

ДОДАТОК 5.3.В (обов'язковий). Процедури калібрування та налаштування SEM.

В1. Калібрування скануючого електронного мікроскопа

Зразок SEM досліджують за прискорювальної напруги приблизно від 15 кВ до 20 кВ та збільшення від 2000× до 2500×. Для ідентифікації волокон у SEM рекомендується прискорювальна напруга 15 кВ.

Збільшення на екрані потрібно калібрувати за допомогою сертифікованого комерційно доступного стандарту збільшення. Важливо розуміти, що значення збільшення, яке відображається на деяких моделях SEM, стосується мікрофотографій, отриманих системою запису, а не екрана для перегляду (екрана спостереження). SEM-дослідження виконується безпосередньо на екрані перегляду, а калібрування збільшення повинно стосуватися екрана перегляду.

Налаштуйте SEM таким чином, щоб волокна хризотилу шириною 0,2 мкм та довжиною від 5 мкм до 10 мкм були видимі при збільшенні підрахунку приблизно 2000×. Це коригування виконується вибором волокна або на підготовленому зразку, або на тестовому зразку, яке ледь помітне при збільшенні, що використовується для підрахунку. Потім ширину цього волокна визначають при збільшенні приблизно 20 000×. Це коригування варто проводити щонайменше на двох окремих волокнах перед початком аналізу та повторювати кілька разів протягом серії аналізів.

ПРИМІТКА 1: На екрані спостереження розміром 30 см 100 полів зображення при збільшенні приблизно 2000× відповідають площі приблизно 1 мм² на зразку.

ПРИМІТКА 2: Ширина лінії сканування (або ширина пікселя для SEM з цифровим зображенням) на зразку та діаметр електронного променя є факторами, що визначають роздільну здатність у SEM. За умови, що ширина лінії сканування або ширина пікселя не перевищує 0,2 мкм, не спостерігається серйозного погіршення зображення, що стосується роздільної здатності волокна шириною 0,2 мкм і довжиною понад 5 мкм. З урахуванням наявних на даний момент розмірів екранів спостереження та номінальної кількості ліній приблизно від 500 до 800 при збільшенні 2000× або 2500× вищезазначені умови зазвичай виконуються.

В.2 Налаштування системи EDXA

Потрібно використовувати максимально великий тілесний кут детекторної системи EDXA. Робочі параметри SEM та системи рентгенівського детектора повинні бути обрані таким чином, щоб статистично прийнятний рентгенівський спектр можна було отримати з хризотилового волокна шириною 0,2 мкм на випробувальному зразку протягом максимального періоду 100 с.

Критерій статистичної прийнятності вимагає для висоти піку P та рівня фону B:

$$P > 3 * \sqrt{B} \quad (B.1)$$

з мінімум 30 імпульсами в каналі, що відповідають максимальній висоті піку для кожного з піків магнію та кремнію; та

$$\frac{P + B}{B} > 2 \quad (B.2)$$

для кожного з піків магнію та кремнію.

В.3 Регулювання плазмового озолювача

Умови роботи плазмового озолювача повинні бути скориговані таким чином, щоб можна було передбачити час видалення органічних матеріалів з фільтрів зразків. Розмістіть палаючу свічку, яка виділяє дим, на відстані приблизно 30 см від пробовідбірної головки, оснащеної фільтром із золотим покриттям відповідно до [додатка А](#). Використовуючи номінальну об'ємну витрату, збирайте дим на фільтрі протягом приблизно 30 с.

Зніміть фільтр із пробовідбірної головки (він має бути сіруватим або чорним на поверхні) та помістіть його в плазманий озолувач. Покрийте приблизно половину поверхні фільтра предметним склом мікроскопа.

Якщо умови очищення налаштовані правильно, частинки диму з незахищеної половини фільтра будуть видалені приблизно за 20 хвилин. Колір цієї області фільтра повинен виглядати таким самим, як і колір невикористаного фільтра. Сам фільтрувальний матеріал повинен виглядати незмінним.

В.4 Виявлення витоків у пробовідбірній головці

Метод збору диму, описаний у [В.3](#), також може бути використаний для визначення наявності витоків навколо фільтра, коли він встановлений у пробовідбірній головці. Після контакту з димом головки відбору проб, витік призведе до забарвлення краю заднього фільтра або краю фільтра із золотим покриттям. Якщо це станеться, покращте кріплення фільтра до пробовідбірної головки, щоб забезпечити герметичне ущільнення. Цей метод не варто використовувати перед кожним відбором проб. Це метод, який дозволяє принципово перевірити герметичність пробовідбірної головки.