

# Metody poboru nanoobjektów i ich analizy z wykorzystaniem zaawansowanych metod obrazowania

*Materiały informacyjne*

Opracowano i wydano na podstawie wyników V etapu programu wieloletniego „Poprawa bezpieczeństwa i warunków pracy”, finansowanego w zakresie zadań służb państwowych ze środków Ministerstwa Rodziny i Polityki Społecznej.

Zadanie nr 2.SP.13, pt. „Opracowanie metody poboru nanoobjektów i ich analizy z wykorzystaniem zaawansowanych metod obrazowania.”

Koordinator Programu: Centralny Instytut Ochrony Pracy – Państwowy Instytut Badawczy

Autorzy – dr inż. Paweł Kozikowski

Centralny Instytut Ochrony Pracy – Państwowy Instytut Badawczy

© Copyright by Centralny Instytut Ochrony Pracy – Państwowy Instytut Badawczy  
Warszawa 2022



Centralny Instytut Ochrony Pracy – Państwowy Instytut Badawczy

ul. Czerniakowska 16, 00-701 Warszawa

tel. (48-22) 623 46 50, fax (48-22) 623 36 93, [www.ciop.pl](http://www.ciop.pl)

## **Wprowadzenie**

Badania i rozwój produktów w dziedzinie nanotechnologii stale się zwiększają, szczególnie dzięki nowym, korzystnym właściwościom nanomateriałów. Nowe nanomateriały, z jednej strony pozwalają na nową produkcję nowych produktów i rozwiązania np. problemów społecznych związanych z zasobami naturalnymi, wodą pitną, wytwarzaniem i magazynowaniem energii, ale budzą również obawy ze względu na ich nowe, szczególne właściwości. Głównym problemem jest to, że nowe właściwości i wysoka mobilność niektórych nanomateriałów mogą prowadzić do negatywnych skutków zdrowotnych lub środowiskowych. Zdolność nanoobjektów, ich aglomeratów i agregatów (NOAA) do osadzania się w głębokim regionie pęcherzykowym płuc sugeruje, że ich toksyczność może się znacznie różnić w zależności od wielkości cząstek, kształtu i składu chemicznego. Chociaż prawdopodobieństwo narażenia na NOAA przez wdychanie jest wyższe w przypadku pracowników produkujących lub obchodzących się z tymi produktami na skalę przemysłową, to użytkownicy końcowi są również potencjalnie narażeni i nie można wykluczyć uwolnienia NOAA z nanomateriałów do powietrza. Wdychanie jest uważane za najbardziej prawdopodobną drogę wychwytu, ponieważ małe cząsteczki są w stanie przeniknąć głęboko do płuc i osadzić się w obszarze wymiany gazowej. W związku z tym narażenie inhalacyjne na działanie nanoobjektów a unoszących się w powietrzu należy ocenić pod kątem ochrony pracownika.

Istnieje wiele technik pomiaru NOAA, podczas badań na stanowiskach pracy. Jednak niewiele jest metod poboru samych nanoobjektów z powietrza na stanowiskach pracy z możliwością jednoczesnej oceny narażenia pracownika na emisję NOAA. Najczęściej stosowane głowice do pobierania cząstek stałych z powietrza ograniczone są do dużych frakcji tj. PM10, PM2,5, PM1 frakcji wdychalnej, torakalnej i respirabilnej. Są to frakcje zawierające głównie cząstki o wielkościach mikrometrycznych.

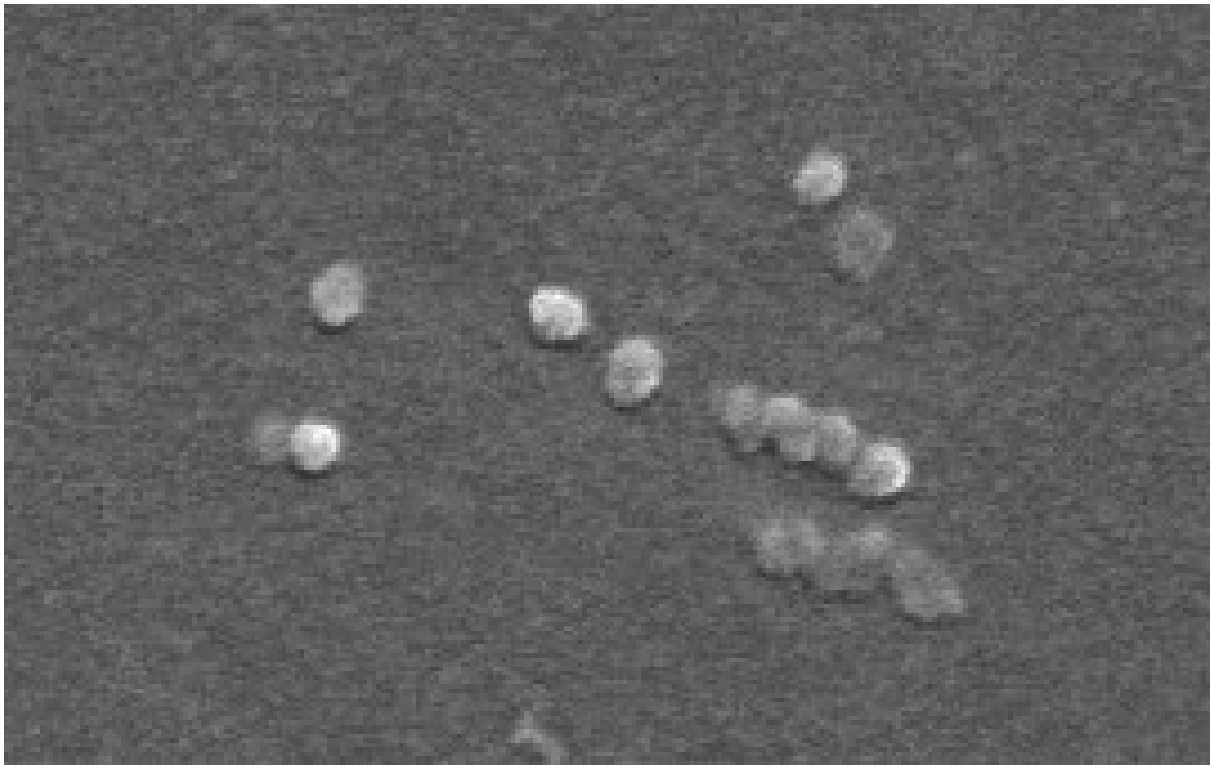
## **Metoda pobierania nanoobjektów**

Opracowana metoda pobierania nanoobjektów opierająca się na impaktorze kaskadowym (Rys. 1) pobiera nanocząstki stałych z odcięciem frakcji mikrometrycznej pochodzącej z otoczenia. Dobrany próbnik oparty na depozycji wykorzystującej bezwładność cząstek na płytce, pozwala na proste i nieinwazyjne przenoszenie pobranego materiału do mikroskopu elektronowego. Segregacja nanocząstek i ich obserwacje na mikroskopie elektronowych jest komplementarną techniką do metod gravimetrycznych i liczników w czasie rzeczywistym, gdyż umożliwia identyfikację nanoobjektów wraz z dokładnym opisem stereologicznym oraz analizę składu chemicznego.



Rys. 1. Impaktor kaskadowy Mini Moudi 135

Kaskady impaktora zostały wykorzystane do separacji frakcji gruboziarnistej. Cząstki do analizy mikroskopowej były pobierane tylko i wyłącznie z filtra, który znajduje się za impaktorem. Jako podłoże do pobierania wykorzystano membrany filtracyjne nuclepore o średnicy pora  $1\ \mu\text{m}$ . Ponieważ membrany są poliwęglanowe wykorzystane podłoża były napyłane warstwą przewodzącą. Proces napyłania był wykonywany na nieobładowanych filtrach, gdyż napyłanie obładowanych podłoży po ekspozycji na aerosol, wpłynęłoby na wielkość cząstek. Rys. 2 przedstawia obraz zdeponowanych cząstek grafitu na membranie, z wykorzystaniem opracowanej metody. Cząstki są odseparowane od siebie i nie zaobserwowano cząstek w większych rozmiarach pochodzących od tła.

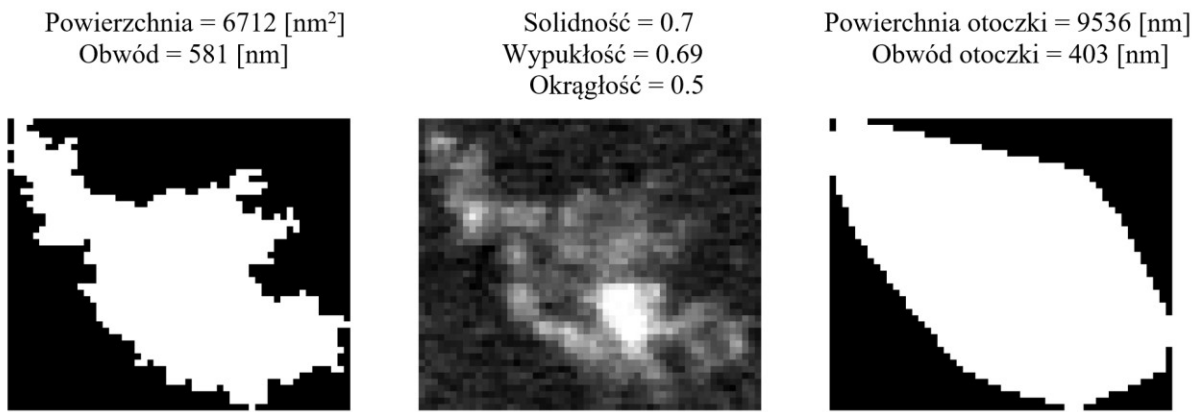


Rys. 2. Cząstki kuliste generowanego grafitu i ich agregaty

### **Aplikacja do półautomatycznej metody analizy obrazu**

Nanoobiekty w miejscu pracy są niejednorodne pod względem: chemicznym, morfologicznym, rozmiaru i stopnia aglomeracji. Liczniki optyczne w czasie rzeczywistym są miernikami umożliwiającymi pomiar stężenia oraz rozkładu wielkości średnicy ruchliwości elektrycznej, Nie zawsze taki opis jest wystarczający do oceny ryzyka nanoobjektów ze względu na różnice w morfologii nanoobjektów.

Opracowana metoda pozwala na binaryzację w sposób półautomatyczny obrazów SEM w celu odseparowania zdeponowanych cząstek od podłoża, co umożliwia szybsze i bardziej precyzyjne zliczanie nanoobjektów. Dalsza analiza ilościowa nanoobjektów umożliwia wyznaczenie charakterystycznych parametrów z większą liczebnością i dokładnością, w porównaniu do ręcznej analizy Rys. 3.



Rys. 3. Dokładny opis morfologiczne nanoobjektu

Na podstawie wyznaczonych wielkości udziału powierzchniowego oszacowano stężenie liczbowe nanoobjektów. Dodatkowo wykorzystano uczenie maszynowe do automatycznego grupowania cząstek pod względem morfologicznym (Rys. 4). Uczenie maszynowe charakteryzuje się wysoką dokładności (na poziomie > 96%) przyporządkowywania cząstek do określonej grupy.

