

ДОДАТОК 5.3.А (обов'язковий). Підготовка фільтрів для відбору проб повітря.

Мембранні фільтри нової партії необхідно дослідити за допомогою SEM, щоб встановити, що будь-який фоновий рівень неорганічних волокон є достатньо низьким, щоб суттєво не впливати на зареєстровані результати, і що фільтри мають рівномірний розподіл пор.

Перед відбором проб необхідно покрити поверхню мембранних фільтрів шаром золота. Золоте покриття захищає фільтр під час плазмового озолення та дозволяє досліджувати фільтр у SEM без збільшення геометричних розмірів неорганічних волокон, що могло б виникнути, якби після відбору проб наносили випарену плівку. Золоте покриття наноситься за допомогою вакуумного випарника або розпилювальної установки.

Товщина золотого покриття, нанесеного на бік фільтра, на якому збираються частинки під час відбору проб повітря (гладка та сильніше відбиваюча сторона), повинна становити приблизно 30 нм. Для мінімізації варіацій контрастності на зображенні SEM потрібна рівномірна товщина золотого покриття. Додаткове вакуумне осадження золота товщиною приблизно 20 нм на інший бік фільтра захищає пробовідбірний фільтр під час озолення та може допомогти покращити контрастність волокон на SEM-зображенні. Якщо у вакуумному випарнику немає засобів вимірювання товщини золотого покриття, золоте покриття можна вважати задовільним, коли фільтр втрачає свій початковий темний колір під час випаровування та набуває типового металевого золотого блиску. Якщо, крім того, покритий фільтр має зелений колір у прохідному світлі, можна припустити, що товщина золотого покриття знаходиться в необхідних межах.

Товщину покриття фільтра також можна легко перевірити за допомогою SEM. Спочатку зважують кілька мембранних фільтрів, після чого їх покривають золотом і знову зважують. Масу золотого покриття можна розрахувати відніманням, а товщину — визначити за площею фільтрів та густиною золота. Використовуючи постійний струм променя в SEM, висоту або інтеграл піку для одного з піків золотого рентгенівського випромінювання, отриманих цими еталонними фільтрами, можна порівняти з відповідним піком золота, отриманим на фільтрі, підготовленому для відбору проб повітря. Товщину золотого покриття на фільтрі для відбору проб можна розрахувати, припускаючи лінійну залежність між товщиною золотого покриття та розміром піку золота. Після віднімання фонового сигналу інтеграл під піком золота, або висота цього піку, є прямим показником товщини золотого покриття.