

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ  
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

ФГУП “РОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ИНФОРМАЦИИ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И ОЦЕНКЕ СООТВЕТСТВИЯ”  
(ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”)

Рег. № 7952

**Рекомендуемая методика отбора проб и анализа потенциально  
возможных эмиссий загрязняющих атмосферу частиц технического  
углерода и других дисперсных частиц, присутствующих в окружающей  
среде<sup>1</sup>**

Standard Practice for Sampling and Testing of Possible Carbon Black Fugitive Emissions or  
Other Environmental Particulate, or Both <sup>1</sup>

**ЗАРЕГИСТРИРОВАНО**

**Федеральное агентство по  
техническому регулированию  
и метрологии**

**ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”**

Номер регистрации: **7952/ASTM D**  
Дата регистрации: **27.02.2015**

Страна, № стандарта

**ASTM D6602-13**

Переводчик: ИППУ СО РАН

Редактор: ИППУ СО РАН

Кол-во стр.: 28

Кол-во рис.: 27

Кол-во табл.: 3

Дата сдачи перевода: 23.12.2014

Редактирование выполнено: 17.02.2015

**Перевод аутентичен  
оригиналу**

**Москва**

**2015 г.**

**ASTM  
D6602-13**

**Рекомендуемая методика отбора проб и анализа потенциально возможных эмиссий загрязняющих атмосферу частиц технического углерода и других дисперсных частиц, присутствующих в окружающей среде**

**Взамен:** D6602-03b (2010) <sup>ε1</sup>

**Утверждён:** 1 ноября 2013

**Вступил в действие:** в декабре 2013

**Название:** Standard Practice for Sampling and Testing of Possible Carbon Black Fugitive Emissions or Other Environmental Particulate, or both

**Источник:** ASTM Standards on Disk, 2014, v. 09.01

**Язык оригинала:** английский

**Количество страниц:** 28

**Переводчик:** Т.Г. Человечкова

**Дата:** 23.12.2014



# Рекомендуемая методика отбора проб и анализа потенциально возможных эмиссий загрязняющих атмосферу частиц технического углерода и других дисперсных частиц, присутствующих в окружающей среде<sup>1</sup>

Данный стандарт издаётся под постоянным номером D6602; число, следующее за номером, указывает год первоначального принятия или, если стандарт пересматривался, год последнего пересмотра. Число в скобках указывает год последнего утверждения. Наличие буквы "эпсилон" (ε) указывает на редакционное изменение со времени последнего пересмотра или утверждения.

## 1 Область применения

1.1 Данный стандарт распространяется на отбор проб и испытание дисперсных частиц, присутствующих в атмосфере, с целью распознавания среди них частиц технического углерода серий N100 - N900 по классификации ASTM.

1.2 Для выполнения исследований по данной методике необходимо, чтобы микроскопист обладал определёнными профессиональными навыками. В связи с этим он должен пройти надлежащее обучение и иметь практический опыт, достаточный для идентификации морфологических параметров технического углерода. В целях успешного проведения анализа рекомендуют использовать книгу Donnet<sup>2</sup> в качестве вспомогательного технического справочного материала для получения представления о микроструктуре технического углерода.

1.3 Стандартными следует считать значения, выраженные в единицах международной системы (SI). Значения в скобках приведены только для сведения.

1.4 *Испытания по данному методу могут быть связаны с опасными материалами, операциями и оборудованием. В настоящем стандарте не рассмотрены все вопросы безопасности, связанные с его применением, если таковые имеются. Пользователь настоящего стандарта должен предварительно установить надлежащие меры по обеспечению безопасности и охране труда, а также определить применимость нормативных ограничений.*

## 2 Ссылки

### 2.1 Стандарты ASTM:<sup>3</sup>

D1619	Углерод технический – Методы определения содержания серы
D3053	Терминология в области технического углерода
D3849	Углерод технический – Метод морфологической характеристики материала при использовании электронного микроскопа

<sup>1</sup> Данный стандарт находится в ведении комитета D24 по техническому углероду Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) и в непосредственном ведении подкомитета D24.66 по защите окружающей среды, охране труда и безопасности.

Настоящее издание утверждено 1 ноября 2013 года. Опубликовано в декабре 2013. Первоначально стандарт был издан в 2000 году. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2010 году под № D6602-03b (2010)<sup>ε1</sup>. Буквенно-цифровой идентификатор настоящего стандарта (DOI): 10.1520/D6602-13.

<sup>2</sup> Hess, W.M. and Herd C.R., Carbon Black Science and Technology (издано Donnet, J.B., Bansal, R.C., Wang, M. J., Marcel Dekker, Inc., New York, NY, 1993, pp. 89-173).

<sup>3</sup> Стандарты ASTM, на которые сделана ссылка, можно запросить на сайте ASTM ([www.astm.org](http://www.astm.org)) или через службу оказания услуг потребителям ([service@astm.org](mailto:service@astm.org)). Номера томов Ежегодника стандартов ASTM указаны на странице кратких данных по этим стандартам на Web-сайте.



### 3 Терминология

#### 3.1 Определения специфических терминов, использованных в данном стандарте

3.1.1 *Ациниформный* – в форме виноградной грозди.

3.1.1.1 *Комментарий* – Первичные частицы технического углерода сфероидальной формы срastaются в агрегаты коллоидного размера, образуя гроздевидную морфологию.

3.1.2 *Ациниформный углерод* – коллоидный углерод, морфология которого включает первичные частицы (глобулы) сфероидальной формы, сростшиеся в агрегаты коллоидного размера в виде виноградных гроздей или открытых разветвлённых структур.

3.1.3 *Технический углерод* – технический материал, состоящий, главным образом, из элементарного углерода, и получаемый путём неполного сжигания или термического разложения углеводородов. Материал состоит из агрегатов гроздевидной формы, образующихся за счёт срастания сфероидальных первичных частиц. Первичные частицы, сростшиеся в агрегат, характеризуются однородным размером. Внутри первичных частиц существует турбостратическое расслоение.

3.1.3.1 *Комментарий* - Размер частиц и размер агрегатов (число частиц в агрегате) являются показателями гранулометрического распределения и изменяются в зависимости от марки технического углерода. Снимки, полученные с помощью просвечивающего электронного микроскопа (Приложение 1 к методике D6602), свидетельствуют, что, хотя частицы и агрегаты одной марки технического углерода существенно отличаются друг от друга по размерам, размер первичных частиц, образующих отдельный агрегат, по существу, однороден.

3.1.4 *Форма для регистрации данных в хронологической последовательности* – документ, в котором описано состояние пробы во время её отбора, анализа и утилизации.

3.1.5 *Обуглившееся вещество* – частица размером >1 мкм, образовавшаяся при неполном сжигании материала, которая может не распадаться или не диспергироваться под действием обычных средств. Частица может содержать материал, не имеющий отношения к техническому углероду, частично сохранять структуру клетки исходного материала, содержать некоторое количество минералов, золы, шлаков и других веществ.

3.1.6 *Сдуваемая пыль* – перемещающийся, летучий материал, состоящий из дисперсных частиц, инородных для поверхностей, на которых происходит их отложение.

3.1.7 *Плесень, плесневые налёты грибов, ложномучнистая роса, биоплёнка* – дисперсные частицы, источником которых являются поверхностные новообразования на живых и разлагающихся органических веществах.

3.1.8 *Минеральная пыль* – взвешенные естественно образующиеся неорганические дисперсные частицы, свойственные определённому региону, типа почвенных минералов.

3.1.9 *Пыльца* – дисперсные частицы, источником которых является масса микроспор в семенных растениях.

3.1.10 *Пыль, образующаяся при истирании резины* – тонкодисперсные мягкие частицы, образующиеся при истирании резины.

3.1.11 *Проба* – небольшая доля материала или заданное число объектов, отбираемых для проведения испытаний, проверки или специфических исследований определённых характеристик.

3.1.12 *Копоть* – порошкообразный материал чёрного цвета со сверхтонкими частицами, обычно, образующийся как нежелательный побочный продукт процесса горения или пиролиза. Он включает разные количества углеродистых и неорганических твёрдых частиц, содержащихся вместе с адсорбированными и окклюдируемыми органическими смолами и дёгтем.

3.1.12.1 *Комментарий* – Углеродистая часть копоти тоже коллоидная и часто характеризуется ациниформной морфологией. Копоть может иметь разную углеродную морфологию. Примерами копоти являются углеродные остатки, образующиеся при работе дизельных/бензиновых двигателей, сжигании веществ в промышленных факелах, функционировании шламоотстойников, сжигании шин и т.п.



3.1.13 *Липкая лента* – отрезок ленты с клеящим веществом, растворимым в растворителе, используемая для отбора частиц с поверхности.

3.1.14 *Поверхность* – внешняя поверхность, наружное покрытие или внешняя граница объекта, на которых может происходить осаждение углеродной пыли, выбрасываемых в атмосферу и природных частиц пыли/дисперсных частиц других типов.

3.1.15 *Турбостратический* – тип графитовой кристаллографической структуры, в которой отсутствует симметрия вдоль оси z.

## 3.2 Сокращения

3.2.1 *EDS* – энергодисперсионная спектроскопия, связанная с использованием SEM и TEM при идентификации элементарного состава.

3.2.2 *LM* – оптический микроскоп.

3.2.3 *PLM* – поляризационный оптический микроскоп.

3.2.4 *SEM* – сканирующий электронный микроскоп.

3.2.5 *TEM* – просвечивающий электронный микроскоп.

3.2.6 *WDS* - Дисперсионная спектроскопия по длине волны, связанная с использованием SEM и TEM при идентификации элементарного состава.

ПРИМЕЧАНИЕ 1- Стандартная терминология в области технического углерода приведена в стандарте D3053.

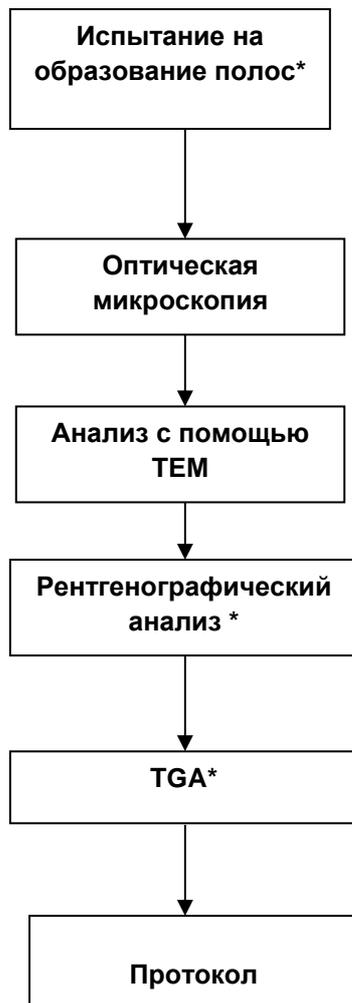
## 4 Сущность метода испытания

4.1 Данный стандарт распространяется на методики, сопровождающиеся составлением протоколов, которые следует выполнять при отборе проб непреднамеренно выброшенных в окружающую среду веществ/экологических проб и идентификации типов присутствующих дисперсных веществ, включая вещества, соответствующие или несоответствующие промышленному техническому углероду (далее именуемому просто техническим углеродом). Полуколичественное определение процентного содержания поверхностного дисперсного компонента каждого типа осуществляется с помощью поляризационного оптического микроскопа (PLM). Однако анализ методом PLM не даёт возможности отличить технический углерод от копоти (углеродных веществ чёрного цвета), которая может попадать в окружающую среду из большого количества источников. В связи с этим анализ с применением просвечивающей электронной микроскопии (TEM) обязателен для определения содержания технического углерода в пробе. Поскольку на подготовительных стадиях проведения анализа с помощью TEM исключаются частицы некоторых типов и определяются только тонкодисперсные (мелкие) частицы, содержащиеся в пробе, одна просвечивающая электронная микроскопия не может применяться для оценки содержания технического углерода или частиц других типов во всей пробе. Первым может быть проведён анализ при использовании PLM или TEM.

4.2 В Разделе 6 приведены рекомендации по надлежащему отбору проб непреднамеренно выброшенных в атмосферу веществ/экологических проб и обращению с ними. Анализы пробы с помощью поляризационной оптической микроскопии (PLM) и просвечивающей электронной микроскопии (TEM) описаны в Разделах 8 и 9. Анализ при использовании TEM имеет решающее значение при оценке соответствия или несоответствия отобранной пробы техническому углероду. Анализ с применением TEM обязателен при определении содержания частиц технического углерода в пробе. Анализ с помощью PLM не является обязательным, если просвечивающая оптическая микроскопия не показала присутствие ациниформных агрегатов, напоминающих агрегаты технического углерода. Вспомогательные методики, описанные в Разделе 9, могут быть включены в анализ пробы для получения дополнительных данных, касающихся природы исследуемого материала. Рассмотренные методики, применимость которых зависит от фактических обстоятельств, в некоторых случаях позволяют получить значимую идентификационную информацию.



4.3 Блок-схема на Рисунке 1 – пример последовательности выполнения данного анализа. Следует иметь в виду, что блок-схема носит рекомендательный характер и не является требованием стандарта. Первым может быть выполнен анализ при использовании PLM или TEM.



\*Необязательное испытание.

**Рисунок 1 – Блок-схема предлагаемой последовательности проведения анализа проб**

## 5 Назначение и применение

5.1 Дисперсные частицы, выбрасываемые в атмосферу, - основные загрязнители воздуха и поверхности в промышленной, городской и сельской окружающей среде. Биоплёнки (грибковые и водорослевые), почвенные минералы, остатки растений, отходы резины, корродированный металл и копоть являются общеизвестными веществами, вызывающими потемнение. Копоть, образующаяся как нежелательный побочный продукт процесса горения, может быть разных видов в зависимости от типа топлива и условий горения. Технический углерод, с другой стороны, – продукт, специально производимый в контролируемых условиях. По этой причине важно иметь возможность отличить технический углерод от копоти и других веществ, загрязняющих атмосферу.

## 6 Отбор проб

6.1 Зона, в которой отбирают пробу, должна быть репрезентативной для загрязнённой территории. Выбирают зону, в которой, предположительно, присутствуют частицы технического углерода. В некоторых случаях одинаковые наиболее распространённые поверхности используют для отбора всех испытываемых проб в каждом месте размещения объекта или каждой зоне.



## 6.2 Оборудование

6.2.1 *Полиэфирные салфетки* (салфетки Techwipe Alphasat из синтетического волокна, пропитанные раствором, включающим 70% спирта и 30% деионизированной воды, или равноценные салфетки).

6.2.2 *Липкая лента* (Scotch Crystal Clear Tape, № 25, или равноценная).

6.2.3 *Полиэтиленовые пакеты с зажимом Ziploc*.

6.2.4 *Стандартные предметные стёкла для микроскопа*.

6.3 Пробы должны отбираться по двум методикам (использование салфетки и клеящей ленты), описанным в пунктах 6.3.1 и 6.3.2. При отборе, обработке и перемещении проб соблюдают осторожность во избежание их загрязнения.

6.3.1 *Методика I: Отбор проб протиранием поверхности* - Отбирают пробу, протирая поверхность, с которой должна быть отобрана проба, полиэфирной салфеткой для снятия дисперсных и твёрдых частиц. Лёгкое давление на салфетку должно быть достаточным. Необходимо убедиться, что протёрта надлежащая площадь для отбора достаточного объёма пробы на поверхности салфетки. Салфетку с отобранной пробой помещают в пакет с зажимом Ziploc, прикрепив к нему этикетку.

6.3.2 *Методика II: Отбор проб с помощью липкой ленты* – Готовят предметное стекло с липкой лентой, прикрепив липкую ленту надлежащей длины к чистому предметному стеклу микроскопа, оставив кончик для удобного снятия плёнки. Снимают дисперсные и твёрдые частицы с поверхностей, с которых необходимо отобрать пробы, убрав липкую ленту с подготовленного предметного стекла и наложив её на исследуемую поверхность. Осторожно удаляют ленту с поверхности и помещают поперёк предметного стекла микроскопа. Соблюдают осторожность во избежание превышения нагрузки на ленту.

6.3.3 Все пробы должны быть чётко идентифицированы во время их отбора.

6.4 Отбирая пробы, заполняют Акт отбора проб (Таблица 1) и Форму регистрации данных по отбору проб в хронологической последовательности (Таблица 2).

6.5 Данная методика может быть использована для исследования проб, отобранных не только теми средствами, о которых говорилось выше. Это может быть, например, протирание поверхности полиэтиленовыми перчатками, использование фильтровальной бумаги, отбор проб с одежды, соскабливание материала непосредственно с требуемой поверхности и т.п., а также отбор пробы большого объёма из контейнеров в зонах, где произошла утечка материала. Однако для таких проб всегда требуется тщательная идентификация во время их отбора.

6.6 В случае неоднократных аварийных ситуаций рекомендуют очищать поверхности в промежутке времени между отборами проб.

**Таблица 1 – Пример Акта отбора проб**

Идентификационный № пробы: \_\_\_\_\_

Место отбора пробы: \_\_\_\_\_

Дата отбора пробы: \_\_\_\_\_

Комментарий:

---

---

---

---

**Таблица 2 – Пример Формы регистрации данных по отбору проб в хронологической последовательности**

	ID пробы	Дата отбора пробы	Кем отобрана проба	Комментарий		
1.						
2.						
3.						
4.						
5.						

	№ пробы	Кем передана проба	Кем принята проба	Время	Дата	Причина внесения изменения
1.						
2.						
3.						
4.						
5.						

Комментарий: \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

## 7 Исследование с помощью оптической микроскопии

7.1 *Краткое содержание метода испытания* – Данный метод исследования является скрининговым методом испытания, который позволяет получить представление о составе пробы сыпучего материала с помощью оптического микроскопа. Такой метод анализа обязателен для выполнения за исключением тех случаев, когда исследование с применением ТЕМ не показывает присутствие ациниформных агрегатов, напоминающих агрегаты технического углерода, и нет необходимости проводить полуколичественный анализ других компонентов пробы. Кроме того, есть особые ситуации, когда на основе других данных, например, по разорванному мешку около предприятия по производству технического углерода возникает убедительное предположение, что дисперсный материал, пробы которого отобраны, является техническим углеродом. В этом случае анализ с помощью ТЕМ может быть достаточным для подтверждения присутствия частиц технического углерода без обязательного проведения анализа при использовании PLM. Важно отметить, что результаты исследований с помощью оптического микроскопа, не могут считаться решающими при идентификации присутствия частиц технического углерода.

### 7.2 *Аппаратура*

7.2.1 *Оптический стереомикроскоп* с увеличением изображения не менее чем в 40 раз.

7.2.2 *Поляризационный оптический микроскоп*, оборудованный объективами с 10-кратным – 40-кратным увеличением.

7.2.3 *Жидкости с известным индексом преломления*, включающие жидкость Melmount с индексом преломления 1,662 или 1,55 компании Cargille либо равноценную жидкость.

7.2.4 *Ножницы или безопасные лезвия, либо то и другое*

7.2.5 *Предметные стёкла*

7.2.6 *Покровные стёкла*



7.2.7 *Камера для микроскопа* (поляроид, 35 мм, или цифровая камера)

7.2.8 *Вольфрамовые иглы*

7.2.9 *Пинцеты*

7.2.10 *Опорные слайды с изображением частиц, обнаруженных в пробах пыли.*

7.2.11 *Волоконно-оптический источник света* для исследования в отражённом свете

### 7.3 *Проведение испытания*

7.3.1 Осматривают липкую ленту с помощью стереобинокулярного микроскопа, отмечая зоны с интенсивно-чёрными или тёмными частицами.

7.3.2 Исследуют липкую ленту, с помощью поляризационного оптического микроскопа, используя проходящий и отражённый свет. На липкой ленте сохраняются нетронутыми зоны грибкового материала (биоплёнки), когда таковые есть. Если на исследуемой поверхности есть краска, отставшая под действием атмосферного воздействия, она не будет препятствовать идентификации составных элементов грибкового материала, как это бывает в случае отбора проб с помощью протирания салфеткой.

7.3.3 Осматривают пробу, отобранную протиранием салфеткой, используя стереобинокулярный микроскоп. Чистым бритвенным лезвием вырезают небольшой квадрат (~1 см) репрезентативной части пробы, включающей зону чёрного цвета, если она есть. Используя два чистых пинцета, вырезанный квадрат встряхивают, скручивают, очищают над чистым предметным стеклом, чтобы частицы упали с салфетки на предметное стекло. Если дисперсные частицы чёрного цвета покрывают некоторые волокна салфетки, часть таких частиц достают и размещают отдельно. Тёмные дисперсные частицы можно перенести с салфетки на предметное стекло с помощью вольфрамовой иглы. Добавляют каплю иммерсионного масла в подготовленный исследуемый материал (хорошо подходит масло с индексом преломления 1,55) и закрывают покровным стеклом.

7.3.4 Помещают предметное стекло с пробой на столик поляризационного оптического микроскопа и исследуют в проходящем (непосредственно и при использовании скрещённых поляризаторов) и отражённом свете. Копоть будет выглядеть как ациниформные агрегаты, состоящие из частиц интенсивного чёрного цвета, проявляющие слабое отражение света. При проведении исследования с помощью микроскопа слегка нажать на покровное стекло иглой. Если агрегаты представляют собой агрегаты копоти или технического углерода, они, скорее всего, деформируются неупруго и/или рассеются. Если происходит упругая деформация агрегатов, то, возможно, это частицы резины, содержащие технический углерод в качестве наполнителя. Вычисляют процент каждого компонента, указанного в Таблице 3, и регистрируют. Статья по идентификации частиц, содержащихся в окружающей среде, и их классификации по категориям с помощью PLM опубликована (1).<sup>4</sup> Микроскопист в своей работе полагается на свою профессиональную подготовку, опыт и справочную информацию о различных опубликованных статьях и книгах, касающихся характеристики частиц (2-8). Некоторые репрезентативные изображения частиц распространённых типов затемняющих веществ, включающих копоть, грибковые образования (биоплёнки), почвенные минералы, остатки растений и частицы резины, полученные с помощью PLM, представлены в Приложении A1. Вычисляют процентное содержание компонента каждого типа, указанного в Таблице 3, и регистрируют. Рекомендуют исследовать пробу, используя разные условия освещения, т.е. освещение сверху, снизу и сбоку. Такое исследование проводится для определения присутствия частиц технического углерода, других частиц чёрного цвета и частиц нечёрного цвета.

---

<sup>4</sup>Набранные жирным шрифтом цифры, указанные в скобках, имеют отношение к перечню ссылок, представленному в конце данного стандарта.



**Таблица 3 – Рабочий бланк с указанными дисперсными частицами, предназначенный для оптической микроскопии проб, отобранных в окружающей среде**

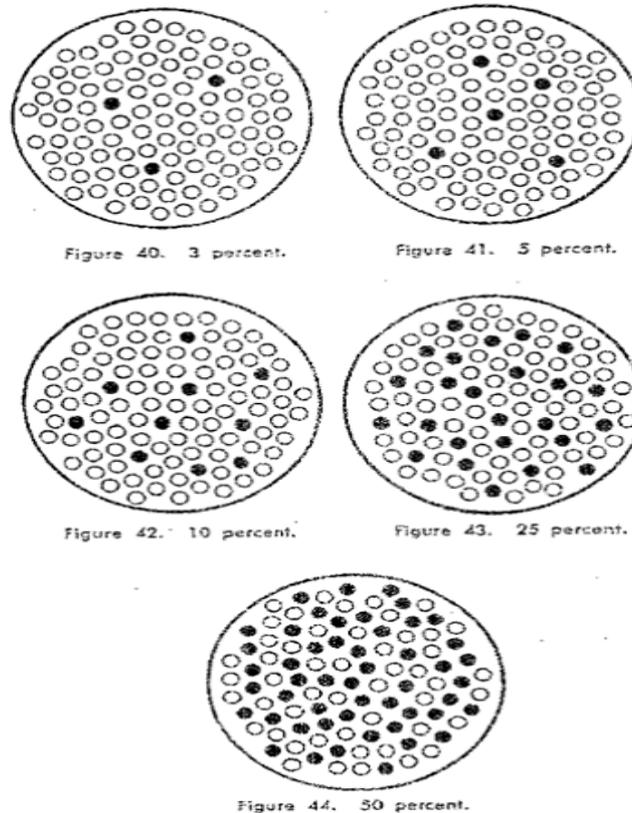
Компонент	Вычисленный процент (по объёму или площади)
Пыльца	
Грибковое образование, плесень, биоплёнка	
Почвенные минералы	
Копоть (которая может включать ациниформный углерод, дисперсный уголь или технический углерод)	
Угольная зола (летучая зола)	
Остатки растений	
Краска	
Останки насекомых	
Чешуйки ржавчины/металла	
Резина	
Уголь/кокс	
Прочее	

7.3.4.1 Полуколичественное визуальное определение процентного содержания частиц в пробе является хорошо известным методом, используемым на протяжении многих лет геологами, палеонтологами и специалистами по анализу асбеста (9-14). Специалисты, занимающиеся анализом, учатся выполнять визуальные оценки, используя сравнительные эталоны, на которых известно процентное содержание частиц показано в виде точек или фигур другой формы тёмного цвета. На Рисунке 2 представлен репрезентативный сравнительный эталон, используемый специалистами по полуколичественному визуальному анализу на основе эталона. Пробы известного состава, приготовленные из известных объёмов различных компонентов, также используются для проведения анализа по эталону. Исследование частиц осуществляется с применением PLM при увеличении изображения в диапазоне от 100-кратного до 400-кратного. Частицы характеризуются и идентифицируются с помощью PLM на основе их оптических свойств, включающих, помимо прочего, следующие показатели: (1) двойное лучепреломление/двойное отражение; (2) цвет; (3) морфологию/структуру поверхности; (4) физическое рассеяние в клеящем веществе для фиксирования пробы; (5) индекс преломления относительно клеящего вещества для фиксирования пробы. Как показывают результаты, полученные посредством PLM, технический углерод обычно представляет собой непрозрачные агрегаты или агломераты чёрного цвета, размер которых изменяется в зависимости от типа продукта или его производителя. Копоть разных типов может иметь одинаковый внешний вид в случае применения PLM (частицы, из которых состоят агрегаты, лучше исследовать с помощью TEM). Агрегаты/агломераты не имеют определённого коэффициента отражения, но ациниформная морфология может быть очевидной. Выполняя исследование с применением PLM, микроскописту следует периодически использовать источник света компании Kohler. Микромметр с масштабной сеткой калибруют один раз при установке и повторно в том случае, если изменяют исходное место размещения микроскопа.

7.3.5 Рекомендуют, чтобы присутствие частиц разных типов было подтверждено надлежащими микроснимками (полученными с помощью камеры микроскопа).

7.3.6 Микроснимки эталонных проб некоторых или всех дисперсных частиц, перечисленных в Таблице 3, необходимо подготовить для консультации или сравнения в случае необходимости. Пробы отбирают в исследуемой зоне. По своему усмотрению можно отобрать пробы других веществ, загрязняющих окружающую среду.

7.3.7 Требование к минимальному количеству частиц, требуемому для проведения достоверного анализа, не установлено в связи с изменчивостью популяции частиц.



**Рисунок 2 – Сравнительный эталон, иллюстрирующий известные процентные содержания частиц**

**ПРИМЕЧАНИЕ 2** – Дополнительный метод может быть использован в целях выполнения исследования с применением PLM, который включает нижеописанные процедуры:

- (1) Для проведения анализа с помощью PLM растворяют клей липкой ленты органическими растворителями (например, толуолом, ксилолом или хлороформом).
- (2) Экстрагируют частицы из клея путём механического встряхивания или воздействия ультразвуком.
- (3) Переносят аликвотную часть на предметное стекло с нанесенной каплей жидкости с известным индексом преломления (например, 1,55 или 1,660), помещенное на столик микроскопа, и закрывают покровным стеклом.

Подготовка анализируемых проб, отбираемых протиранием салфеткой, включают следующие процедуры:

- (1) Перекачивают вольфрамовую иглу, смоченную органическим растворителем (например, толуолом, ксилолом или хлороформом), поперёк поверхности салфетки с отобранной пробой.
- (2) Переносят репрезентативную выборку всех частиц с иглы в каплю жидкости с известным индексом преломления (1,660), помещённую на предметное стекло микроскопа, и закрывают покровным стеклом.

## **8 Исследование с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ТЕМ)**

### **8.1 Сущность метода испытания**

8.1.1 Данный метод испытания предназначен для проведения обязательной оценки материалов с ациниформными элементами, присутствующих в пробе, прежде всего, в целях определения, соответствия их морфологии гроздевидным или разветвлённым структурам, обычно связанным с техническим углеродом и копотью. Чтобы установить различия между дискретными морфологическими параметрами требуется разрешающая способность ТЕМ. Помимо исследования с помощью ТЕМ могут быть использованы вспомогательные методы (Раздел 9) для получения дополнительных данных о природе и объёме материала.



8.1.2 Пробу экстрагируют в безэлементном хлороформе или ацетоне путём обработки ультразвуком. Полученную суспензию переносят на подготовленную углеродную подложку, прикреплённую к медной сетке с размером ячеек 200 меш - 300 меш. Сетку помещают в просвечивающий электронный микроскоп (ТЕМ) и исследуют репрезентативные поля. Затем оценивают общую морфологию материалов с ациниформными элементами.

## 8.2 *Аппаратура и химические вещества*

8.2.1 *Просвечивающий электронный микроскоп*, оборудованный надлежащей камерой. Проведение энергодисперсионного анализа или дисперсионного анализа по длине волны рекомендуется, но не является обязательным.

8.2.2 *Ультразвуковая ванна или ультразвуковой зонд* мощностью, достаточной для диспергирования частиц

8.2.3 *Медные сетки* для ТЕМ, 3мм, 200 меш или 300 меш, с углеродной подложкой.

8.2.4 *Ножницы.*

8.2.5 *Стеклянные пузырьки с крышкой*, 1 драм (1 драм = 3,6996 мл); *стеклянные пробирки* (10 мм × 85 мм) или *стеклянный флакон* (3 см × 5 см).

8.2.6 *Пипетки* одноразового применения.

8.2.7 *Хлороформ* для спектрофотометрического анализа.

8.2.8 *Ацетон* для спектрофотометрического анализа.

## 8.3 *Проведение испытания*

8.3.1 Отрезают надлежащую загрязнённую часть полиэфирного/ватного шарика или фильтровальной подушечки из стекловолокна чистыми ножницами и помещают в свежeweымытую пробирку или флакон

8.3.2 Добавляют хлороформ или ацетон в пробирку в количестве 1 см<sup>3</sup> – 4 см<sup>3</sup> либо в стеклянный флакон в количестве 10 см<sup>3</sup> – 20 см<sup>3</sup> до полного погружения пробы.

8.3.3 Для диспергирования материала в жидкости можно использовать ультразвуковой зонд или ультразвуковую ванну. В случае применения ультразвукового зонда флакон устанавливают в контейнер, заполненный льдом или водой. Диспергируют материал ультразвуковым воздействием в течение достаточного периода времени (обычно 10 минут). Если степень диспергирования исследуемой пробы оказывается низкой, готовят новую пробу, используя ультразвуковую энергию более высокого уровня, или разбавляют суспензию.

8.3.4 Помещают медную сетку углеродной подложкой вверх на фильтровальную мембрану. Переносят фильтровальную мембрану в вытяжной шкаф.

8.3.5 Волюметрической пипеткой переносят 5 мм<sup>3</sup> - 10мм<sup>3</sup> (мкл) суспензии в центр сетки и оставляют для испарения растворителя. Когда жидкую каплю помещают на сетку, она наплывает на фильтровальную бумагу с образованием пятна, размер которого превышает размер сетки.

8.3.6 Если пятно оказывается избыточно светлым, повторяют процедуру, описанную в пункте 8.3.5, добавляя капли, пока пятно не станет видимым на фильтровальной бумаге, или добавляя не более 20 капель. Пробирку с оставшейся суспензией закрывают и помещают в вытяжной шкаф.

8.3.7 Помещают сетку на держатель пробы и вставляют держатель в колонку. Типичное ускоряющее напряжение 80 кВ достаточно для технического углерода. Определяют подходящую кратность увеличения изображения частиц в пределах 5000-кратное – 100000-кратное.

## 8.4 *Идентификация материала*

8.4.1 Классифицируют агрегаты на основе соответствия/несоответствия морфологии ациниформного материала (с гроздевидными агрегатами). Технический углерод и копоть некоторых типов считаются ациниформными по своей природе (15-22). Для сравнения существует стандартный технический углерод ASTM (23). Национальный институт стандартов и технологии (NIST) предоставляет образцы стандартного эталонного ациниформного углерода отработавших газов дизельного двигателя (24). Эталонные частицы угля и кокса можно также получить, обратившись в NIST (24).



ПРИМЕЧАНИЕ 3 – Убедительно рекомендуют принимать во внимание марки технического углерода, производимого в регионе, где отбирались пробы. Если в пробе обнаружен ациниформный материал, целесообразно также исследовать технический углерод, который, возможно, производился в регионе, используя его в качестве контрольного при сопоставлении с пробой, отбираемой из окружающей среды.

8.4.2 Если агрегаты оказались ациниформными, продолжают процесс идентификации. Исследуют общую морфологию агрегатов при 30000–кратном – 50000–кратном увеличении и изучают микроструктуру первичных частиц при 100000–кратном увеличении. В подтверждение результатов анализа рекомендуют сделать микроснимки репрезентативных полей. Микроснимки, представленные в Приложении А1, являются вспомогательными средствами идентификации технического углерода.

8.4.3 Рекомендуют определять элементарный состав, но эта процедура не является обязательной. Элементарный состав идентифицируют, используя рентгенографическую систему в сочетании с электронным микроскопом. Ациниформные частицы копоти и технического углерода являются, главным образом, углеродистыми, но могут содержать небольшие количества других элементов.

#### 8.4.4 *Морфология агрегатов*

8.4.4.1 Определяют, как первичные частицы соединены друг с другом в агрегаты, т.е. размеры (диаметр и длину) перешейков между первичными частицами. В агрегатах технического углерода размеры перешейков между частицами меньше диаметра первичных частиц. В копоти некоторых типов перешейки между частицами имеют размер, подобный размерам первичных частиц, что осложняет возможность отличить одну первичную частицу от другой. Показатели, на основе которых определяют, имеют ли агрегаты отношение к техническому углероду, указаны ниже.

- (1) Большая часть агрегатов содержит чётко очерченные первичные частицы.
- (2) Диаметр и длина перешейков между первичными частицами меньше диаметра первичных частиц.
- (3) Отдельные агрегаты содержат первичные частицы, диаметр которых находится в узком диапазоне.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 – Для исключения присутствия частиц техуглерода необходимо, чтобы хотя бы один из указанных показателей не соответствовал описанию.

8.4.4.2 Преобладающее число агрегатов технического углерода содержит чётко очерченные, достаточно однородные первичные частицы. При 100000–кратном – 500000–кратном увеличении изображения периметр первичных частиц технического углерода обычно выглядит довольно гладким. Периметры большей части первичных частиц некоторых видов копоти имеют шероховатую поверхность с острыми выступами и со следами, аналогичными действию травления, что позволяет предположить, что частицы не имеют отношения к техническому углероду.

8.4.4.3 Размер первичных частиц, из которых состоят агрегаты, должен быть в диапазоне 10 нм – 100 нм в случае печного технического углерода и в диапазоне 200 нм – 500 нм в случае термического технического углерода. Если размер частиц не соответствует данному условию, считается, что материал не имеет отношения к техническому углероду. Опубликован один метод определения диаметров первичных частиц, из которых состоят ациниформные агрегаты, обнаруженные в пробах, отобранных из окружающей среды (25).

8.4.4.4 Готовят репрезентативные микроснимки с надлежащей степенью увеличения изображения для подтверждения результатов анализа. Эталонные микроснимки, представленные в Приложении А2, являются вспомогательными средствами идентификации технического углерода.

8.5 Регистрируют результаты анализа не менее 5 ациниформных агрегатов или не менее 5 отверстий сетки. На основе морфологии классифицируют каждый агрегат как соответствующий или несоответствующий частицам технического углерода. Включают данные об элементарном составе и размере первичных частиц, если они были получены.

8.5.1 Если выполнены анализы с помощью PLM и TEM с оценкой элементарного состава и размера первичных частиц, можно вычислить приближённое процентное содержание технического углерода в пробе путём умножения отношения агрегатов, соответствующих агрегатам технического углерода (на основе морфологии, элементарного состава и размера первичных частиц), к общему числу анализированных агрегатов на процент технического углерода (копоти), который был определён посредством PLM.



## 9 Вспомогательные методы для получения дополнительных данных

9.1 В настоящем разделе рассмотрены методы анализа проб, применимость которых зависит от фактических обстоятельств. В некоторых случаях они позволяют получить решающую дополнительную информацию, значимую для идентификации частиц, содержащихся в пробе.

### 9.2 Рентгеноструктурный анализ с применением просвечивающей электронной микроскопии (ТЕМ)

9.2.1 *Сущность метода испытания* - Данный метод испытания предназначен для определения полуколичественного показателя содержания серы в отдельных компонентах, которые, предположительно являются техническим углеродом, с помощью энергодисперсионной спектроскопии (EDS) и дисперсионной спектроскопии по длине волн (WDS). Рассматриваемый метод испытания позволяет определить соответствие отношения сера/углерод в отдельном компоненте пробы отношению сера/углерод в промышленном техническом углероде. Метод даёт возможность идентифицировать, помимо серы, другие неуглеродные компоненты, присутствие которых может стать основой для заключения, что проба не имеет отношения к техническому углероду. По данному методу отдельные соединения, присутствующие в пробе, исследуют с помощью просвечивающего электронного микроскопа, оборудованного средствами энергодисперсионного анализа или дисперсионного анализа по длине волны, а также подвергают испытанию в целях определения элементарного состава, чтобы установить соответствие соотношения серы и углерода в специфических частицах аналогичному соотношению в техническом углероде.

9.2.2 Готовят пробу, выполняя процедуру, описанную в пунктах 8.3.1 – 8.3.7. Пробу экстрагируют безэлементным хлороформом или ацетоном путём ультразвукового воздействия. Проверяют жидкость, поместив каплю на углеродную решётку и выполнив рентгеноструктурный анализ с применением ТЕМ. При анализе некоторых типов хлороформа, предназначенного для спектрофотометрии, наблюдался небольшой пик кремния. Дополнительную информацию по определению содержания серы можно найти в стандарте D1619.

9.2.3 Изолируют анализируемую частицу и центрируют на ней луч.

9.2.4 Действуя согласно инструкции производителя оборудования для энергодисперсионного анализа, которым оборудован микроскоп, определяют элементарный состав частицы, сравнивая его с элементарным составом одного или большего числа проб эталонного стандартного технического углерода ASTM или эталонных проб с известным содержанием серы, отобранных в зонах потенциальных локальных источников. Дополнительно определяют, содержатся ли в частице, помимо серы, другие неуглеродные компоненты в существенных количествах. Содержание углерода в техническом углероде разных типов составляет 97 % - 99,5 %. Уровень серы меняется в пределах от 0% (термический и ацетиленовый технический углерод) до 0,5 % - 2 % (типичный печной технический углерод). Процентное содержание серы в техническом углероде в значительной степени зависит от процентного содержания серы в сырье, что необходимо учитывать. В отличие от технического углерода копоть в зависимости от её источников может содержать >2 % серы. Однако содержание серы в копоти некоторых типов, может быть <2 %. Такую копоть сложнее отличить от технического углерода. Исследуют специфические частицы на предмет содержания посторонних компонентов, которые обычно отсутствуют в техническом углероде.

### 9.3 Метод испытания, основанный на выявлении полос

9.3.1 *Сущность метода испытания* – В соответствии с данным методом тканью для оптических линз протирают поверхность в поперечном направлении, а затем осматривают ткань для выявления полос чёрного цвета. Такой метод может показать наличие свежих отложений технического углерода, копоти, плесени и некоторых существующих в природе дисперсных частиц. Однако этот метод не даёт возможности идентифицировать частицы технического углерода, т.к. образование полос происходит и в присутствии других дисперсных материалов.

#### 9.3.2 Аппаратура

##### 9.3.2.1 Полиэфирные салфетки или ватные шарики

##### 9.3.2.2 Ткань для оптических линз

9.3.3 *Проведение испытания* - Готовят валик размером ~15 мм×40 мм из 1 или большего числа полиэфирных салфеток или ватных шариков. Обёртывают удлинённый валик тканью для оптических линз и протирают исследуемую поверхность одним плавным движением в поперечном направлении на расстояние одного фута. Осматривают ткань для выявления полос. При проведении исследования на



гладких поверхностях можно также использовать ткань с мягкой лицевой стороной типа "Kleenex". Свежие отложения технического углерода и большей части копоти оставляют полосы на ткани от отдельных частиц. Помещают ткань в полиэтиленовый пакет и маркируют для дальнейшего потенциального исследования.

ПРИМЕЧАНИЕ 5 – Материалы, используемые для отбора дисперсных частиц, хранят в герметично закрытых пакетах или контейнерах для защиты от воздействия посторонних дисперсных частиц и загрязнения.

9.3.4 Важно отметить, что результаты, полученные методом выявления полос, нельзя считать решающими при идентификации технического углерода.

#### 9.4 Сканирующая электронная микроскопия (SEM) – Рентгеноструктурный анализ

9.4.1 *Сущность метода испытания* – В данном методе испытания используется сканирующая электронная микроскопия (SEM) и рентгеноструктурный анализ (EDS) для исключения соответствия некоторых частиц частицам технического углерода на основе их морфологии и химического состава. Метод SEM - EDS применим также при идентификации частиц некоторых вызывающих потемнение веществ типа биологического материала, минералов или частиц ржавчины/металлических коррозионных частиц.

#### 9.4.2 Аппаратура и химические вещества

9.4.2.1 *Углеродная липкая лента, двухсторонняя липкая целофановая лента или клейкий материал на углеродной основе*

9.4.2.2 *Держатели пробы для SEM.*

9.4.2.3 *Углеродный испаритель или средство для нанесения покрытия напылением золота*

9.4.2.4 *Эталонный технический углерод (метод испытания D1619)*

#### 9.4.3 Проведение испытания

9.4.3.1 Крепят липкую ленту с отобранной пробой к держателю пробы для SEM с помощью двухсторонней липкой ленты или переносят часть отобранного дисперсного материала на углеродный клейкий материал, закреплённый на держателе пробы. Соблюдают осторожность во избежание повреждения пробы.

9.4.3.2 Маркированный надлежащим образом держатель пробы помещают в углеродный испаритель для нанесения тонкого углеродного покрытия пробы в целях достижения электропроводности.

ПРИМЕЧАНИЕ 6 – В некоторых случаях и для некоторых проб и углеродное покрытие пробы не требуется.

9.4.3.3 Помещают пробу в SEM и анализируют при 100-кратном - 500-кратном увеличении. Просмотрев несколько полей, выбирают одно репрезентативное поле. Делают снимки репрезентативного поля и выбирают определённые частицы для рентгеноструктурного анализа.

9.4.3.4 Соблюдая требования инструкции производителя устройств для энергодисперсионного анализа (EDS) или дисперсионного анализа по длине волны (WDS), определяют элементы, присутствующие в исследуемых частицах. Содержание серы можно определить количественно, сравнивая интенсивность пика уровня серы в пробе с пиком, который соответствует известному уровню серы в эталонном техническом углероде. Целесообразно также испытывать идентифицированные пробы сомнительного материала, чтобы спектр, полученный для таких проб, можно было использовать в качестве характеристического эталона в сравнительных целях. Дополнительно определяют присутствие в частице, помимо серы, других неуглеродных компонентов в значительных количествах.

9.4.3.5 Важно отметить, что результаты, полученные методом SEM-EDS (SEM-WDS), нельзя считать решающими при идентификации присутствия технического углерода.

#### 9.5 Термогравиметрический анализ

9.5.1 *Сущность метода испытания* - Метод испытания заключается в количественной оценке содержания летучих органических веществ в углеродных пробах термогравиметрическими методами. Данный метод применим только к тем пробам, которые по результатам электронной микроскопии представляют собой, главным образом, ациниформный углерод (95 %), а также к пробам, содержание летучих в неуглеродных компонентах которых известно или может быть вычислено. Термогравиметрический анализ позволяет установить различия между дисперсным углеродом разных типов, т.к. технический углерод характеризуется низким содержанием летучих органических веществ (<8%), а уровень летучих органических веществ в копоти обычно бывает высоким (>20 %).



Испытываемые пробы, отобранные на подушечках из стекловолокна, нагревают до 550 °С в атмосфере азота для оценки содержания летучих органических веществ. Затем пробы нагревают в присутствии воздуха до 800 °С для определения массы дисперсного углерода, чтобы вычислить процентное содержание летучих веществ в дисперсном углероде.

## 9.5.2 Аппаратура

9.5.2.1 *Термогравиметрический анализатор (TGA)* с чувствительностью  $\pm 0,001$  мг.

9.5.2.2 *Фильтровальные подушечки из стекловолокна*

9.5.2.3 *Пинцеты*

## 9.5.3 Проведение испытания

9.5.3.1 Сначала испытывают фильтровальную подушечку, не использовавшуюся для отбора пробы (контрольную подушечку), с помощью TGA, чтобы определить потери массы материала, из которого сделана подушечка, при нагревании до 550 °С в атмосфере азота (50 см<sup>3</sup>/м) и до 650 °С в атмосфере воздуха (50 см<sup>3</sup>/м). Начинают нагревание с 50 °С со скоростью нагрева 10 °С/м. Перед тем, как поместить контрольную фильтровальную подушечку на микровесы TGA, настраивают микровесы на "0" при закрытой камере нагрева. Открыв камеру нагрева, переносят пинцетом контрольную подушечку на чашку микровесов. Закрывают камеру нагрева. Проверяют, что расход азота составляет 50 см<sup>3</sup>/м. Начиная процесс с 50 °С, нагревают контрольную подушечку до 550 °С со скоростью нагрева 10 °С/м. Регистрируют потери массы материала при нагревании в атмосфере азота. Оставляют прибор для охлаждения до 350 °С, подключают подачу воздуха со скоростью 50 см<sup>3</sup>/м. Повышают температуру от 350 °С до 650 °С со скоростью нагрева 10 °С/м.

9.5.3.2 Повторяют процедуру, описанную в пункте 9.5.3.1, для исследуемой пробы и регистрируют потери массы пробы при нагревании в атмосфере азота и воздуха.

9.5.3.3 Вычисляют содержание летучих веществ по уравнению:

$$\text{Летучие, \%} = \frac{(\text{потеря массы пробы в азоте} - \text{потеря массы контрольного материала в азоте})}{(\text{потеря массы пробы в воздухе} - \text{потеря массы контрольного материала в воздухе})} \times 100 \quad (1)$$

9.5.3.4 Важно отметить, что результаты, полученные термогравиметрическим методом, нельзя считать решающими при идентификации присутствия технического углерода.

## 10 Протокол

10.1 Представляют нижеуказанную информацию для каждой пробы.

10.1.1 Данные по отбору проб, зарегистрированные в хронологической последовательности (форма, представленная в виде Таблицы 2, или аналогичная форма).

10.1.2 Информация по отбору проб (бланк, представленный в виде Таблицы 1).

10.1.3 Результаты анализа, полученные при использовании PLM и TEM (Разделы 7 и 8).

10.1.3.1 Микроснимки, подтверждающие полученные данные.

10.2 Вспомогательные анализы, выполненные для определения соответствия/несоответствия пробы техническому углероду, дополнительные результаты, полученные при проведении вспомогательных анализов, которые могут включать:

10.2.1 TEM и рентгеноструктурный анализ (9.2);

10.2.2 Метод на основе определения образования полос (9.3);

10.2.3 Сканирующая электронная микроскопия (9.4);

10.2.4 Термогравиметрический анализ (9.5).



ASTM 6602 - 13

## Приложения (Обязательная информация)

### A1. Поляризационная оптическая микроскопия (PLM)

#### A1.1 Область применения

A1.1.1 Несколько микроснимков (Рисунки A1.1 – A1.7), полученных с помощью цифровой камеры, которой оборудован поляризационный оптический микроскоп Olympus BH-2, иллюстрируют микроструктуры некоторых общеизвестных затемняющих веществ. Микроснимки представлены как примеры микроструктуры общего характера.

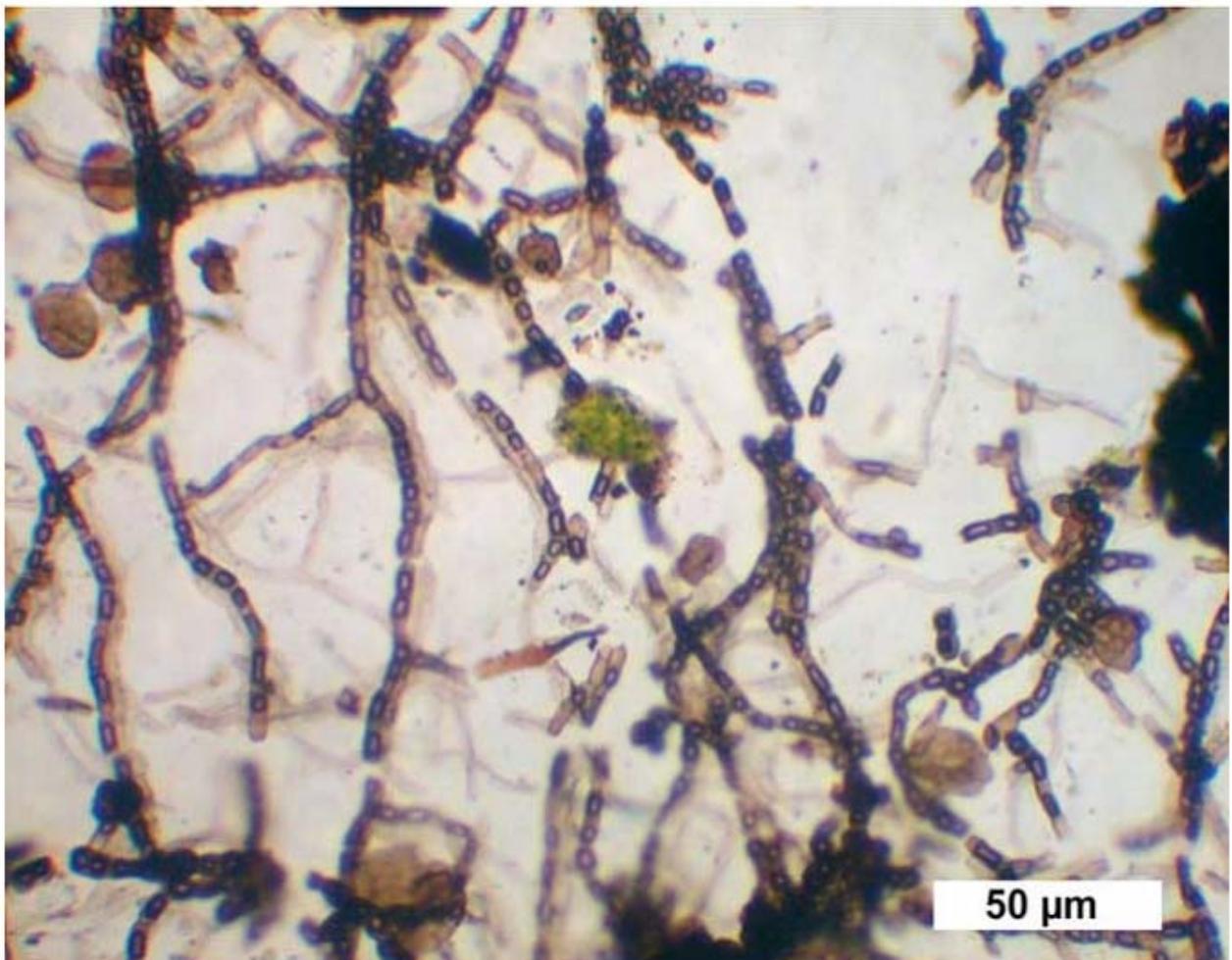
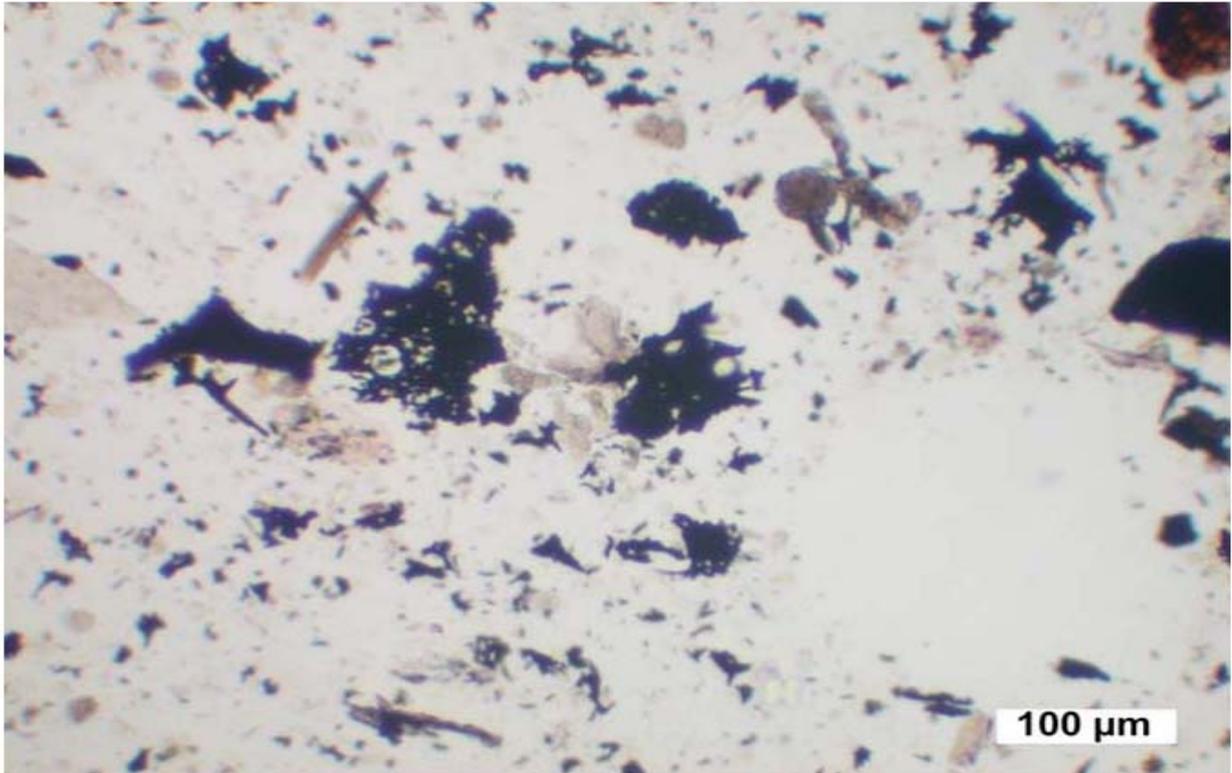
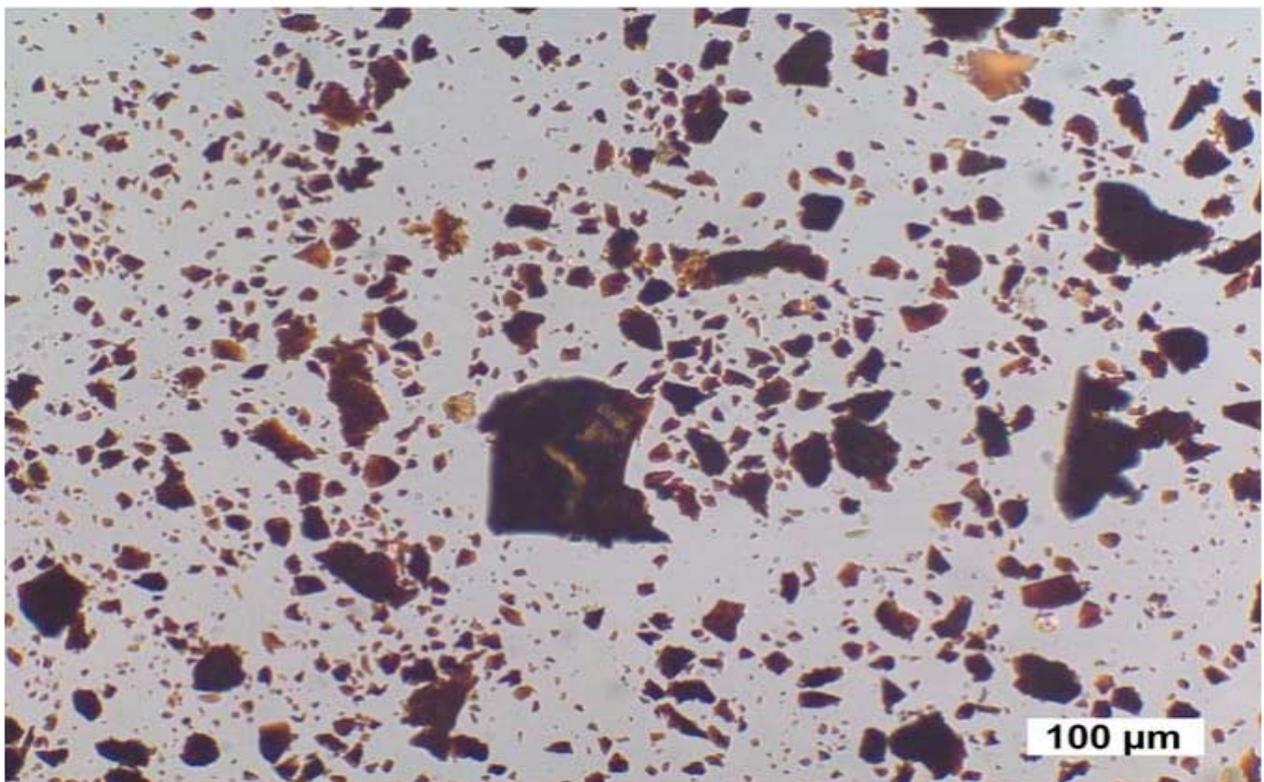


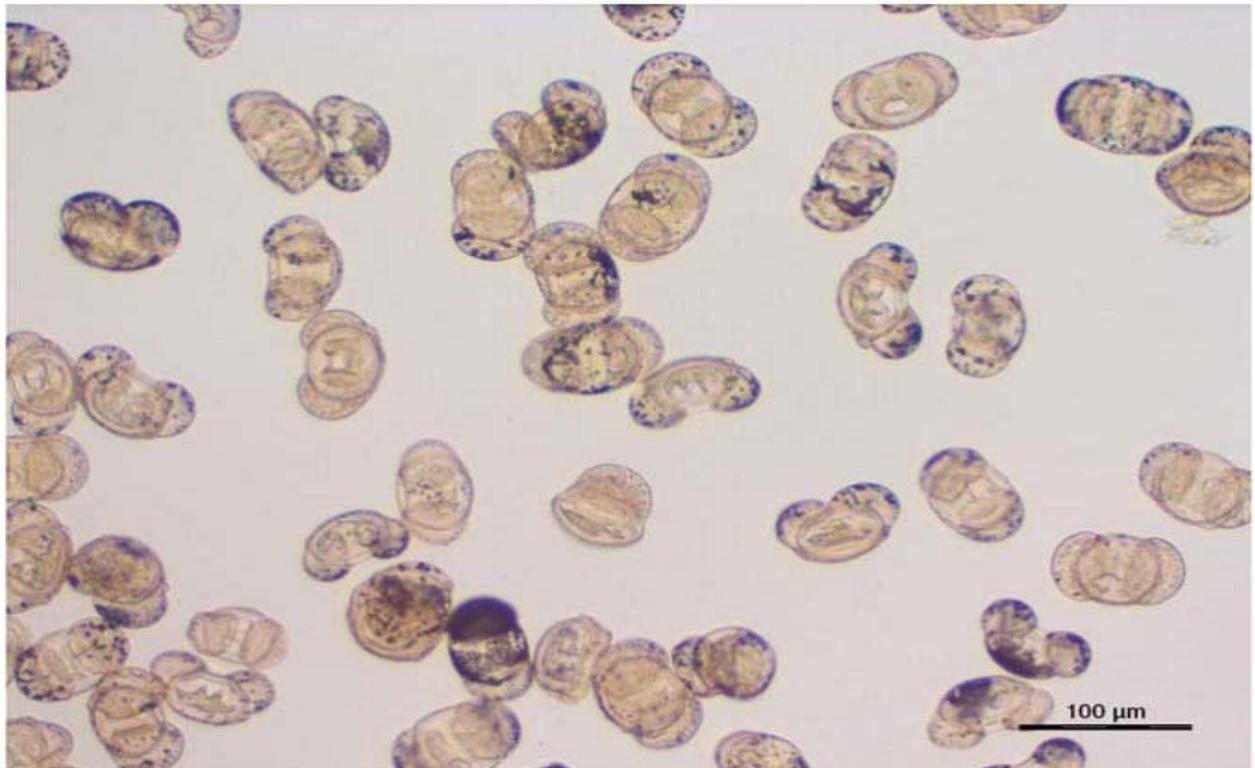
Рисунок А.1.1 – Микроснимок биоплёнки (отбор проб посредством липкой ленты), полученный с помощью PLM в проходящем свете



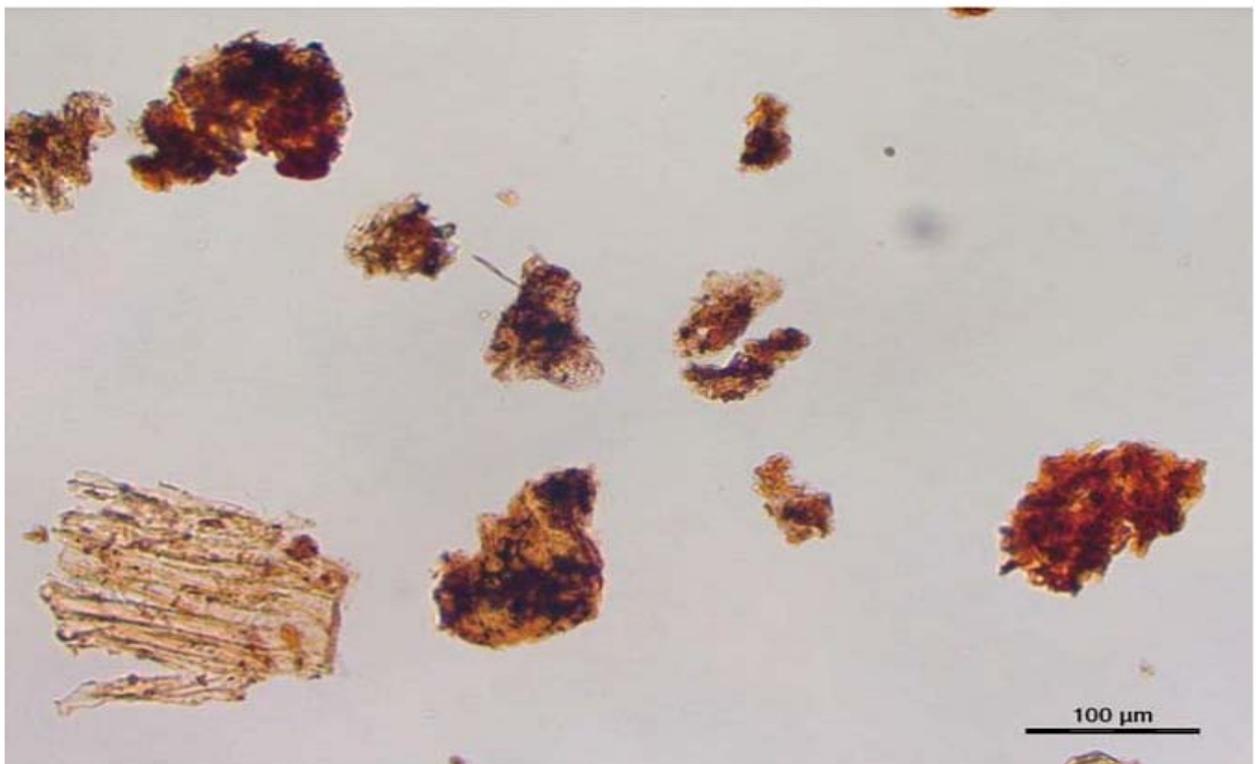
**Рисунок А.1.2 – Микроснимок копоти, образующейся при низкотемпературном горении (отбор проб при использовании жидкости 1.55 RI Cargille), полученный с помощью PLM в проходящем свете**



**Рисунок А.1.3 – Микроснимок угольной пыли (отбор проб при использовании жидкости 1.55 RI Cargille), полученный с помощью PLM в проходящем и отражённом свете**



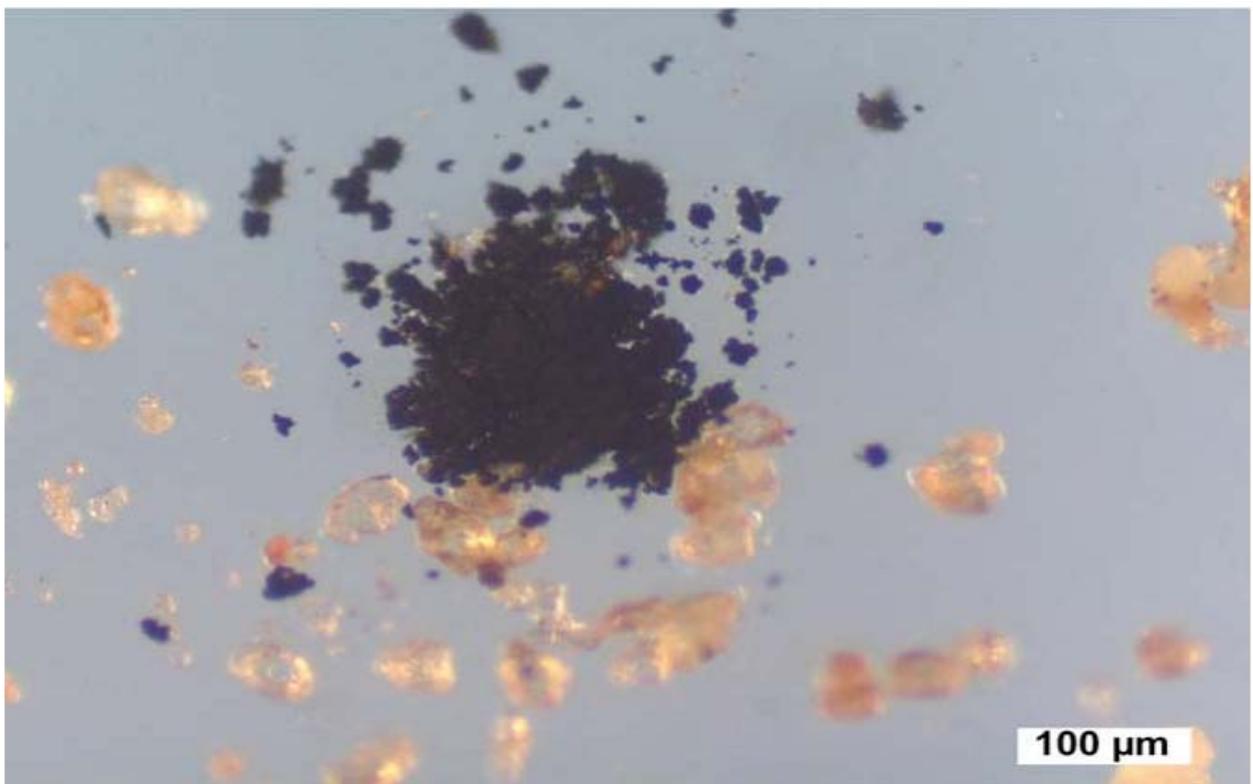
**Рисунок А.1.4 – Микроснимок пыльцы сосны ладанной (отбор проб при использовании жидкости 1.55 RI Cargille), полученный с помощью PLM в проходящем свете**



**Рисунок А.1.5 – Микроснимок остатков растений (отбор проб при использовании жидкости 1.55 RI Cargille), полученный с помощью PLM в проходящем свете**



**Рисунок А.1.6 – Микроснимок частиц резины (отбор проб при использовании жидкости 1.55 RI Cargille), полученный с помощью PLM в проходящем свете**



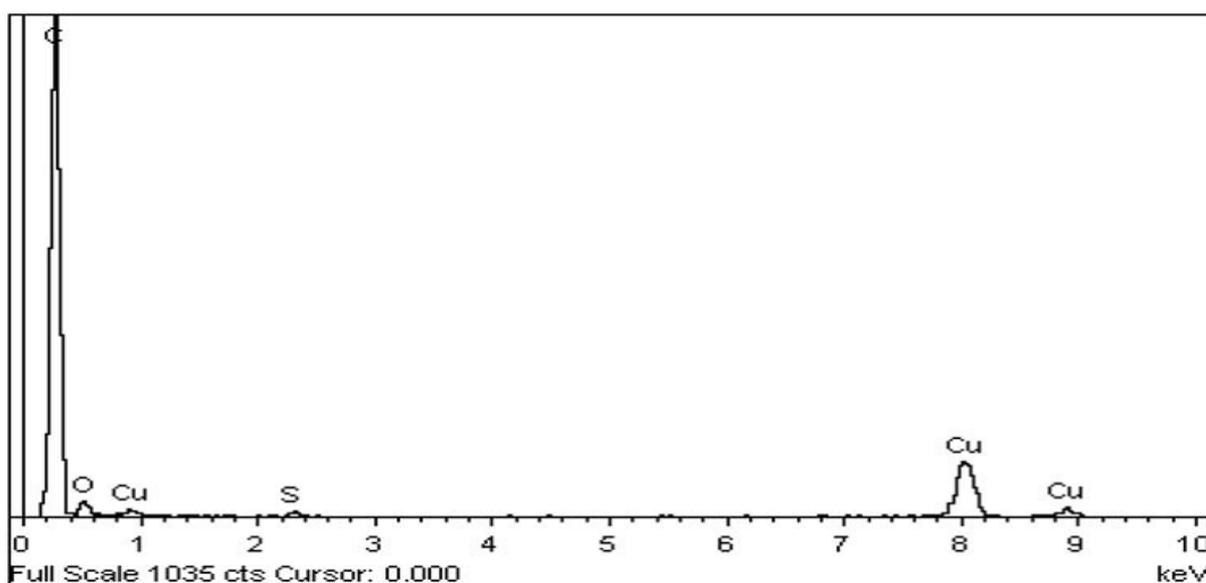
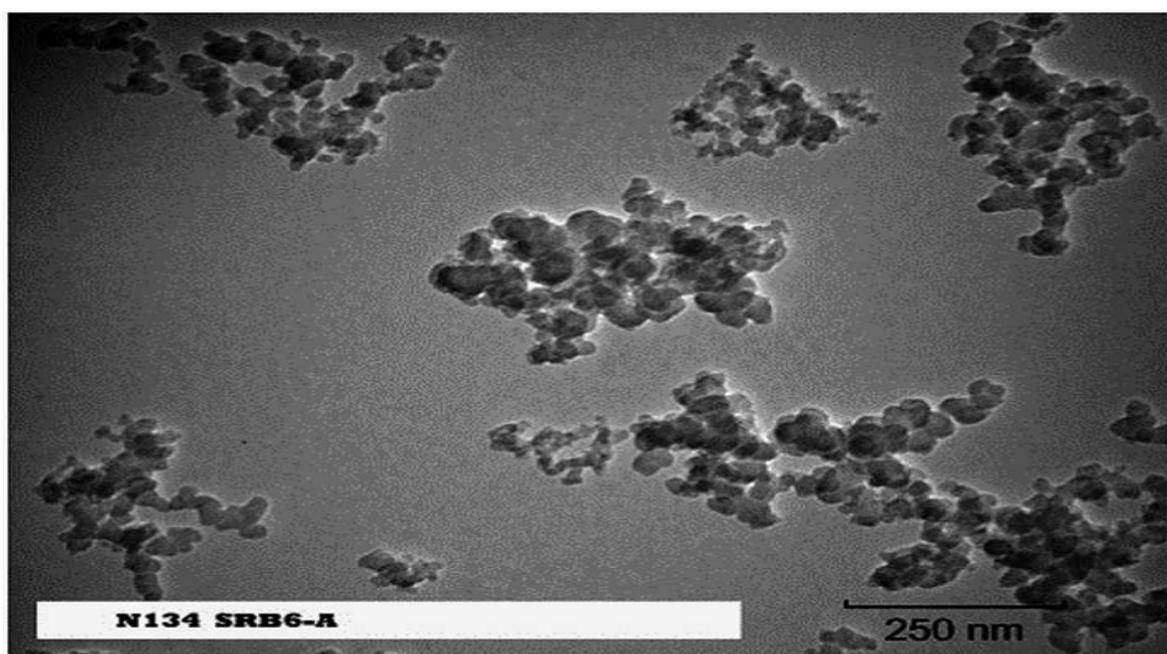
**Рисунок А.1.7 – Микроснимок ациниформной копоти (отбор проб методом липкой ленты), полученный с помощью PLM в проходящем свете**



## A2. Ациниформная морфология копоти разных типов и технического углерода

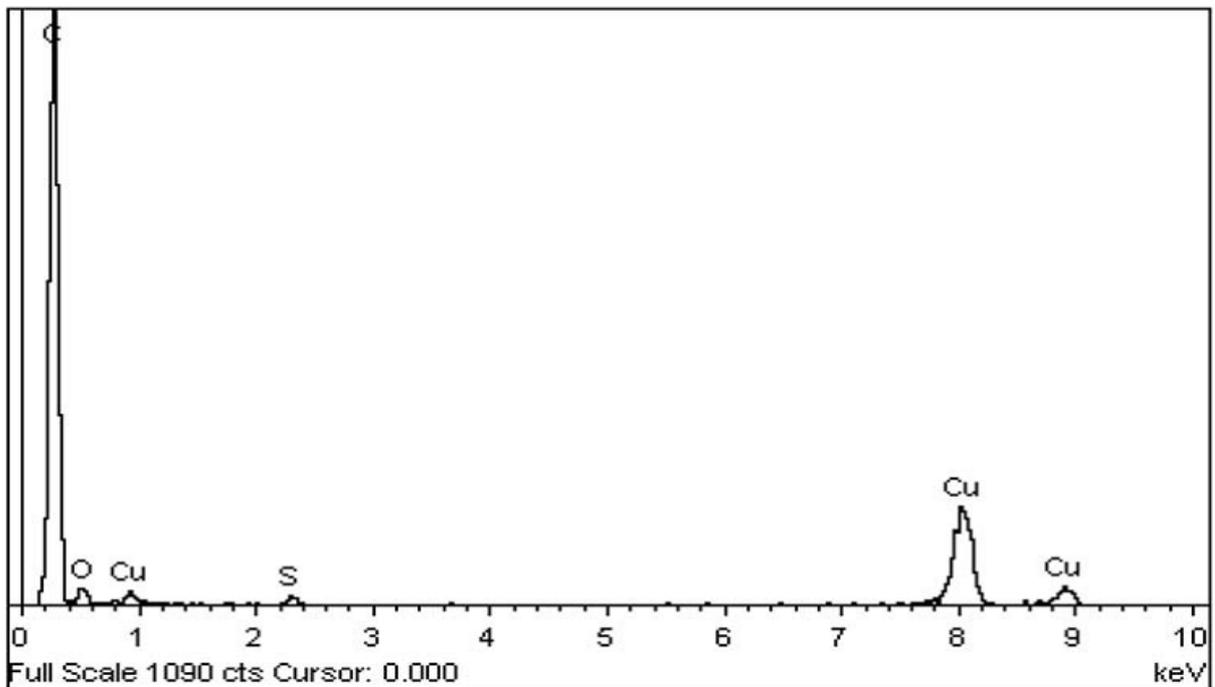
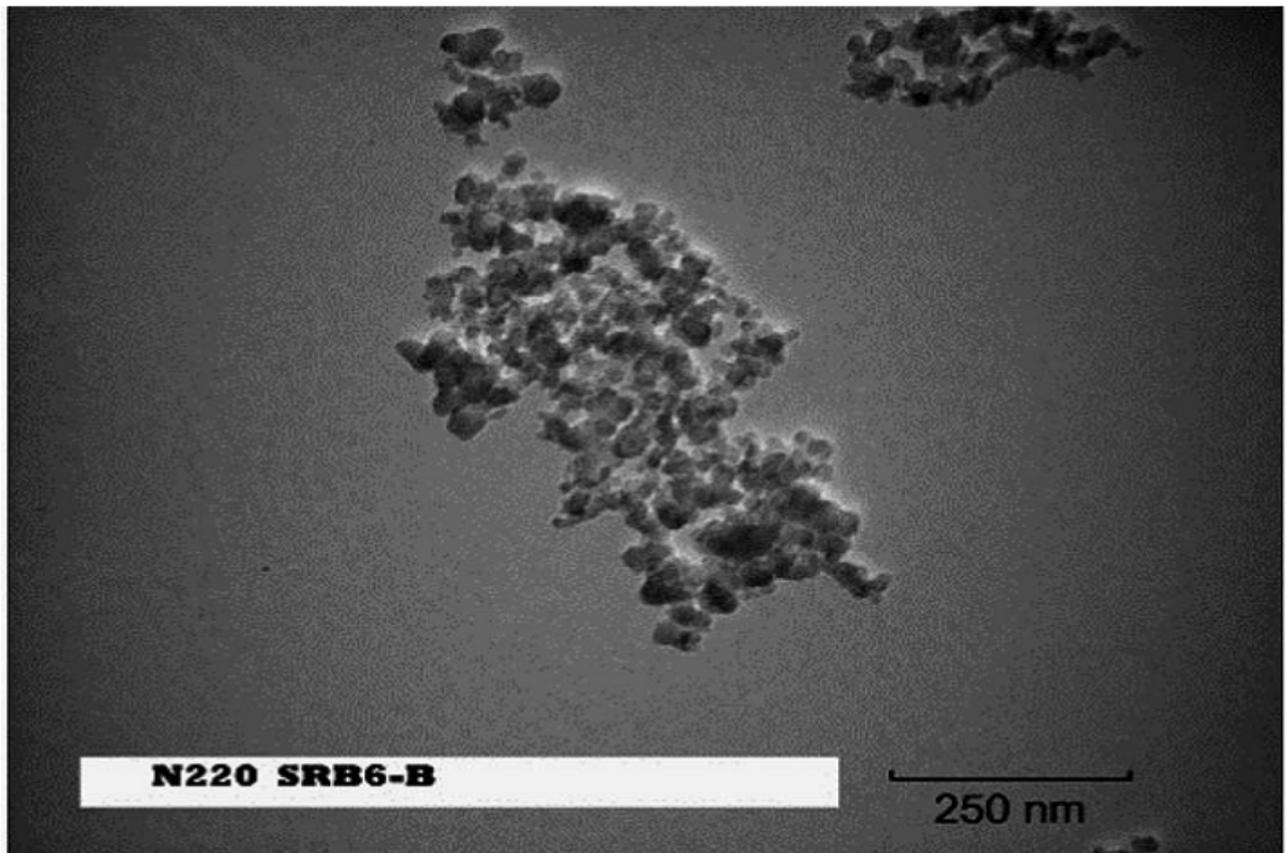
### A2.1 Область применения

A2.1.1 Ациниформная морфология, т.е. морфология в виде грозди винограда, характерна для копоти разных типов, технического углерода и некоторых других материалов. Для сравнения представлены несколько микроснимков (Рисунки A2.1 - A2.9), полученных с помощью просвечивающего электронного микроскопа. Микроснимки приведены в качестве примеров общего характера. Если есть возможность, эталонные пробы, отобранные в регионе, могут быть использованы в лаборатории для сравнения. Форма, размер и число первичных глобул могут быть разными в отдельных агрегатах ациниформного углерода. Результаты исследования на основе единичного агрегата должны интерпретироваться осмотрительно.



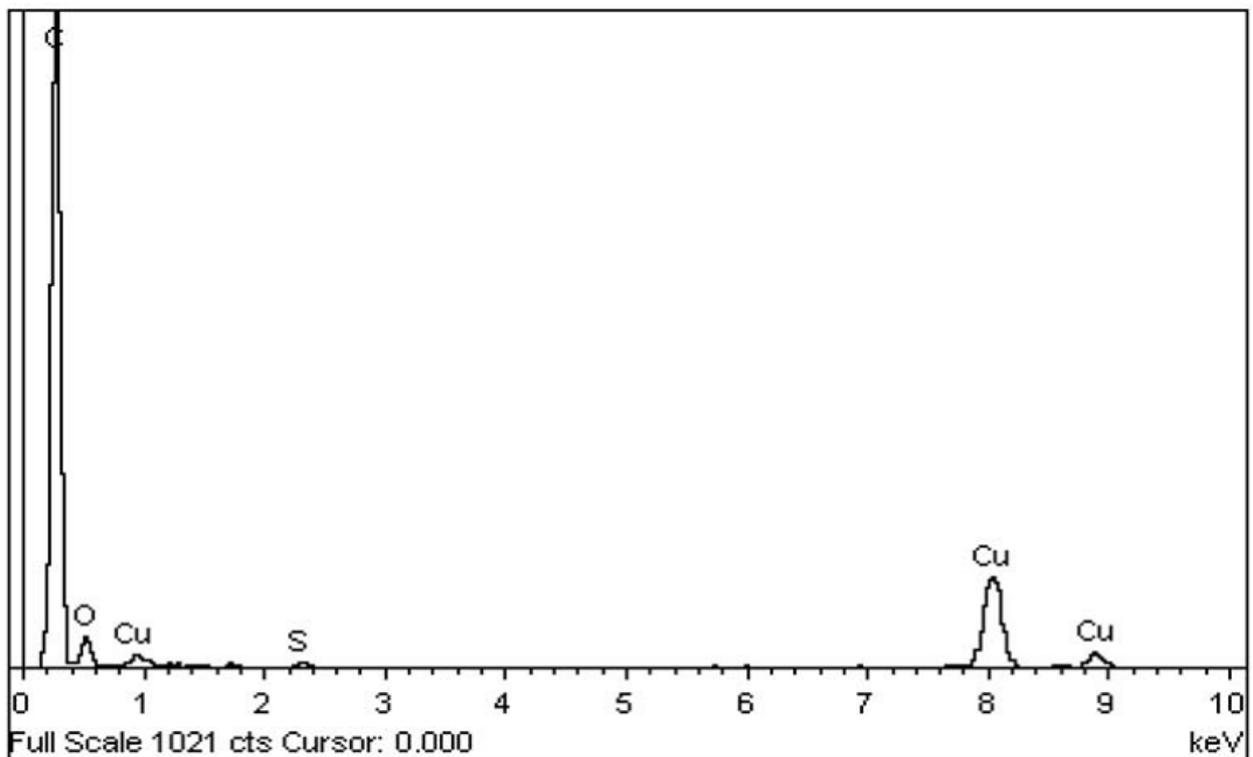
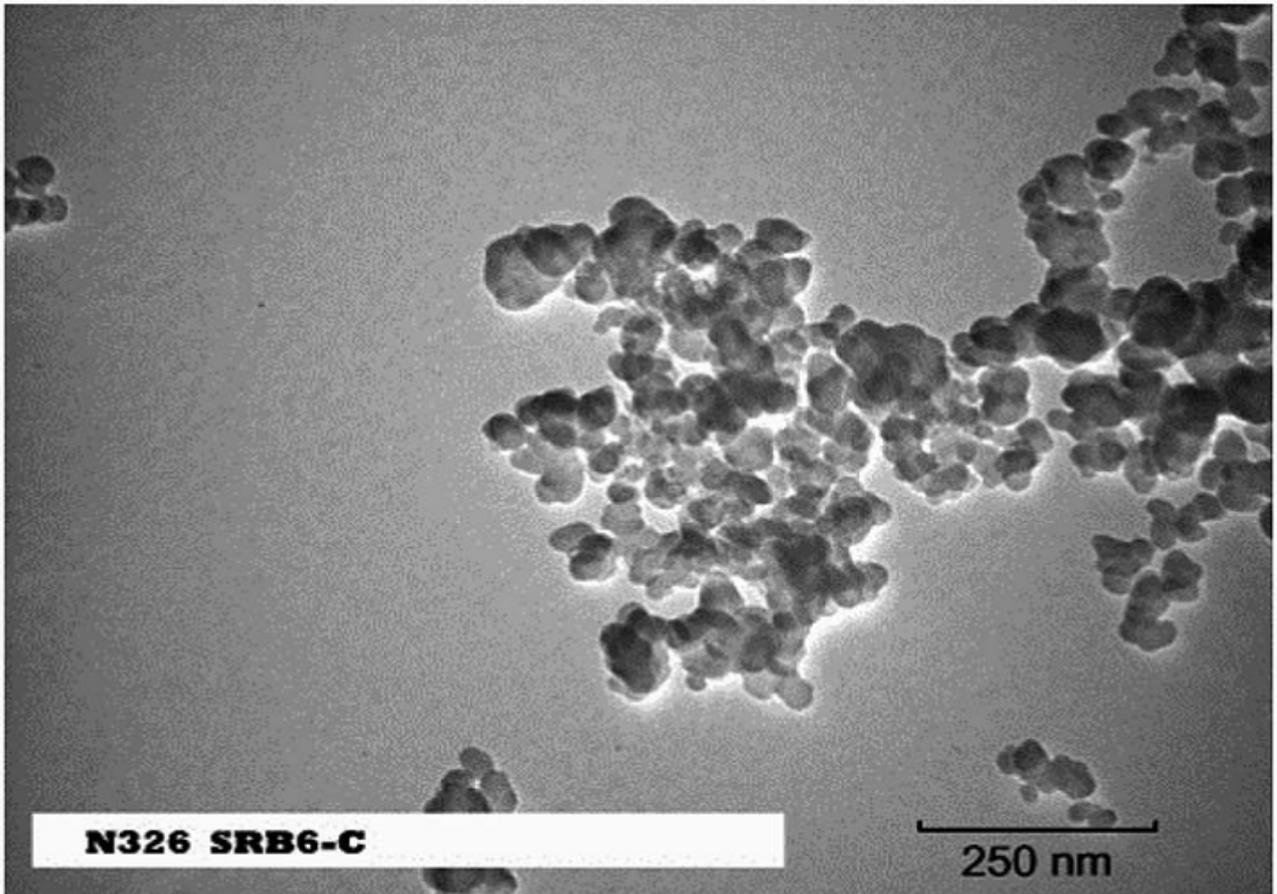
Примечание 1 – Масштаб = 250 нм.

Рисунок A2.1 – Технический углерод N134 (ASTM SRB6-A) – Изображение, полученное с помощью TEM (вверху), и рентгеновский спектр (внизу)



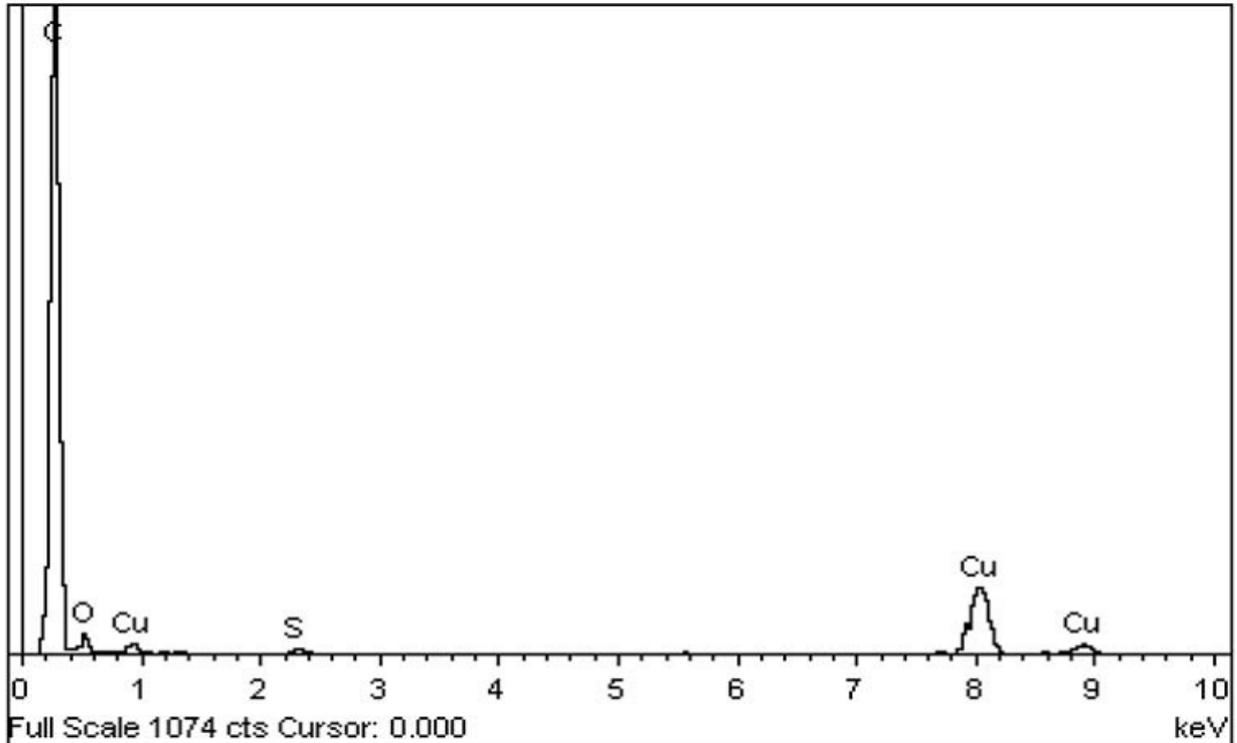
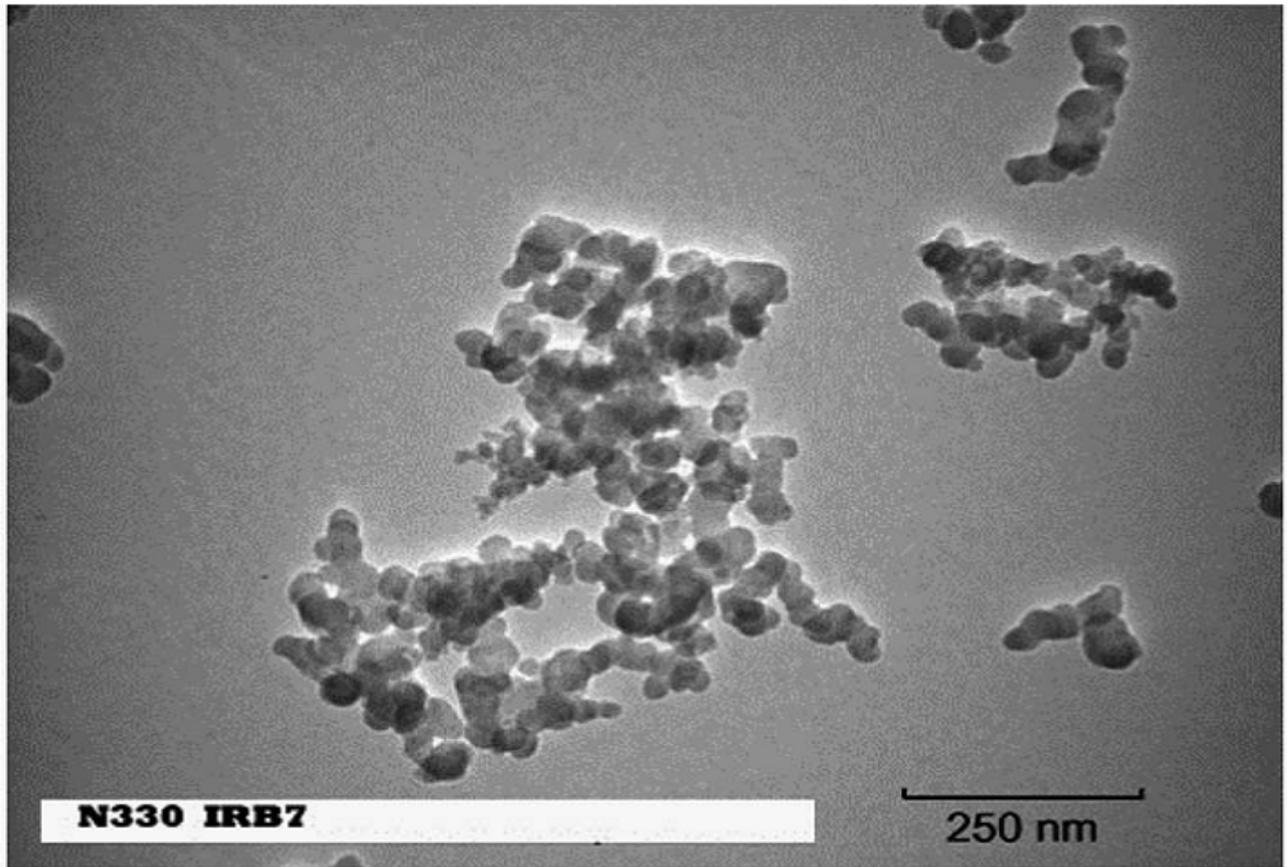
Примечание 1 – Масштаб = 250 нм.

**Рисунок A2.2 – Технический углерод N220 (ASTM SRB6-B) – Изображение, полученное с помощью TEM (вверху), и рентгеновский спектр (внизу)**



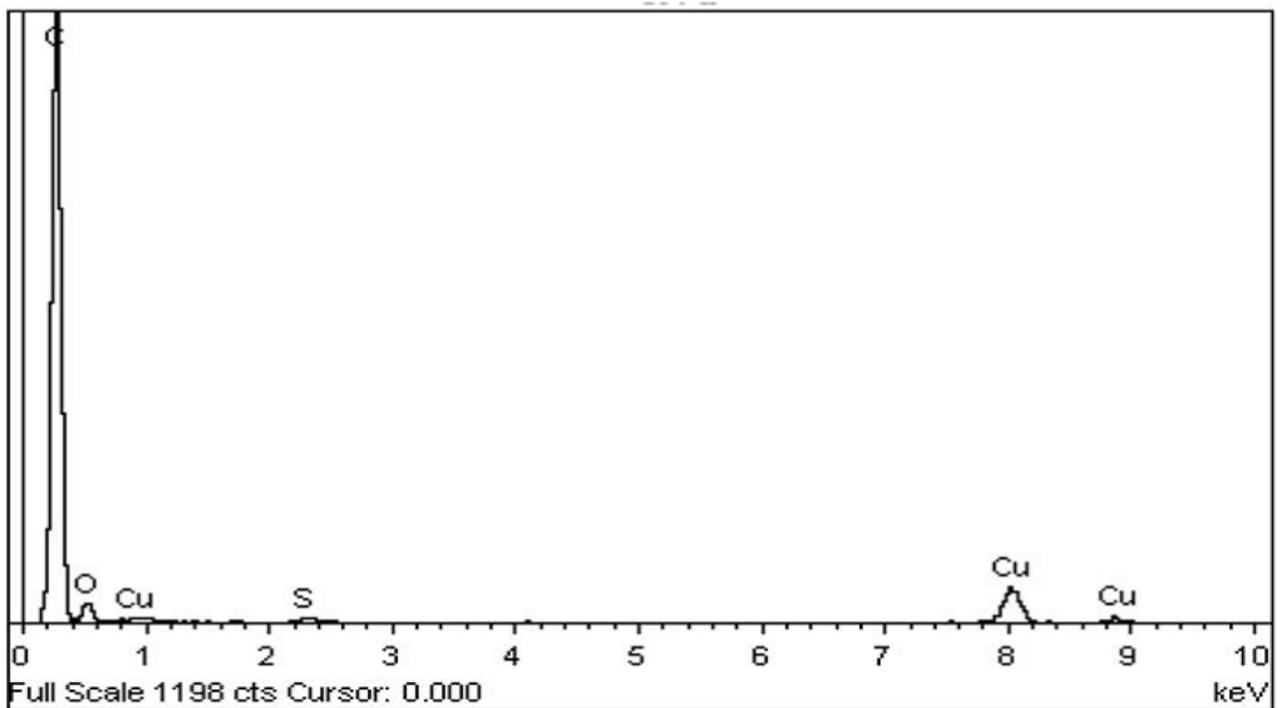
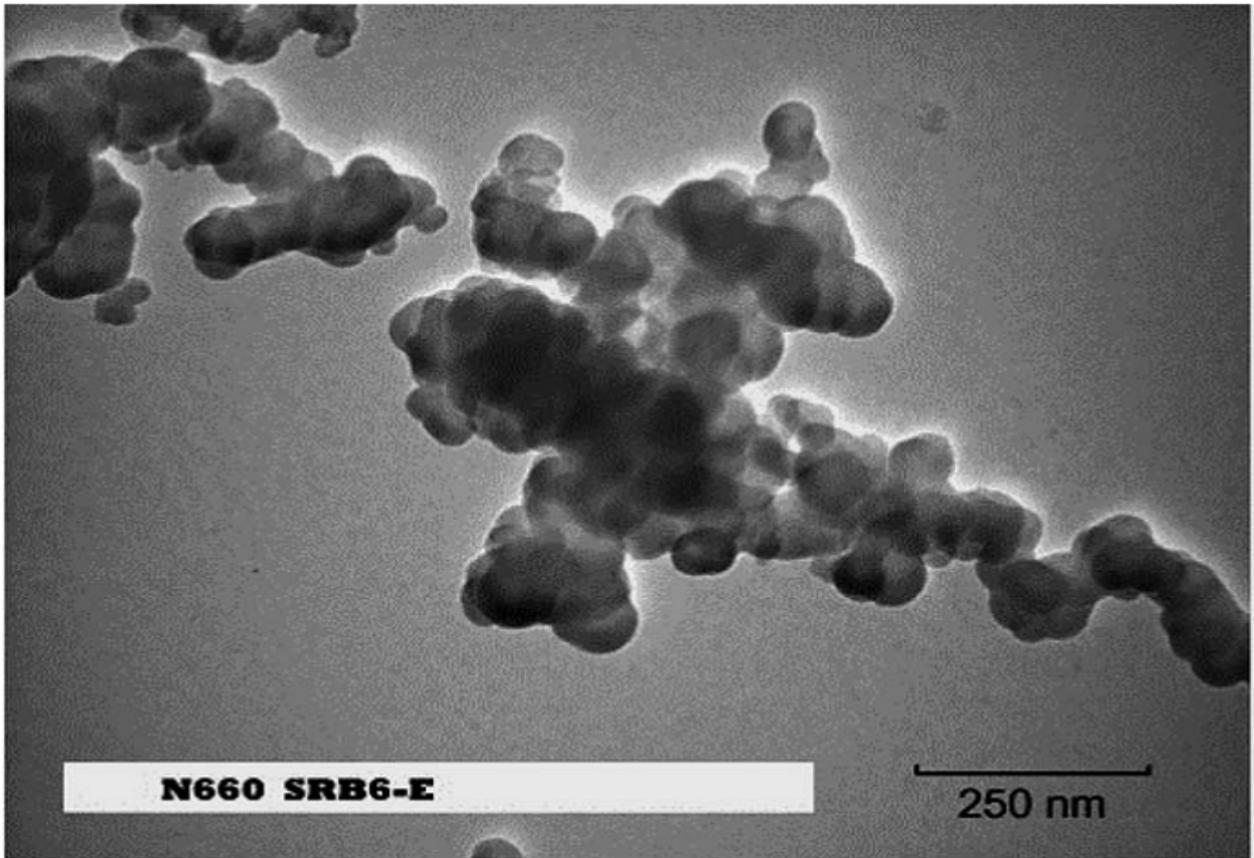
Примечание 1 – Масштаб = 250 нм.

**Рисунок A2.3 – Технический углерод N326 (ASTM SRB6-C) – Изображение, полученное с помощью ТЕМ (вверху), и рентгеновский спектр (внизу)**



Примечание 1 – Масштаб = 250 нм.

Рисунок А 2.4 – Технический углерод N330 (ASTM IRB7) – Изображение, полученное с помощью ТЕМ (вверху), и рентгеновский спектр (внизу)

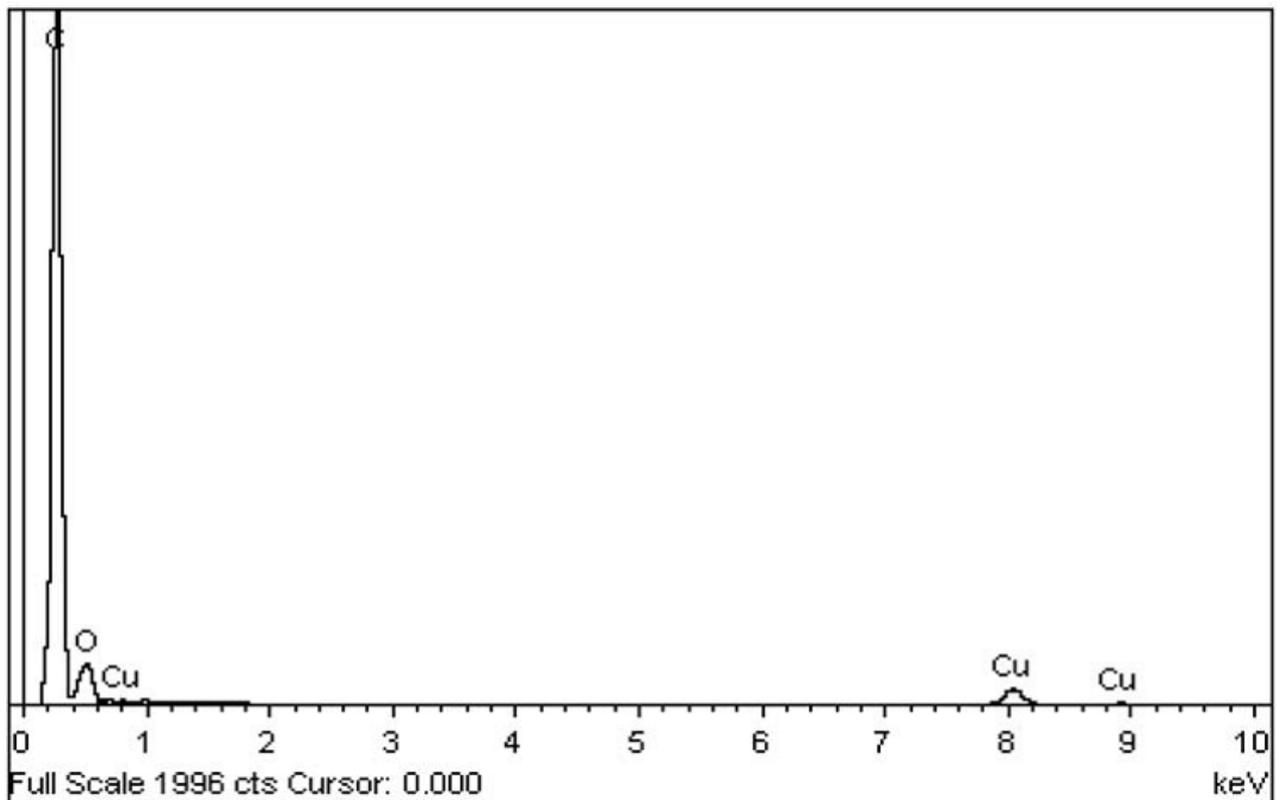
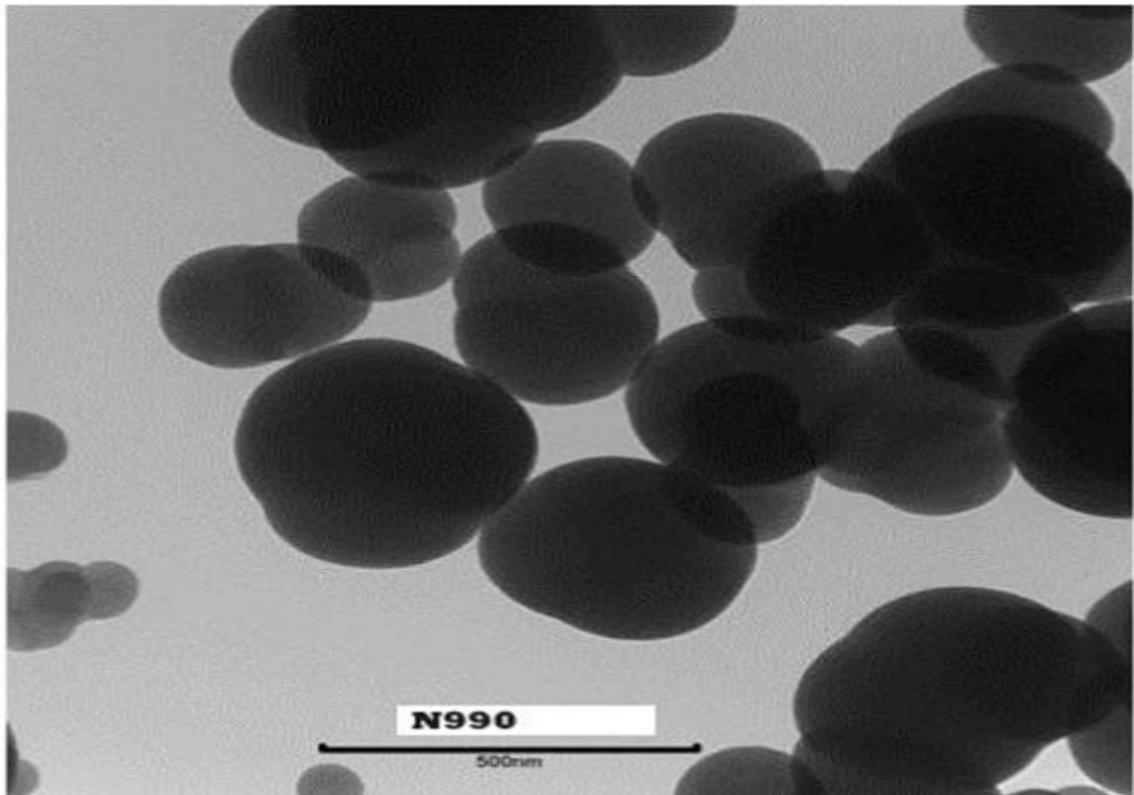


Примечание 1 – Масштаб = 250 нм.

Рисунок А 2.5 – Технический углерод N660 (ASTM SRB6-E) – Изображение, полученное с помощью ТЕМ (вверху), и рентгеновский спектр (внизу)

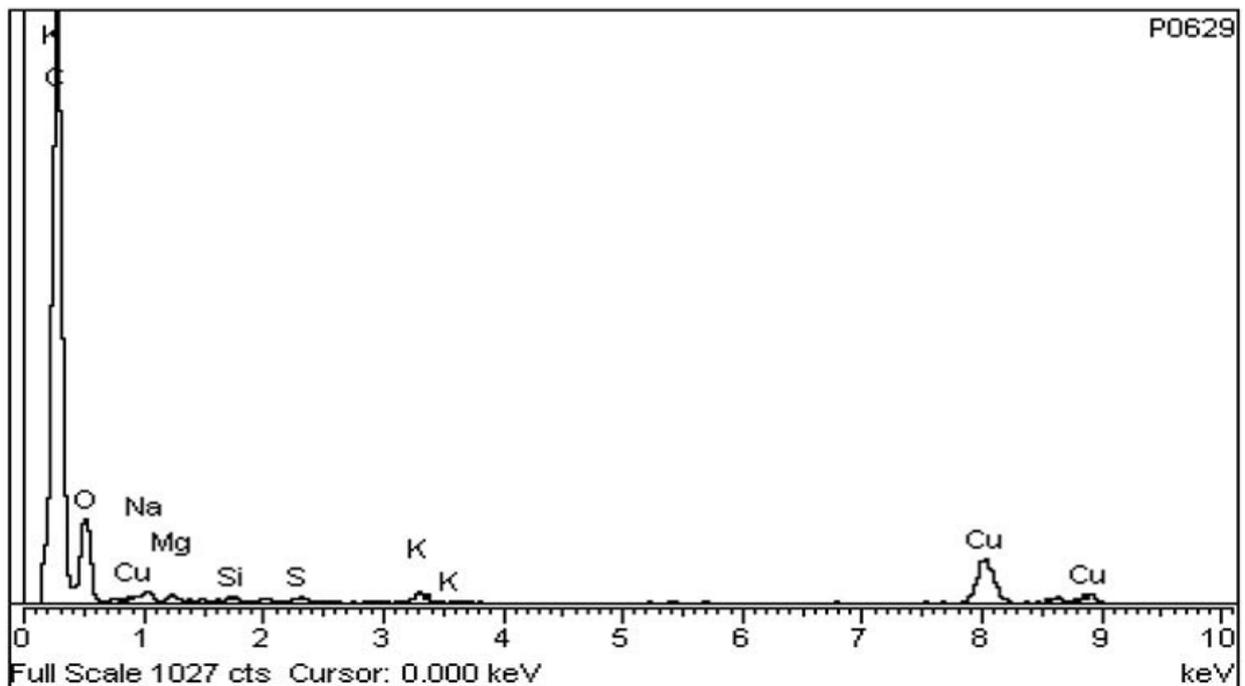
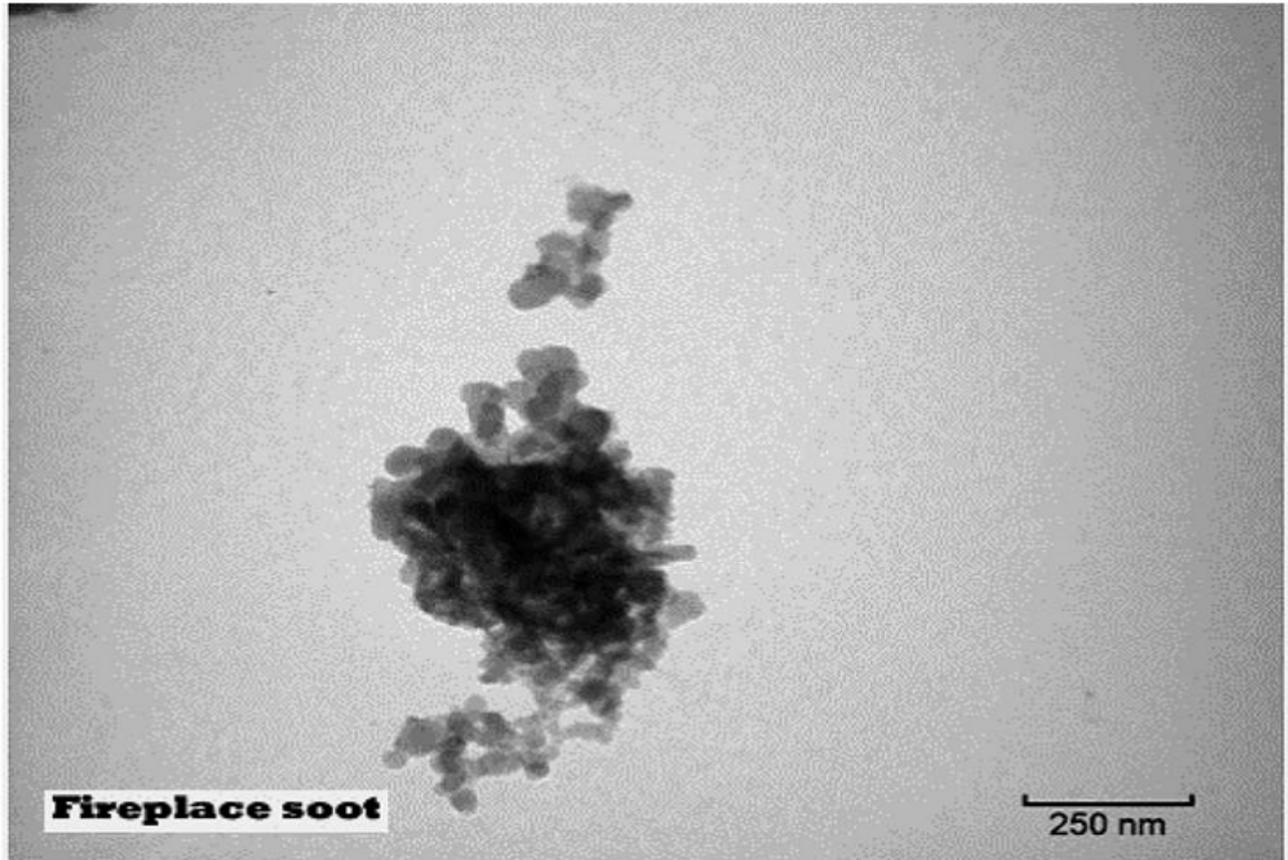


ASTM 6602 - 13



Примечание 1 – Масштаб = 500 нм (Thermax, Cancarb, Ltd).

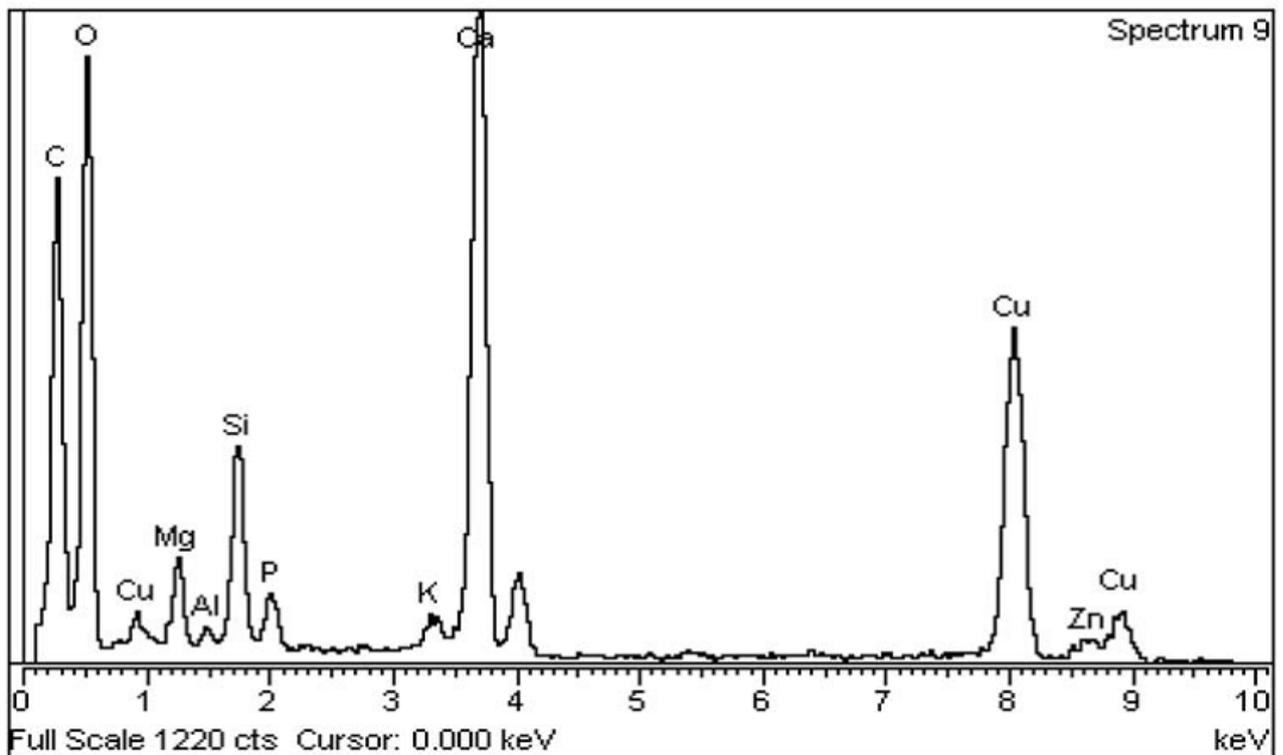
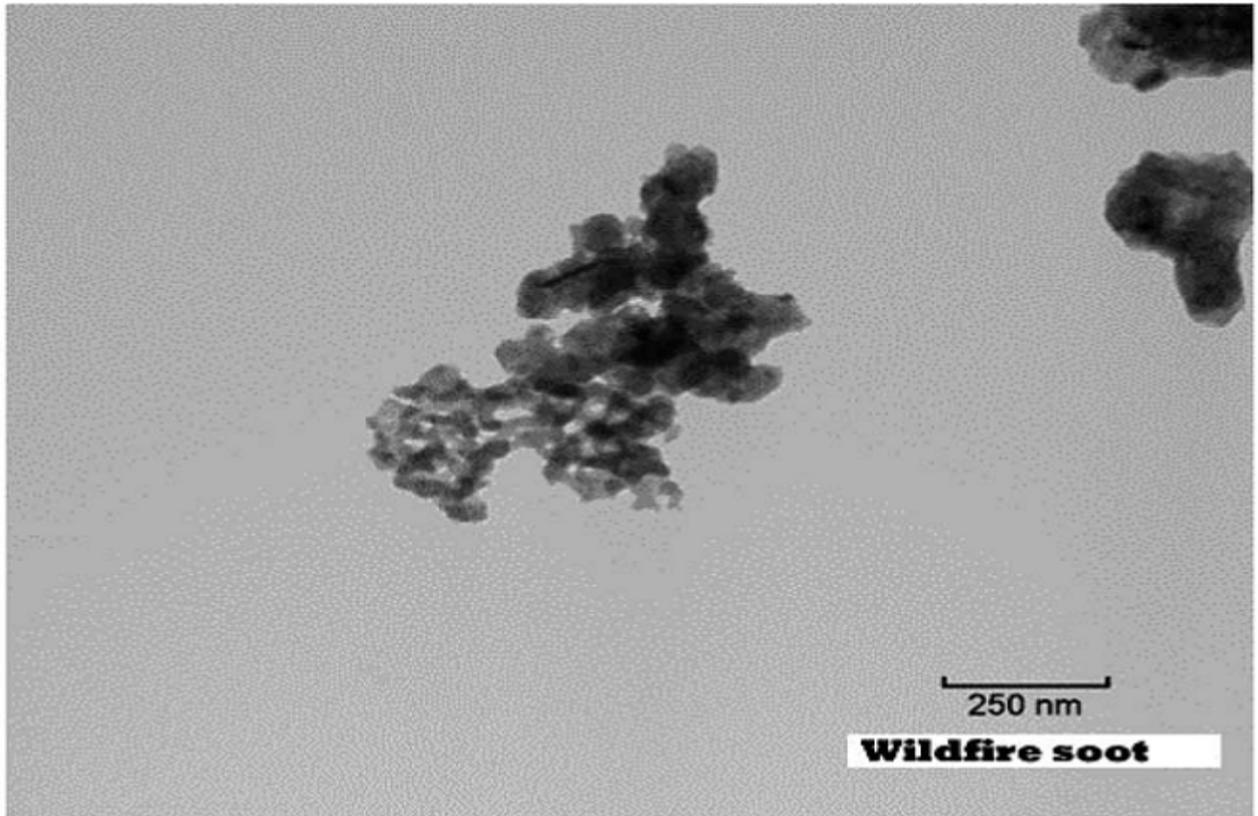
Рисунок А 2.6 – Технический углерод N990 – Изображение, полученное с помощью TEM (вверху), и рентгеновский спектр (внизу)



Примечание 1 – Масштаб = 250 нм

Примечание 2 – Между копотью разных типов, образующейся в неконтролируемых условиях горения, могут быть существенные различия. Данный микроснимок иллюстрирует одну из возможных разновидностей копоти.

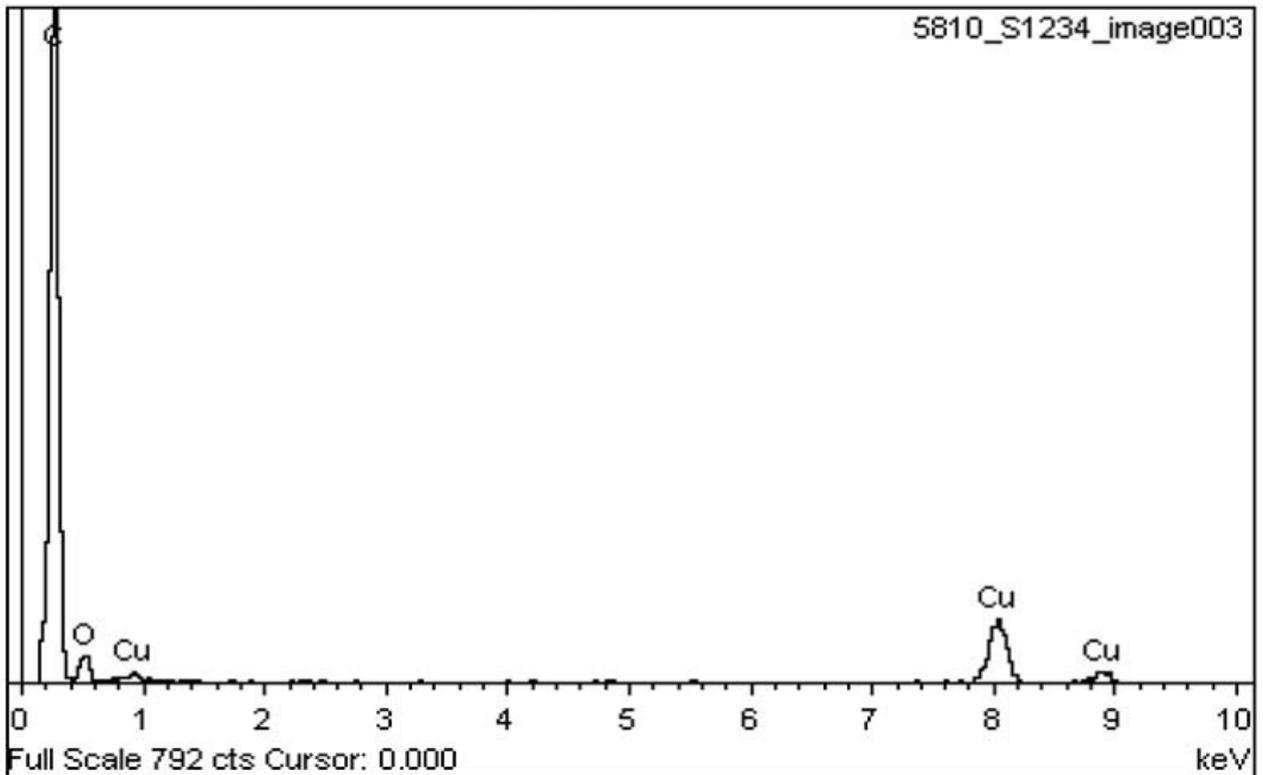
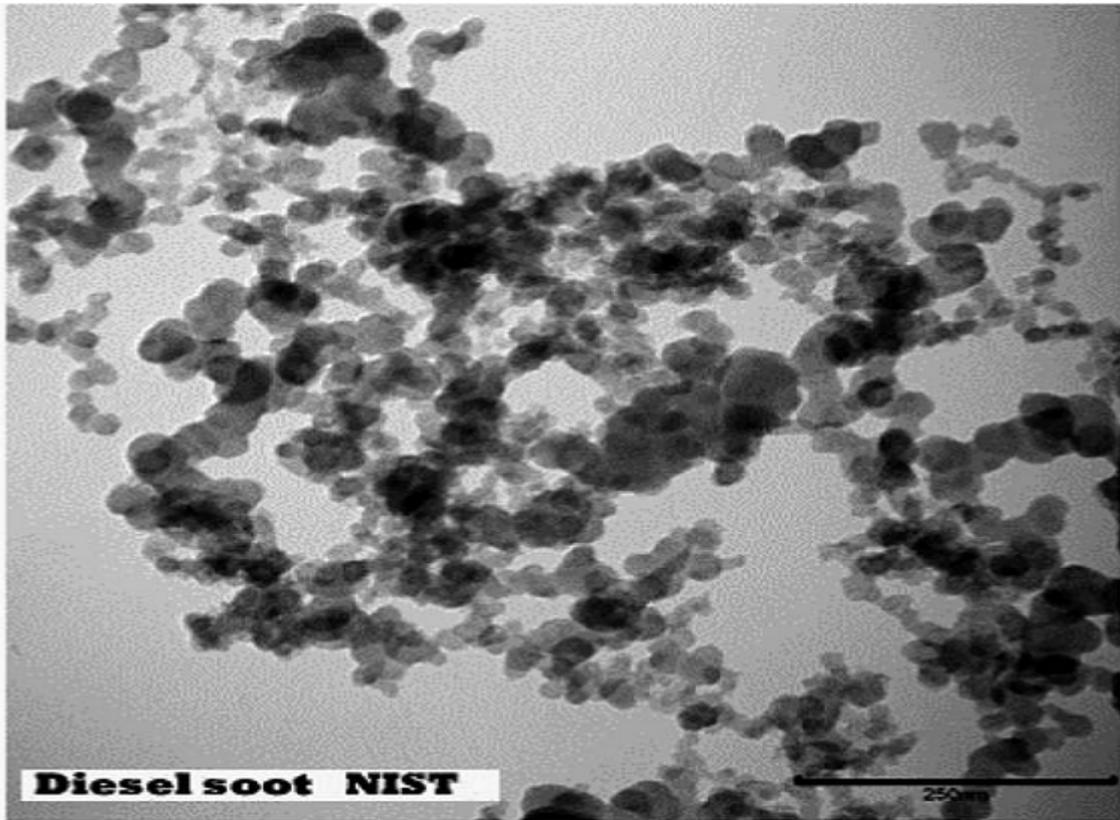
**Рисунок А 2.7 – Копоть, образующаяся в камине – Изображение, полученное с помощью ТЕМ (вверху), и рентгеновский спектр (внизу)**



Примечание 1 – Масштаб = 250 нм.

Примечание 2 – Между копотью разных типов, образующейся в неконтролируемых условиях горения, могут быть существенные различия. Данный микроснимок иллюстрирует одну из возможных разновидностей копоти.

**Рисунок А 2.8 – Копоть, образование которой происходило при пожарах в Калифорнии – Изображение, полученное с помощью ТЕМ (вверху), и рентгеновский спектр (внизу)**



Примечание 1 – Масштаб = 250 нм.

**Рисунок А 2.9 – Копоть, образующаяся при работе дизельного двигателя (NIST\*) – Изображение, полученное с помощью ТЕМ (вверху), и рентгеновский спектр (внизу)**

\*NIST – Национальный институт стандартов и технологии.



## Ссылки

- (1) Millette, J.R., Turner W., Hill, W.B., Few, P., and Kyle, J.P., "Microscopic Investigation of Outdoor 'Sooty' Surface Problems," *Environmental Forensics*, Vol. 8, 2007, pp. 37-51.
- (2) Millette, J.R., Brown, R.S., and Hill, W.B., "Using Environmental Forensic Microscopy in Exposure Science," *Journal of Exposure Science and Environmental Epidemiology*, 2008, pp. 18, 20-30.
- (3) McCrone, W.C., Delly, J.G., Palenik, S.J., *The Particle Atlas*, 2nd ed., 5 Volumes, Ann Arbor Science Publishers Inc., Ann Arbor, MI, 1979.
- (4) Palenik, S.J., "The Determination of Geographical Origin of Dust Samples," *The Particle Atlas*, 2nd ed., Vol. 5, W.C. McCrone, J.G. Delly, S.J. Palenick, Eds., Ann Arbor Science Publishers Inc., Ann Arbor, MI, 1979, pp. 1347-1361.
- (5) Hawksworth, D.L., Kirk, P.M., Sutton, B.C., and Pegler, D.N., *Ainsworth and Bisby's Dictionary of the Fungi*, CABI International, Oxon, United Kingdom, 1995, p. 616.
- (6) Faegri, K., Iversen, J., and Waterbolk, H.T., *Textbook of Pollen Analysis*, Hafner Publishing Company, New York, NY, 1964, p. 237.
- (7) Farr, D., Bills, G., Chamuris, G., and Rossman A., *Fungi on Plants and Plant Products in the United States*, American Phytopathological Society Press, St. Paul, MN, 1989, p. 1152.
- (8) Millette, J.R., Brown, R.S., Kyle, J.P., Turner, W.L., Jr., Hill, W.B. and Boltin, W.R., "Distinguishing Coal, Coke and Other Black Particles," *The Microscope*, Vol. 57, No. 2, 2009, pp. 51-57.
- (9) Folk, R. L., "A Comparison Chart for Visual Percentage Estimation," *Journal of Sedimentary Petrology*, Vol. 21, No. 1, 1951, pp. 32-33.
- (10) Travis, R. B., "Classification of Rocks," *Quarterly of the Colorado School of Mines*, Vol. 50, No. 1, 1955, p. 8.
- (11) Terry, R.D. and Chilingar, G.V., "American Geological Institute Data Sheet 6," *The Journal of Sedimentary Petrology*, Vol. 25, 1955, pp. 229-234.
- (12) Reid, J.C., "Comparison Chart for Estimating Volume Percentages of Constituents in Rocks and Concentrates in the Range of 1.0 to 0.1 Volume Percent," *Amer. Miner.*, Vol. 70, 1985, pp. 1318-1319.
- (13) Baccelle, L. and Bosellini, A., "Diagrammi per la stima visiva della composizione percentuale nelle rocce sedimentary," *Sci. Geol. Paleontol.*, Ann. Univ. Ferrara, N. Ser., Sez. IX:1, 1965, pp. 59-62.
- (14) Millette, J.R. and Turner, W. L., Jr., "Visual Estimation in the Analysis of Surface Particulate by Microscopy," *The Microscope*, 2010.
- (15) Clague, A.D.H., Donnet, J.B., Wang, T.K., and Peng, J.C.M., "A Comparison of Diesel Engine Soot with Carbon Black," *Carbon*, Vol. 37, 1999, pp. 1553-1565.
- (16) Goldberg, E.D., *Black Carbon in the Environment: Properties and Distribution*, Wiley & Sons, New York, NY, 1985, p. 187.
- (17) Hess, W.M. and Herd, C.R., "Microstructure, Morphology and General Physical Properties," *Carbon Black: Science and Technology*, 2nd Edition, J. Donnet, R.C. Bansal, and M. Wang, Eds., Marcel Dekker, Inc., New York, NY, 1993, pp. 89-173.
- (18) Huffman, G.P., Huggins, F.N., Shah, N., Huggins, R., Linak, W.P., Miller, C., Pugmire, R.J., Meuzelaar, H.L.C., Seehra, M.S., and Manivannan, A., "Characterization of Fine Particulate Matter Produced by Combustion of Residual Fuel Oil," *Journal of the Air & Waste Management Association*, Vol. 50, No. 7, 2000, pp. 1106-1114.
- (19) Kostiuk, L.W., Johnson, M.R., and Thomas, G.P., "University of Alberta Flare Research Project Final Report November 1996 - September 2004," University of Alberta, Department of Mechanical Engineering, 2004, pp. 162-180.
- (20) Medalia, A.I. and Rivin, D., "Particulate Carbon and Other Components of Soot and Carbon Black," *Carbon*, Vol. 20, 1982, pp. 481-492.
- (21) Millette, J.R. and Few, P., "Indoor Carbon Soot Particles," *The Microscope*, Vol. 46, No. 4, 1998, pp. 201-206.
- (22) Stevenson, R., "The Morphology and Crystallography of Diesel Particulate Emissions," *Carbon*, Vol. 20, No. 5, 1982, pp. 359-365.
- (23) Laboratory Standards and Technologies, 227 Somerset Street, Borger, Texas 79007. (Currently seven grades of carbon blacks that have been approved by ASTM Committee D24 are available.) [www.carbonstandard.com](http://www.carbonstandard.com) - last accessed 01/03/2013.
- (24) Standard Reference Materials: SMR 2975 Diesel Particulate Matter, SRM 2684b Bituminous Coal, SRM 2718 Petroleum Coke, SRM 2776 Furnace Coke, NIST Office of Reference Materials, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD.
- (25) Millette, J.R., Few, P., Hill, W., and Ritorto, M., "Sizing Nano-Range Primary Particles in Aciniform Carbon Aggregates Using ImageJ," *Microscope*, Vol. 54, No. 2, 2006, pp. 51-59.

Международное Американское общество по испытаниям и материалам (ASTM International) не придерживается какой-либо конкретной позиции в отношении законности любых патентных прав, отстаиваемых в связи с каким-либо положением, упомянутым в данном стандарте. Ответственность за определение законности таких патентных прав, а также риска их нарушения полностью лежит на тех, кто использует настоящий стандарт.

Данный стандарт может быть пересмотрен ответственным техническим комитетом в любое время и должен пересматриваться каждые пять лет. Если стандарт не подвергается пересмотру, он утверждается повторно или аннулируется. Любые ваши комментарии будут учтены как в процессе пересмотра данного стандарта, так и в процессе составления дополнительных стандартов. Направляйте ваши комментарии в штаб-квартиру ASTM International. Все они будут тщательно рассмотрены на совещании ответственного технического комитета, на котором вы также можете присутствовать. Если вы считаете, что ваши комментарии не прошли объективного рассмотрения, вы можете поставить об этом в известность Комитет по стандартам ASTM, обратившись по адресу, указанному ниже.

Настоящий стандарт охраняется авторским правом Международного Американского общества по испытаниям и материалам (адрес: 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States). Индивидуальные копии (одну или нескольких копий) настоящего стандарта можно заказать, обратившись в ASTM по вышеуказанному адресу, а также по телефону 610-832-9585, факсу 610-832-9555, по e-mail [service@astm.org](mailto:service@astm.org) или на сайт ASTM ([www.astm.org](http://www.astm.org)). Разрешение на фотокопирование стандарта может быть также получено на сайте ASTM ([www.astm.org/COPYRIGHT](http://www.astm.org/COPYRIGHT)).