

Rev. 8. oktober 1979

PRØVETAKNINGSMETODER, PREPARERINGS-
TEKNIKKER OG ANALYSEMETODER VED
YRKESHYGIENISK INSTITUTT,
TEKNISK AVDELING

HD 703/791108

Sammenfattet av medarbeidere ved
teknisk avdeling.

ARBEIDSFORSKNINGSINSTITUTTENE
BIBLIOTEKET
Gydaskveien 8
Postboks 8149 Oslo Dep. Oslo 1

INNHOLDSFORTEGNELSE

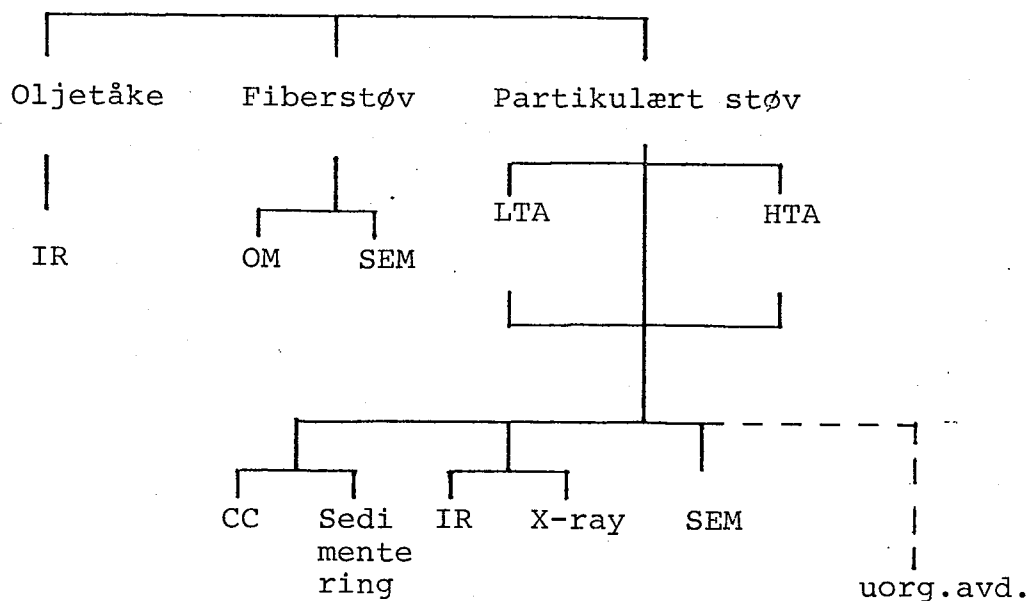
1	INNLEDNING	SIDE
2	VEIING OG BRUK AV FILTRE	1
	2.1 Vanlige støvfiltre	1
	2.2 High Volume (HV)-filtre	2
	2.3 Filtre for fibertelling	2
	2.4 Filtre for bestemmelse av oljetåke	2
	2.5 Filtre for analyse av partikkelstørrelse ..	2
3	PRØVETAKNING	2
	3.1 Partikulært støv	2
	3.1.1 Gravimetrisk måling med bærbar pumpe	2
	3.1.2 Gravimetrisk måling med stasjonær pumpe	5
	3.1.3 Gravimetrisk måling med High Volume Sampler (HV-Pumpe)	5
	3.2 Fiberstøv	6
	3.3 Oljetåke	6
4	PREPARERING - ANALYSER	7
	4.1 Foraskning	7
	4.1.1 Høytemperaturforaskning (HTA)	7
	4.1.2 Lavtemperaturforaskning (LTA)	7
	4.2 Partikkelfraksjonering	7
	4.2.1 Coulter Counter (CC)	7
	4.2.2 Sedimentering	9
	4.3 Kwartsanalyse	11
	4.3.1 Infrarødspektrometri (IR)	11
	4.3.2 Røntgendiffraksjon (X-ray)	12
	4.4 Fiberanalyse	13
	4.4.1 Optisk mikroskopi (OM)	13
	4.4.2 Elektronmikroskopi (SEM)	15
	4.5 Analyse av oljetåke	16
5	SKJEMAER, RAPPORTERING	
6	BILAG	

1 INNLEDNING

I dette kompendiet er bruksanvisninger, metodebeskrivelser, prepareringsmetoder m.m. som benyttes ved Yrkeshygienisk institutt, teknisk avdeling pr. 1/1-79 samlet.

2 VEIING OG BRUK AV FILTRE

En støvmåling foretas for å undersøke de tre typer luftforurensinger nevnt i skjema nedenfor:



2.1 Vanlig støvfiltre

Til vanlig støvundersøkelse brukes filtre med filterbetegnelse Millipore type AAWP 03700, 0,8 μ m porestørrelse. Før veiing skal filtrene ha ligget i eksikator minst et døgn. Filtervekten angis i mg med 2 desimaler. Etter prøvetakningen åpnes det øverste lokket på filterholderen, og filterholderen plasseres i eksikator et døgn før veiing. Samme vekt bør benyttes ved ut- og innveiing. Det anbefales at filtrene oppbevares og veies i klimarom med 50% r.f. og ca 20°C.

Typebetegnelsen for filterholderen er Millipore Monitor MAWP 037 AO.

2.2 High Volume (HV)-filtre

Filterbetegnelsen er Gelman, Acropor AN-5000, diameter 102 mm, poreåpning 1,2 μm henholdsvis 5 μm avhengig av støvtype. HV-filtrene behandles tilsvarende pkt. 2.1.

2.3 Filtre for fibertelling

Filterbetegnelsen er Millipore AAWG 03700 med rutenett, 0,8 μm poreåpning. Filteret kan gjøres transparent for telling av fibre med gjennomfallende lys.

Filteret skal være montert i en holder (av typen Millipore Monitor MAWP 037 AO) som raskt kan åpnes ved prøvetagningen og lukkes etter bruk. Eventuelt kan petriskåler med lokk brukes for oppbevaring av prøvene. Det er viktig at filterets overflate er fri under prøvetakningen slik at fibre fordeles jevnt.

Ubrukte filtre må ikke inneholde fibre som kan forstyrre tellingen. Som blindprøver skal derfor telling av ubrukte filtre alltid utføres.

2.4 Filtre for bestemmelse av oljetåke

Ved bestemmelse av oljetåke benyttes glassfiberfilter med typebetegnelse Whatman 3,7 cm GF/A. Som filterholder benyttes typen Millipore Monitor MAWP 037 AO.

2.5 Filtre for analyse av partikkelstørrelse

Fortrinnsvis benyttes Fluoropore type FHLP 03700 med poreåpning 0,5 μm . Prøven tas med åpen filterholder.

3 PRØVETAKNING

3.1 Partikulært støv

3.1.1 Prøvetakning med bærbar pumpe - Gravimetrisk bestemmelse

Målingen utføres ved å henge en batteridrevet, kalibrert pumpe på operatørens belte, lomme eller lignende. Filterholderen som er tilkoblet pumpen plasseres ved hjelp av en

klype så nær operatørens munn/nese som mulig - se bilag 1. Batteriets kapasitet tillater en kontinuerlig prøvetakningstid på 6 - 7 timer før ny oppladning. Ved langtidsprøver skal pumpen være i drift også ved rutinemessig skifte av arbeidet, i matpauser og hvilepauser. Langtidsprøver tas vanligvis over flere dager (skift) med nytt filter hver dag. Pumpeskjemaet fylles ut nøyaktig og en beskrivelse av arbeidsoperasjonen vedlegges. Informasjon om hvilke stoffer som operatøren kommer i kontakt med er nødvendig.

Utstyr:

- Batteridrevet pumpe av typen Casella med kapasitet ca. 2 liter/minutt.
- Flow-meter av type Brooks Instrument B.V. S.N. 152697/1-26 E, Float 316 SS.
- Gummislange med trykkutjevner og messingnippel.
- Ladeapparat med ladeledninger.
- Filterholder med filter.

Pumpene leveres ferdig oppladet til første dags bruk.

Gummislangen festes varsomt til pumpen med slangeklemme. Proppene i filterholderen fjernes og filterholderen skrues fast til messingnippelen slik at nummeret på holderen vender ut.

Før start påføres skjemaet dato for måling, klokkeslett, filterets nummer, pumpens nummer og telleverk og flow-meterets nummer. Telleverket viser gangtid i minutter (sorte tall) og hundredels minutter (røde tall).

Pumpen startes ved å slå over bryteren. Deretter måles pumpens kapasitet med flow-meter. Dette utføres ved å trykke den åpne enden av filterholderen ned i flow-meterets øvre åpning. Flow-meteret holdes loddrett og kulens stilling (sentrum av kulen) leses av på skalaen og noteres på skjemaet. Flow-meterets nummer må noteres på skjemaet da hvert flow-meter har egen kalibreringskurve. Når prøvetakningen er avsluttet måles igjen

pumpens kapasitet med flow-meter, men før pumpen stanses. Kulens stilling i flow-meteret avleses på skalaen og noteres på skjemaet. Deretter slås pumpen av, og telleverk og klokkeslett noteres på skjemaet. Filterholderen skrues av messingnippelen og begge proppene settes på plass i filterholderen.

Oppladning:

Etter 6 - 7 timers drift må pumpens batteri lades opp. Laderen må ikke kobles til lysnettet (220V, 50 perioder) før alle pumpene er tilkoblet.

Ladeledningens støpsel settes i pumpekontakten og pluggen stikkes i laderen. Dette gjøres for samtlige pumper. Ubenyttede ledninger må ikke være tilkoblet laderen. Pass på at alle ledninger har god kontakt.

Innstill ønsket ladetid (2x forutgående brukstid, maksimalt 14 timer). Vri stoppeuret i pilens retning. Laderen kobles da automatisk ut etter endt ladetid. Unngå overladning.

De små laderne beregnet for 2 pumper er klare til bruk. Støpselet kobles til lysnettet.

Ladere beregnet for 4 henholdsvis 10 pumper krever innstilling av ladestrømmen, 90 mA. Justerskruen finnes inne i et hull på høyre side av laderen, og kan justeres med en skrutrekker. Laderen kobles til lysnettet. Laderen varmes deretter opp ca. 5 - 10 minutter før ladestrømmen om nødvendig justeres.

Rengjøring:

Før utstyret returneres skal gummislange tas av over trykkutjevneren (se bilag 1) og pumpehuset gjøres rent utvendig. Fjern først klebebandet og vask med en klut fuktet med et vannløselig vaskemiddel. Organiske løsemidler så som xylen, toluen, lynol eller trikløretylen må ikke brukes.

3.1.2 Prøvetakning med stasjonær pumpe - Gravimetrisk bestemmelse

Måling med stasjonær pumpe (tilkoblet lysnett 220 V, 50 perioder) er egnet for kontroll av den generelle atmosfæren. Metoden kan også anvendes for måling av den personlige eksponering som beskrevet under pkt. 3.1.1, forutsatt at operatørens arbeidsplass er stasjonær.

Den egner seg for langtidsprøver, men også for prøvetakning over relativt kort tid da pumpen har en forholdsvis stor pumpekapasitet.

Pumpen har betegnelsen Edward type ECB 1 med pumpekapasitet på ca. 15 liter/minutt. Pumpen er tilkoblet et tørrgass måleur og forsynt med gummislange og messingnippel. For prøvetakning anvendes samme type filter og filterholder som beskrevet under pkt. 3.1.1. Pumpene er kalibrert med våtgassmeter.

Filterholderen monteres som beskrevet under pkt. 3.1.1 og henges opp i ansiktshøyde på vedkommende sted hvor prøvetakningen skal foretas. Pumpeskjemaet påføres pumpenummer, filternummer, prøvested, dato for prøvetakningen og gassmålerens telleverk. Pumpen startes ved å koble motorens støpsel til lysnettet, 220 V, 50 perioder.

Når prøvetakningen er avsluttet kobles motoren ut, og klokkeslett og gassmålerens telleverk påføres pumpeskjemaet. Filterholderen skrues av messingnippelen og begge propper settes på plass i filterholderen.

Utstyret skal tilbakeleveres i rengjort stand.

3.1.3 Prøvetakning med High Volume Sampler (HV-pumpe)

Prøvetakning med HV-pumpe egner seg best for korttidsprøver henholdsvis stikkprøver.

Typebetegnelsen er Unico Modell nr. 550 henholdsvis Staplex type TFlA-2. Sugekapasiteten er ca. 400-1000 liter/minutt avhengig av filtertype. Pumpene er nettdrevne, 220 V, 50 perioder.

Pumpene er forsynt med flow-meter for beregning av filtrert luftmengde. Kalibreringen blir utført med anemometer. Detaljer vedr. kalibreringen blir ikke kommentert nærmere.

For montering av filteret fjernes først skruringen, og filteret plasseres ved hjelp av en pinsett sentralt på støtte-skiven av netting. Deretter monteres skruringen. Tidspunktet for start og stopp ved prøvetagningen noteres, likeledes utslag på flow-meteret ved start og stopp.

NB: Hvis pumpen igangsettes uten filter må ny kalibrering foretas.

3.2 Fiberstøv

For måling av fiberstøv anvendes bærbar, batteridrevet pumpe og filter for fibertelling. Før prøvetakningen vippes det øverste lokket på filterholderen av. Montering av utstyr, kontroll av pumpekapasitet og prøvetakning er forøvrig som beskrevet under pkt. 3.1.1.

Hvis filterprøven inneholder for mange fibre er det vanskelig å utføre tellingen. Hvor mange liter luft som skal suges gjennom filteret vil avhenge av forholdene på arbeidsplassen. Som oftest vil 20 - 30 liter filtrert luft passe.

3.3 Oljetåke

For måling av oljetåke anvendes bærbar, batteridrevet pumpe og filter for oljetåke. Vanligvis dreier det som om langtidsprøver på 6 - 7 timer. Montering av prøvetakningsutstyr, kontroll av pumpekapasitet og prøvetakning se pkt. 3.1.1.

Ved relativt kort prøvetakningstid kan målingene foretas med stasjonær pumpe som beskrevet under pkt. 3.1.2.

4 PREPARERING - ANALYSER

4.1 Foraskning

4.1.1 Høytemperaturforaskning (HTA)

Foraskningen foretas i vanlig muffelovn med filteret plassert i platina-digel. Filteret brettes sammen ved hjelp av en pinsett og plasseres i en veiet platina-digel. Filteret fuktes med isopropanol, antennes og brennes av. Deretter holdes digelen over bunsenbrenner inntil filteret er forasket. Digelen plasseres i muffelovn ved 700°C i 1 time. Digelen settes deretter i eksikator for avkjøling før ny veiing.

4.1.2 Lavtemperaturforaskning (LTA)

Typebetegnelsen til utstyret for lavtemperaturforaskning er LTA-505. Ovnene har 5 kamre. Utstyret anvendes til foraskning av filtre, organisk vev m.m.

Filteret eller prøven plasseres på spesialglass (veieskip) som, hvis påkrevet, veies før og etter foraskning.

Ved foraskning av filtre (celluloseacetat) skal effekten ikke overstige 75 W. Oksygenforbruket er 25 - 50 ml pr. minutt.

Ved foraskning av annet organisk materiale (f.eks. vev) kan høyere effekt benyttes, vanligvis 200 W og med et oksygenforbruk på 200 ml pr. minutt. For å oppnå en hurtig foraskning bør prøven kuttes i så små biter som mulig.

Kamrene må ikke åpnes før trykket er fullstendig utjevnet. De foraskede prøvene plasseres deretter i eksikator for avkjøling.

4.2 Partikkelfraksjonering

4.2.1 Coulter Counter (CC)

Instrumentets typebetegnelse er Coulter Counter TA II. Med aperturer fra 30 µm til 400 µm kan partikkelstørrelsesfordeling i området 0,5 µm - 160 µm bestemmes. Både volumfordeling og antallfordeling kan måles. For å redusere bakgrunnsstøy er glassoppsatsen plassert i et Faraday-bur som lukkes når partikler under 1 µm skal analyseres.

Elektrolytt:

Elektrolytten som benyttes er hovedsakelig 2% henholdsvis 6% trinatriumortofosfat ($\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$) løst i vann. Hvis partikler mindre enn $1 \mu\text{m}$ skal telles benyttes 6% elektrolytt, for partikler større enn $1 \mu\text{m}$ anvendes 2% elektrolytt.

Elektrolytten filtreres først gjennom et glassfiberfilter type Whatman 3.7 cm GF/A, og deretter gjennom et Gelman Acroporfilter med porestørrelse $0,45 \mu\text{m}$. Hvis partikkelfordelingen skal analyseres ned til $0,5 \mu\text{m}$ må elektrolytten i tillegg filtreres gjennom et Acroporfilter med porestørrelse $0,22 \mu\text{m}$. Filtreringen skjer under vakuum. Herved fjernes en del luft som er løst i elektrolytten. Vakuumfiltrering fører til lavere bakgrunn enn trykkfiltrering.

Valg av elektrolytt og dispergeringsmetode:

Før en prøve kan analyseres må prøvens dispergeringsevne og stabilitet undersøkes med mikroskop. For dette formål benyttes prøver med forskjellige elektrolytter, utrøring henholdsvis ultralydbehandling eventuelt også med tilsetning av detergent. Prøvene studeres fortest mulig etter fremstilling og etter en time i mikroskop.

Når egnet elektrolytt og dispergeringsmetode er funnet, prøves dispergeringens stabilitet påny ved telling i Coulter Counter. Prøvetellingen foretas direkte etter fremstillingen og f.eks. etter 1/4, 1/2 og 1 time. Ligger telleresultatene innenfor $3\sqrt{N}$ (N = antall partikler) i hver kanal er dispersjonen stabil nok for partikkeltelling innen den valgte tidsperioden.

Prøvepreparering:

Ved pulverprøver tas 5-10 delprøver fra prøvematerialet. Disse røres sammen i så meget elektrolytt at det dannes en tykk pasta. Herfra tas ca. 1-2 mg prøve som dispergeres i ca. 150 ml elektrolytt.

Filterprøver tas enten på Milliporefilter med porestørrelse 0,8 μm eller på Fluoroporefilter med porestørrelse 0,5 μm . Støvmengden bør være ca. 1-2 mg.

Milliporefiltret foraskes ved lavtemperaturforasking (se pkt. 4.1.2). Deretter spyles prøven ned i prøveglass og dispergeres for telling.

Fluoroporefiltret utvaskes i en lukket prøveflaske fylt helt opp med elektrolytt. Utvaskingen foregår i ultralydbad. Hvis suspensjonen er for konsentrert, kan den fortynnes på følgende måte: Suspensjonen røres noen minutter, omrøringen stoppes og en passende andel tømmes ut. Resten dispergeres i passende mengde elektrolytt.

Partikkelanalyse:

Telling foretas i 2 parallellprøver som hver telles 2 ganger. Hvis tellingen på samme parallellprøve avviker mer enn $3\sqrt{N}$ i flere kanaler, foretas flere tellinger. Hvis parallellprøvene innbyrdes avviker mer enn $3\sqrt{N}$ i flere enn 3 kanaler må, hvis mulig, flere paralleller telles.

Partikkeltellingen angis som kumulativ volumfordeling som skrives ut direkte. Når flere aperturer blir benyttet, beregnes den kumulative fordeling ved hjelp av de differensielle volumfordelinger bestemt med de forskjellige aperturer. Siden den differensielle volumfordeling som instrumentet angir er mindre nøyaktig enn den kumulative, beregnes den differensielle fordeling ut fra den kumulative fordeling.

4.2.2 Sedimentering

Hensikten med sedimentering er å separere en støvprøve i to deler ved en på forhånd valgt partikkelstørrelse. Beregnet sedimenteringshastighet i væske for partikler er:

$$V = 0,0327 \cdot \frac{d^2 \cdot (\rho_s - \rho_l)}{\eta_t} \text{ mm/min}$$

hvor d = ekvivalent diameter i μm

ρ_s = partiklenes tetthet i g/cm^3

ρ_l = væskens tetthet i g/cm^3

η_t = væskens viskositet i centipoise ved
temperatur t

Sedimenteringstid i minutter pr. mm = $1/V$.

For kvartsstøv brukes vann som sedimenteringsvæske,
temperatur $29,5^\circ\text{C}$.

Apparatur:

- Ultralyd-apparat type Sonifier B-12
- Sedimenteringsapparat
- Glasstav som i en ende er formet som en plate
- Filtreringsutstyr for membranfilter

Utførelse:

Støvprøver oppsamlet på membranfilter som beskrevet under pkt. 3.1 og preparert som beskrevet under pkt. 4.1 veies med en nøyaktighet på $\pm 0,1$ mg. Nødvendig mengde støv for sedimentering er 40 - 60 mg.

Sedimenteringssylinderen fylles med destillert vann til sylinderens nedre merke. Skyveventilen skal være åpen og begge avtappingskraner lukket. Sedimenteringsvannet tempereres til ønsket sedimenteringstemperatur.

Støvet overføres til et 100 ml begerglass, fuktes med alkohol og tilsettes 50 ml temperert vann. Prøven behandles med ultralyd til partiklene er fullstendig dispergerte. Dette skjer i løpet av få sekunder.

Suspensjonen overføres kvantitativt til sedimenteringssylindren ved å helle forsiktig langs glasstaven med platen nederst. Staven løftes ettersom vannet stiger slik at staven hele tiden holdes i overflaten. På denne måten får man relativt lite turbulens. Begerglass og glasstav spyles med 25 ml temperert vann. Om nødvendig etterfylles med temperert vann til nivået står til det øvre merket på sedimenteringssylindren.

For f.eks kvartsstøv er den beregnede sedimenteringstiden 2 timer 59 minutter. Skyveventilen stenges og væsken over henholdsvis under skyveventilen tappes og filtreres på tarert membranfilter. Fraksjonene prepareres deretter for ønsket analyse.

4.3 Kvartsanalyse

Analysene foretas først og fremst på støv oppsamlet på filter, men utføres også direkte på materialprøver. Ved tilstrekkelige støvmengder analyseres på finfraksjonen (partikler mindre enn 5 μm - se pkt. 4.2.2).

4.3.1 Infrarødspektrometri (IR)

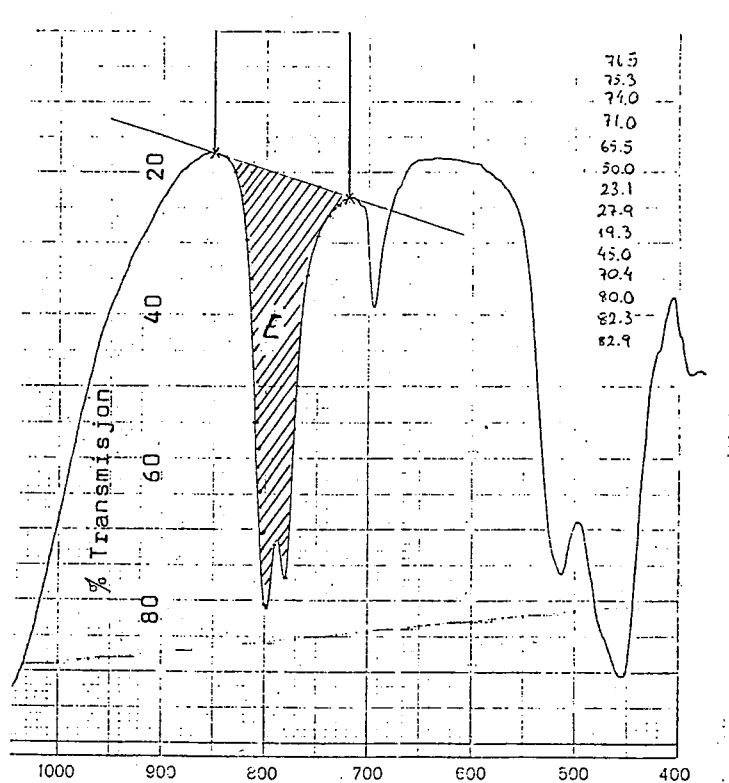
Analysen utføres ved hjelp av KBr-teknikk og IR-spektrometer type Jasco IRA-2.

1 mg av prøven og 300 mg kaliumbromid (spektralren) veies, blandes omhyggelig i morter i ca. 4 minutter og overføres kvantitativt til tablettpresse ($\varnothing = 13 \text{ mm}$). Blandingen evakueres 5 minutter ($p < 1 \text{ mm Hg}$) under temperering med IR-lampe. Deretter presses tablettene 2 minutter ved 15 tonns trykk. Tabletten monteres i spektrometrets holder, og spektret tas opp uten blindprøve.

α -kvartsanalysen utføres kvalitativt ved hjelp av karakteristiske absorpsjonsbånd ved 795, 780 og 695 cm^{-1} . Kvantitativ bestemmelse utføres ved å måle % transmisjon (%T) ved hver 10 cm^{-1} for hele absorpsjonsbåndet ved 795 og 780 cm^{-1} . Arealabsorpsjonen beregnes ved hjelp av formelen:

$$E = \sum_{i=1}^N \log \frac{100}{\%T_i} - \frac{N}{2} \log \frac{10\ 000}{\%T_1 \cdot \%T_N}$$

hvor T_1 og T_N er transmisjonen ved høyeste respektive laveste bølgetall og N antall avleste punkter. Se forøvrig nedenstående figur.



Ved hjelp av standardkurve for α -kvarts (Fyle-kvarts) beregnes kvartsinnholdet i tabletten.

4.3.2 Røntgendiffraksjon (X-ray)

Apparatur:

Philips røntgendiffraktometer m/vertikalgoniometer, roterende prøveholder, proporsjonalteller, grafittkristall-monokromator og Cu-rør (50 kV, 30 mA).

Analyse på α -kvarts ved hjelp av røntgendiffraksjon utføres vanligvis sammen med IR-analyse. KBr-tabletten løses i ca. 30 ml vann. Blandingen ultralydbehandles og filtreres på Nucleopore-filter ($\phi = 25$ mm, porestørrelse $0,8 \mu\text{m}$, filteroppsett: Millipore, Pyrex Microanalysis) og vaskes med destillert vann.

Filteret tørkes ca. $\frac{1}{2}$ time ved $60-80^{\circ}\text{C}$ i varmeskap. Deretter plasseres filteret i røntgenapparatets prøveholder over et sølvfilter. Sølvfilteret er ytre standard for absorpsjonskorreksjon.

Kvalitativt kan α -kvarts identifiseres ut fra sine karakteristiske reflekser ved bl.a. følgende d-verdier:

(100)-4,26 Å ; (101)-3,34 Å ; (112)-1,82 Å

Stoffer som f.eks. visse feltspater, pottaske, grafitt, mulitt, m.m. kan imidlertid interferere.

Kvantitativt bestemmes mengden α -kvarts i prøven ved å måle integrert intensitet av en kvartstopp, fortrinnsvis SiO_2 (101) og av en sølvtopp, fortrinnsvis Ag(111). De målte intensiteter korrigeres for bakgrunnstråling, og kvartsmengden beregnes ved å korrigere for masseabsorpsjon. Til dette benyttes intensiteten av Ag(111) som måles med og uten Nuclepore-filter. Ved denne teknikken kan støvprøver med kvartsinnhold ned til 0,5 % (deteksjonsgrense) analyseres. Relativ feil anslås til ± 10 %.

4.4 Fiberanalyse

4.4.1 Optisk mikroskopi (OM)

Mikroskopet, type Zeiss Standard Universal, er utstyrt med fasekontrastoptikk. Forstørrelsen er 500x (okular 10x, objektiv 40x, totalsystem 1,25). Mikroskopet er utstyrt med graticul i okularet med angivelse av dimensjoner i μm . Graticulet kalibreres med et objektivmikrometer.

For prøvetakning av fiberstøv se pkt. 2.3 og pkt. 3.2.

Prøvepreparering:

Alt utstyr må være mest mulig fritt for støv. Før bruk rengjøres utstyret med linsepapir.

Den mellomste ringen på filterholderen vippes opp og filteret fjernes fra holderen ved å skyve papp-platen med filteret opp fra undersiden med en stift eller lignende. En sektor av filteret klippes av og legges med støvsiden opp på et objektglass (se bilag 2). Objektglasset med filterprøven føres med digeltang inn i halsen på en glasskolbe delvis fylt med aceton. Glasskolben står i vannbad med temperatur 60-70°C. Etter noen sekunder er filteret transparent og festet til objektglasset. 1-2 dråper glyceroltriacetat dryppes på filteret og et dekkglass legges over. Preparatet er klar for telling neste dag.

Telling:

Tellefeltet (graticulet) har en diameter på 100 µm. Samtlige fibre med begge endepunktene innenfor sirkelen telles. Fiber med ett endepunkt innenfor sirkelen telles som ½ fiber. Fiberlengde og diameter måles med de størrelser som er angitt rundt sirkelen. Ved krumme fibre angis den totale lengden. Særregler for telling er forøvrig angitt i bilag 2.

Tellingen starter ved å velge ut et felt nær prøvens sentrum og deretter velge tilfeldig nye felt i hver retning utover, slik at en representativ del av prøven blir undersøkt. Det må innarbeides rutiner for utvelgelsen av feltene slik at ingen spesielle felt blir foretrukket. Normalt telles enten 100 felt eller 100 fibre. Er det for mange fibre på prøven til at det kan telles, må ny prøvetakning med kortere oppsamlingstid foretas.

Beregning:

Konsentrasjonen av fibre i luften beregnes etter følgende formel:

$$C = \frac{A_1 \cdot N_1}{A_2 \cdot N_2 \cdot V} \quad \text{antall fibre /cm}^3 \text{ luft}$$

hvor A_1 = filterets areal
 A_2 = arealet til hvert enkelt felt som er tallet
 N_1 = summen av de tellede feltene
 N_2 = antall synsfelt
 V = filtrert luftvolum i cm^3 under prøvetakningen

4.4.2 Elektronmikroskopi (SEM)

Teknisk avdeling disponerer følgende instrumenter:

- Fine Coat Ion Sputter JFC - 1100 (gull-belegger)
- Vacuum Evaporator JEE - 4x (kull-belegger)
- Scanning elektronmikroskop (SEM), type JEOL JSM-35
- Energidispersivt røntgenspektrometer (EDS), type PGT 1000

Tilleggsutstyr:

Filtreringsutstyr, 10 mm og 25 mm prøveholdere av forskjellige materialer (messing, karbon, aluminium, kobber), filtertype. Nuclepore, saks, pinsett, tannpirkere (til liming), karbon-lim (conductive carbon cement) og sølv-maling (silver print, original silver conductive paint).

Generelt:

En representativ del av prøven festes på karbon- eller messingholder ved hjelp av karbon-lim eller sølvmaling. Gull eller karbon pålegges og prøven er ferdig til mikroskopering. Vanligvis benyttes 3 min. gull-belegging ved 1 kV og 10 mA.

Uorganiske materialprøver:

Prøven legges enten direkte på holderen eller slemmes opp, behandles med ultralyd og filtreres på Nuclepore-filter.

Organiske materialprøver:

Organiske materialprøver, eventuelt prøver som inneholder vann må tørkes før de introduseres i høyvakuemet i SEM-kolonnen for å unngå strukturendringer ved fordampningen. Strukturendring kan gi feiltolkninger. Det foreligger spesifikke (vanligvis omfattende) prosedyrer for tørking av slike prøver. Utstyr for tørking av vevs-prøver hvor man ønsker å holde vevstrukturen intakt, finnes ikke ved avdelingen.

Filterprøver:

Filterprøver kan mikroskoperes direkte. Nucleopore-filtre egner seg best.

Vevs-prøver:

Vevet kuttet i små biter, tørkes, veies og foraskes (se pkt. 4.1.2). Prøven står deretter 20 min. i 1 N saltsyre, behandles 10 min. i ultralydbad, filtreres og tørkes raskt i varmeskap.

Innveid mengde tørt vev ligger mellom 30 og 60 mg. Telling av f.eks. fibre foretas ved 4500x forstørrelse.

4.5 Analyse av oljetåke

Analyse av oljetåke foretas med IR-spektrometer type Jasco IRA-2. Analysemetoden betinger standardkurve for hver enkelt oljetype.

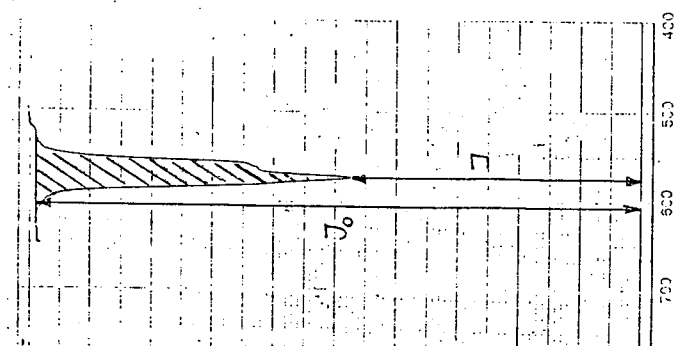
Standardkurve:

En veid mengde olje, ca. 100 mg \pm 0,1 mg, fortynnes til 100 ml med tetrakloretylen (C_2Cl_4). Standardoppløsningen fortynnes til ønskede konsentrasjoner som overføres til 1 cm eller 2 cm kvartskyvette. Absorpsjonen av CH-strekkfrekvensen måles i området 2,6-3,4 μ m mot en blindprøve av ren C_2Cl_4 . Utslaget på IR-skriveren gir topper hvor lengden måles f.eks. i cm. Beregning av absorbansen A gjøres etter basislinjen:

$$A = \log \frac{I_0}{I}$$

Se nedenstående figur.

Absorbansen plottes mot konsentrasjonen på mm-papir.



Prøvepreparering og analyse:

Etter prøvetakningen (se pkt. 2.4 og 3.3) veies glassfiberfiltret ($\pm 0,1$ mg) og plasseres i sentrifugerør som tilsettes ca. 5 ml C_2Cl_4 . Sentrifugerøret blir behandlet i ultralyd-bad 1 min. ved $30^{\circ}C$ og deretter sentrifugert. Blandingen dekanteres over i en 10 ml målekolbe som etterfylles med C_2Cl_4 til merket og rystes godt. Den nødvendige mengde av blandingen overføres til kvartskyvette (samme kyvette som brukt til standardkurve) og analyseres mot en blindprøve ren C_2Cl_4 i spektrometret. Konsentrasjonen av oljetåke beregnes ved hjelp av standardkurven for den aktuelle oljen.

5. SKJEMAER, RAPPORTERING

Skjema 1: Kalibreringskurve for flow-meter

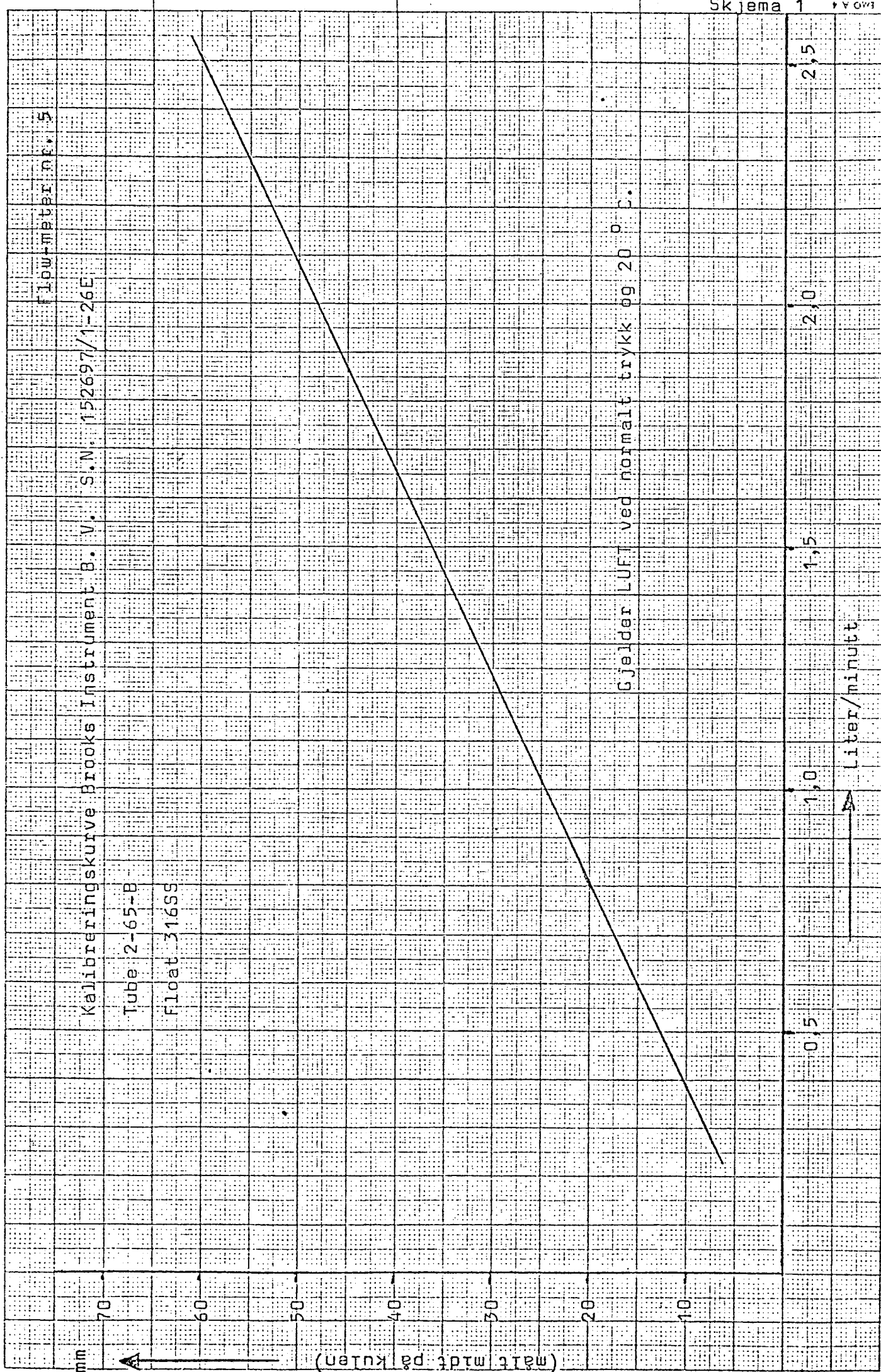
Skjema 2: Støvmåling med Casellapumpe

Skjema 3: Støvmåling med stasjonær Pumpe

Skjema 4: Analyseforskrifter

Skjema 5: Fibertelling

Skjema 6: Resultater av fibertelling



mm

70

60

50

40

30

20

10

(mål midt på kulen)

0,5

1,0

1,5

2,0

2,5

Liter/minutt

STØVMÅLING MED STASJONERE PUMPER

Bedrift:		Ansvarehavende:		År:	
Dato	Gassur nr.	Filter nr.	Telleverk		Luftvolum m ³
			Prøve tatt	Prøvested	
			start kl.	stopp kl.	
Kommentarer:					
Forhold under målingen o.l.:					
Filter nr.					

ANALYSEFORSKRIFT FOR TEKNISK AVDELING

Bedrift : _____

Kontaktmann : _____

Telefon : _____

Brev nr. : _____

Analyse nr. : _____

Undersøkelsen er undersøkt i samarbeid med: _____

- Totalstøvbestemmelse
- Sedimentering
- Glødetap LTA, HTA
- Kwartsanalyse på totalstøv med IR, X-Ray
- Kwartsanalyse på finstøvfraksjonen med IR, X-Ray
- X-Ray
- Energidispersiv røntgenanalyse
- Partikkeldistribuering, Coulter Counter
- Optisk mikroskopi
- Elektron mikroskopi
- Fibertelling
- Analyse av oljeaerosol
- Elementanalyse: Ag, As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Sb,
Se, Sn, Tl, V, Zn, andre: _____
- Andre analyser : _____

Andre opplysninger : _____

Antall prøver : _____

Saksbehandler : _____ Ankomstdato: _____

Besvart dato : _____

6. BILAG

Bilag 1: Støvmåling med bærbar pumpe

Bilag 2: Preparering og telling av fibre

STØVMÅLINGSUTSTYR

