

ДОДАТОК 5.2.Н (обов'язковий). Процедура випробування для визначення придатності фільтрів для збирання зразків целюлозного ефіру.

Н.1 Загальні положення

Залишок, що утворюється після озолення невикористаних фільтрів із ефірів целюлози, переважно складається з агрегатів дрібних частинок діоксиду кремнію. Цей залишок не впливає на проведення аналізування, окрім як накладає обмеження на ступінь концентрації, якого можна досягти. Залишок від деяких різновидів фільтрів із ефірів целюлози, окрім цих дрібних частинок, також містить фрагменти кремнієвої плівки, яка походить із поверхні початкового фільтра. Більшість частинок, що спочатку були на поверхні фільтра, зв'язані між собою цією кремнієвою плівкою, яка зменшується до малої ділянки під час процедури плазмового озолення. Цей фрагмент кремнієвої плівки зазвичай не розсіюється повністю у воді. У результаті отримані зразки для ТЕМ демонструють значно зменшене осадження частинок на більшості отворів сітки, що призведе до суттєвого негативного зміщення результату. На деяких отворах сітки можуть спостерігатися великі фрагменти кремнієвої плівки, до яких прикріплено більшість частинок. Мембранні фільтри, які проявляють таку поведінку, не придатні для використання в цьому аналітичному методі. Перед відбиранням проб повітря необхідно випробувати фільтри з конкретної партії, яку використовуватимуть, щоб переконатися, що вони не мають цього дефекту.

Н.2 Методика випробування

Оптимальний метод випробування придатності фільтрів із ефірів целюлози полягає у порівнянні зразкових сіток, підготовлених за процедурою непрямого перенесення, із сітками, підготовленими з того самого фільтра за процедурою прямого перенесення. Фільтр, який використовують для цього випробування, повинен мати рівномірне відкладення окремих азбестових волокон, зібраних осадженням з повітря, на своїй поверхні. Роботу фільтра вважають задовільною, якщо він забезпечує числове відновлення, близьке до 100 %, для підготування методом непрямого перенесення, а також якщо на сітках, підготовлених за процедурою непрямого перенесення, не спостерігають ознак ефекту, описаного в Н.1.

Альтернативно, чисті фільтри можна випробувати за такою процедурою. Наносять плівку вуглецю завтовшки 5 нм – 10 нм на приблизно 5 см² неколапсованого фільтра з ефірів целюлози, який підлягає випробуванню. Готують промивач Jaffe з шматка 3 см × 3 см тканини з неіржавкої сталі марки 304 з приблизно 80 повторами сітки на сантиметр. Додають диметилформамід у чашку доти, доки меніск лише торкається нижнього боку сітки. Розміщують вуглецево-покриту частину фільтра на сітці вуглецевим боком догори. Після приблизно 2 год видаляють диметилформамід піпеткою та знову заповнюють шайбу Jaffe свіжим диметилформамідом. Ще через 2 год виймають сітку, що підтримує вуглецеву репліку, з промивача Jaffe та поміщають її в чистий 50 мл боросилікатний скляний стакан. Дають розчиннику на сітці випаруватися. Після висихання накривають стакан алюмінієвою фольгою та перфорують її, як зазначено у розділі 12. Озолюють вуглецеву репліку так само, як зазначено для озолення фільтрів у розділі 8. Частинки осаду з вуглецевої репліки залишаються слабо прикріпленими до неіржавкої сітки після цієї операції. Залишаючи неіржавку сітку в стакані, готують зразкові сітки для ТЕМ згідно з процедурою, зазначеною у розділі 12, для аналізування чистих фільтрів. Досліджують зразки для ТЕМ на наявність табличних частинок, для яких спектр EDXA містить лише пік SiK α . Якщо концентрація таких табличних частинок перевищує 100 частинок/мм², фільтри вважають не придатними для використання згідно з цим аналітичним методом.