



# Pölynkoostumusanalyysi SEM-EDS-laitteistolla

Minttu Koskela

OPINNÄYTETYÖ  
Toukokuu 2022

Laboratoriotekniikan tutkinto-ohjelma

# TIIVISTELMÄ

Tampereen ammattikorkeakoulu  
Laboratoriotekniikan tutkinto-ohjelma

KOSKELA, MINTTU:  
Pölynkoostumusanalyysi SEM-EDS-laitteistolla

Opinnäytetyö 46 sivua, joista liitteitä 1 sivu  
Toukokuu 2022

---

Opinnäytetyön tavoitteena oli kehittää paranneltu menetelmä pölynkoostumusanalyysin suorittamiseen SEM-EDS-laitteistolla. Tarkoituksena oli laatia menetelmäohje, näytteenotto-ohjeet sekä kuvakirjasto helpottamaan partikkeleiden tunnistamista. Pölynkoostumusmenetelmän laatimisessa käytettiin pohjana standardia ISO 16000-27:2014 ja menetelmän testaamisessa käytettiin NIST 5951-laatuohjetta. Opinnäytetyön toimeksiantaja oli rakennusalan laboratorioanalyysiin erikoistunut bestLab Oy.

Näytteenotto-ohjetta varten vertailtiin kahta eri näytteenottomenetelmää. Vertailtavat menetelmät olivat pyyhintä- ja teippimenetelmä. Vertailu tehtiin perehtymällä kirjallisuuteen ja testaamalla näytteenottoa kummallakin menetelmällä. Vertailun perusteella näytteenotto-ohje kirjoitettiin pyyhintämenetelmälle, sillä sen todettiin vastaavan paremmin toimeksiantajan asiakaskunnan tarpeita. Menetelmäohjeen laadinnassa käytettiin standardia 16000-27:2014, jota muokattiin vastaamaan laboratorion tarpeita. Erot standardin ja analyysimenetelmän välillä koskevat lähinnä näytteenottoa ja partikkelien tunnistamista. Analyysimenetelmää testattiin vertaamalla saatuja tuloksia aiemmin käytössä olleen menetelmän tuloksiin ja NIST 5951-laatuohjeen avulla. Testaus suoritettiin laboratorioon saapuvilla asiakasnäytteillä sekä itse valmisetuilla keinotekoisilla näytteillä. Kuvakirjasto koottiin tallentamalla tunnistettujen partikkeleiden kuvia ja alkuainespektrejä.

Työn lopputuloksena toimeksiantaja sai valmiin menetelmäohjeen, näytteenotto-ohjeet pyyhintänäytteelle ja kuvakirjaston pölypartikkeleista. Alustavien testien perusteella menetelmä todettiin toimivaksi laboratorion käyttöön. Menetelmän testaamista tullaan kuitenkin vielä jatkamaan vertailemalla eroja laboratorion työntekijöiden ja toimipisteiden välillä. Menetelmää tullaan muokkaamaan, mikäli pölynkoostumusanalyysiin liittyviä ohjeistuksia päivitetään viranomais tahojen toimesta.

Laadittu menetelmäohje ja kuvakirjasto ovat salassa pidettäviä, joten niitä ei ole esitetty tässä opinnäytetyössä.

---

Asiasanat: pölynkoostumus, rakennuspöly, pyyhkäisyelektronimikroskooppi

## **ABSTRACT**

Tampereen ammattikorkeakoulu  
Tampere University of Applied Sciences  
Degree Programme in Laboratory Engineering

KOSKELA, MINTTU:  
Dust Composition Analyses with SEM-EDS

Bachelor's thesis 46 pages, appendices 1 page  
May 2022

---

The purpose of this thesis was to develop a new method for analysing dust composition with SEM-EDS. The objective of the thesis was to produce a method instruction, sampling instructions and an image library to facilitate particle identification. The standard ISO 16000-27:2014 was used as the basis for compiling the dust composition method and the NIST 5951 quality guide was used for testing the method. The commissioner of the thesis was bestLab Oy, specializing in laboratory analysis in the field of construction.

For the sampling instructions, two different sampling techniques were compared. The techniques compared were the wipe and tape techniques. The comparison was made on basis of a literature review and testing both sampling techniques. Based on comparison, the sampling instruction was written for the wipe method, as it was found to be more responsive to the needs of the company's clients. The standard 16000-27:2014 was used to prepare the methodological guide, which was modified to meet the needs of the laboratory. The differences between the standard and the method of analysis mainly concern sampling and particle identification. The analytical method was tested by comparing the results with those of the previously used method and using the NIST 5951 quality guide. Testing was carried out on customer samples arriving at the laboratory, as well as self-prepared artificial samples. The image library was compiled by storing the images and elemental spectrum of identified particles.

As a result of the thesis, the company received a finished method instruction, sampling instructions for the wiping sample and a picture library of dust particles. Based on preliminary tests, the method was found to be workable for laboratory use. However, testing of the method will be continued by comparing differences between laboratory employees and offices. The methodology will be modified if the guidelines for dust composition analysis are updated by the authorities.

The compiled method instruction and image library are confidential and are therefore not presented in this thesis.

---

Key words: dust composition, construction dust, scanning electron microscopy

## SISÄLLYS

|                                                    |    |
|----------------------------------------------------|----|
| JOHDANTO .....                                     | 6  |
| 1 PÖLYNKOOSTUMUS.....                              | 7  |
| 1.1 Yleistä pölystä .....                          | 7  |
| 1.1.1 Huonepöly .....                              | 8  |
| 1.1.2 Ulkoilmapöly .....                           | 8  |
| 1.1.3 Rakennuspöly.....                            | 9  |
| 1.1.4 Mikrobipöly .....                            | 10 |
| 1.1.5 Teolliset mineraalikuidut .....              | 11 |
| 1.1.6 Asbesti.....                                 | 12 |
| 1.2 Pölynäytteenotto .....                         | 13 |
| 1.2.1 Pyyhintämenetelmä .....                      | 13 |
| 1.2.2 Teippimenetelmä .....                        | 15 |
| 2 PYYHKÄISYELEKTRONIMIKROSKOOPPI .....             | 17 |
| 2.1 Yleistä elektronimikroskoopeista .....         | 17 |
| 2.2 SEMin toimintaperiaate .....                   | 17 |
| 2.2.1 Elektronitykki .....                         | 20 |
| 2.2.2 Elektronilähde.....                          | 20 |
| 2.2.3 Elektronioptiset linssit ja apertuurit ..... | 22 |
| 2.2.4 Näytekammio.....                             | 23 |
| 2.3 Näytteenkäsittely.....                         | 25 |
| 2.4 Detektorit.....                                | 27 |
| 2.4.1 SE-detektori.....                            | 27 |
| 2.4.2 BSE-detektori .....                          | 28 |
| 2.4.3 E-T-detektori.....                           | 29 |
| 2.4.4 EDS-detektori .....                          | 29 |
| 3 KOKEELLINEN OSUUS .....                          | 33 |
| 3.1 Näytteenottomenetelmä .....                    | 33 |
| 3.2 Analyysimenetelmä .....                        | 34 |
| 3.3 Menetelmän laadun varmistus .....              | 35 |
| 4 POHDINTA .....                                   | 39 |
| LÄHTEET .....                                      | 43 |
| LIITTEET .....                                     | 46 |
| Liite 1. Näytteenotto-ohjeet .....                 | 46 |

## LYHENTEET JA TERMIT

|       |                                                                                                                  |
|-------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| BSE   | backscattered electron, takaisin sironnut elektroni                                                              |
| CFE   | cold field emission, kylmäkenttäemissio                                                                          |
| EDS   | energy dispersive X-ray, energiadispersiivinen röntgenspektrometri                                               |
| EM    | electron microscopy, elektronimikroskooppi                                                                       |
| E-T   | Everhart-Thornley-detektori                                                                                      |
| FINAS | Finnish Accreditation Service, Suomen akkreditointipalvelu                                                       |
| HTP   | haitalliseksi tunnettu pitoisuus                                                                                 |
| IARC  | International Agency for Research on Cancer, Kansainvälinen syöväntutkimuslaitos                                 |
| ISO   | International Organization for Standardization, Kansainvälinen standardisoimisjärjestö                           |
| MMVF  | man-made vitreous fibre, teollinen mineraalivillakuitu                                                           |
| NIST  | National Institute of Standards and Technology, Yhdysvaltojen kansallinen standardien ja teknologian instituutti |
| SE    | secondary electron, sekundaarielektroni                                                                          |
| SEM   | scanning electron microscopy, pyyhkäisyelektronimikroskooppi                                                     |
| TFE   | thermic field emission, lämpökenttäemissio                                                                       |
| TEM   | transmission electron microscopy, läpäisyelektronimikroskooppi                                                   |
| WDX   | wavelength dispersive X-ray, aallonpituusdispersiivinen röntgenspektrometri                                      |
| WHO   | World Health Organization, Maailman terveysjärjestö                                                              |

## JOHDANTO

Nykyihmisen viettäessä suurimman osan ajastaan sisätiloissa, on sisäilman laatuun alettu kiinnittää huomiota aiempaa enemmän. Työterveyslaitoksen (2022) mukaan puhdas sisäilma tukee tilojen käyttäjän terveyttä ja toimintakykyä, kun taas epäpuhtaasta ilmasta voi seurata jopa kohonnut riski pitkäaikaissairauksiin. Sisäilman partikkeleiden tutkimisen historia on alkanut 1970-luvulla, kun tutkijat alkoivat kiinnittää huomiota asbestin terveyshaittoihin. Vuosikymmenten kuluessa tieto sisäilman partikkeleiden vaikutuksesta ihmisiin on lisääntynyt ja nykyisin sisätiloista tutkitaan myös useita muita partikkeleita. Näiden partikkeleiden havaitsemiseen ja tunnistamiseen tarvitaan pölynkoostumusanalyysiä, jossa partikkeleiden muotoa, kokoa ja alkuainekoostumusta voidaan tarkastella elektronimikroskoopilla. (Salthammer 2003.)

Opinnäytetyön tavoitteena oli kehittää paranneltu menetelmä pölynkoostumuksen määrittämiseen SEM-EDS-laitteistolla. Opinnäytetyö on tehty bestLab Oy:lle, joka on vuonna 2016 perustettu rakennusalan analyysieihin erikoistunut laboratorio. Laboratoriolla on kolme toimipistettä eripuolilla Suomea ja laboratorion tarjoamat asbesti-, mikrobi- ja haitta-aineanalyysit ovat FINAS-akkreditoituja. Asbestianalyysillä on myös ruokaviraston hyväksyntä. Laboratorio myy asiakkailleen myös pölynkoostumusanalyysiä, jolla voidaan selvittää, sisältääkö pöly tavanomaisen huonepölyn lisäksi esimerkiksi rakennuspölyä, homeitiöitä tai ulkoilmapölyä. (bestLab 2022.) Opinnäytetyön tavoitteena oli, että uuden menetelmän myötä työntekijöiden perehdyttäminen analyysin tekoon on helpompaa ja siitä saatavat tulokset luotettavia.

Opinnäytetyön tarkoituksena oli laatia menetelmäohje, näytteenotto-ohjeet sekä kuvakirjasto helpottamaan partikkeleiden tunnistamista. Pölynkoostumusmenetelmän laatimisessa käytettiin pohjana standardia ISO 16000-27:2014 ja menetelmän testaamisessa käytettiin NIST 5951-laatuohjetta (Verkouteren & Duewer 1997). Kuvakirjasto laadittiin kuvaamalla tunnettuja partikkeleita ja niiden alkuainespektrejä. Laboratorion toimiala huomioiden, menetelmässä keskityttiin erityisesti rakennuspölyn, asbestin, teollisten mineraalikuitujen ja homeitiöiden tunnistamiseen.

# 1 PÖLYNKOOSTUMUS

## 1.1 Yleistä pölystä

Pölypartikkeleita on kaikkialla. Yleisesti pölyksi kutsutaan kooltaan alle 100 µm kokoisia kiinteitä partikkeleita (Mohammed & Crump 2013, 104). Sisäilman partikkelit ovat usein peräisin ulkoilmasta, ihmisistä ja tilan materiaaleista. Pöly voidaan jaotella kahteen ryhmään sen alkuperän perusteella. Orgaaninen pöly koostuu pääasiassa hiilestä, hapestä ja vedystä, kun taas epäorgaaninen pöly sisältää muitakin alkuaineita. Epäorgaanisia pölyhiukkasia ovat muun muassa rakennuspöly, kiviainespöly, mineraalivillakuidut ja asbesti. Orgaanisia pölypartikkeleita ovat muun muassa paperi- ja puupöly, tekstiilikuidut, homeitiöt ja bakteerit. (Sisäilmayhdistys ry 2008.)

Osa pölypartikkeleista leijuu pitkään ilmassa, kun taas jotkut partikkelit laskeutuvat nopeasti pinnoille. Partikkeleiden laskeutuminen pinnoille riippuu partikkelin lähteestä, vallitsevista ympäristöolosuhteista sekä partikkelin fyysistä ominaisuuksista, kuten painosta, koosta ja muodosta. Haitallisinta pölyä on ilmassa leijuva, kevyt ja erittäin hienojakoinen pöly, sillä alle 5 µm kokoinen pöly voi päätyä keuhkoihin ja elimistöön hengitysilman mukana. Hengitettävät pölyhiukkaset ovat tutkimuksenalainen terveysriski maailmanlaajuisesti. (Sisäilmayhdistys ry 2008; Mohammed & Crump 2013, 104.)

Tutkimuksissa laskeutuneen pölyn on havaittu vastaavan koostumukseltaan hengitettävää pölyä, joten tutkimalla laskeutunutta pölyä saadaan tietoa myös tilan ilmassa leijuvista partikkeleista (Mohammed & Crump 2013, 104–105). Ohjeita pölyn koostumuksen tutkimiseen on annettu esimerkiksi Ympäristöministeriön julkaisemassa Rakennuksen kosteus- ja sisäilmatekninen kuntotutkimus -oppaassa, eli niin sanotussa Kuntotutkimusoppaassa. Kuntotutkimusoppaan mukaan laskeutuneen pölyn koostumusta on mahdollista tutkia elektronimikroskooppilla. Elektronimikroskooppilla on mahdollista tunnistaa partikkeleita niiden muodon ja alkuainekoostumuksen perusteella. Tavallisen huonepölyn lisäksi raportoitavia partikkeleita tulisi olla mineraalivillakuidut, homeitiöt, rakennusmateriaali-

peräiset hiukkaset sekä asbestikuidut. Pölynkoostumusanalyysi voi parhaimmillaan olla semikvantitatiivinen, mutta useimmiten se on vain laadullinen. (Kuntotutkimusopas 2016, 66.)

Pölynkoostumusta voidaan tutkia monista eri syistä. Rakennus- ja asumisterveyden näkökulmasta tarve pölyn koostumuksen selvittämiseksi on usein lähtöisin tilojen käyttäjien oireilusta. Esimerkiksi teollisille mineraalikuiduille altistuminen saa aikaan oireita, jotka ovat samankaltaisia mikrobialtistumisen kanssa. Pölynkoostumusanalyysillä voidaan sulkea pois sisäilman partikkeleista johtuvat ongelmat. Syitä pölynkoostumuksen tutkimiselle voi olla epäily poikkeavista kuitu- ja pölylähteistä, tilojen siivouksen tarkastelu tai epätyypillisen pölyn alkuperän ja koostumuksen selvittäminen. Pölynkoostumusanalyysiä voidaan käyttää apuna myös silloin, kun halutaan selvittää korjaus- tai rakennustyön aikaista pölynhallinnan onnistumista. (Putus 2014, 51; Kuntotutkimusopas 2016, 66.) Seuraavissa kappaleissa esitellään yleisimpiä pölyssä esiintyviä partikkeleita.

### **1.1.1 Huonepöly**

Huonepöly koostuu pääosin tekstiilikuiduista, hilseestä ja paperipölystä (Kuntotutkimusopas 2016, 66). Tiloista, joissa pidetään kotieläimiä, löytyy myös eläimistä peräisin olevaa hilsepölyä ja karvoja. Pienet määrät tuhkaa ja nokea ovat normaaleja tiloissa, joissa käytetään avotulta esimerkiksi ruuanlaittoon tai lämmittämiseen. Myös runsas kynttilöiden tai suitsukkeiden poltto voi näkyä nokipartikkeleiden suurena määränä. Huonepölyä pidetään lähinnä viihtyvyyteen vaikuttavana tekijänä, mutta joissakin tapauksissa runsas määrä huonepölyä voi aiheuttaa allergiaoireita. (Salthammer 2003, 22; Sahu ym. 2018, 420.)

### **1.1.2 Ulkoilmapöly**

Ulkoilmapöly koostuu tyypillisesti katupölystä, liikenteen pienhiukkasista ja siitepölystä. Ulkoilmapölyn mukana on joskus myös suurempia partikkeleita, kuten orgaanisia kasvien ja ötököiden osia. Ulkoilmapölyä kulkeutuu sisätiloihin avonaisista ikkunoista tuuletuksen seurauksena sekä ihmisten kenkien mukana. Suuri

määrä ulkoilmapölyä sisätiloissa tai tuloilmakanavissa saattaa kertoa huonosta tuloilman suodatuksesta ja puutteellisesta siivouksesta. Tuloilman suodatuksella on suuri merkitys sisäilman laatuun, sillä suodattamaton tai huonosti suodatettu ilma saattaa lisätä sekä terveys- että viihtyisyyshaittoja tilojen käyttäjille. (Sahu ym. 2018, 420.)

### 1.1.3 Rakennuspöly

Sisäilman rakennuspöly on peräisin korjaus- tai rakennustyön aikana käsiteltävistä rakennusmateriaaleista. Monet rakennusmateriaalipölyt ovat terveydelle haitallisia ja niille altistuminen voi aiheuttaa yksilöllisiä oireita. Tästä syystä korjaus- tai rakennustyön aikana pölyn kulkeutuminen muihin tiloihin on pyrittävä estämään esimerkiksi osastoinnin tai alipaineistuksen avulla. Yleisin rakennustyömaiden pöly on betonipöly. Betonipölystä tekee haitallisen sen emäksisyys sekä betonin valmistuksessa käytetty kvartsi, joka on tärkeä raaka-aine myös laasteissa, tasoitteissa ja luonnon kivimateriaaleissa. (Rönkä 2011, 11–12, 15.)

Kvartsi ( $\text{SiO}_2$ ) eli kiteinen piioksidi on terveydelle vaarallinen halkaisijaltaan alle 4  $\mu\text{m}$  pituisten partikkeleiden takia. Hienojakoinen kvartsipöly eli niin sanottu alveolijae kulkeutuu syvälle keuhkorakkuloihin ja pitkäaikaisen altistumisen seurauksena sen on todettu aiheuttavan silikoosia eli fibroottista pölykeuhkosairautta. Työssään kvartsipölylle altistuvilla on tutkittu olevan kohonnut riski keuhkosyöpään. Suomessa alveolijakeisten kiteisten piidioksidien HTP-arvo on 0,05  $\text{mg}/\text{m}^3$ . (Työterveyslaitos n.d.a; Rönkä 2011, 11–15.)

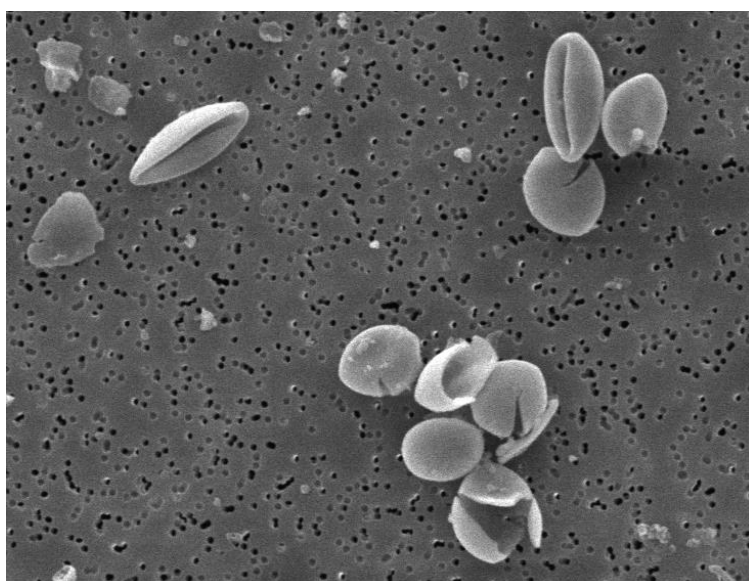
Muita rakennuspölypartikkeleita ovat erilaiset kivi-, puu- ja metallipölyt. Kivipölyä vapautuu kiviainesta sisältävien materiaalien käsittelyn seurauksena. Muun muassa betoni, laastit ja tasoitteet koostuvat osittain kiviaineksesta. Vastaavasti puupölyä vapautuu, kun puuta työstetään esimerkiksi poraamalla tai hiomalla. Puupöly voi ärsyttää ihoa, silmiä ja keuhkoja. Pitkäaikainen puupölylle altistuminen voi aiheuttaa pitkittynyttä nuhaa ja yskää. Tammen ja pyökin pöly on luokiteltu syöpää aiheuttavaksi ja työssään tammea tai pyökkiä käsittelevillä on riski sairastua ammattiastmaan. Puupölystä ongelmallisen tekee se, että puupölyn

mukana sisäilmaan voi levitä puussa kasvavia homeita ja bakteereja. Myös erilaiset puunkäsittelyaineet voivat aiheuttaa oireita. (Rönkä 2011, 12–17.)

#### 1.1.4 Mikrobipöly

Mikrobipöly koostuu tyypillisesti homeitiöistä, mutta myös bakteereja ja hiivoja voi esiintyä pölyssä. Mikrobipölylle altistuminen on mahdollista kosteus- tai mikrobivaurioituneiden rakenteiden purkamisen ja siivoamisen yhteydessä. Kosteusvauriosta peräisin oleva mikrobipöly aiheuttaa tyypillisesti ärsytysoireita silmissä, iholla ja hengitysteissä. Altistuminen voi ilmetä hyvin erilaisina oireina, kuten yskänä, nenäverenvuotona tai hengitysvaikeuksina. Oireina voi olla myös päänsärkyä, pahoinvointia ja kuumeilua. Oireet ovat hyvin yksilöllisiä ja pahimmillaan mikrobipöly voi aiheuttaa astmaa ja infektioita. (Rönkä 2011, 12, 17; Kuntotutkimusopas 2016, 64, 89.)

Mikrobeja sisältävää pölyä tutkittaessa on huomioitava, että mikrobeja esiintyy tavallisesi myös maaperässä, josta niitä kulkeutuu sisätiloihin ihmisten ja lemmikkieläinten mukana. Mikrobien lajimääritys elektronimikroskoopilla on mahdollista, sillä esimerkiksi itiöiden muodot, pesäkkeet ja rihmastot eivät säily näytteenkäsittelyssä (kuva 1). Pölynkoostumusanalyysi ei myöskään kerro löydettyjen mikrobien elinkyvystä. Elinkykyiset mikrobit on aina todettava ja tunnistettava viljelymenetelmillä. (Rönkä 2011, 12, 17; Kuntotutkimusopas 2016, 64, 89.)



KUVA 1. Näytteenkäsittelyn aikana vaurioitunutta itiöpölyä

### 1.1.5 Teolliset mineraalikuidut

Teolliset mineraalikuidut eli MMVF:t (man-made vitreous fibre) päätyvät sisäilmaan usein eristevillojen, akustiikkalevyjen tai äänenvaimentimien asentamisen tai purkamisen aikana. Teollisiin mineraalikuituihin kuuluvat lasivilla, vuori- eli kivivilla, lasikuitu ja keraamiset kuidut. Terveydelle haitallisimpia ovat keraamiset kuidut, jotka on luokiteltu syöpävaarallisiksi. Muiden teollisten mineraalikuitujen ei tiedetä aiheuttavan pitkäaikaisia terveyshaittoja, sillä kuidut poistuvat elimistöstä muutamassa kuukaudessa. Kansainvälinen syöväntutkimuslaitos IARC (International Agency for Research on Cancer) on luokitellut MMVF:t potentiaalisiksi karsinogeeneiksi. Altistuksen aikana kaikki MMVF:t aiheuttavat silmien, ihon ja ylempien hengitysteiden ärsytystä. (IARC 2002, 34, 43-44; Rönkä 2011, 13, 16.)

Suomen lainsäädännössä teollisille mineraalikuiduille on asetettu kahden viikon laskeumapölyn toimenpideraja-arvoksi 0,2 kuitua/cm<sup>2</sup>. (Asumisterveysasetus 2015, 5.) Mikäli tämä raja ylittyy, on kuitulähde selvitettävä ja ryhdyttävä toimenpiteisiin kuitumäärän vähentämiseksi. Kuitukertymää on mahdollista vähentää esimerkiksi korjaamalla rikkoutuneet eristemateriaalit tai lisäämällä siivoustiheyttä. MMVF-pitoisuus ja toimenpideraja-arvon ylittyminen voidaan luotettavasti selvittää vain geeliteippi- tai suodatinkotelomenetelmällä, sillä elektronimikroskoopilla tehtävä pölynkoostumusanalyysi on lähinnä laadullinen. (Salonen ym. 2011, 93–96.)

Pölynkoostumusanalyysi on MMVF-tutkimuksissa hyödyllinen, jos halutaan selvittää kuitujen lähdettä ja erottaa esimerkiksi lasi- ja vuorivillakuidut toisistaan. Kuitujen tunnistaminen perinteisellä valomikroskoopilla on mahdotonta, mutta elektronimikroskoopilla ja alkuaineanalyysointilla eri kuitulajit on mahdollista tunnistaa niiden alkuainekoostumuksen avulla. MMVFien valmistamiseen on käytetty lasia, kiveä, savea ja metallikuonaa, joten kuiduista löytyy esimerkiksi piitä, alumiinia, magnesiumia, natriumia, kalsiumia ja rautaa vaihtelevissa suhteissa. (Salonen ym. 2011, 27, 93–96.)

### 1.1.6 Asbesti

Asbesti on yleisnimitys tietyille luonnossa esiintyville kuitumaisille silikaattimineeraaleille. Nimitys on alkujaan kreikan kielestä ja se tarkoittaa ”palamatona”. Asbestiksi on perinteisesti luokiteltu kuusi eri silikaattimineraalilajia; krysotiili, antofylliitti, amosiitti, aktinoliitti, tremoliitti ja krokidoliitti. Valtioneuvoston asetuksessa asbestityön turvallisuudesta (2015) asbestiksi luokitellaan edellä mainittujen lisäksi myös seitsemäs kuitumainen silikaatti; erioniitti. Kaikille asbestilajeille yhteistä on hyvä sähkön- ja lämmöneristävyys sekä kemiallinen kestävyys. Asbestia hienonnettaessa se hajoaa tyypillisesti hyvin pieniksi, suoriksi kuiduiksi. Poikkeuksena krysotiili, jonka kuidut voivat olla kiharia. Asbestilajit on mahdollista tunnistaa niiden kemiallisen koostumuksen perusteella, sillä ne sisältävät vaihtelevat määrät piitä, magnesiumia, kalsiumia ja rautaa. (IARC 1977, 11; Työterveyslaitos 2016.)

Asbestia on käytetty rakennusmateriaalien raaka-aineena sen kestävyiden ja eristävien ominaisuuksien takia. Asbestia on lisätty muun muassa putkieristeisiin, lattiamateriaaleihin, kuten vinyyliin, ja laasteihin (Työterveyslaitos 2016). Asbestipölyä päätyy sisäilmaan tyypillisesti korjaus- ja huoltotöiden yhteydessä, kun asbestia sisältävät materiaalit rikkoontuvat. Asbestipöly voi olla hyvin hienojakoista, jolloin kuidut kulkeutuvat syvälle keuhkorakkuloihin. Toisin kuin mineraalivillakuidut, asbestikuidut eivät poistu elimistöstä. Asbestipölylle altistumisen on todettu aiheuttavan keuhkosityöpää, keuhkopussin ja vatsakalvon syöpää sekä asbestoosia eli pölykeuhkosairautta. Sairaudet ilmenevät usein vasta vuosikymmeniä altistumisen jälkeen. (Rönkä 2011, 13, 17; WHO 2018.)

Asumisterveysasetuksen (2015, 5) mukaan asbestikuitujen esiintymistä pinnoille laskeutuneessa pölyssä pidetään toimenpiderajan ylittymisenä. Tämä tarkoittaa, että kuituja havaittaessa on ryhdyttävä selvittämään kuidun lähdettä. Kun kuitulähde saadaan paikannettua, on tilanne korjattava. Korjaus voidaan tehdä esimerkiksi vaihtamalla asbestia sisältävät rikkoontuneet materiaalit uusiin materiaaleihin. Joskus on mahdollista, että tilasta löytyy yksittäinen asbestikuitu, vaikka tilassa ei kuitulähdettä olisikaan (Asumisterveysasetuksen soveltamisohje 2016, 12).

## 1.2 Pölynäytteenotto

Pölyn koostumusta selvittäessä näytteenotolla on suuri merkitys analyysin tuloksiin. Näyte tulisi ottaa niin, että pölyä on päässyt vapaasti laskeutumaan pinnalle vähintään kahden viikon ajan. Sisätiloissa pölyä kertyy pinnoille epätasaisesti ilmavirtauksien takia. Tästä johtuen näytettä ei suositella otettavaksi ikkunalaudoilta tai aivan vilkkaiden kulkureittien läheisyydestä, sillä ihmisten liike nostattaa laskeutunutta pölyä. Myös näytteenottokorkeudella on merkitystä. Mikäli pölyä halutaan tutkia ihmisten hengitysvyöhykkeeltä, voi näytteen ottaa esimerkiksi työpöydältä, jonka ääressä henkilö viettää suurimman osan ajastaan. (Työterveyslaitos n.d.b) Mikäli tutkimus halutaan kohdistaa tiettyyn tuloilmakanavaan, voidaan tilasta ottaa ilmanäyte. Ilmanäyte otetaan pumpulla suodattimelle aivan tuloilmakanavan alapuolelta, jolloin kanavasta irtoavat partikkelit jäävät suodattimelle. (Tuomi ym. 2020, 20.) Standardissa ISO 16000-27:2014 kehoitetaan ottamaan tutkittavasta tilasta aina vähintään kolme näytettä, kukin eri paikoista. Seuraavissa kappaleissa esitellään tarkemmin kaksi menetelmää näytteenottoon.

### 1.2.1 Pyyhintämenetelmä

Kuntotutkimusoppaassa (2016, 66) pölynäytteenottomenetelmäksi suositellaan muovipussilla tehtävää pyyhintänäytteenottoa. Pyyhintänäytteenotossa tulee huomioida, että näyte otetaan kuivalta ja mahdollisimman tasaiselta pinnalta. Esimerkiksi huokoiselle betonipinnalle hiukkaset jakaantuvat epätasaisesti sen sisältämien kuoppien ja kohoumien takia. Pyyhintänäyte on mahdollista ottaa myös ilmanvaihtojärjestelmästä. Näytteen ottaminen tuloilmakanavasta on jopa suositeltavaa, mikäli mahdollista kuitulähdettä halutaan selvittää tarkemmin. (Salonen 2011, 93–96.)

Pyyhintänäyte otetaan nurinpäin käännetyllä muovipussilla (kuva 2). Menetelmässä pussi käännetään nurinpäin, asetetaan käteen ja tutkittavaa pintaa pyyhittään, kunnes pussissa on havaittavaa pölyä. Muovipussin staattinen varaus vetää pyyhittävän pinnan partikkeleita puoleensa, ja ne tarttuvat kiinni muoviiin. Pyyhkimisen jälkeen pussi käännetään ympäri, jolloin kerätty pöly jää pussin sisälle. (Kuntotutkimusopas 2016, 66.) Laboratoriossa pölynäytteestä valmistetaan

elektronimikroskoopilla analysoitava preparaatti. Pussiin kaadetaan vettä ja pussia ravistellaan niin, että mahdollisimman suuri osa pölypartikkeleista saadaan irtoamaan pussin seinämistä veteen. Vesi suodatetaan imusuodatuksella suodattimen läpi, jolloin pölypartikkelit jäävät suodattimen pinnalle. Suodatin leikataan sopivan kokoiseksi, jonka jälkeen preparaatti on valmis. (Kovanen, ym. 2006, 31.)



KUVA 2. Pölynäytteenotto nurinpäin käännetyllä muovipussilla

Menetelmä on yleisesti käytetty, mutta se ei sovellu vesiliukoisten partikkeleiden, kuten suolakiteiden, analysointiin, sillä ne häviävät näytteenkäsittelyn aikana (Salthammer 2003, 118). Menetelmän heikkoutena on myös se, että pyyhittävän alueen pinta-ala voi vaihdella paljon näytteenottajasta riippuen. Tästä syystä teollisten mineraalikuitujen tai asbestikuitujen laskentaa yksikössä kuitua/cm<sup>2</sup> ei ole mahdollista toteuttaa luotettavasti. Jotta menetelmästä saisi näiden kuitujen osalta luotettavan, olisi menetelmälle laskettava määrittäysraja 0,01 kuitua/cm<sup>2</sup>. Menetelmän määrittäysraja riippuu osittain pyyhittävän alueen koosta. Määrittäysraja paranee, kun pyyhittävää pinta-alaa kasvatetaan. (Tuomi ym. 2020, 26–28.)

### 1.2.2 Teippimenetelmä

Standardin ISO 16000-27:2014 mukaan pölystä on mahdollista määrittää kuitumaisten partikkelien määrä kvantitatiivisesti teippimenetelmällä. Standardin mukaan teippimenetelmässä voidaan käyttää kolmea erilaista teippiä; geeliteippiä, hiiliteippiä tai akryyliteippiä. Teippinäyte otetaan painamalla muutaman senttimetrin pituinen teippi tukevasti pölyä sisältävälle pinnalle. Näytteenoton jälkeen teipistä leikataan pala, joka kiinnitetään näytealustalle.

Vaihtoehtoisesti näyte voidaan ottaa valmiiksi näytealustalle kiinnitetyllä hiiliteipillä (kuva 3), jolloin pölynäyte on mahdollista ottaa painamalla näytealusta tutkittavalle pinnalle. Näin on mahdollista jättää teipin leikkaaminen välistä ja nopeuttaa näytteenkäsittelyä. Menetelmä toimii parhaiten tasaisille pinnoille ja ohuille pölykerroksille. Mikäli pölyä on erittäin runsaasti, on suositeltavaa, että samaan näytteenottokohtaan painetaan useampi teippi. (ISO 16000-27:2014.)



KUVA 3. Hiiliteipillä päällystetty näytealusta ja näytealustan käsittelyyn käytettävät pinsetit

Teippimenetelmällä tutkittavan alueen koko tunnetaan, joten analyysistä on mahdollista saada kvantitatiivinen asbestin ja teollisten mineraalikuitujen osalta standardin ISO 16000-27:2014 mukaan. Kvantitatiivinen määrittäminen edellyttää, että kaikki teipillä havaitut kuidut lasketaan standardin laskentaohjeiden mukaan. Yhdestä näytteenottokohdasta saadaan kerättyä pölyä vain noin 1 cm<sup>2</sup> kokoiselta alueelta. Koska tutkittava alue on pieni, on määrittämissä asbestikuiduille ja MMVF:lle toimenpideraja-arvoon verrattuna suuri, noin 10 kuitua/cm<sup>2</sup>. (Tuomi ym. 2020, 26–28.)

Teippimenetelmä ei ole Suomessa yleisesti suositeltu pölynkoostumusnäytteiden analysoinnissa (Kuntotutkimusopas 2016). Teippinäytteen ottaminen voi kuitenkin olla kannattavaa, kun halutaan nopeasti selvittää pölyn koostumus tietyistä kohdasta tai useasta yksittäisestä pisteestä. Mahdollisuus laskea tarkka kuitupitoisuus voi myös olla joissakin tilanteissa tarpeen, vaikka määrittämissä onkin toimenpideraja-arvoon nähden liian suuri. Teippimenetelmän etuna on myös se, että sillä on mahdollista havaita veteen liukenevat partikkelit. (Kyropoulou 2013, 175; Tuomi ym. 2020, 26–28.)

## **2 PYYHKÄISYELEKTRONIMIKROSKOOPPI**

### **2.1 Yleistä elektronimikroskoopeista**

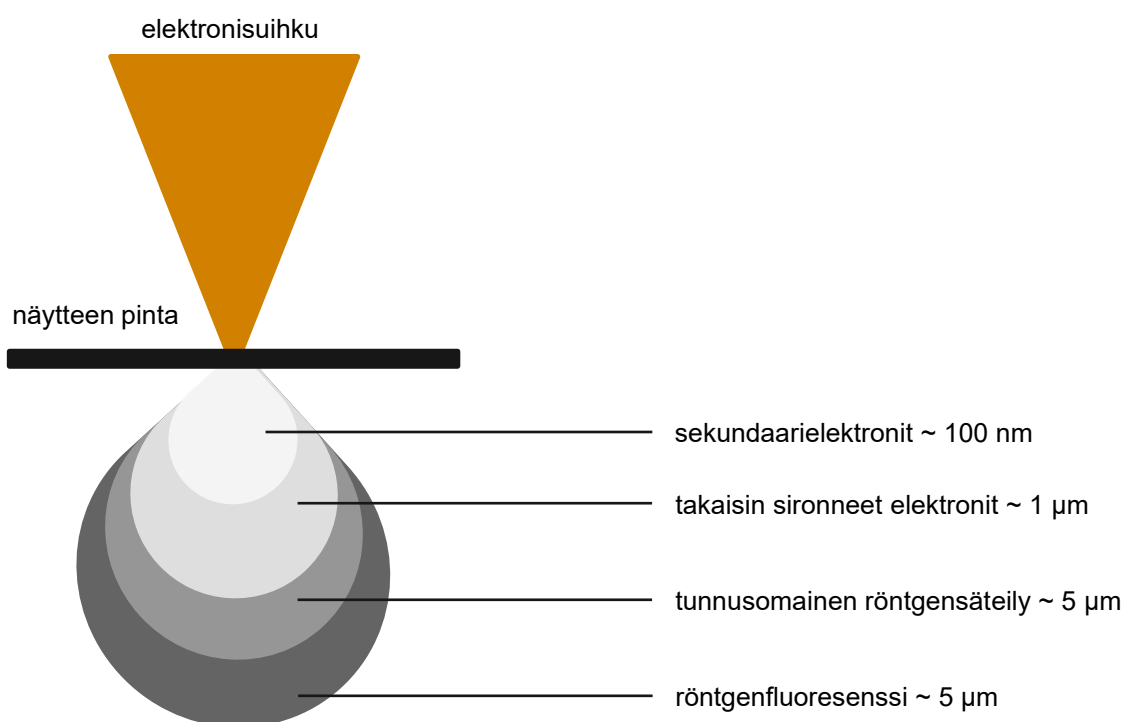
Elektronimikroskooppi EM (electron microscope) on mikroskooppi, jonka toiminta perustuu elektronisuihkun ja tutkittavan aineen väliseen vuorovaikutukseen. Toisin kuin kuvan muodostuksessa valoa hyödyntävillä optisilla mikroskoopeilla, elektronimikroskoopilla päästään huomattavasti suurempiin suurennoksiin ja parempaan erotuskykyyn. Käytetyimmät elektronimikroskoopit voidaan jakaa kahteen ryhmään riippuen elektronisuihkun ja näytteen vuorovaikutuksesta. Pyyhkäisyelektronimikroskoopissa SEM (scanning electron microscope) elektronisuihku on vuorovaikutuksessa näytteen pinnan atomien kanssa, jolloin SEMillä on mahdollista tarkastella pinnan muotoja. Läpäisyelektronimikroskoopissa TEM (transmission electron microscope) elektronisuihku tunkeutuu syvemmälle näytteeseen ja antaa kuvan näytteen poikkileikkauksesta. (UI-Hamid 2018, 1–6.)

Elektronimikroskopiaa hyödynnetään monilla eri aloilla, joilla on tarvetta päästä tutkimaan näytteitä huomattavan suurilla suurennoksia. Tehokkaimmat pyyhkäisyelektronimikroskoopit kykenevät 1 000 000-kertaisiin suurennoksiin ja useimmilla tavanomaisillakin pyyhkäisyelektronimikroskoopeilla saavutetaan jopa 200 000-kertainen suurennos. Läpäisyelektronimikroskoopilla päästään noin kymmenen kertaa SEMiä suurempiin suurennoksiin. SEMin resoluutio eli erotuskyky on parhaimmillaan noin yksi nanometri. SEMiä voidaan käyttää esimerkiksi metallien, polymeerien, kivilajien ja erilaisten orgaanisten rakenteiden tarkasteluun. TEMiä käytetään erityisesti lääketieteessä kudosis- ja solurakenteiden kuvantamiseen sen läpäisevyyden sekä tehokkaamman suurennoksen ja resoluution takia. (UI-Hamid 2018, 1–6.)

### **2.2 SEMin toimintaperiaate**

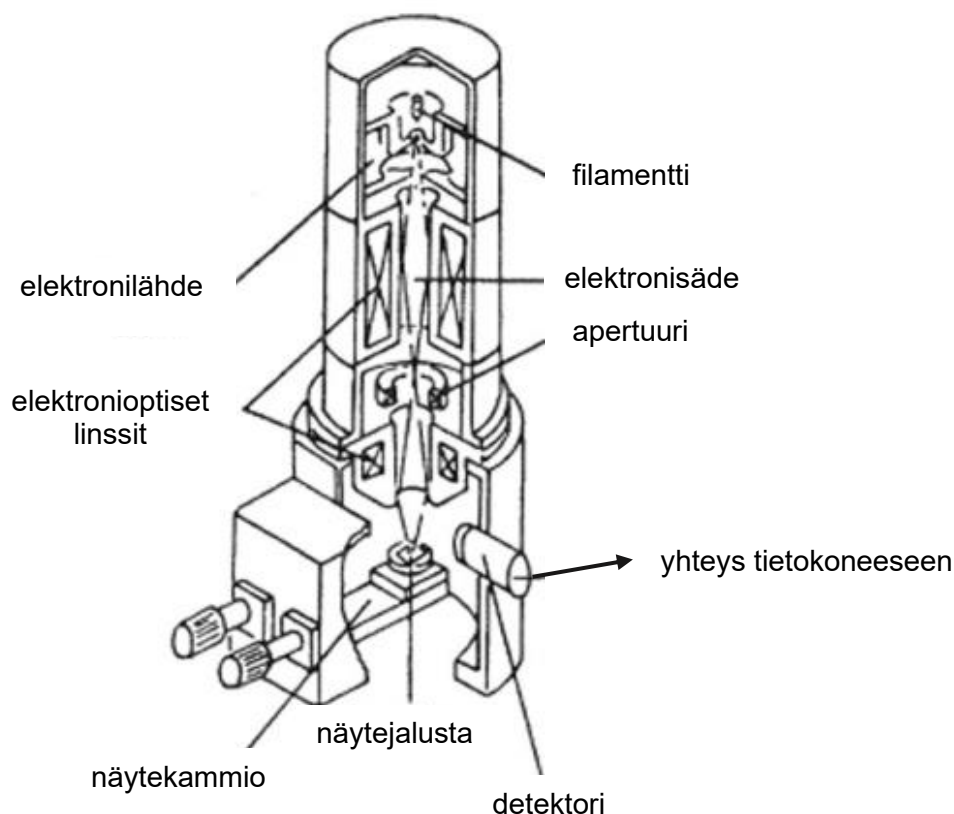
Pyyhkäisyelektronimikroskoopin toiminta perustuu näytteen pinnan atomien ja niihin törmäävien elektronien väliseen vuorovaikutukseen. Näytteeseen osuva

elektronisuihku vuorovaikuttaa näytteen atomien kanssa ja saa aikaan useita irtoavia hiukkasia. Näistä hiukkasista olennaisimmat ovat sekundaarielektronit (SE, secondary electrons) ja takaisin sironneet elektronit (BSE, back scattered electrons). Elektronisuihku vaikuttaa näytteeseen pisan muotoiselle alueelle (kuvio 1). Sekundaarielektronit irtoavat aivan läheltä näytteen pintaa, kun taas BSE:t irtoavat hieman syvemmältä. Elektronimikroskoopilla saatava reaaliaikainen kuva näytteen pinnasta muodostetaan SE:n ja BSE:n avulla. Elektronien törmäyksessä näytteen atomit lähettävät myös röntgensäteilyä, jota käytetään näytteen alkuainekoostumuksen selvittämiseen. (Ul-Hamid 2018, 90.)



KUVIO 1. Elektronisäteen ja näytteen pinnan välinen vuorovaikutus sekä törmäyksistä syntyvät hiukkaset ja säteily

Elektronimikroskoopissa on paljon optisia komponentteja, joiden avulla SEMillä on mahdollista saada tarkkoja kuvia myös suurilla suurennoksilla. SEMillä saatavan kuvan tarkkuus riippuu pääasiassa kolmesta seikasta; näytteeseen osuvan elektronisäteen halkaisijasta, intensiteetistä ja tulokulmasta. Pyyhkäisyelektronimikroskoopin olennaisimmat osat, jotka ovat osana kuvanmuodostusta, ovat elektronikolonnin, näytekammion, detektorit ja ohjauspaneeli, joka on usein laitteeseen liitetty tietokone. Kuviossa 2 on esitetty yksinkertaistettu kaaviokuva SEMin elektronikolonnin rakenteesta. (Ul-Hamid 2018, 15, 16; Goldstein 2018, 7.)



KUVIO 2. Kaaviokuva pyyhkäisyelektronimikroskoopin elektronikolonnista, muokattu lähteestä (Ural 2021, 201.)

Elektronimikroskoopin optiset komponentit, kuten elektronitykki, elektronilähde, linssit ja apertuurit, sijaitsevat elektronikolonnissa. Elektronikolonnissa ylläpidetään alipainetta, jotta elektronisuihku saadaan kulkemaan kolonnissa haluttuun suuntaan. Kolonnin sisäinen paine on tyypillisesti enintään  $10^{-3}$  Pascalia, tehokaimmissa laitteissa paine voi olla jopa alle  $10^{-9}$  Pa. Mikäli elektronikolonnissa ei olisi vakuumia, aiheuttaisivat ilman kaasumolekyylit törmäyksiä elektroneiden kanssa. Myös elektronilähde, linssit ja detektorit joko vaativat toimiakseen alipaineen tai toimivat paremmin alipaineistetussa ympäristössä. Elektronikolonnin vakuumi luodaan pumpuilla, jotka ovat tyypillisesti sijoitettu elektronikolonnin alapuolelle. Muita elektronimikroskoopin toiminnalle olennaisia osia ovat muun muassa lämmitin, jäähdytin ja tärinää vaimentava pöytätaaso. (UI-Hamid 2018, 15–17, 72–73.)

### 2.2.1 Elektronitykki

Elektronitykki sijaitsee elektronikolonnin yläosassa (kuva 4). Elektronitykin tarkoituksena on irrottaa elektroneja filamentista, kiihdyttää elektronit tarvittavaan nopeuteen ja suunnata ne näytteeseen. Elektronitykin keskeisimmät osat ovat katiodi eli filamentti, Wehnelt sylinteri ja anodi. Filamentilla ja Wehnelt sylinterillä on negatiivinen sähköpotentiaali, kun taas anodin ja muun elektronikolonnin sähköpotentiaali on normaali. Elektronien kiihdyttäminen tehdään anodin ja Wehneltin sylinterin välisen sähköpotentiaalieron eli jännitteen avulla. Kiihdytysjännitteen suuruus vaihtelee 2–30 kV välillä, riippuen tutkittavasta näytteestä ja tutkimuksen laadusta. Elektronitykki vaatii toimiakseen tyhjiön, jotta elektronit eivät siroa ympäriinsä, vaan kulkevat haluttuun suuntaan. Tyhjiössä toimiminen pidentää filamentin käyttöikää. (UI-Hamid 2018, 17, 24–25.)



KUVA 4. Tescan Vega 3 -pyyhkäiselektronimikroskoopin elektronikolonne

### 2.2.2 Elektronilähde

Elektronimikroskoopin kuvan muodostuminen vaatii elektronilähteen eli filamentin. Filamentit luovuttavat elektroneja tyypillisesti joko korkean lämpötilan tai sähkö-

kökentän vaikutuksesta. Ensimmäiset ja yleisimmin käytetyt filamentit ovat volframista valmistettuja. Filamentilla on oltava terävä kärki, jotta elektronisuihku saadaan tehokkaasti suunnattua tutkittavaan näytteeseen. Volframifilamentti muistuttaa rautalangasta muotoiltua V-kirjainta (kuva 5). V-muodosta elektronit irtoavat hallitusti filamentin kärjestä pieneltä pinta-alalta. Perinteisestä volframifilamentista elektronit emittoituvat termisesti, kun sitä kuumennetaan noin  $+2400^{\circ}\text{C}$  lämpötilaan. Volframifilamentti on edullinen vaihtoehto, mutta sen käyttöikä on muita elektronilähteitä lyhyempi, sillä se kuluu ja ohenee elektronien lämpöemission seurauksena. Käytössä on myös lantaaniheksaboridifilamentteja, joissa elektronit emittoituvat termisesti, mutta volframia matalammissa lämpötiloissa (Bogner ym. 2007, 392; UI-Hamid 2018, 17, 22–24.)



KUVA 5. Volframifilamentti (Agarscientific 2022.)

Volframifilamentista on mahdollista irrottaa elektroneja myös sähkökentän avulla. Menetelmää, jossa elektronit emittoituvat vain sähkövirran vaikutuksesta kutsutaan kylmäkenttäemissioksi (CFE). Sähkökentän ja lämpötilan yhteisvaikutuksessa tapahtuva lämpökenttäemissio (TFC) tekee elektronivirrasta tasaisen. Sähkövirran käyttäminen elektronien irrotuksessa lisää filamentin käyttöikää ja

muodostuvan kuvan resoluutiota huomattavasti. (Bogner ym. 2007, 392.) Erilaisia filamentteja ja emissioita on vertailtu taulukossa 1.

TAULUKKO 1. Filamenttien ominaisuuksia 20 keV (muokattu lähteestä Bogner ym. 2007, 392.)

| Fila-<br>mentti  | Elektronien irtoami-<br>nen | Käyttöikä<br>(h) | Kirkkaus<br>(A/cm <sup>2</sup> sr) | Elektronisuih-<br>kun koko (μm) |
|------------------|-----------------------------|------------------|------------------------------------|---------------------------------|
| W                | lämpöemissio                | 30–100           | 10 <sup>5</sup>                    | 30–100                          |
| LaB <sub>6</sub> | lämpöemissio                | 200–1000         | 10 <sup>6</sup>                    | 5–50                            |
| W (CFE)          | kylmäkenttäemissio          | >1000            | 10 <sup>9</sup>                    | <0,005                          |
| W (TFE)          | lämpökenttäemissio          | >1000            | 10 <sup>8</sup>                    | <0,005                          |

### 2.2.3 Elektronioptiset linssit ja apertuurit

Jotta SEMillä saadaan tarkka kuva, on elektronisäteen osuttava näytteen pinnalle erittäin pienelle pinta-alalle. Kun käytetään volframifilamenttia, näytteen pinnalle osuvan säteen on oltava 100–5000 kertaa kapeampi kuin filamentin kärjestä lähtevä elektronisuihku. Elektronisäteen kaventaminen tapahtuu sähkömagneettisten kenttien avulla toimivilla kokoojalinsseillä. Mitä voimakkaampi jännite linssien välillä on, sitä lyhyempi on linssin polttoväli ja tehokkaampi säteen kavennus. Sähkömagneettiset linssit sijaitsevat elektronitykin alapuolella. Linssejä voi olla kaksi tai kolme peräkkäin, mikäli elektronisädettä on kavennettava runsaasti. (U-Hamid 2018, 37–41.)

Säteen kohdentamiseen käytetään linssien lisäksi apertuureja, joilla mekaanisesti rajataan elektronisäteen kokoa. Apertuuri on useimmiten molybdeenistä valmistettu litteä kappale, jossa on erikokoisia aukkoja. Aukot voivat olla halkaisijaltaan 10–500 μm, jolloin niihin osuva elektronisuihku kapenee samaan kokoon. Säteen kaventamisen lisäksi apertuurit päästävät lävitse vain kohtisuoraan alapäin kulkevat säteet. Kuten linssejäkin, myös apertuureja voi olla elektronikolonissa useita ja ne voivat sijaita joko ennen linssejä tai vasta niiden jälkeen. Useiden apertuurien ja pienten aukkojen käyttäminen kaventaa sädettä ja kasvattaa resoluutiota, mutta heikentää näytteeseen osuvan elektronisuihkun voimak-

kuutta. Elektronisuihkun voimakkuuden heikkeneminen aiheuttaa haasteita alkuaineosto- ja analysoinnissa, joten usein on tehtävä kompromissi säteen halkaisijan ja intensiteetin välillä. (UI-Hamid 2018, 41.)

#### **2.2.4 Näytekammio**

Näytekammio sijaitsee aivan elektronikolonnin alapuolella. Kuten elektronikolonnissakin, myös näytekammiossa vallitsee alipaine. Alipaine ei ole yhtä tehokas kuin elektronikolonnissa, koska näytekammion vakuumi puretaan aina kun kammi-  
on luukku avataan ja näyte laitetaan sisään. Näytekammiossa on näytejalusta, johon näytteet kiinnitetään analysoinnin ajaksi (kuva 7). Jalustoja on erilaisia erilaisiin käyttötarkoituksiin. Jalustan ansiosta näytettä on mahdollista liikuttaa, pyörittää ja joissakin laitteissa myös kallistaa. Näillä liikkeillä elektronisuihku saadaan ohjattua osumaan haluttuun kohtaan. Joskus voi olla tarpeen kallistaa näytettä detektoria kohti, jolloin näytteestä saadaan voimakkaampi vaste. (UI-Hamid 2018, 56–58.)



KUVA 7. Elektronimikroskoopin näytekammio ja näytejalusta, johon kiinnitetty neljä näytettä

Näytekammiossa on yleensä myös infrapunakamera, jolla voi seurata näytejalustan liikkeitä reaaliajassa. Infrapuna ei ole silmillä havaittavissa, mutta sen avulla on mahdollista saada laadukas mustavalkoinen kuva. Kameran käyttö ei ole mahdollista analyysin aikana, koska infrapunasäteet häiritsevät detektorien toimintaa. Käyttö analyysin aikana aiheuttaa esimerkiksi spektrin taustan nousua, ylimääräisiä piikkejä ja muita häiriöitä. Näytteen skannaukseen ja mikrokemiallisiin analyysihin tarvittavat detektorit sijaitsevat myös näytekammiossa. (Ul-Hamid 2018, 56–58.)

## 2.3 Näytteenkäsittely

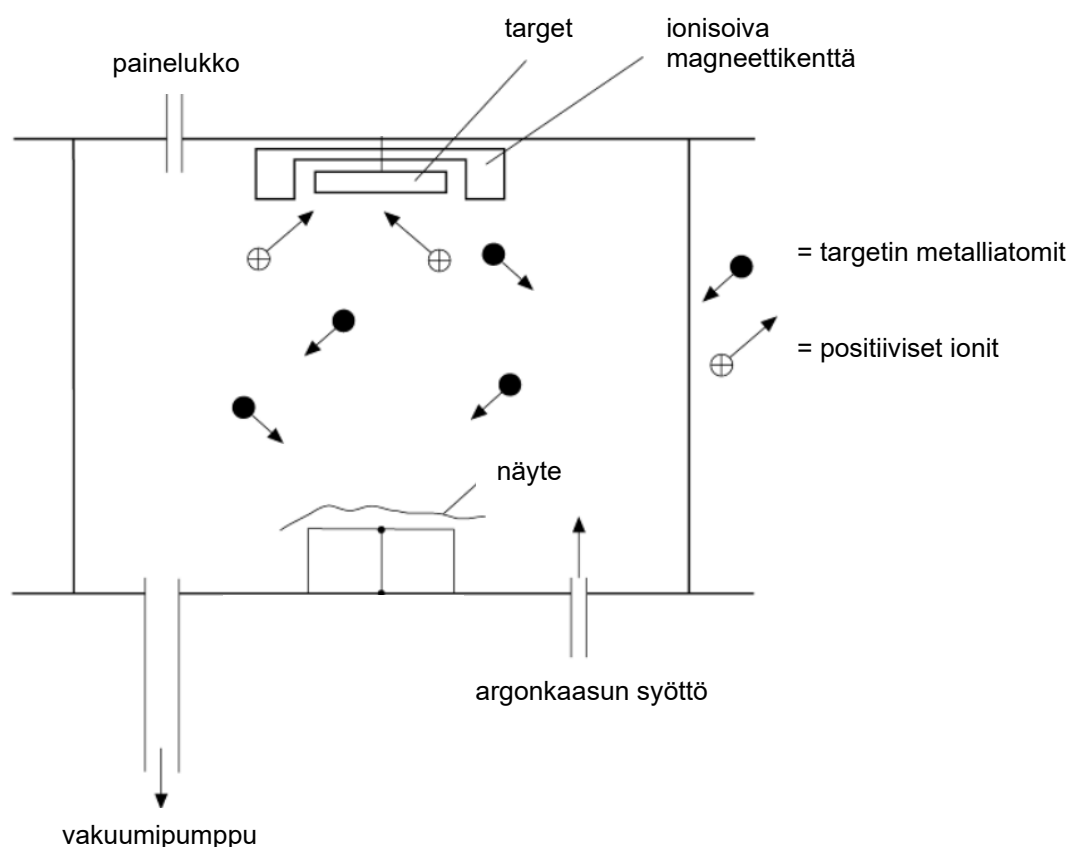
Pyyhkäisyelektronimikroskoopin suosio perustuu osittain siihen, että sillä on mahdollista tutkia hyvin monenlaisia näytteitä. Suurin analyysiä rajoittava tekijä on näytteen koko, koska näytteen on mahduttava näytekammioon. Monet näyte-materiaalit ovat valmiita suoraan analysoitavaksi, mutta analyysin tulosta on mahdollista parantaa näytteenkäsittelyllä. Näytettä voi olla tarpeen puhdistaa, etsata tai kiillottaa. Hyvin hienojakoiset ja epäsäännöllisen muotoiset näytteet, kuten jauheet ja kuidut, tulee kiinnittää näytejalustaan teipillä. Kiinnityksessä voi käyttää sähköä johtavaa hiiliteippiä, jolla näyte maadoitetaan näytejalustaan. (UI-Hamid 2018, 309, 315–318.)

Jotta näytteestä saadaan mahdollisimman laadukas kuva, tulisi näytteen johtaa sähköä. Sähköä johtava näyte maadoittaa siihen osuvan elektronisäteen, jolloin näyte itsessään ei varaudu siihen osuvista elektroneista. Näytteestä saadaan sähköä johtava, kun se käsitellään sputteroimalla. Sputterointi tarkoittaa ohutkalvopinnoitusta, eli tässä yhteydessä näytteen päällystämistä ohuella metallikalvolla. Pinnoitukseen on mahdollista käyttää mitä tahansa sähköä johtavaa metallia, esimerkiksi hopeaa, kultaa, palladiumia tai näiden seoksia. Ohutkalvopinnoitukseen käytetään tyypillisesti erillistä laitetta, sputteria (kuva 8). (UI-Hamid 2018, 318–320.)



KUVA 8. Ohutkalvopinnoitukseen käytettävä Quorum SC7620 Sputter Coater

Sputterin toiminta perustuu argonelektronien ja kohtion, eli targetin, välisiin törmäyksiin. Pinnoituksen aikana sputterin alipaineistettu kammio täyttyy argonkaasulla, joka ionisoidaan magneettikentän avulla. Argonionit törmäävät kohtioon, eli niin kutsuttuun targettiin, jolloin kohtiosta irtoaa metalliatomeita. Kammiossa on korkea jännite kohtion ja näytteen välillä, joten metalliatomit kulkeutuvat kohti näytteen pintaa. Matkalla metalliatomit osuvat kammiossa oleviin argonioneihin, mikä saa atomit sinkoamaan ympäriinsä. Näin näyte saadaan kauttaaltaan pinnoitettua metallilla. Lopputuloksena näytteen pinnalle muodostuu metallinhohtoinen pinta. Sputterin toimintamekanismia on havainnollistettu kuviossa 3. (Ul-Hamid 2018, 318–320; Quorum Technologies 2011, 15–16.)



KUVIO 3. Sputterin kammiossa argonkaasu ionisoituu ja ionit törmäävät kohtioon eli targettiin, josta irtoaa metalliatomeita. Metalliatomit kulkeutuvat sähköisen jännitteen vaikutuksesta kohti näytteen pintaa, muokattu lähteestä. (Quorum Technologies 2011, 16.)

## 2.4 Detektorit

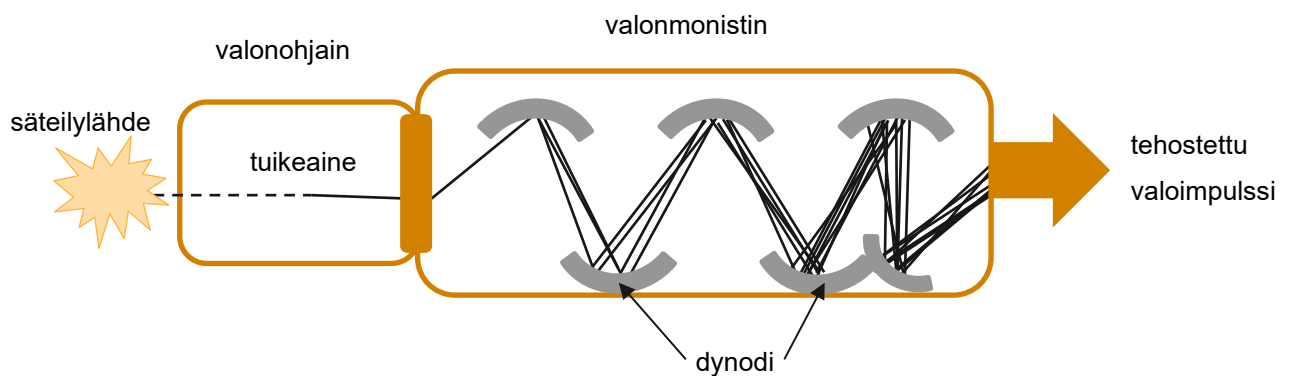
Elektronimikroskoopeissa on useita detektoreita, joilla on omat tehtävänsä kuvanmuodostuksessa ja alkuainekoostumuksen analysoinnissa. Yleisimmät pyyhkäisyelektronimikroskoopeissa kuvan muodostukseen käytettävät detektorit ovat BSE- ja Everhart-Thornley (E-T) detektorit. Alkuainekoostumuksen tarkasteluun käytetään usein EDS-detektoria tai WDX-detektoria. EDS- ja WDX-detektorien erona on se, että EDS-detektorin toiminta perustuu kullekin aineelle ominaisen röntgensäteilyn voimakkuuteen ja WDX-detektorin toiminta perustuu kullekin aineelle ominaisiin aallonpituuksiin. Kaikkien näiden detektoreiden toiminta edellyttää elektronisuihkun ja näytteen pinnan välistä vuorovaikutusta. (UI-Hamid 2018, 59; EESemi 2004.)

### 2.4.1 SE-detektori

SE (secondary electron)-detektori havaitsee näytteen pinnasta irtoavia matala-energisiä elektroneja. SE:t irtoavat näytteestä usein sivulle päin, joten SE-detektori sijaitsee tyypillisesti näytekammiossa näytejalustan vierellä. Detektorissa on positiivisesti varautunut ristikko, jota kutsutaan Faradayn häkiksi. Ristikko vetää puoleensa negatiivisesti varautuneita sekundaarielektroneja, jotka detektoriin osuessaan vuorovaikuttavat tuikeaineen eli skintillaattorin kanssa. Usein skintillaattori on muovista tai lasista valmistettu levy tai kalvo, joka on käsitelty esimerkiksi litiumilla tai europiumilla. (UI-Hamid 2018, 59–63; Klemola 2002, 122.)

Tuikaineita ja -materiaaleja on olemassa useita erilaisia. Olennaista tuikeaineessa on se, että aineeseen osuva elektroni virittää atomin energiatilalle, joka purkautuu emittoimalla näkyvää valoa tai ultraviolettifotoneja. Jotta virittyminen ja energian purkautuminen voi tapahtua, on elektronilla oltava törmäyksen aikana tarpeeksi suuri energia (Klemola 2002, 122–125). SE-detektorissa tuikeaineeseen osuvalla elektronilla on hyvin pieni energia, jonka takia tuikeaineen pinta on päällystetty erittäin ohuella metallikerroksella. Nanometrien paksuisessa metallikerroksessa on positiivinen varaus, jolloin se kiihdyttää elektronin osumaa ja saa aikaan suuremman reaktion. (UI-Hamid 2018, 59–63.)

Osumat luovat fotoneja, jotka kulkeutuvat valonohjaimeen, jonka heijastavien pintojen avulla säteet kulkevat fotomonistimeen eli valonmonistimeen. Valonmonistin on ontto putki, jossa on positiivisesti varautuneita dynodeja (kuvio 4). Valonmonistimessa hiukkaset kulkevat positiivisesti varautuneilta dynodeilta toiselle. Jokainen dynodiin osuva hiukkanen tuottaa vähintään kaksi uutta hiukasta. Tehokkailla monistimilla voidaan hiukkasten määrää kasvattaa jopa  $10^8$ -kertaiseksi. Käytännössä hiukkasten määrän lisääntyminen näkyy mikroskoopin antaman kuvan kontrastin kasvuna. (Ul-Hamid 2018, 59–63.)



KUVIO 4. Kaaviokuva tuikeilmaisimesta

## 2.4.2 BSE-detektori

BSE (back scattered electron) -detektori havaitsee näytteen pinnasta takaisin siroavia elektroneita, joiden energia on huomattavasti sekundaarielektroneita suurempi. BSE:n energia riippuu käytettävästä kiihdytysjännitteestä, joten elektroneiden energiat voivat olla jopa useita kiloelektronivolttia. BSE:t siroavat näytteestä enimmäkseen suoraan ylöspäin, joten BSE-detektori sijaitsee usein aivan näytetalustan yläpuolella. Detektorin toiminta perustuu useimmin joko tuikeaineeseen tai puolijohdeaineeseen. Tuikeaineeseen perustuvat detektorit toimivat kuten SE-detektori ja niissä on hyvin samankaltaisia osia. Vähäenergiset SE:t eivät kuitenkaan aiheuta vastetta tähän detektoriin, sillä BSE-detektorissa ei ole yhtä voimakasta positiivista varausta kuin SE-detektorissa olevassa Faradayn häkissä. Faradayn häkin puuttumisen lisäksi myös detektorin sijainti rajaa sekundaarielektroneita pois. Tuikeaineeseen perustuvan detektorin haittana on sen suuri koko. Koko voi aiheuttaa ongelmia, mikäli näyte on saatava lähelle elektronisuihkua. (Ul-Hamid 2018, 66–69; Ural 2021, 198.)

Puolijohdedetektor on tukeainedetektoria pienempi, tyypillisesti ohut pyöreä siru, joka on asetettu näytekammioon saapuvan elektronisuihkun ympärille. Detektorissa käytettävä siru on tyypillisesti valmistettu piistä, johon on lisätty boori- tai galliumatomeja. Seos on valmistettu niin, ettei kaikkien atomien elektroniluku ole tasainen, vaan siellä on niin sanottuja aukkoja, joista puuttuu elektroni. Osuessaan sirun pintaan elektronit täyttävät elektronivajeen ja saavat aikaan energiaimpulssin. Impulssin suuruus riippuu siihen osuvien elektronien määrästä ja energiasta. Impulssin suureneminen on havaittavissa BSE-kuvan kontrastin kasvuna. (Ul-Hamid 2018, 66–69.)

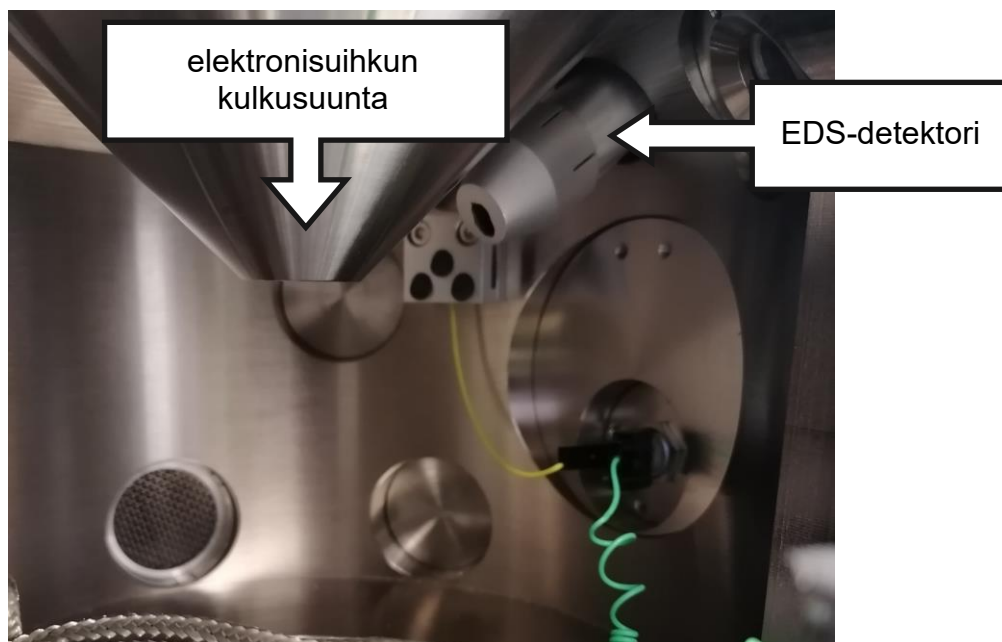
### 2.4.3 E-T-detektor

E-T-detektor eli Everhart-Thornley-detektor on saanut nimensä keksijöidensä Thomas E. Everhartin ja Richard F. M. Thornleyn mukaan. E-T-detektor on hyvin yleinen varuste moderneissa pyyhkäisyelektronimikroskoopeissa. Detektorin etuna on se, että se kykenee havaitsemaan samalla sekä sekundaarielektroneja että takaisin sironneita elektroneja. Tästä huolimatta sitä käytetään usein vain SE-kuvanmuodostukseen, koska E-T-detektorin sijainti näytekammiossa ei ole ihanteellinen suoraan ylöspäin siroavien BSE:n havaitsemiseen. E-T-detektorin ulkonäkö ja toimintaperiaate muistuttaa SE-detektoria, sillä myös E-T-detektorissa on positiivisesti varautunut ristikko, jota kohti negatiivisesti varautuneet elektronit kulkeutuvat ja myös E-T-detektor luo impulssin tukeaineen avulla. (Ul-Hamid 2018, 59–61; Ural 2021, 198.)

### 2.4.4 EDS-detektor

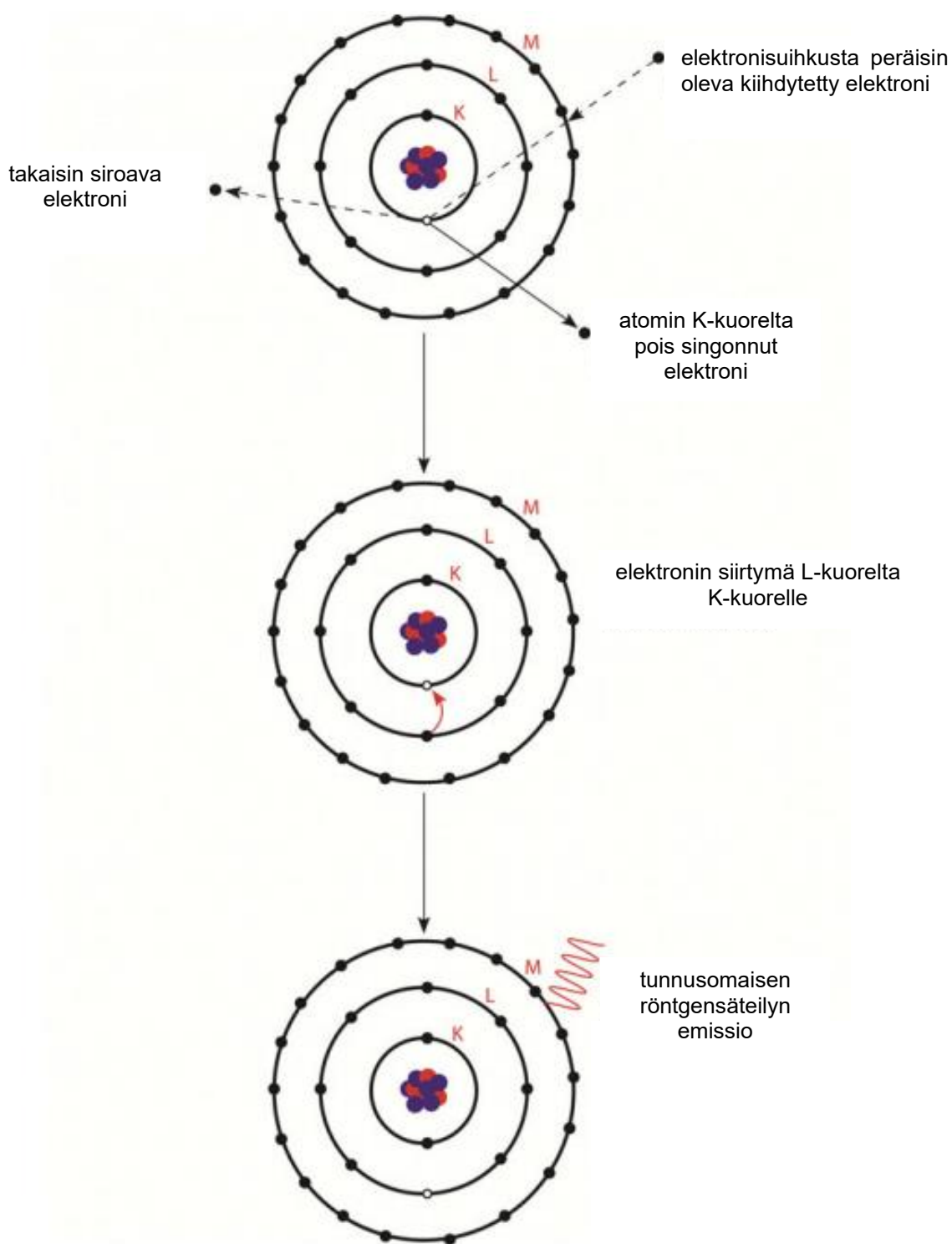
EDS (energy dispersive x-ray spectrometer) -detektoria käytetään tutkittavan näytteen alkuainekoostumuksen selvittämiseen. Muita yleisesti käytettäviä nimityksiä EDS:lle eli energiadiispersiiviselle röntgenspektrometrille ovat EDX ja EDXA. Kuten muutkin detektorit, myös EDS-detektor sijaitsee osittain näytekammiossa. EDS on sijoitettu kammioon niin, ettei se häiritse kuvanmuodostukseen

käytettäviä SE- ja BSE-detektoreita (kuvio 5). (EESemi 2004; Ul-Hamid 2018, 265–272.)



KUVIO 5. EDS-detektorin sijainti näytekammiassa

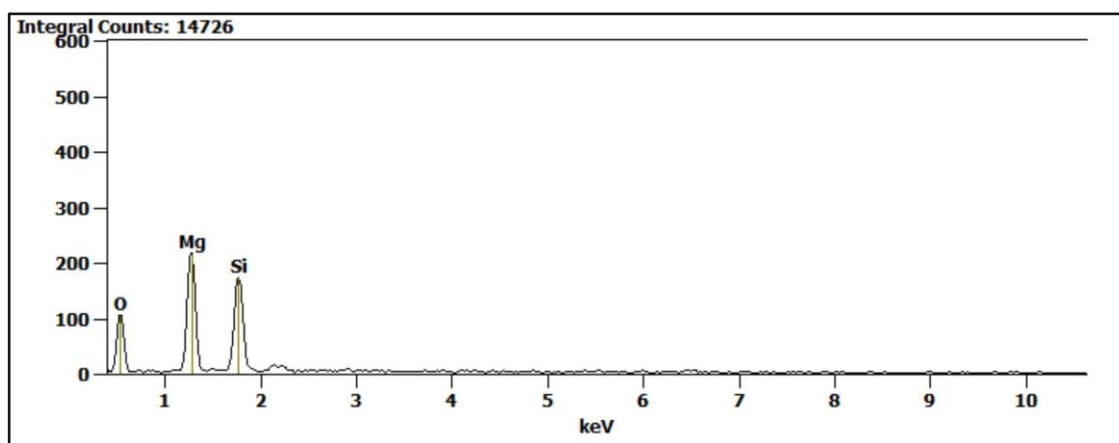
Detektorin havaitsee aineessa olevat alkuaineet ja niiden suhteelliset määrät röntgensäteilyn avulla. Kun tutkittavan aineen pinnan atomit vuorovaikuttavat siihen osuvan elektronisuihkun kanssa, aine lähettää sille tunnusomaista röntgensäteilyä. Tunnusomainen röntgensäteily syntyy, kun elektronisuihkusta peräisin oleva elektroni tunkeutuu atomin sisimmälle elektronikuorelle ja törmää kuorella olevaan elektroniin. Tällöin molemmat törmäykseen osallistuvat elektronit lähtevät liikkeelle ja sisimmälle elektronikuorelle muodostuu tyhjä paikka. Tyhjälle paikalle siirtyy elektroni ylemmältä elektronikuorelta. Ylemmän tason kuorelta siirtyvällä elektronilla on korkeampi potentiaalienergia, joten elektronin siirtyessä se emittoi fotonin, jonka energia vastaa elektronikuorten välistä energiaeroa. Elektronin vuorovaikutusta atomin kanssa kuvataan kuviossa 6. (Ul-Hamid 2018, 234–235.)



KUVIO 6. Röntgensäteilyn syntymekanismi, muokattu lähteestä (UI-Hamid 2018, 235.)

Detektori tunnistaa kullekin aineelle ominaisen säteilyn, sillä energiaerot elektronikuorien välillä ovat eri alkuaineilla erilaiset. Näytteestä peräisin oleva säteily on kaikkien erienergisten säteilyjen summa. Mittaamalla erienergisten säteilyjen intensiteettiä, saadaan selville näytteessä olevien alkuaineiden suhteet. Kuviossa

7 on esitetty esimerkki yhden asbestilajin, krysotiilin  $[\text{Mg}_3(\text{Si}_2\text{O}_5)(\text{OH})_4]$ , alkuainespektristä. Spektristä nähdään krysotiilin sisältävän happea, magnesiumia ja piitä. Lisäksi kuviosta voidaan tulkita näiden alkuaineiden suhteellisia määriä. Detektor ei kykene havaitsemaan vetyä, heliumia eikä litiumia, sillä niillä ei ole tarpeeksi elektroneja, jotta ne voisivat tuottaa tunnusomaista säteilyä. Alkuainespektrejä tarkasteltaessa on otettava huomioon myös näytteen sputterointiin käytettävä metalli. Mikäli näyte on pinnoitettu esimerkiksi kullalla, näkyy spektrissä myös piikki kullan kohdalla. (Newbury & Ritchie 2013, 141; Ul-Hamid 2018, 265.)



KUVIO 7. Krysotiilin  $[\text{Mg}_3(\text{Si}_2\text{O}_5)(\text{OH})_4]$  alkuainespektri, jossa näkyvissä myös matala kultapiikki kohdassa 2,1 keV

### 3 KOKEELLINEN OSUUS

#### 3.1 Näytteenottomenetelmä

Näytteenottomenetelmää valitessa tuli ottaa huomioon laboratorion asiakaskunta ja tarpeet. Näytteenotto teippimenetelmällä oli kuvattu standardissa ISO 16000-27:2014, johon laadittava menetelmä oli tarkoitus perustaa. Pyyhintä- ja teippimenetelmiä vertailtiin ottamalla muutamia testinäytteitä molemmilla menetelmillä. Testinäytteet otettiin samasta tilasta pyyhkimällä valittua pintaa nurin päin käännetyllä muovipussilla. Pyyhityn alueen vierestä otettiin näyte teippimenetelmällä painamalla hiiliteipillä päällystetty näytealusta pölyiselle pinnalle.

Näytteenottojen vertailussa havaittiin, että teippimenetelmästä ongelmallisen teki erittäin rajattu näytteenottopinta-ala. Toisin kuin pyyhintämenetelmässä, teippimenetelmällä tuli valita vain yksi noin 1 cm<sup>2</sup> kokoinen näytteenottokohta, joka edusti koko tilan pölyn koostumusta. Testeissä huomattiin, että pyyhintämenetelmällä havaittiin partikkeleita, joita ei teipillä havaittu. Pientä näytteenottopinta-alaa pyrittiin paikkaamaan useammalla näytteenottokohdalla, mutta se ei ollut ajankäytön kannalta järkevää. Pyyhintämenetelmällä on siis mahdollista ottaa näyte nopeammin suuremmalta alalta. Näiden havaintojen perusteella teippimenetelmän sijaan ensisijaiseksi näytteenottomenetelmäksi valittiin pyyhintämenetelmä.

Näytteet otetaan tyypillisesti sisätiloista ja joskus hyvin puhtaista kohteista, joissa ei ole paljoa pölykertymää. Tällaisien kohteiden näytteissä voi olla ongelmana se, ettei näytteessä ole tarpeeksi partikkeleita analyysiä varten. Tästä syystä näytteenottopinta-alaksi valittiin 40 cm x 40 cm kokoinen alue. Alue vastaa kooltaan uunipeltiä, joten pinta-ala on mahdollista hahmottaa ilman mittanauhaa. Kun pyyhittävän alueen pinta-ala tunnetaan, on menetelmälle mahdollista laskea esimerkiksi määritysraja, mikäli menetelmää halutaan kehittää kvantitatiiviseksi.

Toisinaan myös liian suuri näytemäärä on ongelmallinen. Liian paljon partikkeleita sisältävä näyte on vaikea suodattaa niin, ettei partikkeleita olisi liikaa suo-

dattimella. Kun partikkeleita on liikaa, ne osuvat päällekkäin ja niiden havaitseminen vaikeutuu. Myös alkuainekoostumuksen määrittäminen EDS-detektorilla vaikeutuu, kun partikkelit ovat tiiviisti kosketuksissa toisiinsa. Näyte, jossa on paljon materiaalia, on helpompi analysoida kuin näyte, jossa on hyvin vähän materiaalia. Paljon partikkeleita sisältävä näyte on mahdollista käsitellä laboratoriossa niin, että sen analysointi onnistuu suuresta näytemäärästä riippumatta. Näytteenotto-ohje on mukana liitteessä 1.

### 3.2 Analyysimenetelmä

Menetelmä laadittiin standardin ISO 16000-27:2014 pohjalta. Vaikka standardi on tarkoitettu asbestin ja muiden epäorgaanisten kuitujen havaitsemiseen pölynäytteestä, todettiin standardin antavan hyvän pohjan myös pölynkoostumuksen määrittämiseen. Suurimmat erot standardin ja laaditun menetelmän välillä koskevat näytteenottoa ja partikkelien havainnointia. Näitä osioita muutettiin vastaamaan paremmin laboratorion tarpeita. Laboratoriolaitteet, kuten sputteri ja pyyhkäisyelektronimikroskooppi, olivat käytössä muihin analyyseihin, joten niiden käyttöön oli olemassa valmiit ohjeet.

Pölynäytteen analysoinnissa olennaista on, että näytteestä saadaan tutkittua mahdollisimman suuri osa ja että kaikki erilaiset partikkelit tunnistetaan luotettavasti. Näytteestä on siis tutkittava mahdollisimman suuri pinta-ala, mahdollisimman tehokkaalla suurennoksella. Analyysin tulee kuitenkin samalla olla ajallisesti tehokkaasti toteutettavissa. Tutkittava vähimmäispinta-ala ja käytettävät suurennokset oli pääpiirteittäin määrätty standardissa, mutta laitteiden välillä olevien eroavaisuuksien takia standardissa ei ollut annettu tarkkoja arvoja (ISO 16000-27:2014). Eri valmistajien elektronimikroskoopeissa sama suurennos voi näyttää näytteen pinnasta erikokoisen alan. Näin ollen esimerkiksi 1 mm<sup>2</sup> katsominen 1000-keraisella suurennoksella voi yhdellä elektronimikroskoopilla vaatia 10 ruutua ja toisella 15 ruutua. Näytteitä analysoimalla ja tuloksia vertailemalla saatiin valittua toimiva yhdistelmä katsottavia ruutuja ja suurennoksia juuri laboratoriossa käytössä olevalle pyyhkäisyelektronimikroskoopille.

Yksittäisten partikkelien tunnistamisessa käytetään apuna kuvakirjastoa ja alkuaineanalyysiä. Menetelmää helpottamaan laadittiin myös analyysilomake, jota täytetään analyysin suorittamisen yhteydessä. Analyysilomakkeeseen kirjataan löydetyt ja tunnistetut partikkelit sekä arvioidaan niiden määriä kolmiportaisella asteikolla. Raportoitavat partikkelit valittiin Kuntotutkimusoppaan (2016) listauksen perusteella. Pölynäytteestä raportoitavat partikkelit on kuvattu taulukossa 2.

TAULUKKO 2. Raportoitavat pölytyypit ja -lajit.

| Pölytyyppi   | Partikkeli                                   |
|--------------|----------------------------------------------|
| Huonepöly*   | Tekstiilipöly                                |
|              | Hilse                                        |
|              | Paperipöly                                   |
| Ulkoilmapöly | Siitepöly                                    |
|              | Itiöt                                        |
|              | Silikaattipohjainen mineraali-/kiviainespöly |
|              | Muu orgaaninen pöly                          |
| Rakennuspöly | Kipsi                                        |
|              | Teolliset mineraalikuidut                    |
|              | Metallipöly/metallioksidit                   |
|              | Kalkkipohjainen kiviainespöly                |
|              | Asbesti                                      |

\* Huonepölypartikkeleiden määriä ei raportoida erikseen, vaan huonepölyn määrää arvioidaan kokonaisuutena.

### 3.3 Menetelmän laadun varmistus

Menetelmää päätettiin testata laatuohjeen Guide for quality control on the qualitative and quantitative analysis of bulk asbestos samples: Version 1 (Verkouteren & Duewer 1997) mukaan. Vaikka ohje on tarkoitettu asbestimateriaalinäytteiden vertailuun, todettiin sen olevan käytettävissä myös pölynkoostumusanalyysin laadun varmistamiseen. Ohjeessa kuvataan, kuinka on mahdollista tarkastella analyytikon ja laboratorion tarkkuutta ja kuinka tarkastelun tulokset on mahdollista esittää visuaalisesti erilaisilla kuvaajilla.

Menetelmän laatua tarkasteltiin testaamalla analyytikon tarkkuutta. Analyytikon tarkkuus testaa analyytikon kykyä toistaa menetelmä luotettavasti. Tarkkuuden selvittämiseksi analyytikko analysoi saman näytteen kahdesti ja analyysien tuloksia vertaamalla saadaan selville erot analyysien välillä. Kahden analyysin on oltava toisistaan riippumattomia niin, ettei analyytikko tietoisesti pyri saamaan samaa tulosta. Tämä voidaan toteuttaa teettämällä analyysit sokkotestinä. Mitä useampia näytepareja analyytikko analysoi, sitä enemmän dataa analyytikon tarkkuudesta saadaan. (Verkouteren & Duewer 1997.)

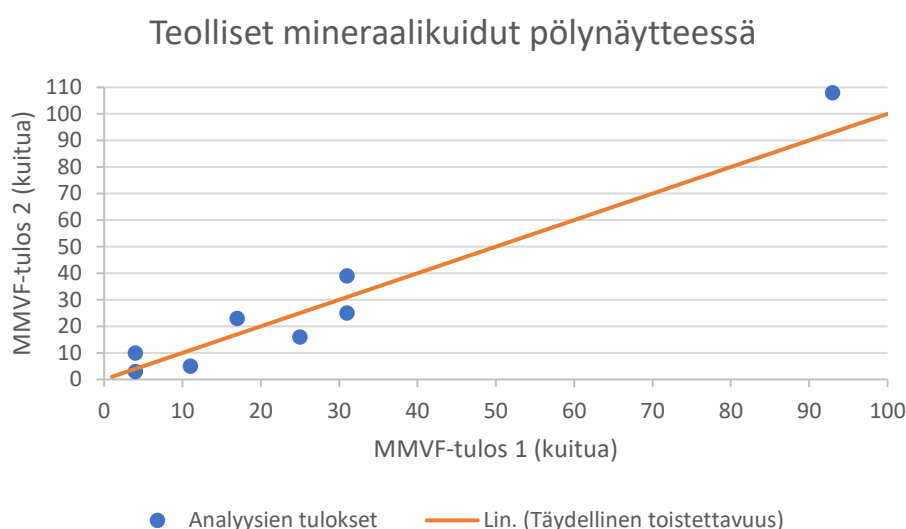
Testejä varten kerättiin edustavia asiakasnäytteitä ja valmistettiin keinotekoisia näytteitä. Keinotekoiset pölynäytteet valmistettiin lisäämällä pyyhintänäytteisiin kiviainespölyä, mineraalikuituja, rakennusmateriaalipölyjä ja mikrobeja eri suhteissa. Keinotekoisia näytteitä pyrittiin valmistamaan niin, että ne vastasivat mahdollisimman hyvin asiakasnäytteitä. Joissakin näytteissä lisättyjen partikkelien pitoisuuksien haluttiin olevan hyvin pieniä, jotta menetelmää voitaisiin testata myös haastavien näytteiden osalta.

Tarkastelussa päätettiin aluksi havainnoida vain teollisia mineraalikuituja, sillä niistä asiakkaat ovat useimmin kiinnostuneita. Testiä varten analysoitiin kahdeksan pölynäytettä, joista laskettiin kaikki havaitut MMVF:t. Samat kahdeksan näytettä analysoitiin myöhemmin uudelleen saman laborantin toimesta. Kaikkien näytteiden tulokset koottiin samaan taulukkoon Microsoft Excel-ohjelmassa. Taulukkoon merkittiin näytteessä havaittujen mineraalikuitujen kappalemäärä (taulukko 3).

TAULUKKO 3. Yhden analyytikon menetelmästä saamat tulokset

| Näyte | Analyysi 1 | Analyysi 2 |
|-------|------------|------------|
| 1     | 31         | 25         |
| 2     | 17         | 23         |
| 3     | 11         | 5          |
| 4     | 93         | 108        |
| 5     | 25         | 16         |
| 6     | 31         | 39         |
| 7     | 4          | 10         |
| 8     | 4          | 3          |

Analyytikon tarkkuutta voidaan havainnollistaa Youden-kuvaajalla, jossa x-akselilla on ensimmäisen analyysin tulos laskettujen kuitujen osalta ja y-akselilla toisen analyysin tulos. Mikäli tuloksissa ei ole lainkaan hajontaa, osuvat kaikki pisteet samalle  $y=x$  suoralle. Tämä ei ole tavoitteena, sillä jos tuloksissa ei ole lainkaan hajontaa, on syytä olettaa, että sokkotestiä ei ole toteutettu sokkona, vaan analyytikko on tiennyt näytteissä olevat kuitumäärät ennalta. (Verkouteren & Duewer 1997.) Taulukoitujen arvojen perusteella laadittiin Youden-kuvaaja (kuvio 8), jossa x-akselilla on analyysin 1 tulokset ja y-akselilla analyysin 2 tulokset. Kuvaajaan on lisätty oranssin värinen  $y=x$ -suora kuvaamaan täydellistä toistettavuutta.



KUVIO 8. Kahdeksasta pölynäytteestä lasketut teolliset mineraalikuidut kahdella eri analyysikerralla

Kuvaajasta nähdään, kuinka pisteet ovat jakautuneet tasaisesti suoran ylä- ja alapuolelle. Tämä tarkoittaa, että analyysin 1 ja analyysin 2 tuloksissa olevat erot ovat olleet tasaisen suuria. Jos tulokset olisivat asettuneet systemaattisesti suoran alapuolelle, olisivat kaikki analyysin 2 tulokset olleet systemaattisesti analyysin 1 tuloksia pienempiä. Vastaavasti, jos selkeä enemmistö pisteistä olisi ollut suoran yläpuolella, olisivat analyysin 2 tulokset olleet aina analyysin 1 tuloksia suurempia. Pisteiden tasaisen jakautumisen myötä voitiin siis todeta, että tuloksissa ei esiinny systemaattista virhettä.

Pisteiden etäisyys suorasta kertoo tulosten täsmällisyydestä. Kaikki tulokset sijoittuvat melko lähelle suoraa, jonka perusteella analyytikon täsmällisyyden laskettiin olevan noin  $\pm 6$  kuitua. Suurin etäisyys suorasta on näytteellä numero 4,

jolla laskettiin olevan noin 100 kuitua. Tämän johtuu todennäköisesti siitä, että suuria määriä ja päällekkäisiä kuituja oli vaikeampi laskea, joten laskennan erot ovat suurempia. Jotta olisi mahdollista tehdä enemmän johtopäätöksiä analyytikon täsmällisyydestä paljon kuituja sisältävien näytteiden osalta, pitäisi analysoida useampia näytteitä, jotka sisältävät useita kymmeniä tai yli sata kuitua.

## 4 POHDINTA

Opinnäytetyön tavoitteena oli luoda toimiva menetelmä pölyn koostumuksen analysointiin. Työn tuloksena saatiin luotua ohje, joka pohjautuu standardiin ISO 16000-27:2014 Indoor air — Part 27: Determination of settled fibrous dust on surfaces by SEM (scanning electron microscopy). Menetelmä poikkeaa standardista monilta osin, sillä menetelmästä oli saatava toimeksiantajan tarpeisiin sopiva. Muun muassa näytteenottomenetelmä ja tulosten raportointi poikkeavat standardista. Menetelmän toimivuutta tarkasteltiin Yhdysvaltojen kansallisen standardien ja teknologian instituutin NISTin ohjeen mukaan (Verkouteren & Duewer 1997). Menetelmää testattiin analyytikon tarkkuuden osalta kahdeksalla näytteellä. Testi osoitti menetelmän toimivan hyvin teollisten mineraalikuitujen osalta, mutta aineiston ollessa hyvin pieni, ei testistä voi tehdä kovin suuria johtopäätöksiä. Näytemäärän tulisi siis olla paljon suurempi, jotta dataa olisi tarpeeksi menetelmän toimivuuden todentamiseen.

Menetelmän testauksessa havaittiin, että pölynkoostumusmenetelmään sisältyy joitakin analyysin suorittajasta riippuvia virhelähteitä. Etenkin partikkelien määrien arvioinnissa tulee herkästi eroavaisuuksia analyysikertojen välille. Näitä eroavaisuuksia pyrittiin minimoimaan lisäämällä menetelmäohjeeseen esimerkkejä ja tulkintaohjeita. Etenkin aluksi partikkelien tunnistaminen on haastavaa ja hidasta, sillä partikkeleita täytyy verrata kuvakirjastoon ennen tunnistamista. Haasteellisia ovat etenkin orgaaniset partikkelit, joilla ei ole tunnistettavaa alkuaainespektriä eikä tunnusomaista muotoa. Esimerkiksi pyöreiden partikkeleiden kuten itiöiden, siitepölyn ja aerosolien erottelu oli haastavaa. Näiden partikkelien osalta kuvakirjastosta on suuri apu analyysin suorittamiseen. Myös sellulosaapohjaisten partikkelien tunnistaminen osoittautui haastavaksi, sillä paperista peräisin oleva pöly muistuttaa hyvin paljon hienojakoista puupölyä tai tekstiilipölyä.

Joitakin sisäilman kannalta mielenkiintoisia partikkeleita jouduttiin jättämään menetelmän ulkopuolelle, sillä niitä ei saatu tarkasteltua laboratoriossa tarpeeksi kuvakirjastoa varten. Esimerkiksi nokipartikkelien ja aerosolien tiedetään vaikuttavan sisäilman laatuun, mutta niiden kerääminen osoittautui muita partikkeleita

haastavammaksi. Jatkoa ajatellen ainakin näitä partikkeleita tullaan mahdollisuuksien mukaan keräämään ja tutkimaan. Aerosolien ja nokipartikkelien lisäksi mikromuovien lisäämistä raportoitaviin partikkeleihin tulisi harkita. Mikromuovin tiedetään olevan uhka sekä maailman ekosysteemille että ihmisten terveydelle (Kuluttajaliitto 2014). Vaikka suurin mikromuovien aiheuttama haitta on peräisin vesistöön päätyvistä mikromuoveista, voisi sisätiloista löytyvien mikromuovien tutkimiselle tulevaisuudessa olla mielenkiintoa ja kysyntää. Tällä hetkellä mikromuovien ei kuitenkaan todettu olevan olennaisia laboratorion asiakaskunnalle.

Laboratorion asiakkaiden ollessa usein kiinnostuneita sisäilman kuitumaisista epäpuhtauksista, olisi menetelmän toivottu olevan kvantitatiivinen niin, että teollisten mineraalikuitujen toimenpideraja-arvon ylittyminen on mahdollista todeta. ISO standardin 16000-27:2014 avulla olisi ollut mahdollista laatia menetelmä, jolla epäorgaanisten kuitumaisten partikkelien, kuten teollisten mineraalikuitujen ja asbestin, määrittäminen olisi ollut kvantitatiivinen. Ongelmaksi osoittautui standardissa esitelty määrittämisraja, joka olisi ollut noin 10 kuitua/cm<sup>2</sup>. Tämä määrittämisraja on aivan liian suuri suhteessa Asumisterveysasetuksen toimenpideraja-arvoon, joka on 0,2 kuitua/cm<sup>2</sup>. Määrittämisrajaa yritettiin saada alhaisemmaksi, mutta menetelmässä oli näytteenotosta johtuen liikaa muuttuvia tekijöitä. Mikäli näytteenotossa pyyhittävä pinta-ala olisi aina vakio ja suodatettava vesimäärä olisi vakio, olisi menetelmästä teoriassa mahdollista saada kvantitatiivinen standardin ohjeen mukaan.

Menetelmän laatimisen aikaan laboratorioon toimitettiin vain muutamia asiakasnäytteitä, eivätkä ne kaikki soveltuneet vertailunäytteiksi menetelmän testaamiseen. Tästä syystä vertailunäytteet jouduttiin pääosin valmistamaan keinotekoisesti. Keinotekoiset näytteet eivät ole yhtä hyviä, sillä ne eivät sisällä aitoa näytematriisia eivätkä samanlaisia partikkelipitoisuuksia kuin aidot asiakasnäytteet. Asiakasnäytteiden käyttäminen vertailunäytteinä olisi erittäin toivottavaa ja jatkossa niitä tullaan ottamaan talteen koulutus- ja laadunvarmistuskäyttöön.

Aiheellista on myös pohtia, onko menetelmän testaaminen NISTin ohjeella paras ratkaisu, sillä sen avulla menetelmää voidaan tarkastella vain yhden partikkelityypin osalta kerrallaan. Analyysin onnistumista voitaisiin tarkastella laajemmin,

jos teollisten mineraalikuitujen lisäksi huomioitaisiin myös muut raportoitavat partikkelit. Pölynkoostumusta analysoidessa olennaista on kyky havainnoida ja tunnistaa näytteen kaikki partikkelit. Jotta tämä toteutuisi, olisi kaikkia raportoitavia partikkeleita tarkasteltava erikseen tai vaihtoehtoisesti käytettävä muuta menetelmää laadun tarkasteluun. Vaihtoehtoinen tarkastelutapa voisi olla taulukko, johon merkitään kaikki raportoitavat partikkelit ja niiden määrät näytteessä. Kun näyte analysoidaan uudelleen, merkitään taulukkoon vastaako tulos aiemmin saatua tulosta tosi- tai epätosimerkinnällä. Näin olisi mahdollista tarkastella kaikkia partikkeleita sekä semikvantitatiivisen määrittämisen onnistumista samanaikaisesti.

Jatkossa menetelmää tullaan vielä testaamaan tarkastelemalla laboratorion tarkkuutta NISTin (Verkouteren & Duewer 1997) ohjeella. Laboratorion tarkkuus testaa eroja analyytikoiden välillä. Tarkkuutta voidaan testata antamalla kahdelle tai useammalle analyytikolle sama näyte analysoitavaksi, jonka jälkeen tuloksia vertailemalla voidaan tehdä päätelmiä analyysin suorittajasta johtuvista eroista. Vasta tämän testikierroksen jälkeen voidaan tehdä lopullisia päätelmiä menetelmän luotettavuudesta, sillä laboratorion toimipisteillä on käytössä erilaisia laitteita sekä työntekijöiden välillä voi esiintyä henkilöstä riippuvia eroja. Kuten analyytikon tarkkuuden kohdalla, myös laboratorion tarkkuuden osalta tulisi harkita jonkin muun kirjaustavan käyttöä, jotta tarkastelua voisi tehdä kaikkien partikkelien osalta samanaikaisesti.

Opinnäytetyö sai pohtimaan pölynkoostumusanalyysin yleistä valtakunnallista merkitystä ja tilannetta. Pölynkoostumusanalyysiä tarjoavia laboratorioita on Suomessa useita, mutta menetelmien toimivuudesta ei ole olemassa laboratorioiden ulkopuolista vertailua. Esimerkiksi Suomen akkreditointipalvelu FINAS ei ole todennut yhtäkään laboratoriota päteväksi pölynkoostumusanalyysin osalta (Finas n.d.). Syynä tälle on todennäköisesti se, ettei pölynkoostumusanalyysille ole asetettu yhtä tarkkoja ohjeita tai standardeja kuin muille sisäilmaan liittyville analyyseille. Tällä hetkellä laboratorioiden on itse keksittävä menetelmä pölyn koostumuksen määrittämiseen, joka on johtanut siihen, että esimerkiksi raportoitavissa partikkeleissa ja tulosten ilmoittamistavoissa on eroavaisuuksia laboratorioiden välillä.

Pölynkoostumusanalyysi mainitaan esimerkiksi Ympäristöministeriön julkaisemassa Kuntotutkimusoppaassa (2016) hyväksyttävänä keinona sisäilman mahdollisten terveyshaittojen aiheuttajien kartoittamiseen. Tulevaisuudessa olisikin toivottavaa, että laboratorioille olisi saatavilla ohjeistuksia analyysin suorittamiseen ja tulosten raportointiin. Ohjeiden avulla laboratorioiden menetelmät olisivat vertailukelpoisempia ja yhtenäisempiä. Yhtenäisten ohjeiden avulla menetelmän luotettavuutta voisi tarkastella myös laboratorioiden välisillä vertailukokeilla valtakunnallisesti. Valtakunnallisten referenssimateriaalien saatavuus edistäisi menetelmien kehittämistä ja vertailua.

Pölynkoostumusanalyysin kehittämistä tullaan jatkamaan toimeksiantajan toimesta ja aineistoa menetelmän luotettavuudesta tullaan keräämään vielä enemmän. Menetelmää tullaan muokkaamaan, mikäli pölynkoostumusanalyysille asetetaan uusia ohjeistuksia viranomaistahojen toimesta. Myös kuvakirjastoon tullaan lisäämään uusia partikkeleita, mikäli niiden katsotaan olevan laboratoriolle tarpeellisia. Kaiken kaikkiaan opinnäytetyönä tehty menetelmä on antanut hyvän pohjan menetelmän suorittamiselle sekä joitakin ideoita menetelmän jatkokehitystä varten.

## LÄHTEET

Agarscientific. 2022. Agar Filaments for JEOL (K Type). Verkkosivu. Viitattu 19.4.2022. <https://www.agarscientific.com/media/import/AGA092-tech-data-july21.pdf>

Asumisterveysasetuksen soveltamisohje. 2016. Osa III. Asumisterveysasetus § 14-19. Sosiaali- ja terveysalan lupa- ja valvontavirasto. Ohje. Viitattu 18.4.2022.

Asumisterveysasetus. 2015. Sosiaali- ja terveysministeriön asetus asunnon ja muun oleskelutilan terveydellisistä olosuhteista sekä ulkopuolisten asiantuntijoiden pätevyysvaatimuksista. 23.4.2015/545. Viitattu 18.4.2022.

bestLab. 2022. Verkkosivu. Viitattu 19.4.2022. <https://www.bestlab.fi/>

Bogner, A., Jouneau, P.-H., Thollet, G., Basset, D. & Gauthier, C. 2007. A history of scanning electron microscopy developments: Towards ‘wet-STEM’ imaging. *Micron* (Oxford, England: 1993). 38 (4). 390–401. Verkkoartikkeli. <https://doi.org/10.1016/j.micron.2006.06.008>

EESemi. 2004. EDX Analysis and WDX Analysis. Verkkosivu. Viitattu 18.4.2022. <https://www.eesemi.com/edxwdx.htm>

FINAS. n.d. Akkreditoidut toimijat. Verkkosivu. Viitattu 24.4.2022. <https://www.finas.fi/toimijat/Sivut/default.aspx#k=p%C3%B6ly#l=1035>

Goldstein, J. 2018. Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis. 4.painos. New York: Springer Science Business Media, LLC. <https://doi.org/10.1007/978-1-4939-6676-9>

IARC. 1977. IARC monographs on the evaluation of the carcinogenic risk of chemicals to man: Asbestos. Volume 14. International agency for research on cancer: Lyon.

IARC. 2002. IARC monographs on the evaluation of the carcinogenic risks to human: Man-made Vitreous Fibres. Volume 81. International agency for research on cancer: Lyon.

ISO 16000–27:2014 Indoor air — Part 27: Determination of settled fibrous dust on surfaces by SEM (scanning electron microscopy) (direct method). Kansainvälinen standardi. Vaatii käyttöoikeuden.

Klemola, S. 2002. Säteily ja sen havaitseminen. Säteilyn ilmaisimet. Säteilyturvakeskus STUK. Hämeenlinna: Karisto Oy. [https://www.stuk.fi/documents/12547/494524/kirja1\\_4.pdf/3f6c3115-afa3-4b1e-9fb6-8cba27fb2a1a](https://www.stuk.fi/documents/12547/494524/kirja1_4.pdf/3f6c3115-afa3-4b1e-9fb6-8cba27fb2a1a)

Kovanen, K., Heimonen, I., Laamanen, J., Riala, R., Harju, R., Tuovila, H., Kämppe, R., Sääntti, J., Tuomi, T., Salo, S.-P., Voutilainen, R. & Tossavainen, A. 2006. Ilmanvaihtolaitteiden hiukkaspäästöt. Altistuminen, mittaaminen ja tuotetestaus. Helsinki: Edita Prima.

- Kuluttajaliitto. 2014. Mikromuovi ja muovijäte. Verkkoartikkeli. Viitattu 15.5.2022. <https://www.kuluttajaliitto.fi/materiaalit/mikromuovi-ja-muovijate/>
- Kuntotutkimusopas. 2016. Rakennuksen kosteus- ja sisäilmatekninen kuntotutkimus. Helsinki: Ympäristöministeriö.
- Kyropoulou, D. 2013. Scanning electron microscopy with energy dispersive X-ray spectroscopy: an analytical technique to examine the distribution of dust in books, *Journal of the Institute of Conservation*. 36 (2). 173–185. Verkkoartikkeli. Viitattu 18.4.2022. <https://doi.org/10.1080/19455224.2013.822402>
- Mohammed, F. S. & Crump, D. 2013. Characterization of Indoor/Outdoor Settled Dust and Air Pollutants in Damaturu, Nigeria. *International journal of engineering and technology*. 5 (1). 104–108. Verkkoartikkeli. Viitattu 12.4.2022. <https://doi.org/10.7763/IJET.2013.V5.521>
- Newbury, D. & Ritchie, N. 2013. Is Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-ray Spectrometry (SEM/EDS) Quantitative? *Mahwah*. 35 (3). 141-168. Verkkoartikkeli. Viitattu 13.4.2022. <https://doi.org/10.1002/sca.21041>
- Putus, T. 2014. Home ja terveys: kosteusvauriohomeiden, hiivojen ja sädesienien esiintyminen sekä terveyshaitat. Pori: Suomen Ympäristö ja Terveysalan Kustannus Oy.
- Quorum Technologies. 2011. SC7620 Mini Sputter Coater Operating Manual. Käyttöohje. Luettu 18.4.2022.
- Rönkä, T. 2011. Epäpuhtauksien hallinta rakennustyömaalla. Kuopio: Koulutus- ja kehittämispalvelu Aducate, Itä-Suomen yliopisto.
- Sahu, V., Elumalai, S., Gautam, S., Singh, N. & Singh, P. 2018. Characterization of indoor settled dust and investigation of indoor air quality in different micro-environments. *International journal of environmental health research*. 28 (4). 419–431. Verkkoartikkeli. Viitattu 13.4.2022. <https://doi.org/10.1080/09603123.2018.1481498>
- Salonen, H. 2011. Toimiston sisäilmaston tutkiminen. Helsinki: Työterveyslaitos.
- Salthammer, T. 2003. Indoor Environment: Airborne particles and settled dust. Weinheim: Wiley-VCH.
- Sisäilmäyhdistys ry. 2008. Hiukkasmaiset epäpuhtaudet. Verkkosivu. Viitattu 18.4.2022. <https://www.sisailmayhdistys.fi/Terveelliset-tilat/Sisailmasto/Hiukkasmaiset-epapuhtaudet>
- Tuomi, T., Wallenius, K., Mahiout, S., Rautiala, S. & Lappalainen, S. 2020. Teolliset mineraalikuidut toimistotyyppisissä työtiloissa: Esiintyminen, altistumisen arviointi, terveysvaikutukset ja päästöjen hallinta. Helsinki: Työterveyslaitos. <https://urn.fi/URN:ISBN:9789522619167>
- Työterveyslaitos. 2016. Asbesti rakennusmateriaaleissa. Viitattu 18.4.2022. [http://www.sppl.fi/files/3201/asbesti\\_rakennusmateriaaleissa.pdf](http://www.sppl.fi/files/3201/asbesti_rakennusmateriaaleissa.pdf)

Työterveyslaitos. n.d.a. Kvartsi (kiteinen piidioksidi). Viitattu 18.4.2022. <https://www.ttl.fi/teemat/tyoturvallisuus/altistuminen-tyoympariston-haittatekijoille/kemiallisten-tekijoiden-hallinta-tyopaikalla/kemikaalit-ja-tyo-altistumistietosivusto/kvartsi-kiteinen-piidioksidi>

Työterveyslaitos. n.d.b. Pölynäytteen ottaminen pyyhintämenetelmällä. Verkkosivu. Viitattu 20.4.2022. <https://www.ttl.fi/palvelut/laboratoriopalvelut/naytteenotto-ohjeet/polynaytteen-ottaminen-pyyhintamenetelmalla>

Ul-Hamid, A. 2018. A Beginners' Guide to Scanning Electron Microscopy. Cham: Springer International Publishing AG. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-98482-7>

Ural, N. 2021. The significance of scanning electron microscopy (SEM) analysis on the microstructure of improved clay: An overview. Open Geosciences. 13 (1). 197–218. Verkkoartikkeli. Viitattu 14.4.2022. <https://doi.org/10.1515/geo-2020-0145>

Valtioneuvoston asetus asbestityön turvallisuudesta. 25.6.2015/798. Viitattu 25.5.2022. <https://www.finlex.fi/fi/laki/alkup/2015/20150798>

Verkouteren, J. & Duewer, D. 1997. Guide for Quality Control on the Qualitative and Quantitative Analysis of Bulk Asbestos Samples: Version 1. NIST Interagency/Internal Report (NISTIR). National Institute of Standards and Technology. Gaithersburg: MD.

WHO. 2018. Asbestos: elimination of asbestos-related diseases. Verkkosivu. Viitattu 20.4.2022. <https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/asbestos-elimination-of-asbestos-related-diseases>

## LIITTEET

### Liite 1. Näytteenotto-ohjeet



NÄYTTEENOTTO-OHJE  
PÖLYNKOOSTUMUS  
11.2.2022

## Pölynäytteenotto pyyhintämenetelmällä

### Tarvikkeet

- Kaksi 1 litran uudelleen suljettavaa muovipussia (esimerkiksi Minigrip-pussi) yhtä näytettä kohden
- Tussi pussin merkkeämiseen
- Tilauslomake
- Kuulakärkikynä tilauslomakkeen täyttämiseen
- Kirjekuori

### Näytteenottopaikka

- Näytteenottokohdan tulee olla sellainen, että pöly voi vapaasti laskeutua pinnalle
- Näytteenottokohtaan ei saa osua voimakkaita ilmavirtauksia, älä ota näytettä ulko-oven tai ikkunoiden läheisyydestä

### Näytteen ottaminen

1. Käännä uudelleen suljettava muovipussi nurinpäin ja aseta se käteesi (kuva 1).
2. Pyyhi pölyistä pintaa 40x40 cm alueelta eli noin uunipellin kokoinen alue.
3. Käännä pussi ympäri niin, että pussin pintaan tarttunut pöly jää pussin sisäpuolelle.
4. Sulje pussi tiiviisti, taita kahtia ja aseta toisen pussin sisään.
5. Merkitse pussiin näytteen numero tussilla.
6. Täytä näytteen tiedot huolellisesti tilauslomakkeeseen.
7. Kun kaikki tarvittavat näytteet on otettu ja merkitty tilauslomakkeeseen, laita näytteet ja tilauslomake kirjekuoreen ja toimita se laboratorioon.



Kuva 1. Pölynäytteen ottaminen nurinpäin käännetyllä muovipussilla