưới phải được lồng vào giá tiêu bản theo một hướng chuẩn, với các vạch thanh mắt lưới song song và vuông góc với trục của giá tiêu bản. Điều này sẽ tạo ra các hướng quét song song với các mép của ô lưới. Cần đảm bảo rằng tất cả những người soi kính bắt đầu quét ở cùng một điểm xuất phát trên ô lưới và họ sử dụng hình quét như nhau. Qui trình này cho phép tái định vị nhanh các phần tử sợi cho việc kiểm tra thêm hơn nữa nếu cần thiết.

Chọn một ô lưới điển hình và đặt độ phóng đại màn hình tới giá trị đã hiệu chuẩn (xấp xỉ $\times 20\ 000$). Điều chỉnh độ cao của mẫu cho đến khi các nét đặc trưng ở trung tâm màn hình quan sát TEM là ở điểm trung tâm. Đặt thước đo góc nghiêng góc tới 0. ở cột 1 của bảng mẫu ghi chép số liệu ghi lại số hoặc chữ dùng để nhận dạng lưới. ở cột 2 ghi lại nhận dạng ô lưới đặc biệt. Đặt tiêu bản sao cho ô lưới được đặt vào chỗ mà một góc có thể nhìn lên màn hình. Di chuyển hình ảnh bằng cách điều chỉnh chỉ một nấc điều khiển dịch chuyển, kiểm tra cẩn thận mẫu sợi cho đến khi gặp phía đối diện của ô lưới. Dùng một điều khiển chuyển dịch khác để chuyển dịch hình ảnh đi một khoảng cách đã xác định trước nhỏ hơn một đường kính màn hình, và quét hình ảnh theo hướng ngược lại. Tiếp tục qui trình theo cách này cho đến khi toàn bộ ô lưới được kiểm tra theo mô hình được minh họa ở hình 5. Khi một phần tử sợi được phát hiện, thì gán một số thứ tự cho phần tử cơ bản ở cột 3, thực hiện qui trình nhận dạng được yêu cầu như đã ghi chi tiết ở phụ lục F và ghi sự phân loại thành phần thích hợp vào mẫu phần tử đang đếm ở cột 5. Gán phân loại hình dạng cho phần tử theo các qui trình đã chỉ ra ở phụ lục D, và ghi phân loại này vào cột 6. Đo trên màn hình quan sát TEM chiều dài và chiều rộng của hình ảnh phần tử cơ bản, bằng mm, và ghi lại các đo đạc này vào cột 7 và 8. Đối với một nhóm sợi phân tán hoặc mạng, gán phân loại cấu tạo và phân loại hình thái cho mỗi thành phần phần tử, đo chiều dài và chiều rộng và ghi số liệu vào cột 4 tới cột 8.

Dùng cột 4 của biểu mẫu ghi chép số liệu lập bảng số thứ tự của toàn bộ các phần tử có chú ý đến thành phần phần tử. Nếu quan sát thấy các sợi phi amiăng, thì ghi lại sự có mặt và loại của chúng, nếu biết. Sau khi một phần tử sợi được kiểm tra và đo đạc, đặt lại trường nhìn ban đầu chính xác trước khi tiếp tục quét tiêu bản. Làm không đúng điều này có thể gây ra tình trạng các phần tử bị bỏ qua hoặc được đếm 2 lần. Tiếp tục kiểm tra cho tới khi toàn bộ một ô lưới mà trên đó phần tử amiăng thứ 100 được

TCVN 6502 : 1999

ghi lại hoặc cho đến khi số ô lưới cần để đạt được độ nhạy phân tích đã qui định theo 9.6.4, được qua kiểm tra, lấy theo cái nào xảy ra trước. Số liệu phải được lấy xấp xỉ bằng số liệu tối thiểu của 2 lưới. Không kể giá trị được tính theo mục 9.6.4, số phần tử sợi trên ít nhất 4 ô phải được đếm.

9.6.6 Đo nồng độ sợi và các bó sợi amiăng dài hơn 5 μm

Về việc cải thiện giá trị thống kê của phép đo các sợi và các bó sợi amiăng dài hơn 5 μm bằng cách khảo sát bổ sung ở một độ phóng đại thấp hơn, thì chỉ tính đến các sợi và bó sợi dài hơn. Thực hiện sự khảo sát mở rộng này cho các sợi và bó dài hơn 5 μm theo qui trình đã chỉ ra ở phụ lục E. Dùng độ phóng đại xấp xỉ $\times 10\ 000$ để đếm toàn bộ sợi và bó sợi amiăng dài hơn 5 μm , hoặc ở độ phóng đại xấp xỉ $\times 5\ 000$ nếu chỉ các sợi và bó sợi trong phạm vi đường kính 0,2 μm tới 3 μm được đếm. Tiếp tục đếm cho đến khi hoàn thành ô lưới mà 100 sợi và bó sợi được ghi lại, hoặc đến khi một diện tích tiêu bản đủ được khảo sát để đạt được độ nhạy phân tích mong muốn.

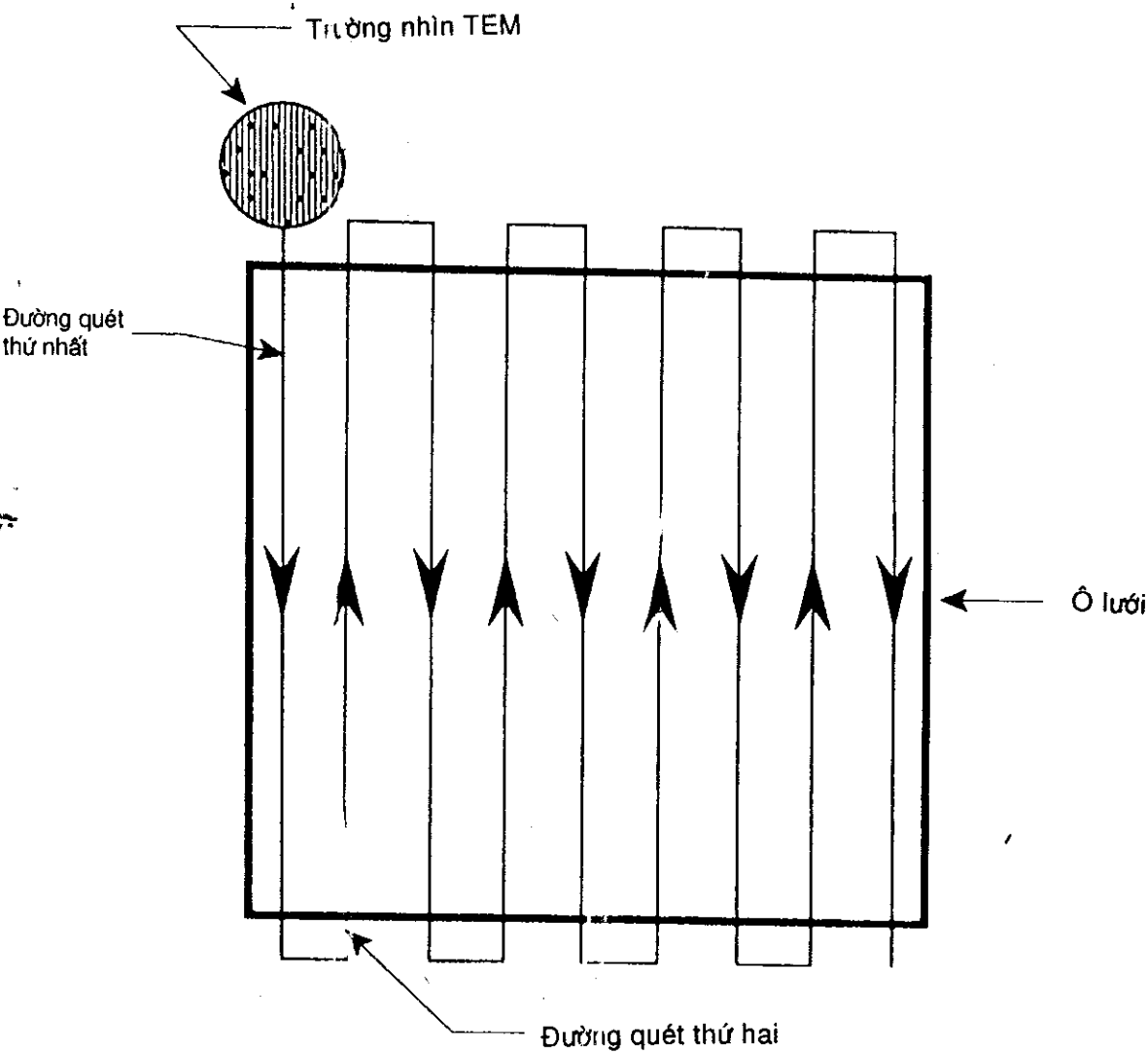
Chỉ những phần tử nào được nhận dạng hoặc được ước đoán là chrysotil hoặc một trong các chất khoáng amphibol được báo cáo hoặc trong khảo sát TEM ban đầu hoặc khảo sát mở rộng. Các khoáng chất khác như là thạch cao, các sợi xenlulô và vật giả từ giấy lọc như là các mảnh giấy lọc không hòa tan sẽ không đưa vào trong số sợi được đếm. Sự hạn chế này được đưa ra để đảm bảo rằng giá trị thống kê tốt nhất thu được đối với các khoáng chất quan tâm.

Đếm phần tử amiăng của tiêu bản kính hiển vi điện tử

| | | |
|--|----------------------------------|---------------------------|
| Báo cáo số: | Thể tích không khí | lít |
| Mẫu số: | | |
| Tên file: | Diện tích giấy lọc lấy mẫu | mm^2 |
| Mô tả mẫu | | |
| | Độ phóng đại..... | |
| | | |
| Ngày chuẩn bị: Người chuẩn bị..... | Kích thước khe ô lưới..... | μm |
| Ngày phân tích | Người phân tích..... | |
| Ngày vào máy tính:..... | Người vào máy tính..... | Mức độ phân tích (C)..... |

| | Khe ô của lưới | Số phần tử | | Lớp | Loại phần tử | Chiều dài mm | Chiều rộng mm | Ghi chú |
|--|----------------|------------|---------|-----|--------------|--------------|---------------|---------|
| | | Cơ bản | Tổng số | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |

Hình 4 – Ví dụ một mẫu ghi chép đếm phần tử



Hình 5 – Ví dụ qui trình quét để khảo sát tiêu bản TEM

9.7 Xác định mẫu trắng và kiểm tra chất lượng

Trước khi các mẫu không khí được lấy, tối thiểu có 2 giấy lọc chưa sử dụng từ mỗi một lô 100 giấy lọc phải được phân tích để xác định số đếm trung bình các phần tử amiăng. Nếu số đếm trung bình cho tất cả các loại phần tử amiăng tìm được là hơn 10 phần tử/mm² hoặc nếu số đếm sợi trung bình cho các sợi và bó sợi amiăng dài hơn 5 µm là hơn 0,1 sợi/mm² thì bỏ lô giấy lọc đó.

Để đảm bảo rằng sự nhiễm bẩn do các sợi amiăng từ bên ngoài trong khi chuẩn bị tiêu bản là không đáng kể so với các kết quả được thông báo trên các mẫu, thì phải thiết lập một chương trình đo đạc mẫu trắng liên tục. Ít nhất một mẫu trắng hiện trường phải được xử lý cùng với mỗi một mẻ mẫu. Ngoài ra, ít nhất một giấy lọc chưa sử dụng phải được kèm với mỗi nhóm mẫu chuẩn bị trên một phiến kính hiển vi. Ban đầu, và cùng định kỳ sau đó, phải đảm bảo rằng các nồng độ amiăng đã biết của các mẫu có thể được phân tích một cách phù hợp. Vì có yếu tố chủ quan trong qui trình đếm phần tử, nên cần thiết đếm lại một số tiêu bản bởi các nhân viên soi kính khác nhau để giảm thiểu các ảnh hưởng của yếu tố chủ quan. Việc đếm lại như vậy đưa ra biện pháp duy trì khả năng so sánh giữa các số đếm của các nhân viên soi kính khác nhau. Sự biến thiên giữa và trong các nhân viên soi kính và giữa các phòng thí nghiệm phải được mô tả. Các phép đo đảm bảo chất lượng này phải là xấp xỉ 10% của phép phân tích. Các kết quả lặp lại không được khác 5 % ở mức có ý nghĩa.

9.8 Tính toán kết quả

Tính toán kết quả dùng các bước được mô tả chi tiết trong phụ lục F. Mức phân tích được qui định trước khi khảo sát TEM của các tiêu bản. Trước khi tính toán kết quả, phải qui định đưa sự phân loại thành phần và phân loại hình thái vào trong kết quả trước khi tính. Thứ tính đồng nhất bằng tính sai số bình phương trung bình ở các ô lưới phải được dẫn ra bằng cách dùng số các phần tử amiăng cơ bản tìm được trên mỗi ô lưới trước khi áp dụng các chuẩn cứ đếm các chùm và mớ. Kết quả nồng độ phải được tính bằng cách dùng số các phần tử amiăng được thông báo sau khi áp dụng các chuẩn cứ đếm các chùm và mớ sợi.

10 Các đặc tính

10.1 Khái quát

Một điều quan trọng là sử dụng phương pháp phân tích này cùng với một chương trình kiểm soát chất lượng liên tục. Chương trình kiểm soát chất lượng phải bao gồm sử dụng các mẫu chuẩn, các mẫu trắng và cả các phép phân tích bên trong và bên ngoài phòng thí nghiệm.

10.2 Nhiều và các hạn chế của nhận dạng sợi

Phân định chính xác (không nhầm lẫn) từng sợi chrysotil là không có thể, do vì hạn chế dụng cụ và bản chất của một vài sợi. Yêu cầu đối với mẫu nhiều xạ điện từ đã hiệu chuẩn loại bỏ được khả năng nhận dạng không đúng một sợi đã chọn. Tuy nhiên vẫn có khả năng nhận dạng sai các sợi về cả các hình thái và các mẫu nhiều xạ điện tử được báo cáo trên cơ sở chỉ kiểm tra bằng thị giác. Các khả năng nhận dạng sai đáng kể chỉ xảy ra với halloysit, các cuộn vemiculit hoặc palygorskit, tất cả các chất này có thể

được phân biệt với chrysotil bằng cách sử dụng EDXA và bằng quan sát sự phản xạ chrysotil trong mẫu ED ở 0,73 nm (002).

ở trường hợp của các sợi chrysotil, việc nhận dạng đầy đủ mọi sợi amphibol là không thể vì các hạn chế của thiết bị và bản chất của một vài sợi. Hơn nữa nhận dạng đầy đủ mọi sợi amphibol là không thực tế vì các hạn chế về thời gian và chi phí. Các hạt của một số khoáng chất khác có thành phần tương tự với thành phần của một số loại amphibol có thể bị phân loại sai và coi như là amphibol khi các chuẩn cứ phân loại không gồm các kỹ thuật ED dọc trục tinh thể. Tuy nhiên, yêu cầu cho các phép đo EDXA định lượng trên tất cả các sợi như là sự hỗ trợ cho kỹ thuật nhiễu xạ điện tử định hướng ngẫu nhiên làm cho rất khó nhận dạng sai, đặc biệt khi các sợi tương tự khác trong cùng một mẫu được nhận dạng là amphibol bằng các phương pháp dọc trục tinh thể. Khả năng nhận dạng sai được giảm hơn nữa khi tăng tỷ số hình thể, vì nó rất hiếm đối với các khoáng chất khác có tỷ số hình dạng mà amphibol có thể bị lẫn lộn khi nó biểu hiện một dạng amiăng.

10.3 Độ đúng và độ chính xác (Xem cẩm nang tiêu chuẩn ISO số 3)

10.3.1 Độ chính xác

Độ chính xác phân tích có thể thu được phụ thuộc vào số các phần tử đếm được và cũng phụ thuộc vào tính đồng đều của sự lắng đọng bụi trên giấy lọc gốc. Giả sử rằng các phần tử lắng đọng ngẫu nhiên trên giấy lọc, nếu 100 phần tử được đếm và sức tải là ít nhất 3,5 phần tử / ô lưới, mô hình máy tính của qui trình đếm chỉ ra rằng có thể mong đợi hệ số độ lệch chuẩn khoảng 10%. Vì số phần tử được đếm giảm đi, độ chính xác cũng giảm đi xấp xỉ bằng \sqrt{N} , ở đây N là số phần tử đếm được. Trong thực tế bụi lắng đọng thu được bằng sự lọc mẫu không khí xung quanh được phân bố lý tưởng rất hiếm và thấy rằng độ chính xác bị giảm đi tương ứng. Sự giảm độ chính xác là hậu quả của một vài yếu tố như:

- sự không đồng nhất của sự lắng đọng các hạt được lọc;
- sự biến dạng của phân bố sợi bởi áp dụng chuẩn cứ đếm phần tử;
- sự thay đổi giữa những người soi kính trong diễn giải phần tử sợi của họ;
- sự thay đổi giữa những người soi kính trong khả năng phát hiện và nhận dạng các sợi của họ.

Khoảng tin cậy 95 % chung quanh giá trị trung bình cho một phép đo nồng độ phần tử đơn lẻ khi sử dụng phương pháp phân tích này phải xấp xỉ ± 25 % khi 100 phần tử được đếm/10 ô lưới.

10.3.2 Độ đúng

Không có sẵn phương pháp độc lập nào để xác định độ đúng

Chú thích 11 – Người ta chứng minh rằng sau khi các giấy lọc màng polycarbonat được phủ bằng cacbon, các chất dạng hạt được chuyển sang các tiêu bản TEM bị tiêu hao không đáng kể. Tuy nhiên nếu các giấy lọc bị quá tải bởi các chất dạng hạt, thì một số hạt này có thể bị mất trước khi chúng được phủ bằng cacbon. Sự so sánh rõ ràng giữa qui trình của giấy lọc polycarbonat cỡ lỗ mao quản và qui trình của giấy lọc este xenlulô đã được chứng minh cho các aerosol amiăng chrysotil tạo ra trong phòng thí nghiệm.

10.3.3 Các phân tích trong và ngoài phòng thí nghiệm

Các phân tích trong và ngoài phòng thí nghiệm là cần thiết để (quan trắc) theo dõi các sai số hệ thống có thể sinh ra trong các người quan sát kính hiển vi khi sử dụng phương pháp này. Các phân tích này phải được thiết kế để kiểm tra cả toàn bộ phương pháp và đặc trưng của cá nhân người soi kính. Lặp lại việc chuẩn bị các lưới TEM từ các phần khác nhau của giấy lọc, tiếp theo sau là việc xem xét các lưới do người soi kính khác nhau là một phép thử độ tái lập của toàn bộ phương pháp. Tuy nhiên sự không đồng nhất của sự lắng các hạt trên giấy lọc có thể dẫn đến sự khác nhau mà không liên quan đến tính năng của những người soi kính. Sự đếm sợi được kiểm định (đếm các phần tử amiăng trên cùng một ô lưới của một lưới TEM do hai hoặc nhiều người soi kính thực hiện, tuân theo cách giải quyết các bất đồng có thể được áp dụng để vừa giúp đỡ huấn luyện và để xác định đặc trưng của những người soi kính khác nhau. Nên dùng các lưới TEM đã đánh chỉ số như đã mô tả trong 7.4.1 và 7.4.2 nhằm thuận tiện cho việc tái định vị các ô lưới cụ thể.

10.4 Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện của phương pháp có thể thay đổi do chọn diện tích giấy lọc thu mẫu, thể tích không khí lấy mẫu và diện tích tiêu bản được kiểm tra của TEM. Nó cũng là một hàm nồng độ nền của các phần tử amiăng trên các giấy lọc chưa qua sử dụng. Giới hạn phát hiện phải được đề cập cho mỗi phép phân tích mẫu .

Chú thích 12 – Trong thực tế, giới hạn phát hiện thấp nhất thường được xác định bằng tổng nồng độ bụi lơ lửng, bởi vì mỗi hạt trên giấy lọc phải được tách riêng khỏi các hạt tiếp giáp bằng một khoảng cách đủ lớn để các hạt được nhận dạng mà không bị trở ngại. Sức tải bụi trên các giấy lọc lấy mẫu lớn hơn 25 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ thường cản trở sự chuẩn bị của các tiêu bản TEM bằng phương pháp trực tiếp. Nếu phép phân tích được thực hiện với thời gian có thể chấp nhận được, diện tích tiêu bản được kiểm tra trong TEM cho các phần tử của tất cả kích cỡ được giới hạn trong phần lớn trường hợp là giữa 10 – 20 ô lưới. Trong không khí xung quanh hoặc trong nhà cho thấy rằng độ nhạy phân tích có thể đạt được một phần tử/lít. Trong một số trường hợp, nơi mà không khí đặc biệt sạch thì độ nhạy có thể được giảm xuống tới 0,1 phần tử/lít hoặc thấp hơn. Đối với các sợi và bó sợi dài hơn 5 μm , độ phóng đại bị giảm xuống định ra các diện tích tiêu bản TEM lớn hơn cho phép được xem xét với thời gian sử dụng có thể chấp nhận được, tạo nên giới hạn phát hiện dưới tương xứng. Nếu không thấy phần tử nào trong phép phân tích, giới hạn tin cậy trên với xác suất 95 % có thể chỉ ra như giới hạn trên của nồng độ tương đương với 2,99 lần độ nhạy phân tích nếu phân bố các phần tử trên giấy lọc được coi là phân bố Poisson. Giới hạn tin cậy 95 % này với 0 phần tử đã đếm được coi là giới hạn phát hiện. Vì đôi khi có sự nhiễm bẩn các giấy lọc mẫu chưa qua sử dụng bởi các phần tử amiăng, điều này cũng cần được tính đến trong khi thảo luận các giới hạn phát hiện.

11 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải gồm có ít nhất các thông tin sau:

- a) đề cập tới tiêu chuẩn này;
- b) nhận dạng mẫu;

- c) ngày và thời gian lấy mẫu, tất cả dữ liệu lấy mẫu cần thiết;
- d) ngày phân tích;
- e) người phân tích;
- f) bất cứ bước nào đã sử dụng mà không được qui định trong tiêu chuẩn này hoặc coi như là tùy chọn;
- g) danh sách đầy đủ dữ liệu đếm các phần tử (dữ liệu sau đây phải có: số ô lưới, số phần tử, nhóm nhận dạng, loại phần tử, chiều dài và rộng của phần tử bằng micromet và bất cứ lời bình luận nào liên quan đến phần tử);
- h) bảng trình bày loại nhận dạng có thể chấp nhận được tối thiểu và loại nhận dạng tối đa đã cố gắng thử vận dụng (tham khảo bảng D1 và D2);
- i) bảng trình bày các loại nhận dạng và các loại cấu trúc đã được sử dụng để tính toán các giá trị nồng độ;
- j) các giá trị nồng độ riêng biệt của chrysotil và các phần tử amphibol, được biểu diễn bằng số phần tử amiăng/lít;
- k) giới hạn khoảng tin cậy 95 % đối với các giá trị nồng độ, biểu diễn bằng số phần tử amiăng trên lít;
- l) độ nhạy của phép phân tích biểu diễn bằng số phần tử amiăng/lít;
- m) giới hạn phát hiện, biểu diễn bằng số phần tử amiăng/lít;
- n) dữ liệu thành phần đối với các biến đổi chính của amphibol, nếu có mặt;
- o) các mục g) tới m) đối với sợi amiăng và bó sợi amiăng dài hơn 5 μm ;
- p) các mục g) tới m) đối với các sợi và bó amiăng tương đương kính hiển vi quang học

Một ví dụ về một mẫu phù hợp để trình bày các dữ liệu đếm phần tử được chỉ ra ở hình 6 và 7.

Thông tin phân tích mẫu (trang 1)

| Tên phòng thí nghiệm | | Báo cáo số | Ngày tháng năm |
|--|---------------------------------|-----------------------|----------------|
| Mẫu | Tên địa điểm, thời gian lấy mẫu | | |
| Thể tích không khí: | | 2150,0 lít | |
| Diện tích giấy lọc thu mẫu: | | 385,0 mm ² | |
| Mức phân tích (chrysotil): | | CD hoặc CMQ | |
| Mức phân tích (amphibol): | | ADQ | |
| Độ phóng đại sử dụng để đếm sợi: | | × 20 500 | |
| Tỷ số hình dạng theo định nghĩa sợi: | | 5/1 | |
| Kích thước trung bình của các ô lưới: | | 95,4 μm | |
| Những chữ cái đầu của tên người phân tích: | | JMW | |
| Số ô lưới đã được khảo sát: | | 10 | |
| Độ nhạy phân tích: | | 1,968 phần tử /lít | |
| Số phần tử amiăng ban đầu: | | 13 | |
| Số phần tử amiăng đếm được: | | 26 | |
| Số phần tử amiăng > 5 μm: | | 7 | |
| Số sợi amiăng và bó > 5 μm: | | 10 | |
| Số phần tử amiăng tương đương PCM: | | 3 | |
| Số sợi amiăng tương đương PCM: | | 5 | |

Hình 6 – Ví dụ về mẫu báo cáo và dữ liệu chuẩn bị

Thông tin phân tích mẫu (Trang 2 và tiếp)

| | | |
|-----------------------------|--------------------------|-------------|
| Tên phòng thí nghiệm | Báo cáo số | Ngày |
| Mẫu | 456 phố Queen | |
| | Ashby de la Zouch | |
| | Mẫu bên ngoài 1991-09-09 | |

Đếm phần tử amiăng kính hiển vi điện tử – Số liệu thô

| Lưới | Ô lưới | Số phần tử | | Mã nhận dạng | Loại phần tử | Chiều dài μm | Độ rộng μm | Ghi chú |
|------|--------------|------------|---------|--------------|--------------|-------------------------|-----------------------|------------|
| | | Cơ bản | Tổng số | | | | | |
| A | F4-4 | 1 | 1 | CD | F | 1,7 | 0,045 | Crosidolit |
| | | 2 | 2 | CMQ | B | 2,6 | 0,09 | |
| | | 3 | 3 | ADQ | F | 4,0 | 0,15 | |
| | E3-6 | 4 | 4 | CD | MC+0 | 3,5 | 1,3 | |
| | | E5-1 | 5 | | CD | MD43 | 7,5 | |
| | 5 | | 5 | CD | MB | 7,7 | 0,30 | |
| | 6 | | 6 | CMQ | MF | 5,6 | 0,045 | |
| | 7 | 7 | CD | MB | 5,1 | 0,30 | | |
| 8 | 8 | CD | MF | 1,7 | 0,045 | | | |
| B | F4-1 | 6 | | CD | CD+0 | 6,5 | 3,0 | |
| | | | 9 | CD | CB | 3,5 | 0,15 | |
| | | | 10 | CD | CF | 3,5 | 0,045 | |
| | G5-1 | 7 | 11 | CMQ | CR+0 | 2,6 | 1,9 | |
| | | | 12 | CD | CD31 | 6,1 | 3,2 | |
| | | | 13 | CMQ | CF | 4,0 | 0,045 | |
| | | | 14 | CMQ | CB | 3,2 | 0,090 | |
| E4-4 | 8 | 15 | CD | B | 1,5 | 0,23 | | |
| | | 16 | AD | F | 8,7 | 0,15 | | |
| C | G4-4 | 10 | 17 | CMQ | CD42 | 25 | 5,6 | Tremolit |
| | | | 18 | CMQ | CB | 15 | 0,15 | |
| | | | 19 | CMQ | CF | 9,4 | 0,045 | |
| | | | 20 | ADQ | CF | 3,6 | 0,30 | |
| | E4-4 E5-6 | 11 | | không có sợi | | | | |
| | | | ADQ | CD+3 | 9,4 | 2,5 | Amosit Crosidolit | |
| | | | ADQ | CF | 7,1 | 0,30 | | |
| | | | ADQ | CF | 6,2 | 0,10 | | |
| | | | CM | CB | 5,1 | 0,2 | | |
| | | | CM | CR+0 | 3,3 | 1,8 | | |
| F4-1 | 12 | 25 | CMQ | MC10 | 3,7 | 2,1 | | |
| | | 13 | 26 | CD | CC+0 | 7,4 | 0,5 | |

1) Mã phân định được liệt kê trong bảng D.1 và D.2.

Hình 7 – Ví dụ về mẫu báo cáo dữ liệu đếm phần tử

Phụ lục A

(Quy định)

Xác định điều kiện hoạt động cho máy tro hóa plasma

A.1 Khái quát

Trong khi chuẩn bị các tiêu bản TEM bằng MEC hoặc giấy lọc xenlulô nitrat, cấu trúc xốp của giấy lọc được xếp lại thành một màng polymer mỏng hơn do tác động của dung môi. Một số hạt trên bề mặt của giấy lọc ban đầu bị vùi hoàn toàn vào trong polyme, và qui trình chuẩn bị tiêu bản kết hợp bước tro hóa plasma để oxi hóa lớp bề mặt của polyme. Các hạt đã bị vùi vào polyme do bước hòa tan giấy lọc được lộ ra sau đó để cho chúng có thể dính chặt vào màng cacbon bay hơi mà không thay đổi vị trí của chúng trên giấy lọc ban đầu. Lượng tro hóa là có ý nghĩa quan trọng và các máy tro hóa khác nhau về tính năng. Vì thế máy tro hóa plasma (7.3.4) phải được hiệu chuẩn để có được một giá trị xác định về tro hóa bề mặt của giấy lọc đã hòa tan. Điều này được thực hiện bằng cách điều chỉnh công suất tần số radio và tốc độ dòng oxi và đo thời gian để oxi hóa hoàn toàn một giấy lọc este xenlulô chưa hòa tan có đường kính 25 mm của cùng một loại và cùng kích cỡ lỗ lọc như đã sử dụng trong phép phân tích.

A.2 Qui trình

Đặt một giấy lọc este xenlulô chưa sử dụng có đường kính 25 mm của cùng một loại như loại đang được dùng vào giữa phiến kính kính hiển vi. Đặt phiến kính gần ở trung tâm của buồng máy tro hóa. Đóng buồng máy tro hóa và hút tới áp lực xấp xỉ 40 Pa. Trong lúc đó cho ôxi vào buồng với tốc độ 8 ml/phút tới 20 ml/phút.

Điều chỉnh hệ thống sao cho cường độ của plasma là cao nhất. Đo thời gian cần thiết để oxi hóa hoàn toàn giấy lọc: xác định các thông số hoạt động để oxi hóa hoàn toàn giấy lọc trong thời gian gần 15 phút. Để tro hóa các giấy lọc đã hòa tan, các thông số hoạt động này phải được dùng trong khoảng thời gian 8 phút.

Chú thích 13 – Ôxi hóa plasma ở năng lượng tần số radio cao sẽ dẫn đến giấy lọc bị quần và xoắn lại, tiếp theo sau là sự đánh lửa mạnh đột ngột. Ở mức năng lượng thấp hơn, giấy lọc sẽ giữ nguyên vị trí và sẽ từ từ trở nên mỏng hơn cho đến khi nó gần trong suốt. Khuyến nghị rằng, năng lượng tần số radio được sử dụng sao cho không xảy ra sự đánh lửa mạnh. Khi nhiều giấy lọc được tro hóa, tốc độ tro hóa giảm xuống và hệ thống phải được hiệu chuẩn một cách phù hợp.

Phụ lục B

(quy định)

Các qui trình hiệu chuẩn

B. 1 Hiệu chuẩn TEM

B.1.1 Hiệu chuẩn độ phóng đại màn hình TEM

Kính hiển vi điện tử phải được cân chỉnh theo các thông số kỹ thuật của nhà sản xuất. Ngay từ đầu và các khoảng thời gian đều đặn phải hiệu chuẩn độ phóng đại sử dụng cho phép phân tích dùng mẫu lưới nhiễu xạ (7.3.11). Điều chỉnh độ cao tiêu bản tới vị trí trung tâm trước khi thực hiện việc hiệu chuẩn. Đo khoảng cách trên màn hình huỳnh quang bị che lấp bởi một số khoảng cách lặp lại của hình ảnh lưới gần kề và tính độ phóng đại. Luôn luôn lặp lại việc hiệu chuẩn sau khi có bất cứ sự bảo trì dụng cụ nào hoặc thay đổi các điều kiện hoạt động. Độ phóng đại của hình ảnh trên màn hình không giống như độ phóng đại trên các tấm ảnh hoặc phim. Tỷ số giữa chúng là một giá trị không đổi cho từng kiểu TEM riêng.

B.1.2 Hiệu chuẩn hằng số máy thu hình nhiễu xạ điện tử

Hiệu chuẩn hằng số máy thu hình của TEM khi sử dụng phương thức (mode) nhiễu xạ điện tử. Dùng một lưới tiêu bản đỡ màng cacbon mà trên đó có một màng mỏng vàng đã được bay hơi hoặc phun phủ. Tạo một ảnh của màng vàng với tiêu bản được điều chỉnh tới vị trí trung tâm và chọn điều kiện ED. Điều chỉnh thấu kính vật kính đang dùng để tối ưu hóa mẫu thu được, và đo đường kính hai vòng trong cùng trên màn hình huỳnh quang hoặc trên hình ảnh được ghi lại. Tính hằng số máy thu hình dựa trên bán kính, λL , vừa cho cả màn hình huỳnh quang và tấm ảnh hoặc phim, sử dụng phương trình sau:

$$\lambda L = \frac{aD}{2,0\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

trong đó

λ là chiều dài bước sóng tính bằng nanomet của các điện tử tới;

L là chiều dài máy thu hình tính bằng milimét

a là kích thước ô đơn vị của vàng tính bằng nanomet (= 0,407 86 nm)

D là đường kính tính bằng milimét của vòng nhiễu xạ.

Sử dụng vàng làm chất liệu chuẩn, thì hằng số máy thu hình trên cơ sở bán kính được cho bằng:

$$\lambda L = 0,117 74 D \text{ mm-nm (vòng nhỏ nhất)}$$

$$\lambda L = 0,101 97 D \text{ mm-nm (vòng thứ 2)}$$

B.2 Hiệu chuẩn hệ thống EDXA

Hiệu chuẩn năng lượng của hệ thống EDXA đối với pic năng lượng thấp và năng lượng cao phải được thực hiện đều đặn. Hiệu chuẩn thang cường độ của hệ thống EDXA cho phép thu được các dữ liệu về thành phần định lượng, ở độ đúng khoảng 10% nồng độ nguyên tố, từ phổ EDXA của các khoáng chất silicat so sánh liên quan đến các nguyên tố Na, Mg, Si, K, Ca, Mn và Fe, và các khoáng chất so sánh được xác nhận có thể áp dụng. Nếu các xác định định lượng được yêu cầu đối với các khoáng chứa các nguyên tố khác, thì các chuẩn so sánh ngoài các chuẩn nói đến dưới đây cần được tham khảo. Các chuẩn khoáng chất đã được xác định đặc tính rõ ràng cho phép hiệu chuẩn bất kỳ sự kết hợp TEM – EDXA nào mà đáp ứng các thông số kỹ thuật dụng cụ nói ở điều 7.3.1 và 7.3.2 sao cho các số liệu EDXA từ các dụng cụ khác nhau có thể so sánh được. Các khoáng chất so sánh cần được hiệu chuẩn; các chuẩn cứ để chọn lựa là chúng phải là các khoáng chất silicat có các mạng càng giống với các mạng của amphibol hoặc serpentir càng tốt và các mảnh nhỏ riêng rẽ của các khoáng chất là đồng nhất về thành phần trong phạm vi vài phần trăm.

Xác định các thành phần của các tiêu chuẩn này bằng phép phân tích vi đầu dò điện tử hoặc các phương pháp hóa học. Làm vụn các mảnh cùng loại khoáng chất được chọn lọc và chuẩn bị giấy lọc bằng cách phân tán khoáng chất đã được làm vụn trong nước và lọc ngay phần lơ lửng. Chuẩn bị tiêu bản TEM từ các giấy lọc này theo các bước được chỉ ra ở mục 9. Các tiêu bản TEM này sau đó có thể được sử dụng để hiệu chuẩn bất kỳ một hệ thống TEM-EDXA nào sao cho các kết quả thành phần có thể so sánh có thể thu được từ các thiết bị khác.

Chú thích

14 Phép phân tích vi đầu dò của các chuẩn khoáng chất được thực hiện bằng các kỹ thuật phù hợp có thể xem ở các phụ lục J. Đầu tiên, khoáng chất được gắn vào trong một lượng poly (methyl) methacrylat hoặc nhựa epoxy, sau đó lượng này được nghiền và đánh bóng để thu được các mảnh khoáng chất có một bề mặt bóng và phẳng. Bề mặt này sau đó được phân tích, bằng sử dụng các chuẩn so sánh phù hợp, ưu tiên sử dụng các chuẩn oxit của các nguyên tố riêng lẻ một khi chúng có sẵn. Cần phải tính đến nồng độ nước trong các khoáng chất, trong trường hợp chrysotil lượng nước đạt tới 13 % khối lượng. Hàm lượng nước này có thể thay đổi vì bị mất trong hệ thống chân không.

15 Các huyền phù trong nước của các chuẩn khoáng cần được lọc ngay sau khi điều chế vì các kim loại kiềm và kiềm thổ có thể bị chiết ra một phần từ các khoáng chất chứa các nguyên tố này.

Biểu diễn các kết quả của phép phân tích vi đầu dò điện tử bằng các tỷ lệ phần trăm nguyên tử hoặc khối lượng so với silic. Các tỷ số pic tia X của cùng các nguyên tố so với silic, thu được từ hệ thống EDXA, sau đó có thể được sử dụng để tính mối liên quan giữa tỷ số diện tích pic và tỷ số phần trăm khối lượng hoặc nguyên tử.

Kỹ thuật này đã được Cliff và Lorimer mô tả (xem phần phụ lục J, tham khảo [8]).

Tia X được sinh ra ở tiêu bản mỏng bằng một chùm điện tử tới có xác suất tương tác với tiêu bản thấp. Vì thế, sự hấp thụ khối lượng và các hiệu ứng huỳnh quang là không đáng kể. ở một tiêu bản khoáng silicat chứa nguyên tố i , phương trình sau có thể được sử dụng để thực hiện các phép phân tích định lượng ở TEM

$$\frac{C_i}{C_{Si}} = k_i \times \frac{A_i}{A_{Si}}$$

trong đó

C_i là nồng độ hoặc phần trăm nguyên tử của nguyên tố i ;

C_{Si} là nồng độ hoặc phần trăm nguyên tử của silic;

A_i là tổng diện tích pic của nguyên tố i ;

A_{Si} là tổng diện tích pic của silic;

k_i là tỷ số k của nguyên tố i so với silic.

Đối với một cấu hình dụng cụ riêng và kích thước hạt riêng thì giá trị k_i là không đổi.

Để sát nhập sự hiệu chỉnh do ảnh hưởng của kích thước hạt lên tỷ số diện tích pic (xem phụ lục J tham khảo [35] và [36]), mở rộng kỹ thuật Cliff và Lorimer bằng cách thu các giá trị hằng số k_i riêng rẽ đối với các phạm vi khác nhau của đường kính sợi. Khuyến nghị rằng, phải đo đạc EDXA 20 lần cho mỗi một khoảng đường kính sợi. Các khoảng thích hợp của đường kính sợi là $< 0,25 \mu\text{m}$; $0,25 - 0,5 \mu\text{m}$; $0,5 - 1,0 \mu\text{m}$; $> 1,0 \mu\text{m}$.

Đưa lưới TEM vào kính hiển vi điện tử truyền dẫn, thu được một hình ảnh ở độ phóng đại cao hơn đã được hiệu chuẩn khoảng $\times 20\ 000$ và điều chỉnh độ cao tiêu bản tới điểm trung tâm. Nếu đầu phát hiện tia X là loại vào một bên, thì nghiêng tiêu bản về phía đầu phát hiện tia X. Chọn một sợi biệt lập hoặc hạt nhỏ hơn $0,5 \mu\text{m}$ chiều rộng và tích lũy tăng dần một phổ EDXA dùng một đầu dò điện tử có đường kính phù hợp. Khi một phổ xác định rõ thu được, thì thực hiện phép trừ nền và tính diện tích pic đã hiệu chỉnh nền cho mỗi nguyên tố được liệt kê, sử dụng các cửa sổ năng lượng tập trung trên các pic. Tính tỷ số diện tích pic cho mỗi nguyên tố đã chỉ ra so với diện tích pic của silic. Tất cả diện tích pic đã trừ đi nền được sử dụng để hiệu chuẩn phải nhiều hơn 400 lần đếm.

Lặp lại qui trình này cho 20 hạt của mỗi khoáng chất chuẩn. Loại bỏ các phép phân tích của bất kỳ hạt ngoại lai nào rõ ràng. Tính nồng độ trung bình số học, tỷ số diện tích pic, k_i (tỷ số k), cho mỗi một nguyên tố đã chỉ ra của khoáng chất chuẩn và cho mỗi khoảng đường kính sợi. Kiểm tra công việc hằng ngày theo chu kỳ phải được thực hiện để đảm bảo rằng không có sự xuống cấp của tính năng đầu phát hiện. Những tỷ số k này được sử dụng để tính các nồng độ nguyên tố các sợi không biết, sử dụng mối quan hệ Cliff và Lorimer.

Phụ lục C

(quy định)

Các chuẩn cứ để đếm phần tử

C.1 Khái quát

Ngoài các sợi biệt lập, thường xuất hiện những tập hợp các hạt và sợi ở trong các mẫu không khí. Các nhóm hạt và sợi amiăng đều được coi là “các phần tử amiăng” được định nghĩa là các bó sợi, đám sợi và mạng sợi. Kết quả bằng số của sự khảo sát TEM phụ thuộc rất lớn vào phân định của nhà phân tích như khi một tập hợp các sợi được coi là một thực thể đơn hoặc được coi là các sợi riêng lẻ tạo thành tập hợp. Do đó điều quan trọng là một hệ thống logic các chuẩn cứ để đếm được định nghĩa sao cho sự diễn giải các phần tử phức tạp này là như nhau đối với tất cả các nhà phân tích và để cho kết quả bằng số là có ý nghĩa. Sự áp đặt các chuẩn cứ riêng để đếm phần tử nhìn chung là cần là do một số diễn giải, một phần dựa trên các thông tin xác thực về các ảnh hưởng tới sức khỏe tìm được do mỗi phần tử amiăng gây ra. Mục đích của tiêu chuẩn này không phải là để giải thích dựa trên cơ sở ảnh hưởng tới sức khỏe mà phải là sự phân tách rõ ràng giữa việc ghi các dữ liệu đếm các phần tử và giải thích các dữ liệu ấy sau này. Hệ thống mã hóa được qui định trong tiêu chuẩn quốc tế này cho phép mô tả hình thái rõ ràng của các phần tử được ghi lại một cách ngắn gọn phù hợp cho diễn giải sau này, nếu cần thiết, bằng một dãy các chuẩn cứ khác nhau mà không bắt buộc phải kiểm tra lại các mẫu vật. Đặc biệt hệ thống mã hóa được thiết kế cho phép ghi lại được các kích thước của mỗi phần tử sợi phức tạp và cũng cho biết liệu những phần tử này có chứa các sợi dài hơn 5 μm hay không. Phương pháp này cho phép các đánh giá các dữ liệu sau đo bao gồm việc xem xét khả năng bị hít thở các hạt và so sánh với các chỉ số cũ của tiếp xúc amiăng. Các ví dụ về các loại cấu trúc hình thái khác nhau và cách thức mà chúng được ghi lại được trình bày ở hình C1.

C.2 Các định nghĩa phần tử và xử lý

Mỗi một phần tử sợi là một thực thể tách rời phải được xác định là một phần tử cơ bản. Mỗi một phần tử cơ bản phải được xác định là một sợi, một bó, một đám, một mạng.

C.2.1 Sợi

Bất cứ hạt nào có các mặt bên song song hoặc không cách đều, có chiều dài tối thiểu 0,5 μm , và tỷ số hình dạng 5/1 hoặc lớn hơn phải được định nghĩa là một sợi. Đối với amiăng chrysotil sợi mảnh đơn phải được định nghĩa là một sợi. Một sợi có các mặt không cách đều phải được qui cho chiều rộng là bằng trung bình của độ rộng tối đa và tối thiểu. Số trung bình này phải được sử dụng là độ rộng để xác định tỷ số hình dạng .

C.2.2 Bó

Một nhóm bao gồm các sợi song song gắn với nhau rõ ràng phải được định nghĩa là một bó, có chiều rộng ước tính bằng chiều rộng trung bình của bó, và chiều dài bằng chiều dài tối đa của phần tử. Tỷ số hình dạng toàn bộ của bó có thể có bất cứ giá trị nào, miễn là nó chứa các sợi thành tố riêng với các tỷ số hình dạng bằng hoặc lớn hơn 5/1. Các bó có thể biểu lộ các sợi phân nhánh ở một hoặc cả hai đầu.

C.2.3 Đám sợi

Một tập hợp hai hoặc nhiều sợi định hướng ngẫu nhiên có hoặc không có các bó, phải được định nghĩa là một đám sợi. Có hai dạng khác nhau:

C.2.3.1 Đám sợi phân tán (loại D): Một hệ phân tán và lỏng, trong đó ít nhất một trong số các sợi và bó có thể phân biệt riêng rẽ và kích thước của nó đo được.

C.2.3.2 Đám sợi kết dính (Loại C): Một hệ liên kết chặt chẽ và phức tạp, trong đó một hoặc hai đầu của mỗi sợi hoặc bó sợi riêng biệt bị che lấp, như vậy kích thước của các sợi và các bó riêng biệt không thể được xác định rõ ràng.

Trong thực tế, các đám sợi có thể xuất hiện mà trong đó các đặc tính của cả hai loại đám đều tìm thấy trong cùng một phần tử. Nơi nào mà phần tử này xuất hiện, thì phần tử phải được định nghĩa là một đám sợi phân tán và sau đó một qui trình hợp lý phải được tuân theo bằng cách ghi lại thành phần phần tử theo chuẩn cứ đếm. Qui trình để xử lý các đám sợi được minh họa bằng các ví dụ ở hình C2.

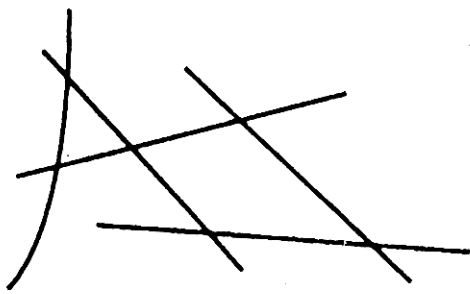
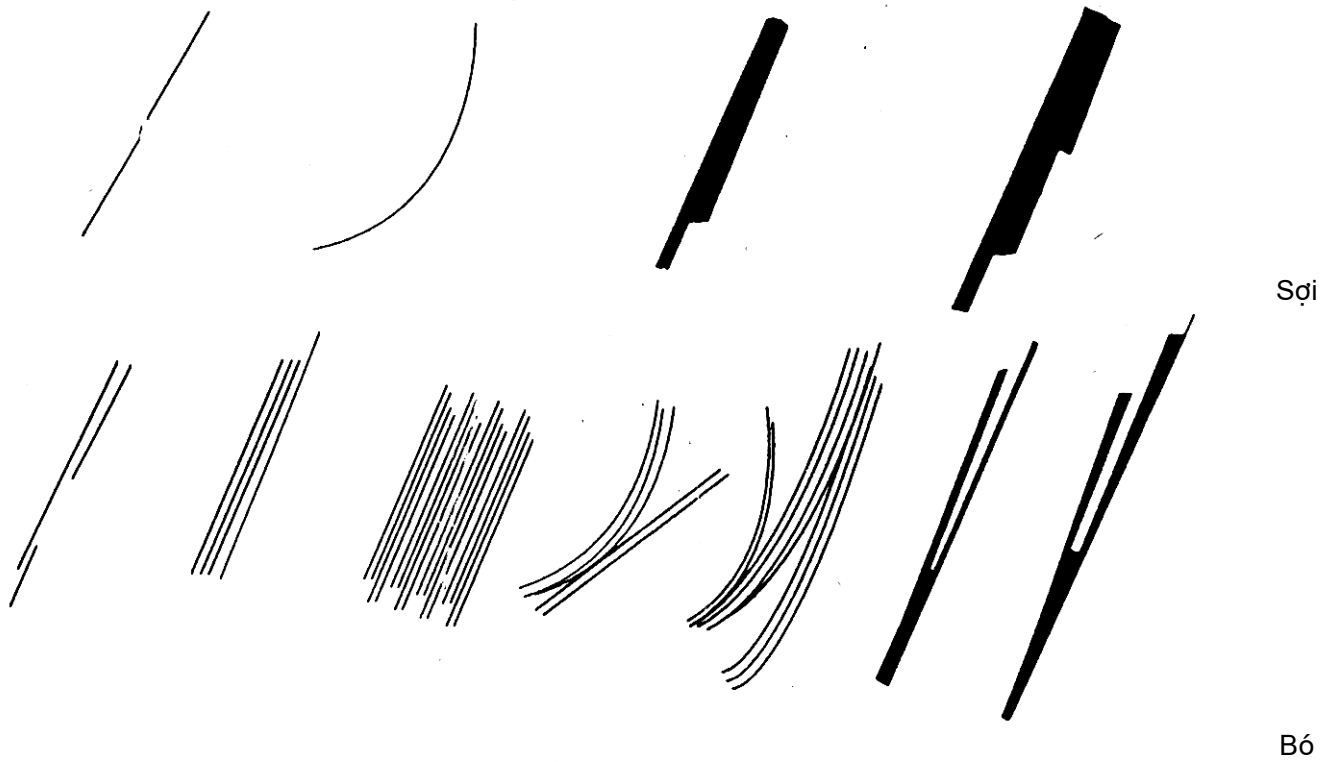
C.2.4 Mạng

Một hoặc nhiều sợi hoặc các bó sợi có thể được gắn với nhau hoặc bị che khuất một phần bởi một hạt đơn hoặc nhóm các hạt không phải sợi chồng lên nhau. Phần tử mà phải được định nghĩa là một mạng. Hình ảnh TEM không phân biệt được các hạt bị gắn với các sợi và các hạt này ngẫu nhiên gối lên nhau trong hình ảnh TEM. Do vậy không biết được một phần tử như vậy liệu có thực là một hạt phức tạp không hay là nó xuất hiện do sự chồng chéo đơn giản của các hạt và các sợi trên giấy lọc.

Vì một phần tử mạng có thể gồm nhiều hơn một sợi, cho nên định nghĩa chi tiết rằng các mạng phải được đếm như thế nào là rất quan trọng. Các mạng thể hiện các đặc tính khác nhau và hai loại có thể được định nghĩa là:

C.2.4.1 Mạng phân tán (loại D): Phần tử bao gồm một hạt hoặc nhóm các hạt kết nối với nhau, có các sợi chồng lên nhau hoặc dính vào nhau hoặc các bó sợi gắn với nhau trong đó ít nhất một trong số các sợi hoặc bó sợi có thể được xác định riêng rẽ và các kích thước của nó đo được.

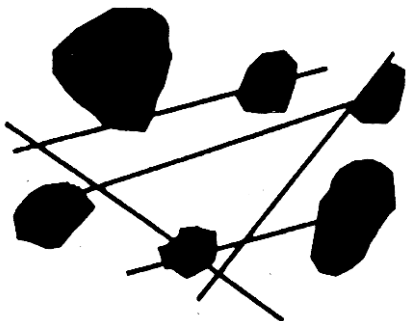
C.2.4.2 Mạng kết dính (loại C): Phần tử gồm một hạt hoặc nhóm các hạt kết nối với nhau, trong đó các sợi hoặc bó sợi có thể nhìn thấy được trong phạm vi phần tử hoặc hình chiếu của nó, như vậy các kích thước của các sợi riêng rẽ và bó sợi không thể xác định một cách rõ ràng.



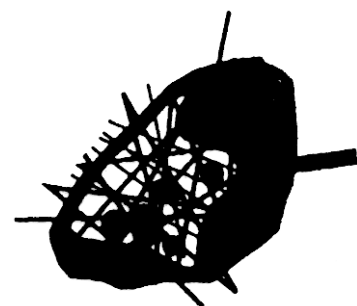
a) Đám sợi phân tán (loại D)



b) Đám sợi kết dính (loại C)

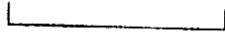


c) Mạng phân tán (loại D)



d) Mạng kết dính (loại C)

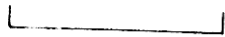
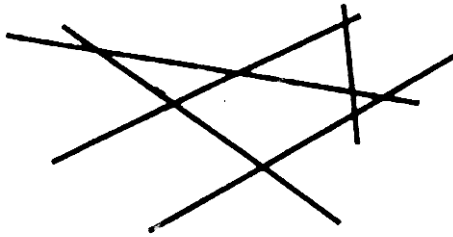
Hình C1 – Các kiểu hình thái cơ bản của phần tử amiăng



5 μm

Đếm 1 đám sợi kết dính chứa hơn 9 sợi (tất cả các sợi ngắn hơn 5 μm).

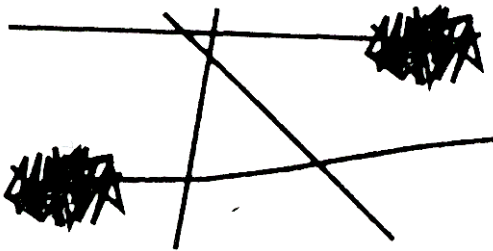
Ghi là CC + 0



5 μm

Đếm 1 đám sợi phân tán gồm 5 sợi, trong đó có 4 sợi dài hơn 5 μm .

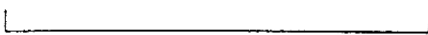
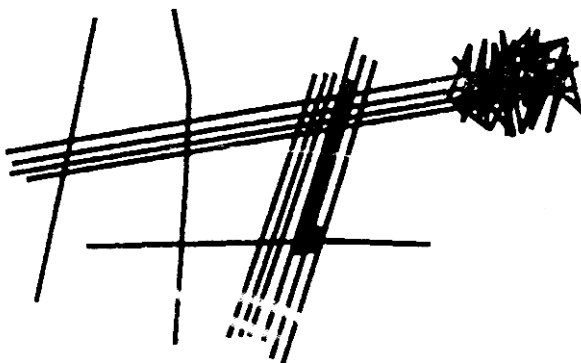
Ghi là CD54, theo sau 5 sợi thì mỗi sợi được ghi là CF.



5 μm

Đếm 1 đám sợi phân tán gồm 4 sợi trong đó 2 sợi dài hơn 5 μm , và 2 sợi dính mỗi sợi chứa hơn 9 sợi.

Ghi là CD + 2, theo sau 5 sợi thì mỗi sợi được ghi là CF, và 2 sợi dính cặn, thì mỗi sợi ghi là CR + 0.



5 μm

Đếm 1 đám sợi phân tán gồm 3 sợi, 2 bó, 1 trong đó dài hơn 5 μm , 1 đám dính cặn vụn chứa hơn 9 vụn sợi.

Ghi là CD + 1, theo sau 3 sợi thì mỗi sợi được ghi là CF, 2 bó mỗi bó ghi là CB, 1 đám sợi dính cặn vụn ghi là CR + 0.

Hình C2 – Các ví dụ ghi các đám sợi amiăng phức tạp

TCVN 6502 : 1999

Trong thực tế, các mạng có thể xuất hiện trong đó các đặc tính của cả hai kiểu mạng đều tìm thấy trong cùng một phần tử. Khi điều này xảy ra, thì phần tử phải được qui cho là mạng phân tán và sau đó một qui trình hợp lý cần được tuân theo bằng cách ghi lại các thành phần của phần tử tùy theo chuẩn cứ đếm. Các ví dụ về qui trình phải được tuân theo được chỉ ra ở hình C3.

C.2.5 Phần tử amiăng lớn hơn 5 μm

Bất cứ sợi, bó, đám hoặc mạng nào mà kích thước lớn nhất vượt quá 5 μm . Các phần tử amiăng lớn hơn 5 μm không hẳn là chứa các sợi amiăng hoặc các bó dài hơn 5 μm .

C.2.6 Sợi hoặc bó amiăng dài hơn 5 μm

Một sợi amiăng có chiều rộng bất kỳ hoặc một bó các sợi như vậy mà có chiều dài lớn hơn 5 μm .

C.2.7 Phần tử tương đương với PCM

Bất cứ sợi, bó, đám hoặc mạng nào có tỷ số hình dạng 3/1 hoặc lớn hơn, dài hơn 5 μm và có đường kính giữa 0,2 μm và 3 μm , các phần tử tương đương PCM không nhất thiết phải gồm các sợi hoặc các bó dài hơn 5 μm , hoặc các sợi tương đương PCM.

C.2.8 Sợi tương đương PCM

Bất cứ hạt nào có các mặt song song hoặc các mặt không cách đều nhau, có một tỷ số hình dạng 3/1 hoặc lớn hơn, dài hơn 5 μm và có đường kính giữa 0,2 μm và 3 μm . Đối với chrysotil, các sợi tương đương PCM sẽ luôn luôn là các bó sợi.

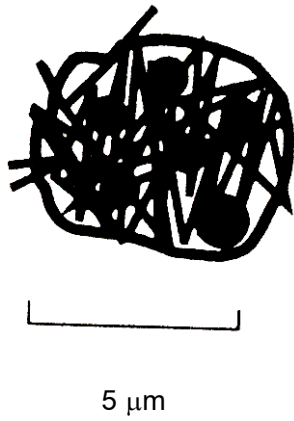
C.3 Chuẩn cứ khác để đếm các phần tử

C.3.1 Các phần tử cắt ngang các cạnh của ô lưới

Một phần tử vắt qua một cạnh của ô lưới sẽ chỉ được đếm ở hai phía của ô lưới như minh họa trong hình C4. Ghi các kích thước của phần tử như sau: các phần bị che khuất của các thành phần được lấy tương đương với các phần không bị che khuất như chỉ ra bằng các đường gạch đứt ở hình C4. Ví dụ, chiều dài của một sợi cắt ngang một cạnh lưới được lấy là hai lần chiều dài không bị che khuất. Các phần tử cắt ngang một trong hai phía khác sẽ không đếm.

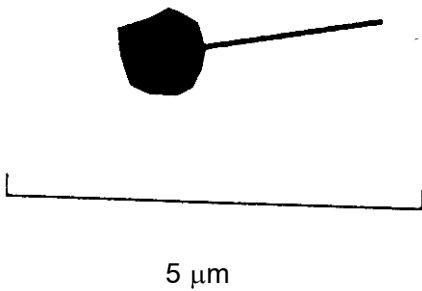
C.3.2 Các sợi kéo dài ra ngoài trường đếm

Trong khi quét một ô lưới, đếm các sợi kéo dài ra bên ngoài trường nhìn một cách hệ thống, để tránh đếm hai lần. Nói chung, một nguyên tắc cần được thiết lập sao cho chỉ các sợi dài ra ngoài trường nhìn hai cùng một phần tử thì được đếm. Qui trình này được minh họa bằng hình C5. Đo chiều dài của mỗi sợi này bằng cách di chuyển tiêu bản để định vị đầu cuối kia của sợi, sau đó trở lại trường nhìn ban đầu trước khi tiếp tục quét tiêu bản. Các sợi không có điểm cuối trong phạm vi trường nhìn thì không được đếm.



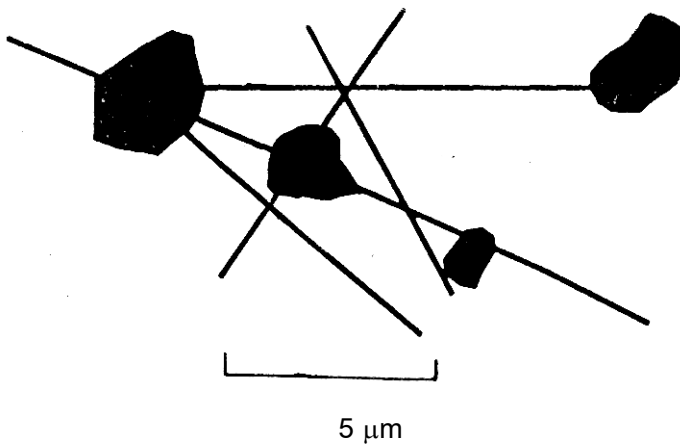
Đếm là 1 mạng kết dính có tất cả các sợi ngắn hơn 5 μm .

Ghi là MC + 0.



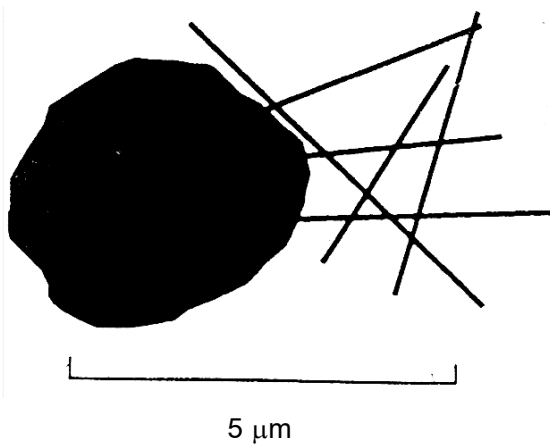
Đếm là 1 mạng phân tán có 1 sợi ngắn hơn 5 μm .

Ghi là MD10, theo sau 1 sợi thì được ghi là MF.



Đếm là 1 mạng phân tán có 5 sợi, tất cả dài hơn 5 μm .

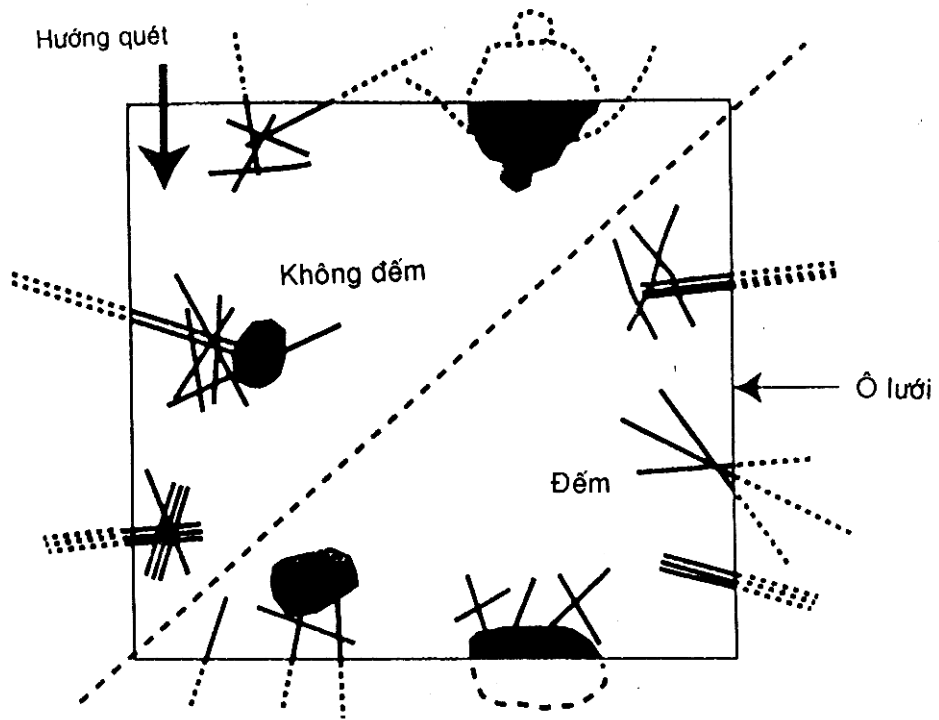
Ghi là MD55, theo sau 5 sợi thì mỗi sợi được ghi là MF.



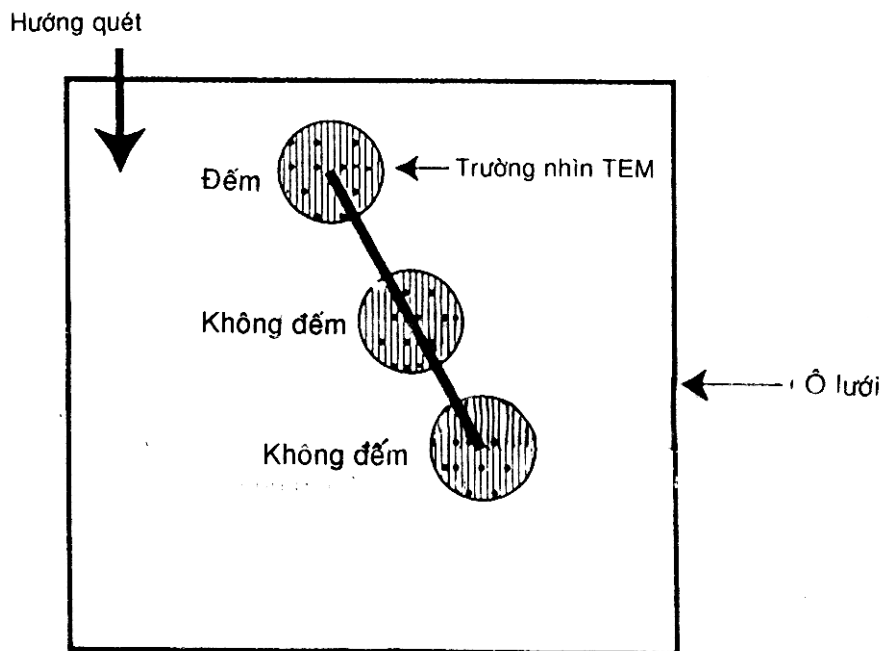
Đếm là 1 mạng phân tán có nếu là 3 sợi thì 1 trong đó dài hơn 5 μm và 1 mạng dính cận vụn chứa 3 sợi.

Ghi là MD61, theo sau 3 sợi mỗi sợi được ghi là MF và mạng dính cận vụn được ghi là MR30.

Hình C3 – Các ví dụ ghi các mạng amiăng phức tạp



Hình C4 – Ví dụ đếm các phần tử vượt qua cạnh lưới



Hình C5 – Ví dụ đếm các sợi kéo dài ra ngoài trường nhìn

C.4 Các bước để ghi lại dữ liệu

C.4.1 Khái quát

Các mã hình thái đã quy định được thiết kế để tạo thuận lợi cho quá trình xử lý dữ liệu bằng máy tính và cho phép ghi lại sự thể hiện đầy đủ của các đặc điểm quan trọng của mỗi phần tử amiăng. Qui trình này đòi hỏi người soi kính phân loại mỗi một phần tử sợi cơ bản thành một trong bốn nhóm chủ yếu: các sợi, bó, đám và mạng.

C.4.2 Các sợi

ở biểu mẫu đếm phần tử, một sợi định nghĩa ở phần C.2.1 phải được ghi lại bằng ký hiệu "F". Nếu sợi là phần được đếm tách riêng của một đám hoặc mạng thì sợi phải được ghi lại bằng ký hiệu "CF" hoặc "MF" tùy thuộc vào nó là thành phần của đám hoặc của mạng.

C.4.3 Các bó

ở biểu mẫu phần tử, một bó như được định nghĩa trong phần C.2.2 phải được ghi lại bằng ký hiệu "B". Nếu bó là phần được đếm tách riêng của một đám hoặc của mạng thì bó phải được ghi lại bằng ký hiệu "CB" hoặc "MB", tùy thuộc vào nó là thành phần của đám hay mạng.

C.4.4 Các đám phân tán (loại D)

ở biểu mẫu phần tử, một đám sợi biệt lập của loại D như định nghĩa ở phần C.2.3 phải được ghi lại bằng ký hiệu "CD" theo sau bằng hai chữ số. Chữ số đầu biểu thị cho tổng số các sợi và các bó có chứa phần tử mà người phân tích ước định. Con số phải lấy từ 1 – 9 hoặc được ký hiệu "+" nếu ước tính nhiều hơn 9 sợi hoặc bó sợi thành phần. Con số thứ hai theo cách tương tự sẽ biểu thị cho tổng số sợi và bó dài hơn 5 μ m có chứa trong phần tử. Phải ghi lại các kích thước toàn bộ của đám theo hai hướng vuông góc ứng với các kích thước tối đa. Theo trình tự chiều dài giảm xuống, đến các sợi và bó sợi thành phần dài 5 μ m thì phải ghi riêng ra và sử dụng các mã "CF" (sợi của đám) và "CB" (bó của đám). Nếu, sau khi đếm các sợi và bó sợi cấu thành nhô lên, một đám các sợi tạo thành đám sợi dính cận vụn sẽ phải ghi bằng ký hiệu "CR" (đám sợi dính cận vụn). Nếu các sợi tạo thành đám cận vụn đại diện cho hơn một nhóm định vị, nó cần ghi là nhiều hơn một đám sợi dính cận vụn. Không ghi lại nhiều hơn 5 sợi dính cận vụn cho bất kỳ đám nào. Một đám sợi dính cận vụn phải được đo và gán cho một con số có hai chữ số thu được cùng một cách thức như đã chỉ ra cho toàn bộ đám. Không bắt buộc, nếu số bó và sợi thành phần ở đám sợi ban đầu hoặc đám dính cận vụn nằm ngoài phạm vi 1 – 9, thì các thông tin thêm liên quan đến số sợi và bó sợi thành phần có thể được ghi chú ở cột bình luận.

C.4.5 Đám sợi kết dính (loại C)

ở biểu mẫu phần tử, một đám sợi riêng biệt loại C như định nghĩa ở mục C.2.3 phải được ghi bằng ký hiệu "CC", theo sau là một con số có hai chữ số. Số có hai chữ số này mô tả số sợi và bó sợi thành phần phải được gán cùng một cách như cho các đám sợi loại D. Kích thước toàn bộ của đám sợi theo hai hướng vuông góc phải được ghi lại cùng một cách như cho đám sợi loại D. Bằng định nghĩa này, các

TCVN 6502 : 1999

sợi và bó cấu thành của các đám sợi kết dính không thể đo riêng rẽ được vì thế, không lập bảng riêng rẽ của các sợi thành phần hoặc bó sợi .

C.4.6 Các mạng phân tán (loại D)

ở biểu mẫu phần tử, một mạng sợi biệt lập của loại D theo định nghĩa ở phần C.2.4 phải được ghi lại bằng ký hiệu "MD" theo sau là số với hai chữ số.

Số có hai chữ số phải được gán cùng một cách thức như đối với đám sợi loại D. Kích thước toàn bộ của mạng sợi theo hai hướng vuông góc phải được ghi lại theo cùng một cách thức như đối với các đám sợi loại D. Theo trình tự chiều dài giảm xuống, đến các sợi và bó sợi thành phần dài 5 μm thì phải ghi riêng ra và sử dụng các mã "MF" (sợi của mạng) và "MB" (bó của mạng). Nếu sau khi đếm các sợi và bó sợi cấu thành nhô lên, thành phần của mạng có chứa các phần còn lại của sợi amiăng, phần này phải được ghi lại bằng ký hiệu "MR" (phần còn lại của mạng). Nếu các sợi của mạng còn lại có nhiều hơn một nhóm sợi đã được định vị, thì cần thiết phải ghi nhiều hơn một phần còn lại của mạng. Không ghi nhiều hơn năm phần còn lại của mạng cho bất cứ mạng nào. Một phần còn lại của mạng phải được đo và gán cho một số gồm hai chữ số thu được cùng một cách thức như qui định đối với mạng toàn bộ. Không bắt buộc, nếu số các sợi thành phần hoặc bó sợi trong mạng ban đầu hoặc trong phần còn lại của mạng nằm ngoài phạm vi từ 1 – 9, các thông tin thêm liên quan đến số sợi thành phần và bó sợi có thể được ghi chú trong cột "bình luận".

C.4.7 Các mạng kết dính (loại C)

ở biểu mẫu đếm phần tử, một mạng sợi riêng biệt loại C như định nghĩa ở C.2.4 phải ghi lại bằng ký hiệu "MC" theo sau là một số hai chữ số.

Số gồm hai chữ số phải được gán cùng một cách thức như đối với đám sợi loại D. Các kích thước toàn bộ của mạng theo hai hướng vuông góc phải được ghi lại theo cùng một cách thức như đối với đám sợi loại D. Theo định nghĩa, các sợi thành phần và bó sợi của các mạng kết dính không thể đo riêng rẽ được, vì thế không lập bảng riêng rẽ của các sợi thành phần và bó sợi.

C.4.8 Các bước ghi lại các sợi và bó sợi bị che khuất một phần

Phần chiều dài của sợi hoặc bó sợi mà bị che khuất bởi các hạt khác phải được sử dụng làm cơ sở cho việc xác định liệu một sợi hoặc bó sợi có được ghi là một thành phần riêng biệt, hoặc có được coi là một phần của một mạng loại C hoặc là phần còn lại của mạng. Nếu phần chiều dài bị che khuất có thể nhỏ hơn 1/3 chiều dài toàn bộ, thì sợi hoặc bó sợi phải được coi như là đặc điểm nổi bật phải được ghi riêng ra. Chiều dài được gán cho mỗi sợi hoặc bó sợi bị che khuất một phần như vậy phải bằng với chiều dài nhìn thấy cộng với chiều dài tối đa có thể từ phần bị che khuất. Các sợi hoặc bó sợi xuất hiện vát ngang mạng mà cả hai đầu có thể gần như được định vị phải được tính tối đa là 5 và được ghi lại theo chuẩn cứ đếm như các sợi hoặc bó sợi riêng biệt. Nếu chiều dài bị che khuất có thể lớn hơn 1/3 tổng chiều dài, thì sợi và bó sợi phải coi là một phần của mạng kết dính loại C hoặc phần còn lại của mạng.

C.5 Các nhắc đặc biệt khi đếm các phần tử tương đương PCM

Dùng tỷ lệ 3/1 làm tỷ số hình dạng nhỏ nhất để đếm các phần tử tương đương PCM. Yêu cầu về định nghĩa tỷ số hình dạng này là để đạt được sự so sánh các kết quả với dây kích cỡ này của phần tử với các phép đo quang học cổ điển, nhưng sử dụng định nghĩa tỷ số hình dạng này không ảnh hưởng đáng kể tới khả năng giải thích toàn bộ sự phân bố kích cỡ sợi như là tỷ số hình dạng tối thiểu 5/1. Một vài ứng dụng có thể yêu cầu là chỉ đếm các phần tử tương đương PCM. Hệ thống mã hóa cho phép phân biệt các phần tử tương đương PCM chứa các sợi và các bó dài hơn 5 μm và các phần tử không chứa các sợi và bó như vậy.

Chú thích 16 – Nói chung, các đám sợi và các mạng sẽ tạo ra các thành phần ít hơn vì các kích thước tối thiểu được qui định cho các sợi có thể đếm được tăng lên. Vì thế, có thể thấy rằng một phần tử đặc biệt cho ra số sợi và bó sợi thành phần trong phép đếm cho tất cả các kích thước sợi cao hơn khi đếm ở độ phóng đại giảm xuống, vì cái đó chỉ những sợi và bó sợi dài hơn 5 μm mới được đếm. Tuy nhiên, yêu cầu các sợi và bó sợi thành phần được ghi lại với trật tự chiều dài giảm xuống để đảm bảo rằng dữ liệu là nhất quán cho một phần tử đặc biệt, bất chấp nhóm kích cỡ của các sợi đang được đếm và độ phóng đại đang dùng.

Phụ lục D

(quy định)

Qui trình xác định sợi

D.1 Khái quát

Các chuẩn cứ được dùng để nhận biết các sợi amiăng có thể được lựa chọn tùy theo sử dụng các phép đo đã định. Trong một số trường hợp chỉ có thể là một yêu cầu rằng, các sợi phải được xác định một cách rõ ràng là một mẫu khoáng riêng. Trong trường hợp khác, nếu có đủ các hiểu biết về mẫu, thì sự xác định kỹ càng với mỗi sợi có thể là không cần. Thời gian cần thiết để tiến hành phân tích, do đó chi phí của phép phân tích có thể thay đổi rất rộng phụ thuộc vào các chuẩn cứ xác định được xem xét, tức là thế nào là một sự xác định đầy đủ. Sự kết hợp các chuẩn cứ được xem xét cuối cùng để xác định các sợi trong một phép phân tích đặc biệt phải được qui định trước khi làm, và sự kết hợp các chuẩn cứ này phải được đề cập đến như là “mức độ” của phép phân tích. Các yếu tố khác nhau liên quan tới các giới hạn của thiết bị và đặc tính của mẫu có thể cản trở sự thoả mãn tất cả các chuẩn cứ xác định sợi đối với một sợi đặc biệt. Bởi vậy, một hồ sơ phải được lập ra cho các chuẩn cứ xác định mà nó thoả mãn với mỗi sợi nghi là amiăng nằm trong phép phân tích. Thí dụ, nếu cả hai phương pháp ED và EDXA đều được nhằm là để xác định cuối cùng cho mỗi sợi, thì các sợi có hình thái chrysotil mà vì một lý do nào đó, không quan sát được ở mẫu ED nhưng quan sát được ở một phổ EDXA tương ứng với dạng chrysotil thì được phân loại theo cách thức truyền đạt được mức độ tin cậy như vậy vào công việc phân định sợi.

D.2 Các kỹ thuật ED và EDXA

D.2.1 Khái quát

Ban đầu, các sợi được phân loại thành hai nhóm dựa trên hình thái: Một số sợi có dạng hình ống, một số khác không có dạng ống. Phép phân tích sâu hơn mỗi sợi được tiến hành bằng cách sử dụng phương pháp ED và EDXA. Các qui trình sau đây phải được sử dụng khi các sợi được khảo sát bằng phương pháp ED và EDXA.

Các cấu trúc tinh thể của một vài sợi khoáng như chrysotil rất dễ bị hỏng bởi mật độ dòng cao cần cho sự khảo sát bằng EDXA.

Do đó, sự nghiên cứu về các sợi nhạy cảm này bằng ED cần được hoàn thiện trước khi cố gắng để thu được phổ EDXA từ các sợi này. Với các sợi ổn định hơn (bền hơn) như amphibol, sự kiểm tra bằng EDXA và ED được sử dụng theo trình tự khác.

D.2.2 Kỹ thuật ED

Kỹ thuật ED có thể là định tính hoặc định lượng. ED định tính gồm có kiểm tra bằng mắt không có sự đo đạc chi tiết, các đặc tính chung của mẫu ED thu được trên màn hình hiển thị TEM từ một sợi định hướng ngẫu nhiên. Các mẫu ED có được từ các sợi có đối xứng trụ như chrysotil không thay đổi khi các sợi nghiêng về các trục của chúng. Các mẫu có được từ các sợi định hướng ngẫu nhiên của các loại khoáng

này có thể được giải thích định lượng. Đối với các sợi không có đối xứng trục thì chỉ các mẫu ED thu được khi sợi định hướng với một trục chính của tinh thể hầu như song song với hướng của chùm điện tử có thể được giải thích định lượng.

Các kiểu này của mẫu ED phải được coi là mẫu “ED dọc trục tinh thể”. Để giải thích định lượng một mẫu ED dọc trục tinh thể, mẫu này phải được ghi lại bằng ảnh chụp và sự phù hợp của nó với các phần tử của khoáng đã biết phải được kiểm tra. Có thể sử dụng một chương trình máy tính để so sánh các phép đo của mẫu ED dọc trục tinh thể với các dữ liệu tương ứng được tính toán từ các phần tử khoáng đã biết. Các mẫu ED dọc trục tinh thể có được bằng sự kiểm tra một sợi theo sự định hướng riêng có thể chưa đủ đặc trưng để cho phép nhận dạng một cách chắc chắn sợi khoáng, nhưng thường có khả năng nghiêng sợi tới một góc khác và ghi lại một mẫu ED khác tương ứng với dọc một trục tinh thể khác. Góc giữa hai trục cũng có thể được kiểm tra để đánh giá sự phù hợp với phần tử của một khoáng còn hồ nghi.

Đối với sự kiểm tra bằng mắt mẫu ED, độ dài ống kính của kính hiển vi điện tử truyền dẫn (TEM) cần được đặt tại một giá trị thấp xấp xỉ 250 mm và mẫu ED cần được nhìn qua ống nhòm. Quy trình này làm giảm thiểu thoái hóa có thể của sợi do bức xạ electron. Tuy nhiên, mẫu bị méo đi bởi góc nghiêng của màn hiển thị. Một ống kính có độ dài ít nhất 2 m được sử dụng khi mẫu ED được ghi lại, nếu phép đo chính xác của mẫu là có thể. Điều cần thiết là khi có được một mẫu ED được đánh giá bằng mắt hoặc được ghi lại, thì chiều cao của mẫu phải được điều chỉnh phù hợp tới tâm điểm ảo và hình ảnh phải được hội tụ trong mặt phẳng có độ mở chọn lọc. Nếu điều này không được làm, có thể một vài thành phần của mẫu ED không được xuất phát từ vùng đã lựa chọn. Nhìn chung, sẽ là cần thiết sử dụng độ mở ED nhỏ nhất sẵn có.

Với các phép đo chính xác mẫu ED, phải sử dụng một chuẩn hiệu chuẩn nội bộ. Một màng mỏng vàng hoặc chất chuẩn phù hợp khác phải được ép vào phía dưới của tiêu bản TEM. Lớp phủ này có thể được ép vào hoặc bằng sự bay hơi chân không hoặc thuận lợi hơn bằng phương pháp phun phủ. Màng đa tinh thể vàng sinh ra các vòng nhiễu xạ trên mỗi mẫu ED và các vòng này cung cấp thông tin hiệu chuẩn cần thiết.

Để tạo ra một mẫu ED, di chuyển hình ảnh của sợi vào giữa màn hình hiển thị, điều chỉnh độ cao của tiêu bản vào vị trí tâm ảo, đặt một độ mở phù hợp vào trong chùm điện tử, sao cho sợi hoặc một phần của nó chiếm một phần lớn vùng được chiếu sáng. Cỡ của độ mở và phần của sợi phải sao cho các hạt khác không phải để kiểm tra bị loại khỏi vùng được lựa chọn. Quan sát mẫu ED qua ống nhòm. Trong khi quan sát, luồng qua thấu kính vật kính phải được điều chỉnh tới điểm mà ở đó thu được một mẫu ED hoàn chỉnh nhất. Nếu vẫn chưa thu được một mẫu ED hoàn hảo thì di chuyển hạt vòng quanh trong vùng đã chọn để cố gắng tối ưu hóa mẫu ED hoặc để loại trừ các yếu tố nhiễu có thể từ các hạt bên cạnh.

Nếu một phép phân tích ED dọc trục tinh thể được thử trên sợi, thì mẫu phải được gắn trong một giá đỡ thích hợp. Giá đỡ thuận tiện nhất cho phép quay toàn bộ lưới tiêu bản và nghiêng lưới về phía trục đơn. Quay mẫu đến khi hình ảnh của sợi chỉ ra rằng sợi được định hướng với độ dài của nó trùng với trục nghiêng của thước đo góc và điều chỉnh độ cao của mẫu đến khi sợi nằm ở vị trí tâm ảo. Nghiêng sợi đến khi mẫu ED xuất hiện đối xứng, mảng vết có cùng kích thước.

TCVN 6502 : 1999

Sự đoán nhận các điều kiện sắp xếp dọc trục đòi hỏi một số kinh nghiệm từ phía người thao tác. Trong khi nghiêng sợi để có được các điều kiện dọc trục theo cách mà cường độ của các vết thay đổi cần được theo dõi. Nếu xuất hiện các phản xạ yếu tại một vài điểm trên một mạng phản xạ mạnh, thì có thể có nhiều xạ kép hoặc nhiều xạ bội, và một vài lưu ý phải được xem xét khi lựa chọn các vết nhiều xạ để đo và giải thích. Một sự thảo luận đầy đủ về nhiều xạ điện tử và nhiều xạ bội có thể xem trong các tài liệu tham khảo của J.A.Gand [11], P.B.Hirsch [14] và H.R.Wenck [42] trong phụ lục J. Không phải tất cả các kiểu mẫu dọc trục có thể thu được đã là quyết định. Chỉ những mẫu có các phản xạ gần nhau tương ứng với các chỉ số thấp trong ít nhất một hướng mới được ghi lại. Các mẫu trong đó tất cả các khoảng cách nhỏ hơn 0,3 nm là không được quyết định. Một hướng dẫn đầy đủ nói rằng các phản xạ góc thấp nhất phải nằm trong phạm vi bán kính của vòng tròn nhiễu xạ bằng vàng đầu tiên (111), và các mẫu này với khoảng cách nhỏ hơn giữa các phản xạ thường là rõ ràng nhất.

Năm vết, gần với vết tâm nhất, dọc theo hai đường giao nhau của mẫu dọc trục phải được lựa chọn để đo như trong hình D.1. Các khoảng cách của các vết này từ vết tâm và bốn góc được chỉ ra cung cấp các dữ liệu cần thiết cho phép phân tích. Vì vết tâm thường bị chiếu quá lâu, nên nó không cho ta một điểm xuất phát xác định rõ cho các phép đo đặc này. Do vậy, các khoảng cách cần thiết phải đạt được bằng phép đo giữa các cặp vết đối xứng sắp xếp quanh vết tâm, thích hợp hơn là được tách bằng một vài khoảng cách lặp lại.

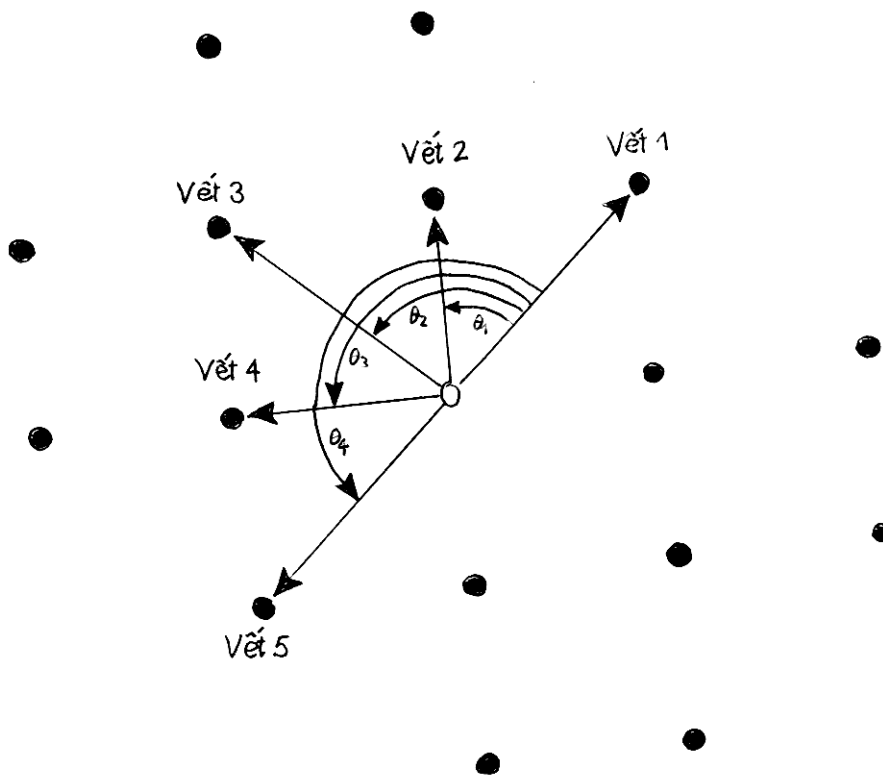
Các khoảng cách phải được đo với độ chính xác hơn 0,3 mm, và các góc có độ chính xác hơn 2,5°. Đường kính của vòng tròn thứ nhất hoặc thứ hai của mẫu chuẩn (111 và 200) cũng phải được đo với độ chính xác hơn 0,3 mm.

Dùng vàng làm nguyên liệu hiệu chuẩn, hằng số máy thu hình dựa trên cơ sở bán kính được tính như sau

$$\lambda L = 0,117\ 74\ D\ \text{mm}\cdot\text{nm}\ (\text{vòng\ thứ\ nhất}); \quad \lambda L = 0,101\ 97\ D\ \text{mm}\cdot\text{nm}\ (\text{vòng\ thứ\ hai}).$$

D.2.3 Các phép đo bằng phân tích tia X phân tán năng lượng

Sự giải thích phổ (EDXA) có thể là định tính hoặc định lượng. Để giải thích định tính một phổ, thì các pic của tia X sinh ra từ các nguyên tố trong sợi được ghi lại. Để định lượng thì sau khi trừ nền, các diện tích thực của pic thu được là các pic tia X sinh ra từ các nguyên tố có trong sợi. Phương pháp này dùng để định lượng các loại khoáng có chứa silic.



Hình D1 – Ví dụ phép đo các mẫu SAED dọc trục tinh thể

Để thu được một phổ EDXA, di chuyển hình ảnh của sợi tới tâm màn ảnh và di chuyển khe hở vật kính. Lựa chọn một đường kính chùm electron thích hợp và làm chệch hướng chùm electron sao cho nó chạm lên sợi. Tùy thuộc vào thiết bị, có thể cần thiết nghiêng tiêu bản về phía đầu phát hiện tia X, và trong một số thiết bị, sử dụng kiểu hoạt động của kính hiển vi điện tử truyền dẫn quét (STEM).

Thời gian để thu được một phổ thích hợp thay đổi theo đường kính sợi và các yếu tố của thiết bị. Để tiến hành định lượng, các phổ cần có một số đếm có giá trị thống kê trong mỗi pic. Phân tích các sợi có đường kính nhỏ chứa natri là trở ngại nhất, vì nó nằm trong vùng năng lượng thấp mà bộ phát hiện tia X kém nhạy nhất. Bởi vậy, cần thiết thu được một phổ với thời gian đủ dài để natri được phát hiện trong các sợi như vậy. Người ta tìm thấy rằng có thể thu được một phép phân tích định lượng thỏa mãn nếu sự thu tín hiệu được tiếp tục đến khi toàn bộ pic $K\alpha$ silic đã trừ nền vượt quá 10 000 số đếm. Sau đó, phổ phải được điều chỉnh để trừ nền và thu được các diện tích thực của các pic nguyên tố.

Sau sự phân loại EDXA định lượng một vài sợi bằng phép phân tích máy tính diện tích thực của các pic, có thể phân loại các sợi sâu hơn nữa trong cùng một mẫu dựa trên sự so sánh phổ trên thiết bị. Thông thường, sự so sánh bằng mắt có thể được tiến hành sau thời gian đạt được một ít.

D.3 Giải thích các dữ liệu phân tích sợi

D.3.1 Chrysotil

Phần tử hình thái học của chrysotil là đặc trưng và với kinh nghiệm, người ta có thể nhận diện dễ dàng. Tuy nhiên, một vài khoáng làm giá đỡ có một vẻ ngoài tương tự và sự quan sát hình thái học đơn thuần là không phù hợp cho hầu hết các mẫu vật. Mẫu ED có được từ chrysotile là hoàn toàn đặc trưng cho

TCVN 6502 : 1999

khoáng này nếu các đặc trưng được qui định của mẫu tương ứng với các đặc trưng từ chrysotil so sánh. Tuy nhiên, tùy thuộc vào lai lịch của sợi, và phụ thuộc vào một số các yếu tố khác, phần tử tinh thể của một sợi cụ thể có thể bị hư hỏng, và nó không tạo ra được mẫu ED. Trong trường hợp này, phổ EDXA có thể chỉ là dữ liệu sẵn có để bổ sung vào sự quan sát hình thái.

D.3.2 Amphibol

Vì qui trình xác định các sợi amiăng ngoài loại chrysotil có thể tốn thời gian, cho nên để giải thích các mẫu ED dọc trục tinh thể thì dùng các chương trình máy tính như của B.L.Rhoades (xem phụ lục J, tham khảo [32]). Tài liệu đã xuất bản này có các dữ liệu về thành phần và tinh thể học cho tất cả các khoáng dạng sợi có thể gặp phải trong phép phân tích bằng kính hiển vi điện tử truyền dẫn của các mẫu không khí, và các dữ liệu thành phần và cấu trúc từ các sợi chưa biết cần được so sánh với các dữ liệu đã công bố. Việc chứng minh rằng các phép đo là đúng với các dữ liệu đối với khoáng đang thử không phải là xác định duy nhất chất khoáng chưa biết vì có thể tồn tại các dữ liệu từ các khoáng khác cũng có thể giống như vậy. Tuy nhiên, không chắc chắn rằng một khoáng của nhóm cấu trúc khác có thể đưa đến các dữ liệu phù hợp sợi amphibol được xác định bằng EDXA định lượng và hai mẫu ED dọc trục tinh thể.

Các sợi amphibol đang nghi ngờ đầu tiên cần được phân loại dựa trên thành phần hóa học. Thông tin định tính hoặc định lượng EDXA có thể được sử dụng làm cơ sở cho sự phân loại này. Từ các dữ liệu đã công bố về các thành phần của khoáng, một danh sách các khoáng có thành phần phù hợp với thành phần đã đo cho sợi chưa biết cần được ghi lại. Để tiến triển hơn nữa, cần thiết thu được mẫu ED dọc trục đầu tiên, theo D.2.2. Có thể qui định một mẫu ED dọc trục đặc biệt để xác định amphibol, vì vài mẫu thường được coi là đặc trưng. Đáng tiếc là với một sợi có sự định hướng ngẫu nhiên trên lưới TEM không có sẵn giá đỡ tiêu bản và thước đo góc hiện tại cho phép định vị nhanh thuận lợi hai trục dọc tinh thể được lựa chọn trước. Phương pháp thực tế nhất được chấp nhận là chấp thuận mẫu chỉ số thấp dễ dàng thu được và sau đó kiểm tra sự phù hợp của chúng với phần tử của các khoáng đã được chọn trước trên cơ sở các dữ liệu EDXA. Thậm chí các phần tử của các khoáng không phải là amphibol trong danh sách lựa chọn trước này cũng phải được kiểm tra lại so với các dữ liệu EDXA dọc trục tinh thể có được đối với sợi chưa biết. Vì các khoáng không phải amphibol trong một vài sự định hướng có thể sinh ra các mẫu tương tự giống với các phần tử amphibol.

Sự phân tích các mẫu ED dọc trục phải bao gồm tất cả các khoáng được lựa chọn trước đây từ file dữ liệu khoáng như là bằng phương pháp hóa học thích hợp với các dữ liệu EDXA. Qui trình này thường sẽ rút ngắn lại bản danh sách các khoáng đang được tìm. Một tập dữ liệu dọc trục thứ hai từ mẫu khác thu được trên cùng một sợi có thể được xử lý sau hoặc để khẳng định thêm sự xác định hoặc để cố gắng loại bỏ sự hoài nghi. Thêm vào đó, góc đo giữa các hướng của hai trục dọc tinh thể có thể được kiểm tra sự phù hợp với các phần tử của các khoáng. Cần lưu ý xem xét trong sự hợp lý hoá góc giữa các trục dọc, vì nếu sợi có cặp trục \bar{C} thì hai mẫu ED dọc trục có thể phát sinh ra từ cặp tinh thể tách biệt. Trong thực tế, qui trình nhận dạng đầy đủ thường được ứng dụng cho một số rất ít sợi, trừ khi sự nhận diện chính xác tất cả các sợi được yêu cầu vì một lý do đặc biệt.

D.4 Các nhóm phân loại sợi

Không phải lúc nào cũng có thể tiến hành xác định một cách rõ ràng một sợi, điều này có thể do các hạn chế của thiết bị hoặc do bản chất thực tế của sợi. Trong nhiều phép phân tích, sự nhận dạng rõ ràng của mỗi sợi có thể không thực sự cần thiết nếu có sẵn những hiểu biết khác về mẫu, hoặc nếu nồng độ thấp dưới mức quan tâm. Vì vậy các qui trình phân tích phải được quan tâm cả vấn đề các hạn chế của thiết bị và các yêu cầu phân tích khác nhau. Vì thế, một hệ thống phân loại sợi được sử dụng cho phép ghi chính xác các dữ liệu. Các phân loại được trình bày trong bảng D.1 và D.2 và nhằm xác định chrysotil và amphibol tương ứng. Các sợi phải được thông báo trong các nhóm này.

Nguyên tắc chung phải theo trong qui trình phân tích này là đầu tiên phải định nghĩa rõ sự phân loại sợi đặc trưng nhất cần phát hiện hoặc “mức” của phép phân tích được chỉ đạo. Sau đó, đối với mỗi sợi được kiểm tra, ghi lại sự phân loại mà thực tế đạt được. Tùy thuộc vào ý định sử dụng các kết quả, các chuẩn cứ để chấp nhận các sợi khi “đã được phân định” có thể được thiết lập sau tại bất kỳ thời gian nào sau khi hoàn thành phép phân tích.

Trong một mẫu chưa biết, chrysotil sẽ được xem như được khẳng định chỉ khi có được một mẫu ED đã hiệu chuẩn được ghi lại từ một sợi trong nhóm CD, hoặc nếu các phép đo mẫu ED được ghi lại ở thiết bị. Amphibol sẽ được xem như được khẳng định một khi thu được các dữ liệu được ghi lại mà chỉ ra một cách riêng biệt sự có mặt của amphibol đối với các sợi được phân loại trong các nhóm AZQ, AZZ hoặc AZZQ.

D.4.1 Qui trình để phân loại các sợi có hình thái dạng ống được nghi là chrysotil

Đôi khi, ta gặp phải các sợi có hình ống giống với dạng chrysotil nhưng không thể mô tả sâu hơn nữa hoặc bằng ED hoặc EDXA. Có thể chúng không phải tinh thể, trong trường hợp như vậy, các kỹ thuật ED không có ích, hoặc chúng có thể nằm trong một vị trí trên lưới mà không cho phép thu được một phổ EDXA. Xen vào đó, các sợi có thể có nguồn gốc hữu cơ, nhưng hình thái học và thành phần có thể không đủ rõ để bỏ qua. Vì thế, có một yêu cầu phải ghi lại mỗi sợi và phải xác định rõ mỗi sợi có thể được nhận dạng có mức tin cậy như thế nào. Sự phân loại các sợi sẽ gặp các mức độ thành công khác nhau. Hình D.2 chỉ ra qui trình phân loại được sử dụng đối với các sợi không biểu hiện một ít nào hình thái dạng ống. Sơ đồ có thể tự lí giải, và mỗi sợi hoặc là bị loại bỏ như là khoáng phi amiăng (NAM) hoặc được phân loại theo một vài cách mà chuẩn cứ sau này có thể vẫn góp phần vào việc đếm sợi chrysotil.

Hình thái học là sự quan tâm đầu tiên, và nếu hình dạng không giống với hình dạng thường thấy trong các mẫu chuẩn chrysotil thì định rõ sự phân loại ban đầu là TM. Bất chấp hình thái nghi ngờ, hãy kiểm tra sợi bằng phương pháp ED và EDXA theo hình D.2. Khi hình thái được xác định rõ ràng hơn, có thể có khả năng phân loại sợi khi có hình dạng chrysotil (CM).

Bảng D1 - Phân loại các sợi có hình thái dạng ống

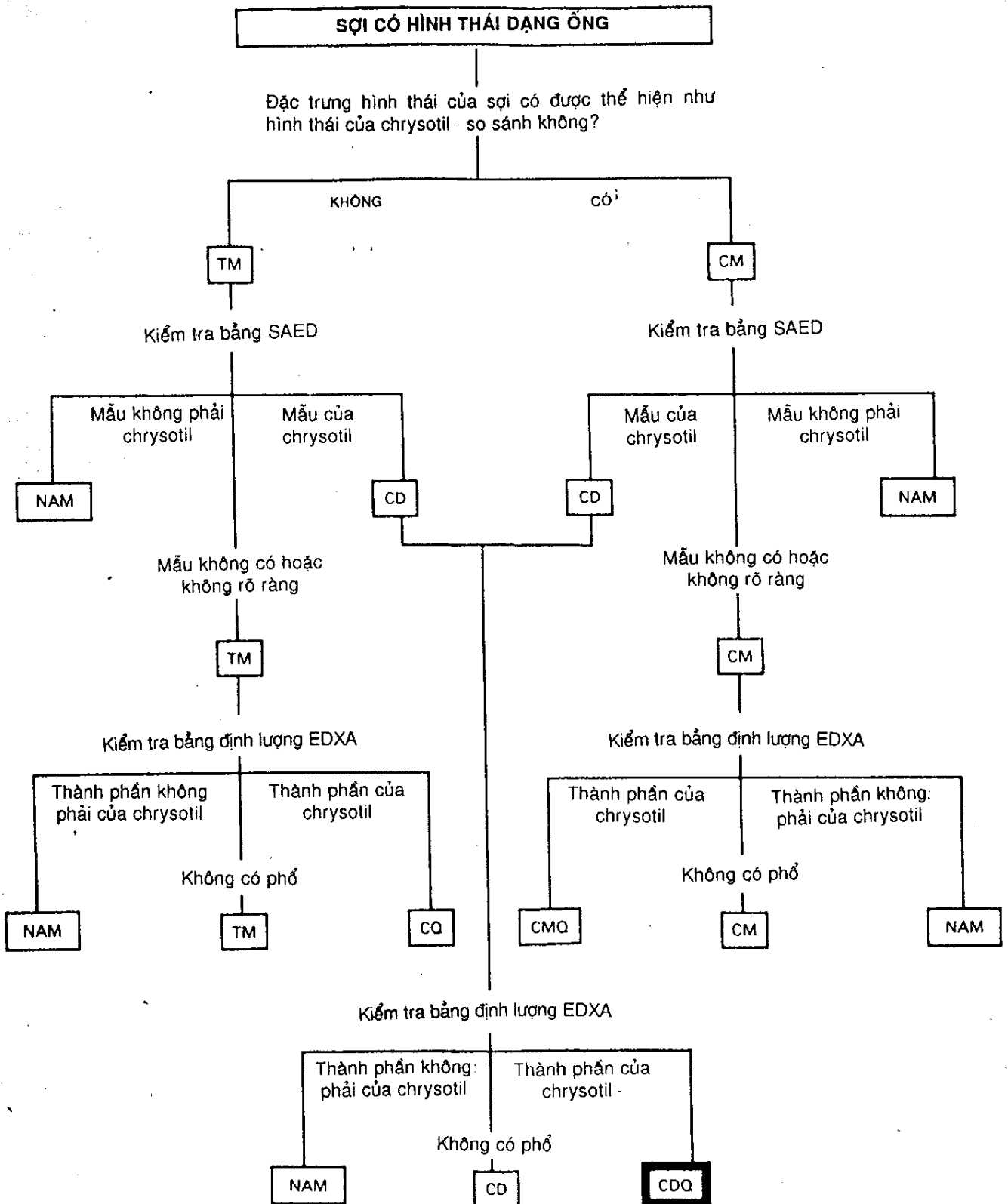
| Nhóm | Mô tả |
|------|---|
| TM | Hình thái dạng ống, các đặc tính không đủ để phân loại là chrysotil |
| CM | Dạng chrysotil đặc trưng |
| CD | Mẫu SAED chrysotil |
| CQ | Thành phần chrysotil xác định bằng EDXA định lượng |
| CMQ | Dạng chrysotil và thành phần xác định bằng EDXA định lượng |
| CDQ | Mẫu chrysotil SAED và thành phần xác định bằng EDXA định lượng |
| NAM | Khoáng chất phi amiăng |

Bảng D2 - Phân loại các sợi không có hình thái dạng ống

| Nhóm | Mô tả |
|------|---|
| UF | Sợi không nhận dạng được |
| AD | Amphibol bằng SAED định hướng ngẫu nhiên (chỉ mẫu của lớp cách 0,53 nm) |
| AX | Amphibol bằng SAED định tính. Phổ có các thành phần nguyên tố giống với amphibol. |
| ADX | Amphibol bằng SAED định hướng ngẫu nhiên và định tính EDXA |
| AQ | Amphibol bằng định lượng SAED |
| AZ | Amphibol bằng một mẫu SAED dọc trục tinh thể |
| ADQ | Amphibol bằng SAED định hướng ngẫu nhiên và EDXA định lượng |
| AZQ | Amphibol bằng một mẫu SAED dọc trục tinh thể và EDXA định lượng |
| AZZ | Amphibol bằng hai mẫu SAED dọc trục tinh thể có góc giữa các trục không đổi |
| AZZQ | Amphibol bằng hai mẫu SAED dọc trục có góc giữa các trục không đổi và EDXA định lượng |
| NAM | Khoáng chất phi amiăng |

Để phân loại là CM thì những đặc trưng hình thái cần thiết như sau:

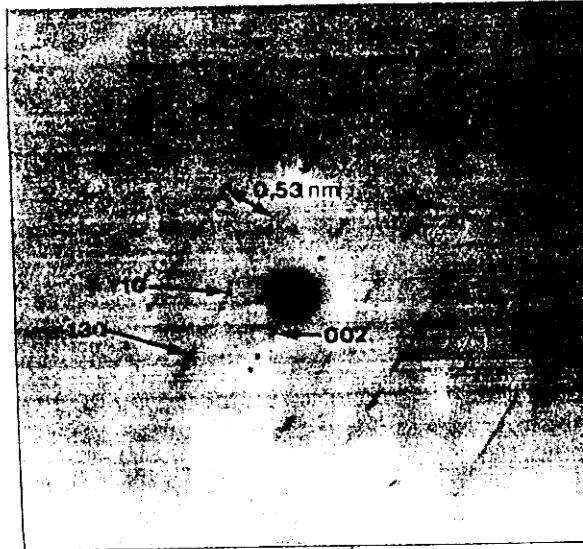
- a) các sợi mảnh riêng cần có tỉ số hình dạng cao hơn 5/1 và đường kính cỡ 30 nm đến 40 nm;



Hình D.2 – Sơ đồ phân loại sợi có hình thái dạng ống

- b) cường độ tán xạ điện tử ở thế gia tốc từ 60 kV đến 100 kV cần phải đủ thấp để phần tử bên trong có thể thấy được;
- c) cần phải có một vài dấu hiệu của phần tử bên trong ngụ ý là một dạng hình ống tương tự với dạng được chỉ ra bởi chrysotil so sánh của UICC mà nó có thể suy giảm trong chùm điện tử.

Kiểm tra từng sợi có các đặc tính hình thái này bằng kỹ thuật ED và phân loại là chrysotil bằng ED, chỉ với những sợi cho ra các mẫu nhiễu xạ với các đặc tính chính xác chỉ ra trên hình D.3.



Hình D.3 – Mẫu SAED của chrysotil

Những nét đặc trưng phù hợp trong mẫu này để xác định chrysotil là như sau:

- a) Các phản xạ (002) phải được kiểm tra để xác định rằng chúng đúng tương ứng với khoảng cách 0,73 nm;
- b) khoảng cách lặp lại của đường thẳng phân lớp phải tương ứng 0,53 nm;
- c) phải có những “vạch” của các phản xạ (110) và (130).

Sử dụng các hiệu chuẩn milimet trên màn hình hiển thị TEM, các quan sát này có thể thực hiện dễ dàng trên thiết bị. Nếu cần có bằng chứng tư liệu cho sự nhận dạng sợi, thì ghi lại một ảnh chụp cấu trúc tế vi của TEM của ít nhất một sợi đại diện và ghi lại mẫu ED của nó trên một phim riêng hoặc trên kính ảnh. Phim hoặc ảnh này cũng mang các vòng chuẩn từ một chất đa tinh thể đã biết như vàng. Các mẫu đã được hiệu chuẩn này chỉ là bằng chứng tư liệu riêng của chrysotil, chứ không phải một vài loại hình ống hoặc cuộn khác như halloysit, palygorskite, bột tal hay vermiculit. Tỷ lệ các sợi có thể được nhận dạng đúng là chrysotil bằng phương pháp ED là thay đổi và với một mức độ nào đó phụ thuộc vào cả thiết bị và các qui trình của người thao tác. Các sợi không cho ra được một mẫu ED có thể nhận dạng được sẽ vẫn giữ lại trong các nhóm TM hoặc CM trừ khi chúng được kiểm tra bằng EDXA.

Trong phép phân tích EDXA chrysotil chỉ có hai nguyên tố là có liên quan. Đối với sự phân loại sợi, phép phân tích EDXA phải là định lượng. Nếu như phổ hiển thị các pic nổi trội của manhê và silic với tỷ lệ diện

tích thích hợp của chúng và chỉ có các pic phụ của các nguyên tố khác, thì phân loại sợi là chrysotil bằng sự định lượng EDXA, trong các nhóm CQ, CMQ hoặc CDQ là thích hợp.

D.4.2 Qui trình để phân loại các sợi không có hình thái dạng ống, nghi ngờ là amphibol

Mọi hạt không có hình thái dạng ống và không rõ ràng có nguồn gốc sinh học, với tỷ số hình dạng 5/1 hoặc lớn hơn, và có các mặt song song hoặc cách không đều, phải được coi là sợi amphibol nghi ngờ. Một sự kiểm tra sợi sâu hơn nữa bằng các kỹ thuật ED và EDXA sẽ có các mức độ thành công khác nhau, tùy thuộc vào bản chất của sợi và một số hạn chế của thiết bị. Nó sẽ không thể nhận dạng mọi sợi một cách đầy đủ, thậm chí nếu thời gian và chi phí không cần quan tâm. Hơn nữa, khẳng định sự có mặt của amphibol chỉ có thể đạt được bằng giải thích định lượng các mẫu ED dọc trục, một qui trình rất tốn thời gian. Do đó, đối với các mẫu hàng ngày từ các nguồn chưa biết, qui trình phân tích này hạn chế sự yêu cầu cho công việc ED dọc trục tới mức tối thiểu là có một sợi đại diện của mỗi nhóm thành phần được báo cáo. Trong một vài mẫu, có thể cần thiết phải nhận dạng nhiều sợi hơn bằng kỹ thuật dọc trục. Khi phân tích các mẫu từ các nguồn được đặc trưng rất rõ thì chi phí của sự nhận dạng bằng các phương pháp dọc trục có thể không cần lý giải nữa.

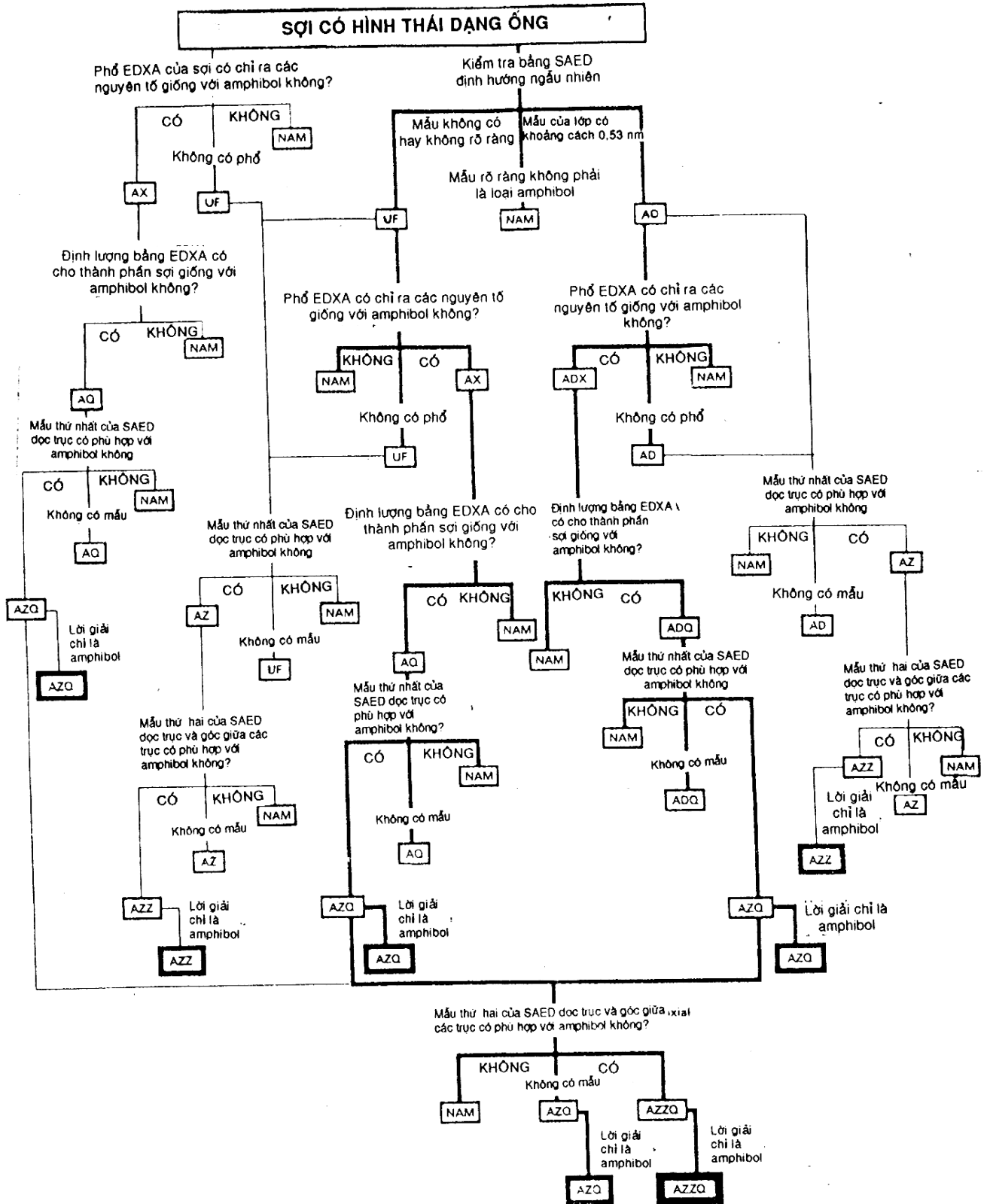
Khoảng cách giữa các lớp bằng 0,53 nm của mẫu ED định hướng ngẫu nhiên tự nó không phán đoán được đó là của amphibol. Tuy nhiên, sự có mặt của cặp trục đôi c trong nhiều sợi dẫn đến sự đóng góp cho các lớp trong các mẫu bởi một vài tinh thể song song riêng biệt của các sự định hướng trục khác nhau. Sự định vị trí ngẫu nhiên bề ngoài này của các vết dọc theo các đường phân lớp, nếu cũng có liên quan đến tỉ số hình dạng của sợi cao, là một đặc trưng của amiăng amphibol và do vậy nó có một giá trị chẩn đoán giá trị nào đó. Nếu một mẫu của kiểu này không thu được, thì sự nhận biết sợi vẫn còn chưa rõ ràng, vì thiếu một mẫu được công nhận có thể là hậu quả của sự định hướng không phù hợp liên quan tới chùm tia electron, hoặc sợi có thể là một loại khoáng nào đó.

Hình D.4 chỉ ra sơ đồ phân loại sợi được dùng cho các sợi nghi là amphibol. Sơ đồ này chỉ ra tất cả các đường phân loại có thể trong phép phân tích một sợi nghi là amphibol, khi được kiểm tra một cách có hệ thống bằng ED và EDXA. Có thể là theo hai đường, phụ thuộc vào hoặc cố gắng để đạt một phổ EDXA hoặc một mẫu ED định hướng ngẫu nhiên được tiến hành đầu tiên. Qui trình bình thường để phân tích một mẫu có nguồn gốc không rõ sẽ là kiểm tra sợi bằng ED định hướng ngẫu nhiên, định tính EDXA, định lượng EDXA và ED dọc trục, theo trình tự này. Sự phân loại sợi cuối cùng được ấn định sẽ được xác định hoặc bằng phép phân tích thành công ở mức độ đòi hỏi tối đa, hoặc bằng các hạn chế của thiết bị. Bất kể hạn chế nào của thiết bị mà ảnh hưởng đến chất lượng của các kết quả đều phải lưu ý. Ghi lại sự phân loại tối đa thu được cho mỗi sợi trên biểu mẫu đếm theo cột thích hợp. Các nhóm phân loại khác nhau có thể được phối hợp sau đó theo bất kỳ kiểu cách thức yêu cầu nào để tính toán nồng độ sợi. Bản ghi chép đầy đủ các kết quả thu được khi cố gắng xác định từng sợi cũng có thể được dùng để đánh giá lại các dữ liệu nếu cần thiết.

Trong mẫu chưa biết rõ, phép phân tích dọc trục sẽ được yêu cầu nếu sự có mặt của amphibol được khẳng định rõ ràng. Đối với mức độ của phép phân tích này, cố gắng để xây dựng sự phân loại của mỗi sợi nghi là amphibol theo nhóm ADQ bằng sự xem xét kỹ mẫu ED định hướng ngẫu nhiên và phổ EDXA.

TCVN 6502 : 1999

Thêm vào đó, kiểm tra ít nhất một sợi từ mỗi kiểu nghi ngờ là amphibol tìm được bằng các phương pháp dọc trục để khẳng định sự nhận dạng của chúng. Trong phần lớn các trường hợp, bởi vì thông tin hiện có về các nguồn có thể có amiăng trong vùng lân cận sát với địa điểm lấy mẫu không khí, một mức độ không rõ ràng nào đó về sự nhận dạng có thể được chấp nhận. Do đó, các mức độ thấp hơn của phân tích cũng có thể được chấp nhận trong những tình huống này.



Hình D. 4 – Sơ đồ phân loại sợi không có hình thái dạng ống

Phụ lục E

(quy định)

Sự xác định nồng độ sợi và bó sợi amiăng dài hơn 5 μm , và các sợi amiăng tương đương với PCM (kính hiển vi phản pha)

Để cho độ chính xác thống kê tăng lên và độ nhạy phân tích được cải thiện đối với các sợi và các bó sợi amiăng dài hơn 5 μm , có thể quyết định tiến hành đếm thêm các sợi tại độ phóng đại nhỏ hơn, chỉ tính đến các sợi và bó ở trong vùng kích thước này. Kết quả phải chỉ rõ là “số các sợi và bó amiăng dài hơn 5 μm ”. Với sự kiểm tra này, sử dụng độ phóng đại khoảng $\times 10\ 000$ và tiếp tục ấn định một mã hình thái học đối với mỗi phần tử theo các bước qui định trong phụ lục C. Chỉ ghi lại các sợi và bó sợi khi độ dài của chúng vượt quá 5 μm . Chỉ ghi các thành phần chùm và mạng khi chiều dài của chúng vượt 5 μm .

Cũng có thể tăng độ chính xác thống kê và cải tiến độ nhạy phân tích cho các phần tử sợi dài hơn 5 μm , với đường kính giữa 0,2 μm và 3,0 μm mà về mặt lịch sử chúng là cơ sở của sự đánh giá nguy cơ trong môi trường lao động (các sợi amiăng tương đương với PCM). Sử dụng độ phóng đại khoảng $\times 5\ 000$ lần cho sự đếm sợi mở rộng. Kết quả phải ghi rõ là “số sợi amiăng tương đương với PCM”. Phần tử amiăng ở trong dãy kích thước này không cần thiết sát nhập các sợi hoặc bó amiăng dài hơn 5 μm .

Tiếp tục sự kiểm tra mẫu được mở rộng đến khi 100 phần tử amiăng được đếm hoặc đến khi một diện tích đủ của tiêu bản được kiểm tra để đạt được độ nhạy phân tích đã yêu cầu được tính toán theo bảng 1. Các ô lưới được khảo sát phải được chia ra gần ngang bằng cho các lưới tiêu bản (tối thiểu là 2 lưới tiêu bản).

Chú thích

17 Diện tích tiêu bản tương ứng với diện tích của giấy lọc được kiểm tra trong các phương pháp đếm sợi bằng kính hiển vi pha tương phản là 0,785 mm^2 , tương đương xấp xỉ 100 ô lưới của 1 ô lưới 200 .

18 Một số tiêu chuẩn quốc gia yêu cầu các sợi amiăng được đếm là sợi dài hơn 2,5 μm , với đường kính nằm giữa 0,2 μm và 3,0 μm . Sử dụng độ phóng đại 5 000 lần để đếm các sợi ở trong khoảng kích thước này.

19 Tỷ số hình dạng tối thiểu cho định nghĩa của một sợi trong các phương pháp đếm sợi bằng kính hiển vi pha tương phản và trong một vài tiêu chuẩn quốc gia là 3/1. Sử dụng tỷ số hình dạng 3/1 cũng được phép trong tiêu chuẩn này, nếu tỷ số này được đề cập trong báo cáo kết quả.

Các báo cáo kết quả phải bao gồm tất cả các mục được liệt kê trong điều 11.

Phụ lục F

(quy định)

Tính toán kết quả

F.1 Khái quát

Các kết quả được tính toán theo các bước qui định dưới đây. Các kết quả có thể được tính toán thuận lợi hơn khi sử dụng một chương trình máy tính .

F.2 Kiểm tra sự phân bố đồng nhất của các phần tử sợi trên các ô kính hiển vi điện tử truyền dẫn (TEM)

Sự kiểm tra phải được tiến hành khi dùng phép thử sai số bình phương trung bình để xác định liệu các phần tử amiăng tìm thấy trên các ô lưới có được phân bố đồng nhất và ngẫu nhiên hay không. Nếu tổng số các phần tử tìm thấy trong k ô lưới là n , các diện tích của k ô lưới riêng là A_1 đến A_k , thì tổng diện tích của tiêu bản TEM được khảo sát là

$$A = \sum_{i=1}^{i=k} A_i$$

Một phần của tổng diện tích được khảo sát là đại diện cho diện tích của một ô riêng ký hiệu $p_i = A_i/A$. Nếu các phần tử được phân tán ngẫu nhiên và đồng đều trên k ô lưới được khảo sát thì số các phần tử dự tính rơi vào trong một ô lưới với diện tích A_i là np_i . Nếu số phần tử quan sát được tìm thấy trên ô đó là n_i , có công thức sau

$$x^2 = \sum_{i=1}^{i=k} \frac{(n_i - np_i)^2}{np_i}$$

Giá trị này phải được so sánh với các điểm có ý nghĩa của sự phân bố sai số bình phương, có $(k - 1)$ bậc tự do. Các mức có nghĩa thấp hơn 0,1 % có thể làm cho phép phân tích mẫu bị loại bỏ. Vì điều này ứng với sự lắng không đồng nhất. Nếu đếm các phần tử mà không làm kiểm tra này thì độ chính xác của kết quả sẽ không chắc chắn, và nếu các mẫu không khí mới không thể lấy được thì có thể khảo sát thêm các ô lưới khác hoặc là mẫu có thể được chuẩn bị bằng phương pháp gián tiếp.

F.3 Tính toán độ nhạy phân tích

Tính độ nhạy phân tích cần thiết S , biểu diễn bằng số phần tử trên lít, sử dụng phương trình sau

$$S = \frac{A_f}{k \cdot A_g \cdot V}$$

trong đó

TCVN 6502 : 1999

A_f là diện tích của giấy lọc thu mẫu, đơn vị là mm^2 ;

A_g là diện tích của ô lưới tiêu bản TEM, đơn vị mm^2 ;

k là số ô lưới được khảo sát;

V là thể tích của không khí đã lấy, đơn vị lít.

F.4 Tính toán trị số trung bình và khoảng tin cậy của nồng độ phần tử

Khi đếm phần tử được tiến hành theo tiêu chuẩn này, chỉ một số ô lưới trong tập hợp các ô lưới được khảo sát, và cần phải xác định trị số trung bình các phần tử trên ô lưới cho cả tập hợp dựa trên cơ sở đếm một số ít này. Khoảng trung bình của mẫu với 95 % độ tin cậy cũng cần phải chứa số trung bình của tập hợp.

F.4.1 Tính toán nồng độ trung bình các phần tử

Tính nồng độ trung bình các phần tử C , biểu diễn bằng số phần tử trên lít, sử dụng phương trình sau

$$C = Sn$$

trong đó

S là độ nhạy phân tích, biểu diễn bằng số phần tử /lít;

n là tổng số các phần tử tìm thấy trên tất cả các ô lưới được khảo sát.

F.4.2 Tính toán khoảng tin cậy

Sự phân bố của các phần tử trên các ô lưới theo lý thuyết xấp xỉ tới sự phân bố Poisson. Bởi vì sự tập hợp các sợi và ảnh hưởng nhận dạng phụ thuộc vào kích thước, nên các dữ liệu đếm phần tử thực tế thường không tuân theo sự phân bố Poisson, đặc biệt các số phần tử nhiều. Giả thiết rằng các dữ liệu đếm phần tử được phân bố theo sự phân bố Poisson do đó có thể dẫn đến các khoảng tin cậy hẹp hơn là được lý giải bằng dữ liệu. Hơn nữa, nếu sự phân bố Poisson được thừa nhận, thì phương sai chỉ có liên quan tới tổng số các phần tử được đếm. Do vậy, sự đếm phần tử riêng diễn ra trên một ô lưới được coi là có cùng khoảng tin cậy giống như khoảng tin cậy cho cùng số phần tử tìm thấy trên nhiều ô lưới. Tuy nhiên, diện tích của mẫu được đếm thực tế rất nhỏ so với tổng diện tích của giấy lọc và vì lý do này các phần tử phải được đếm ít nhất là trên bốn ô lưới lấy từ các diện tích khác nhau của giấy lọc để đảm bảo rằng một sự đánh giá đại diện của sự lắng đọng đã được tiến hành.

Lúc số phần tử nhiều thì có đủ số phần tử trên một ô lưới cho phép đánh giá phương sai của mẫu thử, sự phân bố có thể là gần với phân bố Gauss có các giá trị độc lập với giá trị trung bình và phương sai.

Khi sự đánh giá phương sai của mẫu thử lớn hơn theo giả thiết là phân bố Poisson thì dùng phép thống kê Gauss có phương sai được xác định bằng các dữ liệu thực tế là phương pháp phù hợp nhất để tính các khoảng tin cậy.

Lúc số phần tử ít thì không thể đánh giá phương sai của mẫu thử tin cậy được, và sự phân bố cũng trở thành không đối xứng nhưng không phải là phân bố Poisson. Với 30 phần tử và thấp hơn thì sự phân bố

trở nên không đối xứng để phù hợp với sự phân bố Gauss và sự đánh giá phương sai của mẫu thử là không đáng tin cậy. Vì thế nếu đếm được dưới 31 phần tử thì phải coi là phân bố Poisson để tính các khoảng tin cậy.

F.4.3 Thí dụ về sự tính toán các khoảng tin cậy với xác suất 95% theo phân bố Poisson

Với tổng số đếm phần tử nhỏ hơn 4, giới hạn tin cậy dưới với xác suất 95 % tương ứng với nhỏ hơn một phần tử. Do vậy, không có ý nghĩa khi nói đến các điểm của khoảng tin cậy dưới cho sự đếm các phần tử nhỏ hơn bốn, và kết quả phải được ghi lại là “nhỏ hơn” giới hạn tin cậy trên ứng với một phía với xác suất 95 % theo phân bố Poisson như sau:

0 phần tử = 2,99 lần độ nhạy phân tích;

1 phần tử = 4,74 lần độ nhạy phân tích;

2 phần tử = 6,30 lần độ nhạy phân tích;

3 phần tử = 7,75 lần độ nhạy phân tích.

Đối với tổng số đếm lớn hơn bốn, khoảng tin cậy 95 % phải được tính toán khi dùng các giá trị được đưa ra trong bảng F.1. Bảng F.1 đưa ra giới hạn trên và dưới của khoảng tin cậy với xác suất 95% theo phân bố Poisson hai phía.

F.4.4 Thí dụ về sự tính toán các khoảng tin cậy với xác suất 95 % theo phân bố Gauss

Tính toán sự đánh giá phương sai so sánh của mẫu thử khi dùng phương trình sau:

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^{i=k} (n_i - np_i)^2}{(k-1)}$$

trong đó

n_i là số phần tử trên ô lưới thứ i ;

n là tổng số phần tử tìm trên k ô lưới;

p_i là một phần của tổng diện tích được khảo sát mà đại diện là ô lưới thứ i ;

k là số ô lưới được khảo sát.

Nếu giá trị trung bình của phần tử được tính là n , thì các giá trị trên và dưới của khoảng tin cậy với xác suất 95 % theo phân bố Gauss được cho là:

$$L_u = \frac{n}{k} + \frac{ts}{\sqrt{k}} \quad \text{và} \quad L_i = \frac{n}{k} - \frac{ts}{\sqrt{k}}$$

trong đó

L_u là giới hạn tin cậy trên với xác suất 95 %;

L_i là giới hạn tin cậy dưới với xác suất 95 %;

TCVN 6502 : 1999

n là tổng số phần tử trong tất cả các ô lưới được khảo sát ;

t là giá trị của phép thử Student (xác suất 0,975 với $k - 1$ bậc tự do);

s là độ lệch chuẩn (căn bậc hai của phương sai);

k là số ô lưới được khảo sát.

F.4.5 Tóm tắt qui trình tính toán các kết quả

Trong bảng tóm tắt, các dữ liệu đếm phần tử phải được tính như sau:

Không có phần tử nào được phát hiện

Nồng độ phần tử phải được thông báo là nhỏ hơn nồng độ tương đương của giới hạn cận tin cậy trên một phía với xác suất 95 % theo sự phân bố Poisson. Nồng độ này bằng 2,9 lần độ nhạy phân tích.

Từ một tới ba phần tử

Khi một đến ba phần tử được đếm, thì kết quả phải được thông báo là nhỏ hơn nồng độ tương ứng với cận tin cậy trên một phía với xác suất 95 % theo sự phân bố Poisson. Đó là:

1 phần tử = 4,74 lần độ nhạy phân tích

2 phần tử = 6,30 lần độ nhạy phân tích

3 phần tử = 7,75 lần độ nhạy phân tích.

Từ bốn đến 30 phần tử

Nồng độ phần tử trung bình và các khoảng tin cậy 95 % phải được thông báo trên cơ sở cho là phân bố Poisson, sử dụng các giá trị đưa ra trong bảng F.1.

Nhiều hơn 30 phần tử

Khi nhiều hơn 30 phần tử đếm được, cả hai khoảng tin cậy 95 % Gauss và Poisson đều phải được tính toán. Độ rộng của hai khoảng tin cậy này phải được sử dụng để biểu diễn độ chính xác của nồng độ phần tử. Khi khoảng tin cậy Gauss 95 % được chọn để thông báo dữ liệu, thì khoảng tin cậy 95 % Poisson cũng phải được đề cập đến.

F.5 Tính độ dài, rộng của phần tử và sự phân bố tỉ số hình dạng

Mọi sự phân bố đều gắn với chuẩn logarit, và do đó các quãng thời gian gộp lại một loại kích cỡ để tính sự phân bố phải được đặt vào thang logarit. Các đặc trưng khác được yêu cầu để chọn các quãng thời gian gộp lại một loại kích cỡ là chúng phải cho đủ số các loại kích cỡ, trong khi vẫn giữ được số phần tử có giá trị thỏa mãn trong mỗi loại. Sự giải thích cũng dễ dàng nếu mỗi loại kích cỡ lặp lại 10 lần, và nếu 5 μm là giới hạn của mỗi loại kích cỡ. Tỉ số lớp này so với lớp tiếp là 1,268 là thỏa mãn tất cả những yêu cầu này và giá trị này phải được sử dụng. Những phân bố gắn với chuẩn logarit khi biểu diễn bằng sơ đồ đều phải vẽ bằng cách dùng thang logarit làm trục tung và trục hoành là theo Gauss.

F.5.1 Tính sự phân bố số tích lũy chiều dài của phần tử

Sự phân bố này cho phép một phần của toàn bộ số phần tử ngắn hoặc dài hơn một độ dài đã cho được xác định. Nó được tính bằng dùng phương trình sau:

$$C(P)_k = \frac{\sum_{i=1}^{i=k} n_i}{\sum_{i=1}^{i=p} n_i} \times 100$$

trong đó

$C(P)_k$ là phần trăm số tích lũy của các phần tử có chiều dài nhỏ hơn giới hạn trên của lớp thứ k ;

n_i là số phần tử trong lớp có chiều dài thứ i ;

p là tổng số các lớp chiều dài.

F.5.2 Tính sự phân bố tích lũy chiều rộng của phần tử

Sự phân bố này cho phép một phần của tổng số phần tử hẹp hoặc rộng hơn một bề rộng đã cho được xác định. Nó được tính theo cách tương tự đã dùng trong F.5.1, nhưng sử dụng các bề rộng của phần tử.

F.5.3 Tính sự phân bố số tích lũy dùng tỉ số hình dạng của phần tử

Sự phân bố này cho phép một phần của tổng số phần tử có các tỉ số hình dạng nhỏ hơn hoặc lớn hơn một tỉ số hình dạng đã cho được xác định. Nó được tính theo cách tương tự như đã dùng trong F.5.1 nhưng sử dụng các tỉ số hình dạng của phần tử.

**Bảng F.1 – Các giới hạn dưới và trên của khoảng tin cậy của phép đếm
với xác suất 95 % theo phân bố Poisson**

| Số đếm phần tử | Giới hạn dưới | Giới hạn trên | Số đếm phần tử | Giới hạn dưới | Giới hạn trên | Số đếm phần tử | Giới hạn dưới | Giới hạn trên |
|-------------------|------------------|---------------------|-------------------|------------------|------------------|-------------------|------------------|------------------|
| 0 | 0 | 3,689 ¹⁾ | 46 | 33,678 | 61,358 | 92 | 74,164 | 112,83 |
| 1 | 0,025 | 5,572 | 47 | 34,534 | 62,501 | 93 | 75,061 | 113,94 |
| 2 | 0,242 | 7,225 | 48 | 35,392 | 63,642 | 94 | 75,959 | 115,04 |
| 3 | 0,619 | 8,767 | 49 | 36,251 | 64,781 | 95 | 76,858 | 116,14 |
| 4 | 1,090 | 10,242 | 50 | 37,112 | 65,919 | 96 | 77,757 | 117,24 |
| 5 | 1,624 | 11,669 | 51 | 37,973 | 67,056 | 97 | 78,657 | 118,34 |
| 6 | 2,202 | 13,060 | 52 | 38,837 | 68,192 | 98 | 79,557 | 119,44 |
| 7 | 2,814 | 14,423 | 53 | 39,701 | 69,326 | 99 | 80,458 | 120,53 |
| 8 | 3,454 | 15,764 | 54 | 40,567 | 70,459 | 100 | 81,360 | 121,66 |
| 9 | 4,115 | 17,085 | 55 | 41,433 | 71,591 | 110 | 90,400 | 132,61 |
| 10 | 4,795 | 18,391 | 56 | 42,301 | 72,721 | 120 | 99,490 | 143,52 |
| 11 | 5,491 | 19,683 | 57 | 43,171 | 73,851 | 130 | 108,61 | 154,39 |
| 12 | 6,201 | 20,962 | 58 | 44,041 | 74,979 | 140 | 117,77 | 165,23 |
| 13 | 6,922 | 22,231 | 59 | 44,912 | 76,106 | 150 | 126,96 | 176,04 |
| 14 | 7,654 | 23,490 | 60 | 45,785 | 77,232 | 160 | 136,17 | 186,83 |
| 15 | 8,396 | 24,741 | 61 | 46,658 | 78,357 | 170 | 145,41 | 197,59 |
| 16 | 9,146 | 25,983 | 62 | 47,533 | 79,482 | 180 | 154,66 | 208,33 |
| 17 | 9,904 | 27,219 | 63 | 48,409 | 80,605 | 190 | 163,94 | 219,05 |
| 18 | 10,668 | 28,448 | 64 | 49,286 | 81,727 | 200 | 173,24 | 229,75 |
| 19 | 11,440 | 29,671 | 65 | 50,164 | 82,848 | 210 | 182,56 | 240,43 |
| 20 | 12,217 | 30889 | 66 | 51,042 | 83,969 | 220 | 191,89 | 251,10 |
| 21 | 13,00 | 32,101 | 67 | 51,922 | 85,088 | 230 | 201,24 | 261,75 |
| 22 | 13,788 | 33,309 | 68 | 52,803 | 86,207 | 240 | 210,60 | 272,39 |
| 23 | 14,581 | 34,512 | 69 | 53,685 | 87,324 | 250 | 219,97 | 283,01 |
| 24 | 15,378 | 35,711 | 70 | 54,567 | 88,441 | 260 | 229,36 | 293,62 |
| 25 | 16,178 | 36,905 | 71 | 55,451 | 89,557 | 270 | 238,75 | 304,23 |
| 26 | 16,983 | 38,097 | 72 | 56,335 | 90,673 | 280 | 248,16 | 314,82 |
| 27 | 17,793 | 39,284 | 73 | 57,220 | 91,787 | 290 | 257,58 | 325,39 |
| 28 | 18,606 | 40,468 | 74 | 58,106 | 92,901 | 300 | 267,01 | 335,96 |
| 29 | 19,422 | 41,649 | 75 | 58,993 | 94,014 | 310 | 276,45 | 346,52 |
| 30 | 20,241 | 42,827 | 76 | 59,880 | 95,126 | 320 | 285,90 | 357,08 |
| 31 | 21,063 | 44,002 | 77 | 60,768 | 96,237 | 330 | 295,36 | 367,62 |
| 32 | 21,888 | 45,175 | 78 | 61,657 | 97,348 | 340 | 304,82 | 378,15 |
| 33 | 22,715 | 46,345 | 79 | 62,547 | 98,458 | 350 | 314,29 | 388,68 |
| 34 | 23,545 | 47,512 | 80 | 63,437 | 99,567 | 360 | 323,77 | 399,20 |
| 35 | 24,378 | 48,677 | 81 | 64,3238 | 100,68 | 370 | 333,26 | 409,71 |
| 36 | 25,213 | 49,840 | 82 | 65,219 | 101,79 | 380 | 342,75 | 420,22 |
| 37 | 26,050 | 51,000 | 83 | 66,111 | 102,90 | 390 | 352,25 | 430,72 |
| 38 | 26,890 | 52,158 | 84 | 67,003 | 104,00 | 400 | 361,76 | 441,21 |
| 39 | 27,732 | 53,315 | 85 | 67,897 | 105,11 | 410 | 371,27 | 451,69 |
| 40 | 28,575 | 54,469 | 86 | 68,790 | 106,21 | 420 | 380,79 | 462,18 |
| 41 | 29,421 | 55,622 | 87 | 69,684 | 107,32 | 430 | 390,32 | 472,65 |
| 42 | 30,269 | 56,772 | 88 | 70,579 | 108,42 | 440 | 390,85 | 483,12 |
| 43 | 31,119 | 57,921 | 89 | 71,474 | 109,53 | 450 | 400,38 | 493,58 |
| 44 | 31,970 | 59,068 | 90 | 72,370 | 110,63 | 460 | 418,92 | 504,04 |
| 45 | 32,823 | 60,214 | 91 | 73,267 | 111,73 | 470 | 428,47 | 514,50 |

¹⁾ Giới hạn tin cậy trên một phía với xác suất 95 % đối với 0 phần tử là 2,99.

Phụ lục G

(tham khảo)

Các chương trình lấy mẫu không khí

G.1 Khái quát

Một phần quan trọng của chương trình lấy mẫu là chỉ ra được mục đích của chương trình lấy mẫu. Một số lượng đầy đủ các mẫu cần được thu thập sao cho vị trí thật đặc trưng cho độ chính xác và độ đúng mong muốn, và cũng đảm bảo rằng các giấy lọc mẫu được tải thích hợp đối với phép phân tích TEM có được từ tất cả các vị trí lấy mẫu.

G.2 Thu thập mẫu không khí ở môi trường bên ngoài

Các điều kiện thời tiết hạn chế khả năng thu các mẫu không khí thích hợp ở môi trường ngoài và bất cứ khi nào có thể, việc lấy mẫu nên thực hiện ở điều kiện gió yếu và độ ẩm thấp. Ghi lại chi tiết điều kiện thời tiết, tốc độ gió và hướng gió trong thời gian lấy mẫu. Tất cả những thông tin sẵn có liên quan đến địa hình khu vực, các loại và vị trí các nguồn cần được ghi lại.

Lấy mẫu nhiều điểm tuần tự là cần thiết để đưa ra đặc tính đầy đủ của các vị trí phức tạp và các nguồn. Khuyến nghị là các mẫu phức tạp được lấy ở vị trí ngược gió và xuôi gió, có ít nhất là 2 mẫu xuôi chiều gió và dự tính theo kinh nghiệm sẽ có nồng độ trong không khí là tối đa. Phải ghi lại cẩn thận các vị trí lấy mẫu.

G.3 Thu thập mẫu không khí trong nhà

Các mẫu không khí thường được thu thập bên trong các tòa nhà nơi có các vật liệu xây dựng có chứa amiăng để xác định liệu các vật liệu này có góp phần vào nồng độ sợi amiăng trong không khí trong nhà hay không? Các vị trí tối ưu để thu thập các mẫu không khí chỉ có thể được xác định sau khi khảo sát đầy đủ công trình để xây dựng các mô hình khí động. Các mẫu phức tạp cần phải được thu thập ở khu vực có các vật liệu xây dựng amiăng và các mẫu kiểm chứng phải lấy ở khu vực kề sát nơi mà hy vọng không có sợi amiăng trong không khí. Các đường không khí vào của các hệ thống điều hòa không khí thường được sử dụng làm vị trí lấy mẫu cho các mẫu kiểm chứng. Bất cứ lúc nào có thể, các mẫu tĩnh nên lấy một thời gian hơn bốn giờ trong điều kiện hoạt động bình thường ở trong nhà, với tốc độ bề mặt khoảng từ 4 cm/s đến 25 cm/s.

Phụ lục H

(tham khảo)

Các phương pháp loại bỏ các sợi thạch cao

Các sợi thạch cao thường được tìm thấy trong các hạt bụi không khí thu thập được ở trong nhà và môi trường đô thị, và đặc biệt là trong các mẫu thu thập nơi mà công việc phá hủy hoặc xây dựng đang diễn ra. Các sợi được giải phóng dễ dàng khi các sản phẩm xi măng và vữa trát tường bị phá vỡ. Trong một số trường hợp, các hạt canxit hoặc dolomit thu thập được trên một giấy lọc không khí có thể phản ứng với SO₂ trong không khí tạo nên các sợi thạch cao dài. Các sợi thạch cao có thể làm tăng số đếm sợi cao lên khi đếm bằng cả kính hiển vi quang học và điện tử. Các sợi thạch cao thường dài từ 2 µm – 6 µm với các tỉ số hình dạng lớn hơn 10/1. Đôi khi các sợi này xuất hiện giống các sợi amiăng amphibol và trong một vài mẫu chúng có thể có hình dạng rất giống chrysotil. ở TEM các sợi lớn hơn có độ tương phản cao và ở độ phóng đại cao thường thể hiện hình dạng vân đốm đặc thù thay đổi lúc chiếu chùm điện tử. Một số sợi thạch cao tuy nhiên không dễ dàng phân biệt với amiăng mà không cần có sự kiểm tra bằng EDXA. Các tiêu bản TEM chứa nhiều sợi thạch cao như vậy đòi hỏi tăng thêm thời gian kiểm tra trong TEM bởi vì cần thiết kiểm tra mỗi một sợi này bằng EDXA trước khi nó bị bỏ đi.

Có thể loại bỏ các sợi thạch cao một cách có lựa nhờ sự chiết bằng nước. Một đĩa rửa Jaffe (7.3.7) hoặc máy ngưng tụ (7.3.5) cần được chuẩn bị, nhưng sử dụng nước (6.1) làm dung môi. Các tiêu bản TEM được chuẩn bị trước đó và kiểm tra ban đầu trong TEM phải được đặt trong đĩa rửa cho phép hòa tan các sợi. Nếu sử dụng đĩa rửa Jaffe, thời gian xử lý có thể giảm xuống bằng cách đun nóng đĩa rửa tới 90 – 100 °C trong vài phút. Nếu sử dụng máy rửa ngưng tụ, các sợi thạch cao sẽ bị hòa tan bằng cách xử lý trong 10 phút. Hiệu quả của phép xử lý này là loại bỏ các sợi thạch cao, để lại các phiên bản cacbon (7.3.11) được phân biệt dễ dàng với các sợi amiăng.

Chú thích 20 – Qui trình này cần được sử dụng chỉ khi sự kiểm tra các lưới tiêu bản TEM chưa xử lý cho thấy là các sợi thạch cao là cách biệt với các sợi amiăng có mặt. Có thể xảy ra việc mất các sợi amiăng do qui trình này nếu các mạng thạch cao và amiăng bị tiếp xúc với nhau.

Phụ lục J

(Tham khảo)

Tài liệu tham khảo

- [1] Hiệp hội quốc tế amiăng (1979): Phương pháp tham khảo dùng để xác định nồng độ sợi amiăng ở nơi làm việc bằng kính hiển vi trường sáng (phương pháp lọc màng) AIA. Sách an toàn và sức khỏe, phương pháp phân tích khuyến nghị số 1 (RTM1) hiệp hội quốc tế amiăng 68 cung điện Gloucester London, W1H 3HL, Anh.
- [2] Bradley D.E (1961): Các kỹ thuật mẫu và các kỹ thuật tương tự trong các kỹ thuật cho kính hiển vi điện tử. Tài liệu khoa học Blackwell, Alden, Oxford D.H.Kay (Ed), trang 96-152
- [3] Burdett, G.J và Rood, A.P. (1982): Giấy lọc màng, kỹ thuật chuyển trực tiếp cho phép phân tích các sợi amiăng hoặc các hạt bằng kính hiển vi điện tử truyền dẫn, Khoa học, Công nghệ, Môi trường 17, trang 643-648.
- [4] Campbell W.J, Blake, R.L, Brown, L.L, Cather, E.E và Sjoberg, J.J (1977): Chọn lựa các khoáng chất silicate và các biến đổi dạng amiăng của chúng. Các định nghĩa khoáng chất học và các đặc tính nhận dạng. Bản thông báo thông tin 8751.
- [5] Chatfield, E.J (1986): Các đo đạc amiăng nơi làm việc và môi trường xung quanh trong: kính hiển vi điện tử về sức khỏe môi trường và nghề nghiệp (S. Basu và J.R.Millette Eds) phiên họp toàn thể New York trang 149-186
- [6] Chatfield, E.J (nhà xuất bản) 1987: Đo đạc sợi amiăng trong môi trường kiến trúc. Tổ chức nghiên cứu Ontario. Hội đồng nghiên cứu Sheridanparll Mississauga ontario canada L5K, 1B3.
- [7] Chatfield, E.J và Lewis, G.M (1980): Phát triển và áp dụng của kỹ thuật phân tích cho đo đạc các sợi amiăng trong khoáng mica trong kính hiển vi điện tử quét /1980/I, (O.Johari, ED) SEM Inc.
- [8] Cliff, G. và Lorimer, G.W (1975): Phân tích số lượng các tiêu bản mỏng tạt chỉ của kính hiển vi 103 trang 103-107
- [9] Deer, W.A., Howie, R.A. và Zussmar (1963): Các khoáng chất hình thành từ đá Longmans London
- [10] Đăng ký Liên bang (1987): Các chất liệu chứa amiăng trong các trường học Ban Bảo vệ môi trường tập 42 số 210, 30 tháng 10 năm 1987 trang 41826-41905
- [11] Gard, J.A. (chủ bút) (1971): Điều tra quang điện tử về đất sét. 41 Queen Gate London S.W.7.
- [12] Gaze, R.(1965): Cấu trúc vật lý và phân tử của amiăng biên niên sử của Viện hàn lâm khoa học New York tập 132 trang 23-30.
- [13] Hawthorne F.C (1983): Học học tinh thể của amphibole, nhà khoáng vật học Canada tập 21 phần 2 trang 173-480

TCVN 6502 : 1999

- [14] Hirsch P.D. Howie, A, Nicholson, R.B, Pashley, D.W. và Whelan, M.J (1965): Các tinh thể mảnh trên kính hiển vi điện tử. Butterworths, London, trang 18-23.
- [15] Hollahan, J.R. và Bell, A.T (chủ bút) (1974): Các kỹ thuật và áp dụng của hóa học plasma
- [16] Trung tâm quốc tế về số liệu nhiễu xạ (1978): Tài liệu nhiễu xạ bột. Trung tâm quốc tế về số liệu nhiễu xạ 1606 công viên Lane, Swarthmore, Pennsylvania 19081, Mỹ.
- [17] Hiệp hội khoáng học quốc tế (1978): Thuật ngữ của amphibole (biên soạn bởi B.E. Leake, nhà khoáng vật học Canada tập 60 trang 501
- [18] Tổ chức tiêu chuẩn quốc tế (1993): ISO 8672:1993 chất lượng không khí xác định nồng độ số lượng sợi vô cơ lơ lửng bằng kính hiển vi quang học tương phản pha – phương pháp lọc màng
- [19] Jaffe M.S. (1948): Xử lý và rửa các tấm dưỡng để vẽ. J. áp dụng vật lý, 19, trang 1187.
- [20] Joy, D.C, Romig, Jr. và Golstein, J.I (chủ bút) các nguyên tắc của kính hiển vi điện tử phân tích. Phiên họp toàn thể, New York và London.
- [21] Ledoux, BL (chủ bút) (1979): Khóa ngắn hạn về các kỹ thuật khoáng chất học của sự xác định amiang. Hiệp hội Khoáng chất học Canada. Khoa khoáng chất học bảo tàng Ontario hoàng gia. 100 Queen's
- [22] Levadie, B. (chủ bút) (1984): Các định nghĩa về amiăng các các silicat liên quan đến sức khỏe khác. Tài liệu kỹ thuật đặc biệt ASTM 834 xã hội học Mỹ về thí nghiệm và các vật chất 1916 phố Race, Philadelphia, Pennsylvania 19103 Mỹ.
- [23] Michael, J.R và Williams, D.B (1987): Định nghĩa thích hợp về thăm dò kích thước và giải pháp không gian trong kính hiển vi điện tử phân tích. J.Mic, 147 trang 189-303
- [24] Michaels L và Chissick, S.S (chủ bút) 1979: Amiăng Các đặc tính, các áp dụng và các tác hại tập 1 Wiley, New York
- [25] ấn phẩm đặc biệt về các tiêu chuẩn của cục quốc gia 506 (1978): Hội thảo về amiăng các định nghĩa và các phương pháp đo đạc U.S văn phòng in ấn chính phủ Washington D.C 2040L
- [26] ấn phẩm đặc biệt về các tiêu chuẩn của cục quốc gia 619 (1982): Các tiêu chuẩn amiăng Vật liệu và các phương pháp phân tích U.S văn phòng in ấn chính phủ Washington D.C 20402
- [27] Viện quốc gia về an toàn và sức khỏe nghề nghiệp (1989): NIOSH phương pháp 7400 bản hiệu đính số 3 15/5/89 Cục dịch vụ con người và sức khỏe. Dịch vụ sức khỏe công cộng Trung tâm kiểm soát bệnh NIOSH 4676 Park way colombia Ohio 45226 Mỹ.
- [28] Việc quốc gia về an toàn và sức khỏe nghề nghiệp 1989 phương pháp 7402 NIOSH bản hiệu đính 1 15/5/89 Cục dịch vụ con người và sức khỏe Mỹ. Dịch vụ sức khỏe công cộng trung tâm kiểm soát bệnh NIOSH 4676 Park way colombia Ohio 45226 Mỹ.
- [29] Natrella, M.G (1966): Các thống kê thực nghiệm cục quốc gia về cảm nang các tiêu chuẩn 1991 Mỹ văn phòng in ấn chính phủ Washington D.C 20402

- [30] ORI12, L.W, và ISOM, B.L 1974 kỹ thuật chuyển cho mẫu giấy lọc màng của kính hiển vi điện tử. Báo cáo thường kỳ hiệp hội các nhà vệ sinh công nghiệp phương pháp Mĩ 35,7, trang 423-425.
- [31] Pearson E.S và Hartley, H.Q (1958): Bảng sinh trắc học cho các nhà thống kê tập 1 sách báo của đại học Cambridge 32 East 57th New York N.Y.22 Mĩ
- [32] Rhoades B.L (1976): Kỹ thuật máy tính Xident-A cho chỉ số trực tiếp của hình nốt nhiều xạ điện tử báo cáo nghiên cứu 70/76. Khoa máy cơ học Đại học Cantenbury christchurch Newzealand
- [33] Ring, S.T (1980): Nhận dạng các sợi amphibole bào gồm amiăng , sử dụng hình nhiễu xạ điện tử thông thường trong các áp dụng tia X và kính hiển vi điện tử cho phép phân tích sức khỏe nghề nghiệp và môi trường (Ed, P.A. Rusell) tập II, Ann Arbor Press, Ann Arbor Chichigan 48106 Mĩ
- [34]
- [35] Small, J.A. Heinrich, K.F.J., Newbury, D.E. và Myklebust, R.L (1979): Tiến trình phát triển của phương pháp pic – nền cho phép phân tích số lượng các hạt đơn với đầu dò điện tử. kính hiển vi điện tử quét /1979/II, (O.Johari, Ed.). SEM Inc., AMF O'Hare, Chicago, IlliKhôngis 60666 Mĩ
- [36] Small, J.A, Steel, E.B và Sheridan, P.J (1985): Các tiêu chuẩn phân tích cho phép phân tích amiăng chrysotile trong môi trường xung quanh.
- [37] Smith, J.E và Jordan, M.L (1964): Giải thích đồ thị và toán học củacho phép phân tích sự phân tán kích thước hạt J.Colloid Science, 19, trang 549-559.
- [38] Spunnry, K.R., Stober, H., Opelia, H. và Weiss, G. (1979): Trên cơ sở đánh giá các hạt hay sợi trong môi trường xung quanh xa cách. Khoa học về môi trường toàn bộ /1979/II trang 1-40.
- [39] Spurny, K.R (chủ bút) (1986) đặc tính vật lý và hóa học của các hạt lơ lửng riêng biệt Wiley, New York.
- [40] Steel, E.B., và Small J.A (1985): Độ đúng của kính hiển vi điện tử truyền dẫn cho phép phân tích amiăng ở các môi trường xung quanh. Hóa phân tích 57 trang 209-213.
- [41] Steel, E.B và Wylie, A (1981): Các đặc tính khoáng chất lọc của amiăng trong địa chất học của lắng amiăng (P.H. Riorden, bd) SME-AIME, trang 93-101.
- [42] Wenk, H.R (chủ bút) (1976): Kính hiển vi điện tử trong khoáng chất học Springer-Vergla, New York
- [43] Yada, K. (1967): Nghiên cứu amiăng chrysotile bằng kính hiển vi điện tử độ phân giải cao. Đồ thị tinh thể học amiăng, 23, trang 704-707
- [44] Zussman, J (1979): Khoáng vật học amiăng trong amiăng, các đặc tính, các áp dụng và các tác hại John Wiley và Sons, trang 45-67.