

ДОДАТОК 5.2.D (обов'язковий). Критерії підрахунку структур.

D.1 Загальні положення

Крім окремих волокон, у пробах повітря часто трапляються інші скупчення частинок і волокон. Скупчення азбестових волокон і частинок, які називають «азбестові структури», визначають як пучки волокон, кластери та матриці. Числовий результат дослідження на ТЕМ значною мірою залежить від того, чи аналітик розглядає таке скупчення волокон як єдину сутність, чи як оцінену кількість окремих волокон, що утворюють скупчення. Тому важливо визначити логічну систему критеріїв підрахунку, щоб інтерпретація цих складних структур була однаковою для всіх аналітиків і щоб числовий результат мав сенс. Встановлення конкретних критеріїв підрахунку структур зазвичай потребує певної інтерпретації, частково на підставі непевних даних про вплив на здоров'я, щодо кожної знайденої азбестової структури. Цей стандарт не має на меті подавати будь-які інтерпретації, що ґрунтуються на впливі на здоров'я, і передбачає чітке розділення між записом даних підрахунку структур та їх подальшою інтерпретацією. Система кодування, надана в цьому стандарті, дає можливість чітко описати морфологію структур у стислому вигляді, придатному для подальшої інтерпретації, за потреби, за різними критеріями, без необхідності повторного розгляду зразків. Зокрема, система кодування призначена для фіксації розмірів кожної складної волокнистої структури, а також для зазначення, чи містять ці структури волокна завдовжки понад 5 мкм. Такий підхід дає змогу згодом оцінювати дані з урахуванням респіраційної здатності частинок та порівнювати їх з історичними показниками впливу азбесту. Приклади різних типів морфологічних структур і спосіб їх фіксації наведено на рисунку D.1.

D.2 Визначення структур та оброблення

D.2.1 Загальні положення

Кожну волокнисту структуру, що є окремою одиницею, потрібно позначати як первинну структуру. Кожну первинну структуру потрібно позначати як волокно, пучок, кластер або матрицю. Ці структури розглядають у D.2.2–D.2.9.

D.2.2 Волокно

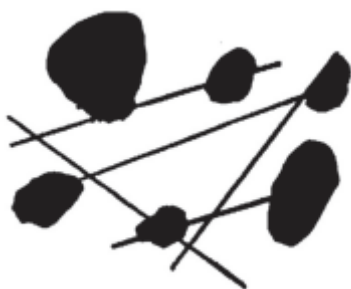
Будь-яку частинку з паралельними або ступінчастими боками, мінімальної довжини 0,5 мкм і співвідношенням сторін 5:1 чи більше визначають як волокно. Для азбесту хризотилу окремий фібрил визначають як волокно. Волокно зі ступінчастими сторонами має бути віднесене до ширини, що дорівнює середньому значенню мінімальної та максимальної ширини. Це середнє значення використовують як ширину для визначення співвідношення сторін.

D.2.3 Пучок

Групу з візуально з'єднаних паралельних волокон визначають як пучок, при цьому ширина дорівнює оцінці середньої ширини пучка, а довжина — максимальної довжини структури. Загальне співвідношення сторін пучка може бути будь-яким, за умови, що він містить окремі волокна зі співвідношенням сторін 5:1 чи більше. Пучки можуть мати розбіжні волокна на одному чи обох кінцях. Пучок може складатися з нерозкритих волокон, у яких фібрили ніколи не були відокремлені, або з паралельного скупчення фібрил, які зійшлися разом і в яких жодна фібрила не простягається на всю довжину пучка.



с) Дисперсний скупчення (тип D) d) Компактне скупчення (тип C)



е)
(тип C)

f) Дисперсна матриця (тип D)

Компактна матриця



Рисунок D.1 — Основні типи морфологічних структур

D.2.4 Скупчення

Сукупність двох чи більше хаотично орієнтованих волокон, з пучками або без них, визначають як скупчення. Скупчення бувають двох різновидів:

а) розсіяне скупчення (тип D): розсіяна й відкрита мережа, в якій принаймні одне з окремих волокон або пучків можна ідентифікувати окремо та виміряти його розміри;

б) компакте скупчення (тип C): складна й щільно зв'язана мережа, в якій один чи обидва кінці кожного окремого волокна чи пучка закриті, внаслідок чого розміри окремих волокон і пучків не можна однозначно визначити.

На практиці можуть траплятися скупчення, в яких є характеристики обох типів скупчень в одній структурі. У таких випадках структура має належати до розсіяного скупчення, після чого застосовувати логічну процедуру, фіксуючи складники структури згідно з критеріями підрахунку. Приклади оброблень скупчень наведено на рисунку D.2.

D.2.5 Матриця

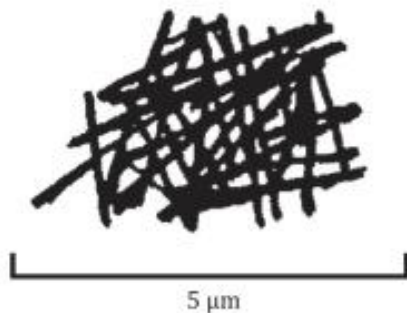
Одне чи більше волокон або пучків волокон можуть бути прикріплені або частково приховані окремою частинкою чи групою нефіброзних частин, що перекриваються. Таку структуру визначають як матрицю. Зображення TEM не розрізняє частинок, прикріплених до волокон, і тих, що випадково перекрилися на зображенні TEM. Тому невідомо, чи є така структура фактично складною частиною, чи вона утворилася внаслідок простого перекриття частинок і волокон на фільтрі.

Оскільки структура матриці може містити більше ніж одне волокно, важливо чітко визначити, як рахувати матриці. Матриці мають різні характеристики, й можна визначити два типи:

а) розсіяна матриця (тип D): структура, що складається з частинки або пов'язаних між собою частинок, з перекривними чи прикріпленими волокнами або пучками, в якій принаймні одне з окремих волокон або пучків можна ідентифікувати окремо та виміряти його розміри;

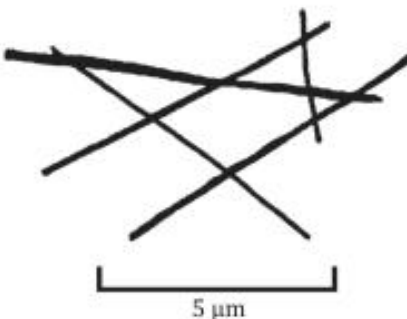
б) компактна матриця (тип C): структура, що складається з частинки або пов'язаних між собою частинок, у яких волокна або пучки видно або всередині структури, або такі, що виступають з неї, внаслідок чого розміри окремих волокон і пучків не можна однозначно визначити.

На практиці можуть траплятися матриці, що мають характеристики обох типів у тій самій структурі. У такому разі структура має належати до розсіяної матриці, після чого застосовувати логічну процедуру, фіксуючи складники структури згідно з критеріями підрахунку. Приклади процедури, яку потрібно застосовувати, наведено на рисунку D.3.



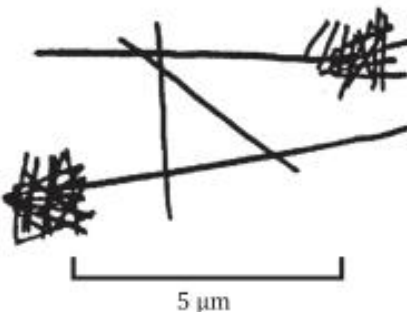
Вважати за один компактний кластер (усі волокна коротші ніж 5 мкм)

Записати як CC+0



Вважати за розсіяний кластер, що складається з п'яти волокон, чотири з яких довші ніж 5 мкм

Записати як CD54, далі п'ять волокон, кожне з яких записати як CF



Вважати за один розсіяний кластер, що складається з трьох волокон, двох пучків, один із яких довший ніж 5 мкм, і одного залишку кластера, що містить більше ніж дев'ять волокон

Записати як CD+1, далі три волокна, кожне з яких записати як CF, два пучки, кожний із яких записати як CB, і один залишок кластера записати як CR+0

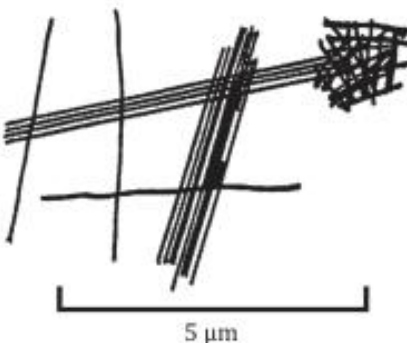
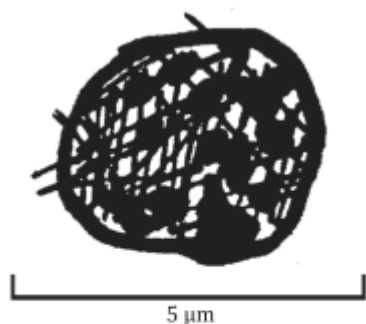
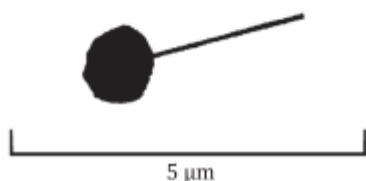


Рисунок D.2 — Приклади реєстрації складного кластера азбесту



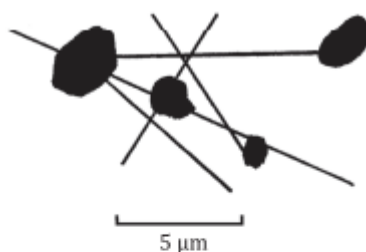
Порахувати як одну компактну матрицю, в якій усі волокна коротші ніж 5 мкм

Записати як MC+0



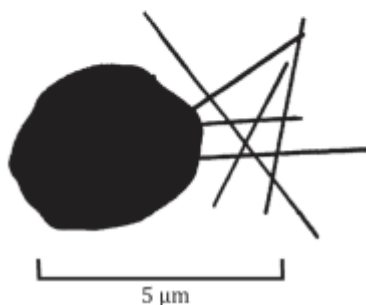
Порахувати як одну дисперсну матрицю, що містить одне волокно, коротше ніж 5 мкм

Записати як MD10, після чого одне волокно записати як MF



Порахувати як одну дисперсну матрицю, що містить п'ять волокон, усі довші ніж 5 мкм

Записати як MD55, після чого кожне з п'яти волокон записати як MF



Порахувати як одну дисперсну матрицю, що містить три волокна, одне з яких довше ніж 5 мкм, та один залишок матриці

Записати як MD61, після чого три волокна записати як MF та один залишок матриці записати як MR30

Рисунок D.3 — Приклади реєстрації складних матриць азбесту

D.2.6 Структура азбесту більше ніж 5 мкм

Будь-яке волокно, пучок, скупчення або матриця, найбільший розмір яких перевищує 5 мкм. Структури азбесту, більші ніж 5 мкм, не обов'язково містять волокна або пучки азбесту довші ніж 5 мкм.

D.2.7 Волокно азбесту або пучок довше ніж 5 мкм

Волокно азбесту будь-якої ширини або пучок таких волокон, довжина яких перевищує 5 мкм.

D.2.8 Еквівалентна структура РСМ

Будь-яке волокно, пучок, скупчення або матриця зі співвідношенням сторін 3:1 чи більше, завдовжки понад 5 мкм і діаметром від 0,2 мкм до 3,0 мкм. Еквівалентні структури РСМ не обов'язково містять волокна або пучки довші ніж 5 мкм чи еквівалентні волокна РСМ.

D.2.9 Еквівалентне волокно РСМ

Будь-яка частинка з паралельними або східчастими сторонами, зі співвідношенням сторін 3:1 чи більше, завдовжки більше ніж 5 мкм і діаметром від 0,2 мкм до 3,0 мкм. Для хризотилу еквівалентні волокна РСМ завжди будуть пучками.

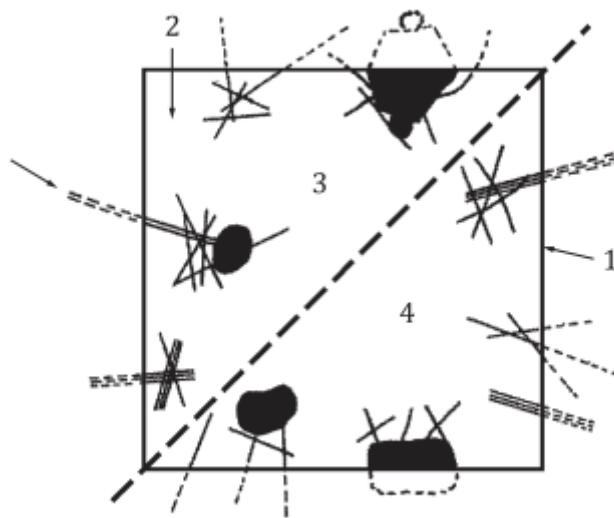
D.3 Інші критерії підрахунку структур

D.3.1 Структури, що перетинають решіткові планки

Підраховують структуру, яка перетинає планку решітки з двох боків отвору, як показано на рисунку D.4. Розміри структури фіксують так, щоб приховані частини компонентів вважалися еквівалентними відкритим частинам, як це показано штриховими лініями на рисунку D.4. Наприклад, довжину волокна, яке перетинає планку решітки, вважають удвічі більшою, ніж довжина відкритої частини. Структури, що перетинають будь-які з інших двох сторін, до підрахунку не долучають.

D.3.2 Волокна, що виходять за межі поля зору

Під час сканування комірки решітки волокна, які виходять за межі поля зору, підраховують систематично, щоб уникнути подвійного підрахунку. Зазвичай, потрібно встановити правило, щоб волокна, які виходять за межі поля зору, враховували лише у двох квадрантах. Процедура наведена на рисунку D.5. Вимірюють довжину кожного такого волокна, переміщуючи зразок, щоб знайти інший кінець волокна, а потім повертаються до початкового поля зору, перш ніж продовжити сканування зразка. Волокон без кінців у межах поля зору не враховують.



Умовні позначки:

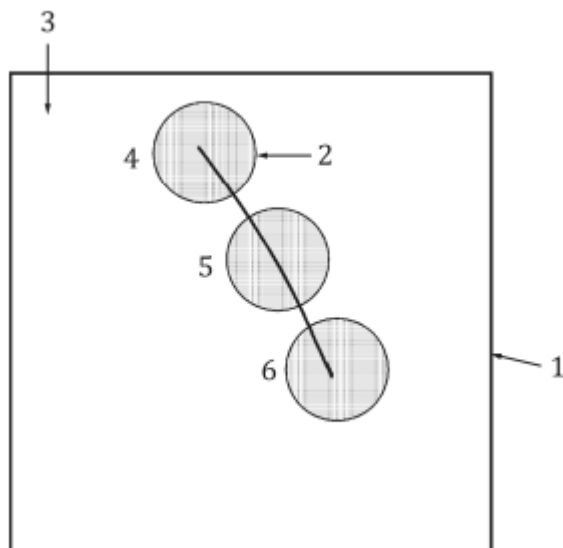
1 — отвір сітки;

2 — напрям сканування;

3 — не враховувати;

4 — враховувати.

Рисунок D.4 — Приклад підрахунку структур, які перетинають пруті сітки



Умовні позначки:

- 1 — отвір сітки;
- 2 — поле зору TEM;
- 3 — напрям сканування;
- 4 — враховувати;
- 5 — не враховувати;
- 6 — не враховувати.

Рисунок D.5 — Приклад підрахунку волокон, які виходять за межі поля зору

D.4 Процедура реєстрації даних

D.4.1 Загальні положення

Морфологічні коди встановлюють для полегшення комп'ютерного оброблення даних і забезпечення реєстрації повного відображення основних характеристик кожної азбестовмісної структури. Процедурою передбачено, щоб мікроскопіст класифікував кожну первинну волокнисту структуру в одну з чотирьох основних категорій: волокна, пучки, скупчення та матриці.

D.4.2 Волокна

У формі для підрахунку структур волокно, визначене в D.2.2, реєструють з позначенням «F».

Якщо волокно є окремо підрахованою частиною скупчення чи матриці, його реєструють з позначенням «CF» або «MF» залежно від того, чи є воно складником скупчення або матриці.

D.4.3 Пучки

У формі для підрахунку структур пучок, визначений у D.2.3, реєструють з позначенням «B».

Якщо пучок є окремо підрахованою частиною скупчення або матриці, його реєструють з позначенням «CB» або «MB» залежно від того, чи є він складником скупчення або матриці.

D.4.4 Дисперсні скупчення (тип D)

У формі для підрахунку структур окреме скупчення типу D, визначене у D.2.4, реєструють з позначенням «CD», після чого наводять двозначне число. Перша цифра відображає оцінку аналітика щодо загальної кількості волокон і пучків, які утворюють структуру. Цифра може бути від 1 до 9 або позначена символом «+», якщо оцінюють, що компонентів більше ніж 9. Друга цифра також представляє загальну кількість волокон і пучків завдовжки понад 5 мкм, що належать до складу структури. Загальні розміри скупчення у двох перпендикулярних напрямках, що відображають його максимальні розміри, потрібно зафіксувати. У порядку зменшення довжини до п'яти компонентних волокон або пучків реєструють окремо, використовуючи коди «CF» (волокно скупчення) та «CB» (пучок скупчення).

Якщо після врахування помітних компонентних волокон і пучків залишається група скупчених волокон, її реєструють як «CR» (залишок скупчення). Якщо такі залишкові волокна утворюють більше ніж одну локалізовану групу, може виникнути потреба реєстрації більше ніж одного залишку скупчення, але не більше ніж п'ять для одного скупчення. Кожний залишок скупчення вимірюють і позначають двозначним числом, що визначають так само, як і для всього скупчення. За потреби, якщо кількість компонентних волокон і пучків у початковому скупченні або залишку виходить за межі діапазону від одного до дев'яти, додаткову інформацію щодо їх кількості зазначають у графі «Примітки».

D.4.5 Компактні скупчення (тип C)

У формі для підрахунку структур окреме скупчення типу C, визначене в D.2.4, реєструють з позначенням «CC», після чого наводять двозначне число. Це число, яке описує кількість компонентних волокон і пучків, присвоюють за тим самим принципом, що й для скупчень типу D. Загальні розміри скупчення у двох перпендикулярних напрямках реєструють так само, як і для скупчень типу D. За визначенням, складові волокна й пучки компактних скупчень не можуть бути виміряні окремо, тому окремої таблиці для них не складають.

D.4.6 Дисперсні матриці (тип D)

У формі для підрахунку структур окрему матрицю типу D, визначену в D.2.5, реєструють з позначенням «MD», після чого наводять двозначне число. Це число присвоюють так само, як і для скупчень типу D. Загальні розміри матриці в двох перпендикулярних напрямках реєструють так само, як і для скупчень типу D. У порядку зменшення довжини до п'яти компонентних волокон або пучків реєструють окремо, використовуючи коди «MF» (волокно матриці) та «MB» (пучок матриці). Якщо після врахування помітних компонентних волокон і пучків залишається матеріал матриці, що містить азбестові волокна, його реєструють як «MR» (залишок матриці). Якщо такі залишки волокон у матриці утворюють більше ніж одну локалізовану групу, може знадобитися реєстрація кількох залишків, але не більше ніж п'ять для однієї матриці. Кожний залишок матриці вимірюють і позначають двозначним числом, що визначають так само, як і для всієї матриці. За потреби, якщо кількість компонентних волокон і пучків у початковій матриці або залишку виходить за межі діапазону від одного до дев'яти, цю інформацію можна вказати у графі «Примітки».

D.4.7 Компактні матриці (тип C)

У формі для підрахунку структур окрему матрицю типу C, визначену в D.2.5, реєструють з позначенням «MC», після чого наводять двозначне число. Це число присвоюють так само, як і для скупчень типу D. Загальні розміри матриці в двох перпендикулярних напрямках реєструють так само, як і для скупчень типу D. За визначенням, складові волокна й пучки компактних матриць не можуть бути виміряні окремо, тому окремої таблиці для них не складають.

D.4.8 Процедура реєстрації частково закритих волокон і пучків

Для визначення того, чи потрібно реєструвати волокно або пучок як окремий компонент, чи як частину матриці типу C або залишку матриці, використовують частку довжини волокна або пучка, закриту іншими частинками.

Якщо закрита довжина становить не більше ніж третину загальної довжини, таке волокно або пучок вважають помітним елементом і реєструють окремо. Призначена довжина для такого частково закритого волокна або пучка дорівнює видимій довжині плюс максимально можлива частка закритої ділянки.

Волокна або пучки, які, за спостереженням, перетинають матрицю та для яких можна приблизно визначити обидва кінці, долучають до максимальної кількості п'яти елементів та реєструють згідно з критеріями підрахунку як окремі волокна або пучки. Якщо ж закрита частина перевищує одну третину загальної довжини, таке волокно або пучок вважають частиною компактної матриці типу С або частиною залишку матриці.

D.5 Особливі міркування щодо підрахунку еквівалентних волокон РСМ

Використовують співвідношення довжини й діаметра 3:1 як мінімальне для підрахунку еквівалентних волокон РСМ. Це визначення співвідношення необхідне для забезпечення порівнянності результатів для цього діапазону розмірів волокон з історичними оптичними вимірюваннями, але його використання не впливає суттєво на можливість інтерпретації всієї розподільної характеристики волокон за мінімальним співвідношенням 5:1.

У деяких випадках може знадобитися виконати підрахунок лише еквівалентних волокон РСМ. Система кодування дає можливість розрізняти еквівалентні волокна РСМ, які містять волокна й пучки завдовжки більше ніж 5 мкм, і ті, що не містять таких.

Примітка. Загалом скупчення та матриці даватимуть менше компонентів за збільшення мінімальних розмірів для підрахунку волокон. Отже, можливо, що певна структура покаже більше компонентних волокон під час підрахунку для всіх розмірів волокон, ніж за зменшеного збільшення, коли підраховують лише волокна й пучки завдовжки понад 5 мкм. Проте вимога записувати компонентні волокна й пучки у порядку зменшення довжини забезпечує узгодженість даних для конкретної структури незалежно від категорії розміру волокон і використовуюваного збільшення.

D.6 Особливі міркування щодо визначення оцінки масової концентрації азбестових волокон і пучків

Якщо головною метою аналізування є визначення оцінки масової концентрації, необхідно застосовувати стратегію підрахунку структур, яка дає можливість з більшою статистичною достовірністю враховувати великі структури, що роблять найбільший внесок у масову концентрацію. Кількість структур, які необхідно підраховувати для отримання надійної оцінки масової концентрації, залежить переважно від діапазону розподілу діаметрів.

Вимірювання масової концентрації найбільш чутливе до волокон і пучків великого діаметра, які зазвичай трапляються статистично рідше, ніж дрібні волокна та пучки. Якщо розподіл діаметрів вузький (наприклад, у дисперсії фібрил хризотилу), масову концентрацію можна виміряти приблизно з такою самою точністю, як і числову концентрацію. Якщо ж розподіл діаметрів широкий, оцінки масової концентрації, отримані з TEM-досліджень для визначення числових концентрацій, статистично ненадійні.

Наведену нижче стратегію розроблено для надання більшої статистичної значущості великим структурам, які роблять найбільший внесок у масову концентрацію.

Насамперед визначають найбільшу ширину азбестового волокна або пучка, які можна виявити на сітці під час попереднього огляду за зменшеного збільшення приблизно 50 отворів сітки. Обчислюють об'єм цієї структури. Відрегульовують збільшення TEM так, щоб 1 мм на флуоресцентному екрані відповідав приблизно 10 % ширини раніше вибраної великої структури.

Виконують стандартне TEM-дослідження за цього збільшення, завершуючи його на кінці отвору сітки, у якому сумарний інтегрований об'єм усіх зареєстрованих структур становить щонайменше у 10 разів більше, ніж об'єм початково обраної структури. Для азбестових структур, які перетинають планки сітки, вимірюють лише відкриті частини волокон і пучків у межах отвору сітки для розрахунку масової концентрації азбесту. Процедуру, наведену в D.3.1 та на рисунку D.4, у цьому разі не застосовують.