

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
8672**

Второе издание
2014-05-01

Качество воздуха. Определение счетной концентрации переносимых по воздуху неорганических волокон путем фазово-контрастной оптической микроскопии. Метод с применением мембранного фильтра

*Air quality — Determination of the number concentration of
airborne inorganic fibers by phase contrast optical microscopy —
Membrane filter method*

ISO 8672:2014

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/iso/06ef651d-14d0-45b2-b055-595c5a66ba5f/iso-8672-2014>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 8672:2014(R)

© ISO 2014

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 8672:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/06ef651d-14d0-45b2-b055-595c5a66ba5f/iso-8672-2014>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2014

Все права сохраняются. Если не задано иначе, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия офиса ISO по адресу, указанному ниже, или членом ISO в стране регистрации пребывания.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	4
Введение	5
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Общее описание метода	2
4.1 Ограничения метода типом частиц	2
4.2 Предел видимости и пределы обнаружения	2
4.3 Аппаратура и оборудование	3
4.4 Гистологическая среда	6
4.5 Гарантия качества	6
5 Отбор проб	7
5.1 Расход	7
5.2 Приемлемые засорения волокнами на фильтрах	8
5.3 Хранение и перевозка	8
5.4 Пустые фильтры	8
5.5 Продолжительность и объем пробы	9
5.6 Стратегия отбора проб и отчетные документы	11
6 Оценка	11
6.1 Приготовление пробы	11
6.2 Принципы юстировки микроскопа	12
6.3 Калибровка сетки окуляра	12
6.4 Оценка функционирования микроскопа/работы оператора-счетчика	12
6.5 Подсчет и определение размера волокон	13
6.6 Вычисление концентрации волокон	14
7 Источники ошибок и неопределенность	15
7.1 Общие положения	15
7.2 Неопределенность	16
7.3 Межлабораторная изменчивость	18
7.4 Снижение вариации внутри лаборатории и между лабораториями	19
8 Протокол испытания	19
Приложение А (информативное) Предметное стекло: метод просветления фильтра ацетоном и закрепления в триацетине	21
Приложение В (информативное) Приготовление постоянного предметного стекла в заливочной среде диметилформамид – еупарал	22
Приложение С (нормативное) Сетка окуляра	25
Приложение D (информативное) Измерение экспонированной площади фильтра	28
Приложение Е (информативное) Методика юстировка микроскопа	29
Приложение F (информативное) Источники	30
Библиография	31

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. Международная организация по стандартизации работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Методы, использованные для разработки этого документа и предназначенные для его дальнейшего поддержания, изложены в Части 1 Директив ISO/IEC. В частности, следует обращать внимание на то, что разные критерии одобрения необходимы для разных типов документов ISO. Проект настоящего документа был разработан в соответствии с редакционными правилами Части 2 Директив ISO/IEC (см. www.iso.org/directives).

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего международного стандарта могут быть объектом патентных прав. Международная организация по стандартизации не может нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав. Подробности любых патентных прав, выявленных во время разработки определенного документа, будут указаны в разделе Введение и/или в списке ISO, содержащим полученные патентные заявления (см. www.iso.org/patents).

Любая торговая марка, использованная в этом документе, дана для удобства пользователей и не является его поддержкой.

Для объяснения смысла специфических терминов и выражений ISO, имеющих отношение к оценке соответствия, а также информацию о приверженности ISO принципам ВТО в Технических барьерах торговле смотрите следующий унифицированный указатель информационного ресурса (URL): Предисловие – Дополнительная информация.

Комитет ISO/TC 146, *Качество воздуха*, Подкомитет SC 2 *Атмосферный воздух рабочих мест*, отвечают за разработку настоящего документа.

Настоящее второе издание отменяет и замещает первое издание (ISO 8672:1993), которое было технически пересмотрено. Это второе издание дает дополнительные процедуры гарантии качества.

Введение

Концентрация оптически видимых переносимых по воздуху неорганических волокон может быть определена только на основе результатов, полученных конкретным измерительным методом. Более того, опыт показал, что разные лаборатории, использующие метод счета волокон на мембранном фильтре, могут получать разные результаты из одной и той же пробы, даже когда эти лаборатории работают по написанной версии метода, который пытается задавать все переменные.

Вследствие того, что метод с применением мембранного фильтра является необычайно зависимым от оператора, весьма важно применять этот метод с осторожностью и использовать его вместе со схемой контроля качества. Второе издание этого международного стандарта предусматривает дополнительные процедуры гарантии качества.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 8672:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/06ef651d-14d0-45b2-b055-595c5a66ba5f/iso-8672-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/06ef651d-14d0-45b2-b055-595c5a66ba5f/iso-8672-2014>

Качество воздуха. Определение счетной концентрации переносимых по воздуху неорганических волокон путем фазово-контрастной оптической микроскопии. Метод с применением мембранного фильтра

1 Область применения

Настоящий международный стандарт задает определение концентрации переносимых по воздуху неорганических волокон, подсчет которых осуществляется путем фазово-контрастной оптической микроскопии, используя метод с мембранным фильтром в атмосферном воздухе рабочих мест, как определено счетными критериями в 6.5.4.

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы, целиком или частично, упоминаются в этой спецификации и являются обязательными для ее применения. Что касается устаревших ссылок, то к ним применяется только цитируемое издание. Для всегда актуальных ссылок применяется самое последнее издание справочного документа (включая поправки).

ISO 13137, *Атмосферы в рабочих местах. Насосы для индивидуального отбора проб химических и биологических агентов. Требования и методы испытаний*

3 Термины и определения

В настоящем документе применяются следующие термины и определения.

ПРИМЕЧАНИЕ Термины, специальные к этому документу, определяются дополнительно к терминам, которые встречаются в стандартах ASTM D7200-12,^[6] Европейском стандарте EN 1540.^[7]

3.1

контрольное предметное стекло reference slide

предметное стекло, приготовленное путем отбора полевой пробы на мембранный фильтр путем пропускания через него воздуха, просветления части фильтра в парах ацетона и в триацетине (метод в Приложении А) или заливочной среде диметилформамид-еупорал (метод в Приложении В), с покровным стеклом без рисунка сетки, которое надо использовать в схеме долговременного контроля качества

Примечание 1 для ввода: Чтобы хранить запас контрольных предметных стекол, их следует отбирать из ранее приготовленного банка проб, для которых уже исторически установлены средняя величина и изменчивость. В них следует также включить пробы с изменяющимися плотностями волокон и разными типами волокон (при наличии). Контрольные предметные стекла следует проверять периодически на целостность фильтра и заменять при необходимости.

3.2

зона дыхания breathing zone

пространство, вокруг носа и рта, из которого рабочий вдыхает воздух

Примечание 1 для ввода: Технически зона дыхания соответствует полусфере (обычно принятой радиусом 30 см) перед лицом человека с центром в средней точке линии, соединяющей уши. Основание полусферы есть плоскость через эту линию, верх головы и гортань. Это техническое описание не применяется при использовании защитного респиратора.^[7]

3.3

волокно, подлежащее счету countable fibre

любой объект, имеющий максимальную ширину меньше 3 мкм, общую длину больше 5 мкм и отношение длины к ширине больше чем 3:1.

3.4

значение ПДК в рабочем месте (предел профессиональной незащищенности от воздействия) occupational exposure limit value

предел взвешенного по времени среднего значения концентрации химического агента в воздухе в пределах зоны дыхания рабочего относительно заданного контрольного периода

Примечание 1 для ввода: Предельные значения устанавливаются главным образом для контрольных периодов 8 ч, но могут быть также установлены для меньших периодов или резких превышений концентрации. Предельные значения для газов и паров заявлены в терминах, независимых от переменных температуры и давления воздуха, в мл/м³ и в терминах, зависящих от упомянутых переменных, в мг/м³ для температуры 20 °C и давления 101,3 кПа. Предельные значения для взвешенных в атмосферном воздухе частиц или паров даются в мг/м³ или кратными этого для действительных условий окружающей среды (температура, давление) на рабочем месте. Предельные значения волокон даются в числах волокон в м³ или количестве волокон в см³ для действительных условий окружающей среды (температура, давление) на рабочем месте.^[7]

4 Общее описание метода

Метод заключается в отборе пробы путем пропускания измеренного количества воздуха через мембранный фильтр с помощью пробоотборника-насоса с батарейным питанием. Целый фильтр или часть фильтра (в форме клина) позднее преобразуется (путем просветления) из непрозрачной мембраны в гомогенный оптически прозрачный образец. Затем осуществляется подсчет волокон определенной длины и диаметра под фазово-контрастным оптическим микроскопом. Результат выражается как число волокон в кубическом сантиметре, которое вычисляется из подсчета общего числа волокон на поверхности фильтра и измеренного объема воздуха, пропущенного через него. Этот метод применяется для планового отбора проб и их оценки, чтобы определять персональное воздействие волокон и применять меры контроля их присутствия в атмосферном воздухе рабочих мест. Этот метод применяется для планового статического отбора проб и измерения персональной незащищенности от волокон.

4.1 Ограничения метода типом частиц

Настоящий метод не может распознавать состав или характеристики типов конкретных волокон и его использование должно быть ограничено атмосферным воздухом в рабочих местах в случае, когда преобладающие волокна относятся к неорганическим типам.

Использование этого метода также имеет ограничения в случае применения к пробам, содержащим крупные сланцевые или игольчатые частицы. Поэтому его не следует применять без предварительного знания о частицах, присутствующих в атмосферном воздухе вокруг рабочего места. Имеется разнообразие аналитических методов, которые могут быть полезными, например, микроскопия в поляризованном свете, электронная микроскопия.

4.2 Предел видимости и пределы обнаружения

Этим методом невозможно подсчитывать тонкие волокна шириной ниже предела видимости с помощью фазово-контрастной оптической микроскопии. Предел видимости изменяется в соответствии с контрастом показателя преломления между волокнами и гистологической средой и фазовым сдвигом микроскопа. Гистологическая среда триацетина, предложенная в этом методе, имеет коэффициент преломления приблизительно 1,45, а гистологическая среда еупарала (Euparal) – 1,48. В атмосферном воздухе вокруг рабочих мест могут появляться волокна с коэффициентом преломления в диапазоне от 1,4 до 1,5. Так как разность коэффициентов преломления между этими волокнами является относительно небольшой и гистологическая среда может быть недостаточной, чтобы их видеть, то такая гистологическая среда может быть неподходящей.

Ранее опубликованные ограничения пределов ширины 0,2 мкм или 0,25 мкм являются консервативными согласованными значениями. Практические исследования показали способность микроскопа, должны образом настроенного, обнаруживать волокно хризотила шириной 0,15 мкм ^[11] и волокна коричневого асбеста шириной 0,062 5 мкм.^[12] Эти результаты подсказывают возможность обнаружение волокон асбеста-крокидолита при ширине 0,05 мкм. Волокна меньшей ширины могут быть обнаружены под электронным микроскопом, но большие разности в результатах, которые иногда наблюдались между двумя методами, вероятно, имели место из-за меньшего подсчета тонких волокон под фазово-контрастной микроскопией (PCM), чем присутствие значимого числа волокон, которые могли быть видимыми только под электронным микроскопом. Методы гарантии качества в этом международном стандарте используются для того, чтобы идентифицировать и решить несколько типов ошибок счета под PCM.

С параметрами, заданными в этом методе, теоретический нижний предел обнаружения для пробы воздуха объемом 480 л, составляет 0,007 волокон в кубическом сантиметре. Однако предел практического использования часто составляет 0,1 волокон/см³ или выше. Такое происходит по той причине, что холостые фильтры часто дают показание нескольких считываемых волокон на 100 полей по окулярной шкале. Загрязняют фильтр эти “волокна” или артефакты из процесса чистки, которые имеют вид волокон. Ни подсчет с большого числа полей, ни увеличение выборки пробы воздуха не могут преодолеть проблему фоновой пыли, когда фильтры являются незначительным составляющим элементом пыльного облака. В относительно чистом атмосферном воздухе, например, в очищенном окружении после удаления асбеста (отбор пробы после очистки) ожидаемая концентрация волокон составляет < 0,01 волокон/см³. При этом требуются пробы большего объема (>480 л), чтобы обеспечить достижение запыленности с волокнами, поддающимися количественному определению.

4.3 Аппаратура и оборудование

4.3.1 Оборудование для отбора проб

4.3.1.1 Фильтры. Мембранные фильтры (многослойные, изготовленные из смеси эфиров или нитрата целлюлозы) диаметром 25 мм и размерами пор от 0,8 до 1,2 мкм или меньше являются предпочтительными. Они могут иметь или не иметь печатные сетки, которые позволяют оператору – счетчику легче фокусировать на плоскости, содержащей волокна, но линии сетки могут загораживать все или части полей зрения и мешать счету, так что этого не должно быть.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/06ef651d-14d0-45b2-b055-595c5a66ba5f/iso-8672-2014>

В последние годы наблюдались проблемы в ряде поставок партий фильтров из смеси эфиров целлюлозы, в которых не проявляется равномерная пористость по всему фильтру. Участки фильтра без пористости могут вести к высокому перепаду давления, имеющему результатом преждевременный выход из строя насоса. появление участков фильтра без отложения волокон и образование трещин в гистологических срезах ацетона-триацетина.^[13] Необходимо обращать внимание на качество фильтров, чтобы избежать этих проблем. Кроме того, каждую партию фильтров следует проверять на волоконное загрязнение согласно описанию в 5.4.

4.3.1.2 Держатель фильтра с открытым верхом, оснащенный защитным колпачком.^[14]

Расстояние между открытием колпачка и плоскостью фильтра должно быть в 1,5 – 2 раза больше внутреннего диаметра колпачка, который, по меньшей мере, равен диаметру открытой плоскости фильтра, но обязательно не больше чем на 2 мм.

Колпачок помогает предохранять фильтр от случайного загрязнения. Токопроводящий колпачок предпочтителен, чем пластмассовый, из-за возможного риска потери волокон вследствие электростатического заряда. Держатели фильтров и колпачки должны быть тщательно промыты перед использованием.

Конструктивное решения опоры фильтра, примененное в некоторых держателях фильтра, предполагает использование опорных подкладок. Назначением этих подкладок является обеспечение равномерного распределения воздуха, проходящего через первичную мембрану.

4.3.1.3 Насос отбора проб, способный давать ровный поток и обеспечивающий настройку потока с точностью $\pm 5\%$ требуемого расхода, а также обеспечивать поддержание этого расхода через фильтр с точностью $\pm 10\%$ для расхода 2 л/мин и $\pm 5\%$ для расхода > 2 л/мин в течение периода отбора пробы.

Хотя некоторые насосы оснащаются демпферами пульсации, внутренний демпфер может быть установлен между насосом и средой улавливания. Насосы для персонального отбора проб должны отвечать критериям для насоса типа Р, как определено в ISO 13137.

4.3.1.4 Соединительные трубопроводы, герметичные по конструкции и на соединениях, не допускающие просачивания.

4.3.2 Микроскопы

Так как микроскопы с идентичными “спецификациями” могут показывать довольно разное функционирование, необходимо, чтобы функционирование предложенных и существующих микроскопов оценивалось с помощью предметного стекла для тестирования предела обнаружения. При условии, что если этот критерий удовлетворяется, то разрешаются небольшие отклонения от рекомендованных технических условий в пунктах 4.3.2.4 и 4.3.2.5. Необходимые технические условия следующие.

4.3.2.1 Подсветка источником света Келера или по типу Келера. Предпочтительно иметь встроенное освещение по Келеру с регулировкой переменной интенсивности света.

4.3.2.2 Сборочная единица микроскопа, конденсор Аббе или ахроматический фазовый контрастный конденсор, вставленный в сборочную единицу.

Должно быть средство центрирования каждого кольца конденсора относительно фазовой плоскости в соответствующем объективе, а также средство фокусировки конденсора.

4.3.2.3 Предметный столик, Встроенная механическая платформа для исследуемого образа, оснащенная скользящими зажимами, и с перемещением по осям $x - y$.

4.3.2.4 Объективы, револьверная головка микроскопа, оснащенная ахроматическим с фазовым контрастом объективом, дающим 10-кратное и 40-кратное увеличение.

Объектив для 40-кратного увеличения должен иметь числовую апертуру (numerical aperture - NA) между 0,65 и 0,75. Он должен иметь фазовое кольцо поглощения не меньше 65 % и не больше 85 %.

4.3.2.5 Бинокулярные окуляры, подобранные, чтобы давать общее увеличение в 400 – 500 раз.

По меньшей мере, один окуляр должен позволять включение окулярной сетки. Рекомендуется компенсирующий и фокусирующий тип.

4.3.2.6 Окулярная сетка (Валтона/Бекетта или RIB),^[15] диаметр измерительной сетки в плоскости объекта при использовании 40-кратного фазового объектива и подходящего окуляра должен быть 100 ± 2 мкм.

4.3.3 Принадлежности

4.3.3.1 Центрирующий телескоп или линзы Бертланда, для проверки, что фазовые кольца в конденсоре центрированы относительно фазовых колец в объективах.

4.3.3.2 Зеленый фильтр, чтобы обеспечивать режим наилучшего фазового контраста, потому что оптика рассчитывается на эту длину волны.

4.3.3.3 Микрометр столика микроскопа, с 1 мм, деленным на деления 0,01 мм.

4.3.3.4 Держатель скальпеля и одноразовых лезвий, хирургическая сталь #10 или #22, изогнутое лезвие.

4.3.3.5 Пинцеты, с тонким кончиком.

4.3.3.6 Испаритель ацетона, чтобы просветлять в парах ацетона фильтры из смеси эфиров и нитратов целлюлозы.

4.3.3.7 Шприц для подкожных впрыскиваний, с иглой калибра 22 или одноразовой микропипеткой.

4.3.3.8 Предварительно очищенные предметные стекла микроскопа приблизительно размером 76 мм x 25 мм и толщиной 0,8 – 1,0 мм.

4.3.3.9 Покровные стекла (без сеток), 22 мм x 22 мм, толщина 0,16 — 0,19 мм, например, No. 1-1/2 или как точно определено изготовителем микроскопа. Покровные стекла большего размера необходимы, чтобы покрывать весь фильтр диаметром 25 мм.

4.3.3.10 Покровное стекло для проверки фазового контраста, HSE/NPL Mark II или HSE/ULO Mark III, где сертификат включает ссылку, по меньшей мере, на один блок невидимых линий, (смотрите 6.4).

4.3.3.11 Перемещаемые покровные стекла, каждое покровное стекло имеет 2 сетки и 2 логотипа, которые помогают ориентировать покровное стекло.

Каждая сетка имеет 140 полей просмотра, каждое из которых приблизительно 100 мкм в диаметре. Поля просмотра располагаются в 14 столбцах и 10 рядах. При правильной ориентации буква появляется сверху и внизу каждого столбца, а номер появляется на каждой стороне рядов. Таким образом, каждое поле просмотра идентифицируется для перемещения.^[9]

4.3.3.12 Стандартные перемещаемые испытательные предметные стекла, приготовленные из разных типов асбеста и неорганических волокон с разными матричным фоном методом диметилформамид / эйпарал.^[9]

ISO 8672:2014

Не должно быть наблюдаемых миграций волокон в этих предметных стеклах за более чем 5 лет.^[8] Другие процедуры просветления и покрытия могут быть использованы, если никакая миграция фильтра не наблюдается за определенный период использования.

Они могут быть приготовлены из фильтров для проверки аналитической квалификации (PAT) лабораторий согласно программе Американской ассоциации промышленной гигиены (AIA).^{[8][9]} Фильтр или часть фильтра в виде клина просветляется и устанавливается методом диметилформамид / эйпарал с перемещаемым покровным стеклом, имеющим сетку (Приложение В). Волокна, видимые в каждом открытии сетки, идентифицируются, а их местоположение маркируется на рисунке каждого открытия. Идентичность, номер и позиция каждого волокна проверялись вторым оператором-счетчиком.

4.3.3.13 Перчатки разового использования.

4.3.3.14 Плитка с терморегулятором или сушильная печь.

4.3.3.15 Термометр, шкала от 0 °C до 100 °C.

4.3.4 Реактивы

4.3.4.1 Диметилформамид, чистота реактива.

4.3.4.2 Прозрачная уксусная кислота, чистота реактива.