

Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften Berufsgenossenschaftliche Zentrale für Sicherheit und Gesundheit – BGZ Alte Heerstraße 111, 53757 Sankt Augustin Fachausschuss „Chemie“	
Krebserzeugende Arbeitsstoffe Anerkannte Analysenverfahren	Bestell-Nr.: BGI 505-46 Ausgabe: April 2004

Verfahren zur getrennten Bestimmung der Konzentrationen von anorganischen Fasern in Arbeitsbereichen – Rasterelektronenmikroskopisches Verfahren

„FASERN – 02 – REM/EDXA“

(erstellt: April 2004, ersetzt ZH 1/120.46 (BGI-505-46-01, Ausgabe Januar 1991))

Erprobtes und anerkanntes, diskontinuierliches Verfahren zur Bestimmung anorganischer Fasern der Länge $L > 5 \mu\text{m}$, der Breite $0,2 \mu\text{m} \leq D < 3 \mu\text{m}$ und des Länge zu Breite-Verhältnisses $L/D > 3$ (Kriterien nach WHO [1]) in der Luft in Arbeitsbereichen.

Es sind personenbezogene oder ortsfeste Probenahmen für Messungen zur Beurteilung von Arbeitsbereichen möglich.

Die Probenahme erfolgt durch Abscheidung von Partikeln aus der mit einer Pumpe angesaugten Luft auf einem goldbeschichteten Kernporenfilter.

Die Auswertung wird mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM) unter Verwendung der energiedispersiven Röntgenmikroanalyse (EDXA) durchgeführt.

Dieses Verfahren benutzt das in der VDI-Richtlinie 3492 [2] beschriebene Bestimmungsprinzip. Es ergänzt das phasenkontrastmikroskopische Verfahren BGI 505-31 [3] in solchen Fällen, in denen

1. verschiedene Arten von anorganischen Fasern vorhanden sind, die voneinander und gegebenenfalls von organischen Fasern unterschieden werden müssen;
2. die Nachweisgrenze des phasenkontrastmikroskopischen Verfahrens nicht ausreicht, um die Einhaltung vorgegebener Grenzwerte und Auslöseschwellen zu überwachen.

BGI 505-31

Dieses Verfahren ermöglicht den Nachweis und die Identifizierung von Asbestfasern, Calciumsulfatfasern und anderen anorganischen Fasern mit einer Breite D von $\geq 0,2 \mu\text{m}$. Faserförmige Partikel mit $D < 0,2 \mu\text{m}$ werden bei der Berechnung des Messergebnisses nicht berücksichtigt, da entsprechend den Erläuterungen (13) in TRGS 900, Abschnitt 3, die hier beschriebene Methode als Alternative zur lichtmikroskopischen Methode BGI 505-31 [3] eingesetzt werden kann, wenn zusätzlich zur Quantifizierung die Identifizierung der faserförmigen Partikel erforderlich ist. Mit der Methode BGI 505-31 sind Fasern dünner als etwa $0,2 \mu\text{m}$ nicht erkennbar. Dazu kommt, dass eine Identifizierung so dünner Fasern mit EDXA im Allgemeinen nicht gewährleistet ist.

Das infrarotspektroskopische Verfahren in Kombination mit der Phasenkontrastmikroskopie (BGI 505-30 [4]) erlaubt eine direkte quantitative Massenanteilbestimmung von Asbest im Feinstaub bzw. nach entsprechender Aufarbeitung in Materialproben und kann bei Bedarf wertvolle Zusatzinformationen in Ergänzung der Verfahren BGI 505-31 und BGI 505-46 liefern.

Messungen im Sinne der Asbest-Richtlinien der Länder [5] werden nach [2] vorgenommen. Sie sind nicht Gegenstand dieses Verfahrens.

Probenahme mit Pumpe und Abscheidung der Partikel auf einem goldbeschichteten Kernporenfilter, Präparation des Filters und Auswertung mit Rasterelektronenmikroskop (REM) und energiedispersiver Röntgenmikroanalyse (EDXA).

Kurzfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von anorganischen Fasern der Länge $L > 5 \mu\text{m}$, der Breite $0,2 \mu\text{m} \leq D < 3 \mu\text{m}$ und des Länge zu Breite-Verhältnisses $L/D > 3$ [1] in der Luft im Arbeitsbereich personenbezogen oder ortsfest bestimmt.

Messprinzip:

Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch ein goldbeschichtetes Kernporenfilter gesaugt. Die abgeschiedenen Fasern werden mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) und energiedispersiver Röntgenmikroanalyse (EDXA) gezählt und analysiert.

BGI 505-46

Technische Daten

Nachweisgrenze:	Die Nachweisgrenze ist wesentlich vom Probeluftvolumen abhängig. Für ein Probeluftvolumen von 40 Liter je cm ² Filterfläche liegt die statistische Nachweisgrenze unter Standardauswertebedingungen bei 15.000 Fasern/m ³ .
Selektivität:	Die Unterscheidung nach Chrysotilfasern, Amphibolasbestfasern, Calciumsulfatfasern, gegebenenfalls auch Produktfasern (siehe Abschnitt 2.2.2) und sonstigen anorganischen Fasern ist möglich.
Vorteile:	Die Analyse ist faserspezifisch (Morphologie) und faserartspezifisch (Material).
Nachteile:	Dieses Verfahren ist mit einem hohen apparativen und zeitlichen Aufwand verbunden.
Apparativer Aufwand:	Einrichtung zur Goldbeschichtung (z. B. Sputtereinrichtung) ¹ , Probenahmeapparatur, Kaltveraschungseinrichtung, Rasterelektronenmikroskop, energiedispersives Röntgenmikroanalysesystem.

¹ Nicht erforderlich, wenn für die Messung kommerziell erhältliche goldbeschichtete Kernporenfilter verwendet werden

BGI 505-46

Ausführliche Verfahrensbeschreibung

Inhaltsverzeichnis

- 1 Geräte, Betriebsmittel und Zubehör**
 - 1.1 Geräte für die Probenahme
 - 1.2 Geräte für die Filterpräparation
 - 1.3 Geräte für die Auswertung
 - 1.4 Betriebsmittel
 - 1.5 Zubehör
- 2 Probenahme**
 - 2.1 Vorbereiten der Messfilter
 - 2.2 Durchführen der Probenahme
 - 2.2.1 Luftproben
 - 2.2.2 Produktfasern
- 3 Probenvorbereitung**
 - 3.1 Präparation der beaufschlagten Filter
 - 3.2 Vorbereitung der Referenzproben
- 4 Auswertung mit dem Rasterelektronenmikroskop**
 - 4.1 Allgemeine Verfahrenshinweise
 - 4.2 Regeln für die Faserzählung
 - 4.3 Faseridentifizierung
 - 4.4 Anorganische Produktfasern
 - 4.5 Organische Fasern
 - 4.6 Berechnen des Analyseergebnisses
 - 4.7 Analysenbericht
- 5 Beurteilung des Verfahrens**
 - 5.1 Messunsicherheit
 - 5.2 Nachweisgrenze
 - 5.3 Selektivität
- 6 Literatur**
- 7 Anhang 1: Beispiele für Spektren anorganischer Fasern**
- 8 Anhang 2: Vertrauensbereichsgrenzen für das Zählergebnis**

1 Geräte, Betriebsmittel und Zubehör

Zur Durchführung einer Messung nach dem hier beschriebenen Verfahren sind die in 1.1 bis 1.5 genannten Geräte, Betriebsmittel und Zubehörteile erforderlich. Es ist sicherzustellen, dass diese vor ihrer Verwendung sauber und faserfrei sind. Die Überprüfung erfolgt stichprobenartig mit Hilfe von Laborblindproben. Dazu wird der komplette analytische Verfahrensgang auf ein unbeaufschlagtes Messfilter angewandt.

1.1 Geräte für die Probenahme

Probenahmekopf: Dieser besteht im Wesentlichen aus einem zylindrischen Ansaugtubus, einem Filterhalter mit Messfilter und einem Absaugstutzen.

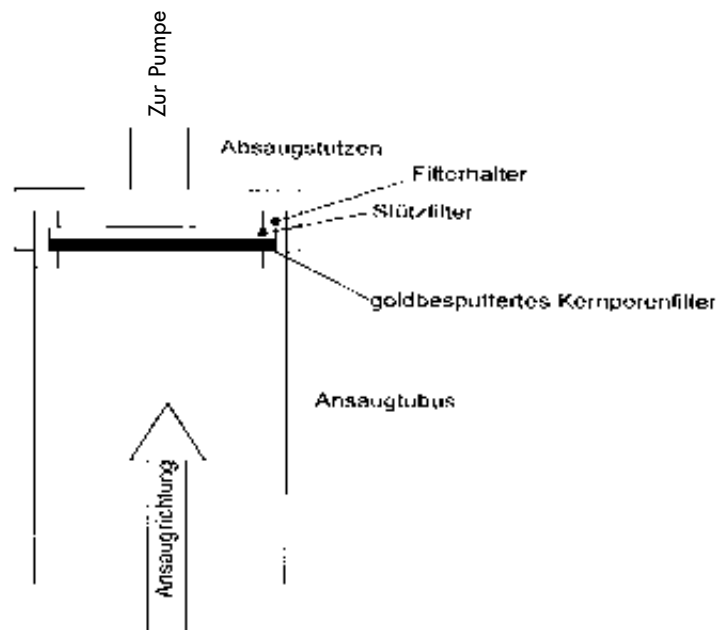


Abbildung 1: Prinzipskizze für einen geeigneten Probenahmekopf

BGI 505-46

Ansaugtubus und Filterhalter sollen aus korrosionsbeständigem Material gefertigt sein. Ein dichter Sitz des eingelegten Messfilters muss gewährleistet sein. Die Länge des Ansaugtubus vor dem Filter soll das 1,5- bis 3,0-fache des effektiven Filterdurchmessers d_{eff} (Durchmesser der durchströmten kreisförmigen Filterfläche) betragen [1].

Geeignet sind die für Fasermessungen in Arbeitsbereichen zur phasenkontrastmikroskopischen Auswertung üblichen Probenahmeköpfe [3]. Abbildung 1 zeigt die Prinzipskizze eines geeigneten Probenahmekopfes mit einer Kassette, die als Filterhalter für das auf einem Stützfilter liegende Messfilter dient und nach der Probenahme mit Abdeckungen verschlossen und als Transportbehälter (Filterkapsel) verwendet wird (siehe beispielhaft auch Probenahmesystem FAP – BIA in Abbildung 2).

Probenahmepumpe:

Als Probenahmepumpe wird eine Pumpe verwendet, die durch das Filter je cm^2 in der Regel wenigstens 0,24 l/min bis 0,3 l/min saugen kann. An staubarmen Arbeitsplätzen können auch höhere Durchflussraten verwendet werden.

Der Luftstrom muss pulsationsfrei sein, so dass eine sichere Messung der Durchflussrate möglich ist. Sofern eine batteriebetriebene Pumpe verwendet wird, muss die Kapazität der Batterie für einen kontinuierlichen Einsatz während der gesamten gewählten Probenahmedauer ausreichen.

Strömungsmesser:

Ein geeignetes Messgerät, das die Messung des Luftvolumenstroms mit einer Messgenauigkeit von besser als 5 % ermöglicht. Die Überprüfung erfolgt mit einem kalibrierten Volumenstrommessgerät (z. B. Seifenblasen-Strömungsmesser, Schwebekörperdurchflussmesser).

Zeitmesser: Stoppuhr.

1.2 *Geräte für die Filterpräparation*

Einrichtung zum Beschichten der Kernporenfilter mit Gold¹, z. B. Fa. GaLa-Instrumente, 65307 Bad Schwalbach.

Anlage zur Kaltveraschung im Sauerstoffplasma, z. B. Fa. Gala-Instrumente zum Entfernen der organischen Bestandteile des beaufschlagten Messfilters. Kommerziell erhältlich sind Plasmaprozessoren zur Kalt- bzw. Tieftemperaturveraschung, bei denen die Ankopplung des Plasmas kapazitiv oder induktiv erfolgt. Bei induktiver Ankopplung muss darauf geachtet werden, dass sich das Filter nicht im Feld der Induktionsspulen befindet.

¹ Nicht erforderlich, wenn für die Messung kommerziell erhältliche Kernporenfilter verwendet werden

BGI 505-46

- 1.3 *Geräte für die Auswertung*
 Rasterelektronenmikroskop mit EDX-Analyseeinrichtung zur Faserzählung und Faseridentifizierung, z. B. Fa. Carl Zeiss NTS GmbH, 73447 Oberkochen (REM) und Fa. Thermo Electron, 63303 Dreieich (EDX). Das Gerät muss den Mindestanforderungen hinsichtlich Erkennbarkeit und Identifizierung der Fasern genügen (siehe Abschnitt 4.1).
- 1.4 *Betriebsmittel*
- Messfilter: Kernporenfilter aus Polycarbonat. Filterdurchmesser je nach Probenahmesystem (üblich sind 25 mm und 37 mm), Nennporenweite 0,4 µm oder 0,8 µm, mit Gold beschichtet (Vorderseite ca. 40 nm, Rückseite ca. 20 nm), z. B. Fa. alto tec GmbH, 22763 Hamburg.
- Stützfilter: Membranfilter aus Celluloseester mit einem mittleren Porendurchmesser > 3 µm (kein faserhaltiges Material, wie z. B. Glasfaserfilter oder Karton).
- Sauerstoff: technisch rein, zum Betrieb der Kaltveraschungsanlage.
- Goldtarget: zum Beschichten der Kernporenfilter
- Argon: technisch rein, zum Betrieb der Goldbeschichtungsanlage¹
- Kohlenstofflack, Leit-C, Kohle-Tabs oder dergleichen: zum elektrisch leitfähigen Aufkleben des zu untersuchenden Filters auf den Probenträger des REM.
- Flüssigstickstoff: zur Kühlung des EDX-Detektors und des Feldeffekt-Transistors (FET) des EDX-Analysesystems.
- 1.5 *Zubehör:*
- Filterbehälter: Die in der Filterhalterung eingespannten Filter werden staubdicht in einem Behälter (Filterkapsel) transportiert.
- Pinzette mit abgerundeten Spitzen: zur Handhabung der Filter.
- Skalpells: zum Zerteilen der beaufschlagten Filter.
- Stereomikroskop: zur visuellen Prüfung der Filterbelegung oder Feststellung von Beschädigungen, Vergrößerung ca. 20-fach.

BGI 505-46

- Testpräparat: mit Chrysotilfasern belegtes goldbeschichtetes Kernporenfilter das zur Überprüfung der Sichtbarkeit und des EDX-Spektrums am REM auch Fasern einer Breite von $\leq 0,2 \mu\text{m}$ enthält (Präparation wie in Abschnitt 3.1).
- Kalibrierstandard: zur Kalibrierung des Abbildungsmaßstabes des REM.
- Testobjekt (Elementstandard), insbesondere Cu: zur Energiekalibrierung des EDX-Analysensystems.
- Referenzmaterialien: je nach Aufgabenstellung (z. B. für die Bestimmung von Produktfasern; Asbestreferenzmaterialien, erhältlich z. B. beim Institute of Occupational Medicine (IOM), Edinburgh, Schottland).

2 Probenahme

2.1 Vorbereiten der Messfilter

Die Kernporenfilter müssen vor der Probenahme mit Hilfe einer Verdampfungsanlage oder einer Sputtereinrichtung mit Gold beschichtet werden. Geeignete goldbeschichtete Kernporenfilter sind auch kommerziell erhältlich. Diese Goldbeschichtung ist eine Voraussetzung für eine aufladungsfreie Abbildung im REM und hat gegenüber einer nachträglichen Beschichtung folgende Vorteile:

- Die geometrischen Abmessungen der Fasern bleiben unverändert
- Die Elementpeaks werden nicht geschwächt
- Das Filter bleibt während des Kaltveraschens stabil

Zur Minimierung von Kontrastschwankungen ist eine gleichmäßige Goldschichtdicke erforderlich. Eine ausreichende Schichtdicke kann angenommen werden, wenn die Filteroberfläche im Laufe der Beschichtung die dunkle Farbe verliert und den typischen metallischen Goldglanz annimmt sowie bei der Betrachtung im Durchlicht mit einem grünen Schimmer erscheint.

Die Dicke der Goldschicht soll auf der zu beaufschlagenden Seite des Messfilters (stärker reflektierende, glänzende Seite) ca. 40 nm betragen. Eine Beschichtung der Filterrückseite mit einer ca. 20 nm dicken Goldschicht trägt zur Stabilisierung des Messfilters bei und kann eine Verbesserung der Kontrastverhältnisse bewirken. Sofern für die Beschichtungsanlage keine integrierte Schichtdickenmessvorrichtung zur Verfügung steht, kann die Schichtdicke auf einfache Weise im REM mittels

BGI 505-46

der EDX-Einrichtung kontrolliert werden. Dazu werden Filter bekannten Durchmessers mit Gold beschichtet und die Massen des aufgetragenen Goldes durch Differenzwägungen bestimmt. Vergleicht man die Höhen der Goldpeaks für diese Testfilter bei konstantem Strahlstrom mit den Massen, ergibt sich ein linearer Zusammenhang, aus dem sich die Schichtdicke bestimmen lässt [2].

Kernporenfilter einer neuen Charge werden vor der weiteren Verwendung hinsichtlich ihrer Verunreinigung durch anorganische Fasern am REM überprüft. Dazu werden auf zwei goldbeschichteten Filtern der zu prüfenden Charge mit REM/EDXA unter den in Abschnitt 4 genannten Bedingungen je 0,5 mm² ausgewertet. Dabei darf insgesamt höchstens eine anorganische Faser mit $L > 5 \mu\text{m}$ gefunden werden.

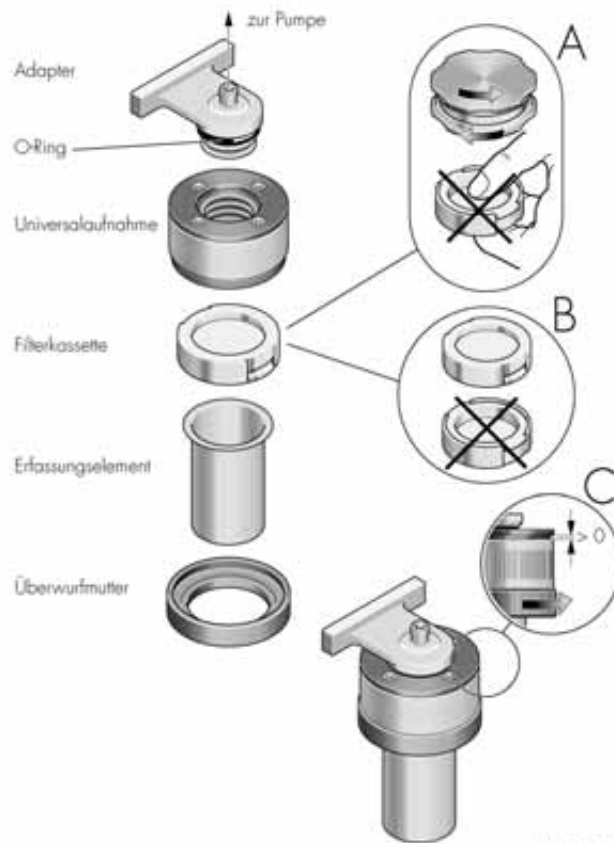
Das für die Probenahme vorbereitete Messfilter wird so in die Filterhalterung eingelegt, dass es plan auf dem Stützfilter aufliegt, beim Einlegen nicht beschädigt wird und ein dichter Sitz gewährleistet ist. Die Berührung der Filteroberfläche mit bloßen Fingern ist zu vermeiden. Die Filterkassetten werden bereits im Labor mit Messfiltern und faserfreien Stützfiltern bestückt und verschlossen. Falls unterhalb des Stützfilters ein Stützgitter eingesetzt werden soll, kann das Erzielen der Leckfreiheit des Probenahmekopfes problematisch sein. Das Messfilter darf nicht direkt auf dem Stützgitter aufliegen.

2.2 *Durchführen der Probenahme*

2.2.1 *Luftproben*

Bei der Manipulation der Filter ist eine Berührung mit bloßen Fingern zu vermeiden. Der Probenahmekopf mit eingelegtem Messfilter (z. B. 25 mm Durchmesser) wird unmittelbar vor Beginn der Probenahme geöffnet. Bei Verwendung von Filterkassetten (z. B. 37 mm Durchmesser) werden diese unmittelbar vor Probenahmebeginn geöffnet und in den Probenahmekopf eingelegt – auch hierbei ist eine Berührung der Filteroberfläche zu vermeiden. Die Probenahme erfolgt mit nach unten weisendem Ansaugtubus. Abbildung 2 zeigt ein Beispiel für einen Probenahmekopf mit Filterkassette.

BGI 505-46



PGP-System – FAP
Faser-Probennahme

Abbildung 2: Probenahmekopf mit Filterkassette – System BIA [6]

Vor Beginn der Probenahme wird der Volumenstrom so eingestellt, dass je cm^2 effektiver Filterfläche 0,24 bis 0,3 l/min (entsprechend 4 cm/s bis 5 cm/s Filteranströmgeschwindigkeit) gefördert werden. Beispielsweise wird bei Verwendung eines Filterhalters mit 30 mm effektivem Durchmesser ein Luftvolumenstrom von 1,7 l/min bis 2,1 l/min benötigt. Der spezifische Volumenstrom soll 0,24 l/(cm^2 min) nicht unterschreiten. Im Einzelfall (z. B. bei hohen Staubkonzentrationen) kann die Anström-

BGI 505-46

geschwindigkeit auf bis zu 2 cm/s abgesenkt werden. Nur wenn keine Grobstaubpartikeln in der Luft im Arbeitsbereich erwartet werden, kann empfohlen werden, den spezifischen Volumenstrom auf bis zu etwa 1,2 l/(cm² min) (entsprechend bis zu etwa 20 cm/s Anströmgeschwindigkeit) zu erhöhen. Die Messung des Probeluftvolumenstroms erfolgt für das komplette Probenahmesystem (mit Messfilter und Stützfilter bestückter Probenahmekopf, Schlauchverbindung und Pumpe) mit Hilfe eines geeigneten und kalibrierten Durchflussmessgerätes (z. B. Schwebekörperdurchflussmesser).

Die Durchflussrate darf am Ende der Probenahme um nicht mehr als 10 % von der anfänglichen Durchflussrate abweichen. Für die Berechnung des Probeluftvolumens wird der Mittelwert aus Anfangs- und Endvolumenstrom herangezogen. Die Dauer der Probenahme richtet sich bei gegebenem Volumenstrom nach der Staubkonzentration. Keinesfalls darf die Belegung zu dicht werden. Die goldglänzende Filteroberfläche muss mit bloßem Auge noch erkennbar sein. Unmittelbar nach Beendigung der Probenahme wird die Probenahmeeinrichtung abgeschaltet, die Probenahmedauer notiert und die Filterkassette mit dem beaufschlagten Messfilter entnommen und staubdicht verschlossen. Ort, Zeit und Dauer der Probenahme sind so zu wählen, dass die Exposition repräsentativ erfasst wird [7].

In der Regel gibt eine Probenahmedauer von 2 bis 3 h bei einer Filteranströmgeschwindigkeit von 5 cm/s eine auswertbare Filterbelegung. Bei nur geringen Staubkonzentrationen ohne Grobstaubpartikeln ist eine Probenahmedauer auch von 8 Stunden und länger oder eine höhere Filteranströmgeschwindigkeit bis zu 20 cm/s möglich. Im Zweifelsfall können mehrere Filter mit gestaffelter Probenahmedauer (z. B. 1 h, 2 h, 4 h usw.) belegt werden, so dass darunter mindestens eine auswertbare Probe erwartet werden kann. Im Ausnahmefall kann es unvermeidlich sein, eine Probenahmedauer von weniger als 1 h zu wählen, z. B. bei hohen Staubkonzentrationen oder vielen Grobstaubpartikeln. Bei Kurzzeitexpositionen hat sich bewährt, den selben Probenträger während mehrerer Kurzzeitphasen einzusetzen. Auch wenn nur eine einzelne Kurzzeitexposition auftritt, sollte diese durch eine Probenahme von mindestens 1 h erfasst werden.

Tabelle 1 zeigt den Zusammenhang zwischen der erreichbaren Nachweisgrenze und dem spezifischen Probeluftvolumen bei der Auswertung von 0,5 mm² Filterfläche. Durch Vergrößerung der Auswertfläche kann die Nachweisgrenze herabgesetzt werden (z. B. auf 300 Fasern/m³ bei 1 mm² Auswertfläche und 1000 l/cm²). Abbildung 3 zeigt den Zusammenhang zwischen der Nachweisgrenze und dem Probeluftvolumen.

BGI 505-46

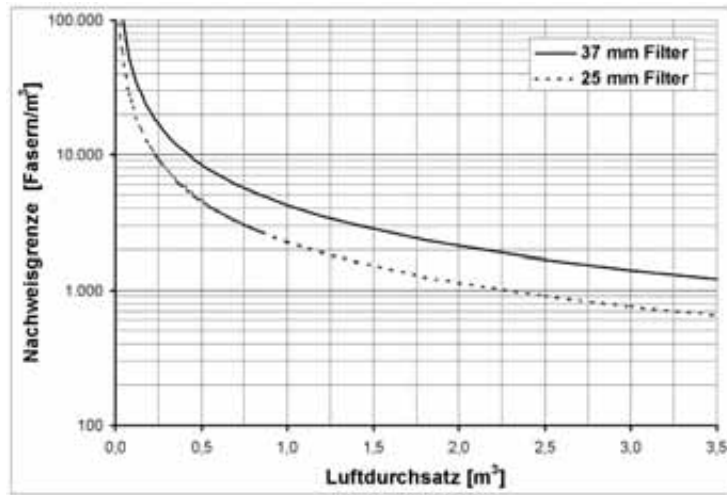


Abbildung 3: Nachweisgrenze in F/m³ in Abhängigkeit vom Probeluftvolumen in m³ für 37 mm- und 25 mm-Filter bei Auswertung von 0,5 mm² bei einer angenommenen effektiven Filterfläche von 707 mm² bzw. 380 mm², vergleiche Abschnitt 4.6 und 5.2.

Tabelle 1: Abhängigkeit der Nachweisgrenze vom spezifischen Probeluftvolumen bei Auswertung von 0,5 mm²

Nachweisgrenze (Fasern/m ³)	Spezifisches Probeluftvolumen (l/cm ²)	Probenahmedauer (h) bei 5 cm/s	Probenahmedauer (h) bei 10 cm/s	Probenahmedauer (h) bei 20 cm/s
15000	40	2,2	1,1	0,6 ^{*)}
10000	60	3,3	1,7	0,8 ^{*)}
7500	80	4,4	2,2	1,1
6000	100	5,6	2,8	1,4
4000	150	8,3	4,2	2,1
1000	600	33	17	8,3
600	1000	56	28	14

^{*)} Die Probenahmedauer sollte 1 h nicht unterschreiten

2.2.2 *Produktfasern*

Unter Produktfasern sind Fasern zu verstehen, die Materialien zuzuordnen sind, die bei dem jeweiligen Arbeitsprozess zum Einsatz kommen, oder die in der Umgebung des Probenahmeortes vorhanden sind. Um feststellen zu können, wie hoch insbesondere die Konzentration von Produktfasern der kritischen Abmessungen („WHO-Fasern“) in einem Arbeitsbereich ist, müssen zusätzlich zu den Filterproben auch Proben der infrage kommenden Materialien entnommen und als Referenzproben zusammen mit den Filterproben dem Auswertelabor zur Verfügung gestellt werden. Die Proben sollen jeweils wenigstens ein Volumen von 1 cm³ besitzen und repräsentativ für das Material auch hinsichtlich vorhandener Kontaminationen oder der Fasern im Verbund (Kompositwerkstoffe) sein. Nach Möglichkeit sind dem Auswertelabor Kopien der Sicherheitsdatenblätter, zumindest aber vorhandene Produktinformationen, z. B. Hersteller, Produktname, Kennzeichnung, zur Verfügung zu stellen.

Die analytischen Möglichkeiten des hier beschriebenen Verfahrens zur Abgrenzung von Produktfasern beschränken sich auf anorganische Fasern. Eine Unterscheidung verschiedener Arten organischer Fasern voneinander ist in der Regel nicht möglich.

3 **Probenvorbereitung**

3.1 *Präparation der beaufschlagten Filter*

Das beaufschlagte Messfilter wird durch Betrachtung zumindest des Filterrandes und der Filtermitte mittels Stereomikroskop und/oder REM bei geringer Vergrößerung darauf hin geprüft, ob die Partikelbelegung des Filters gleichmäßig ist. Sofern dabei eine ungleichmäßige Belegung festgestellt wird, ist das Filter für eine quantitative Auswertung nicht geeignet. Es wird empfohlen, mit dem Stereomikroskop auch den Rand, an dem das Filter in der Filterhalterung angepresst war, auf mögliche Undichtigkeiten während der Probenahme zu untersuchen. Zusätzlich muss das Stützfilter auf mögliche Verfärbungen hin kontrolliert werden, die ebenfalls auf Undichtigkeiten hindeuten. Außerdem muss die Filteroberfläche des Präparates unter streifender Beleuchtung (z. B. mit einer Halogenlampe) makroskopisch auf Wischspuren, Fingerabdrücke oder Beschädigungen hin untersucht werden.

Das beladene Filter wird sodann mit der Staubseite nach oben elektrisch leitend auf einem REM-Probenträger montiert und – sofern keine organischen Fasern zu bestimmen sind – in das Kaltveraschungsgerät eingebracht. Durch die Kaltveraschung wird das organische Material auf

BGI 505-46

dem Filter weitgehend entfernt. Dies erleichtert die Auswertung der Probe im REM wesentlich.

Aufgrund der elektrischen Leitfähigkeit von Filter und Probenträger ist der Angriff des O_2 -Plasmas auf das auf dem Filter befindliche organische Material sehr wirksam. Bei Geräten mit kapazitiver Kopplung des Plasmas muss die Leistungsaufnahme so geregelt werden, dass keine Überschlüge auftreten, die zu Löchern in der Goldschicht des Filters führen. Nach ca. 30 bis 60 min. ist die Veraschung in der Regel abgeschlossen.

Die so vorbereitete Filterprobe ist nun ohne weitere Präparation (insbesondere ohne Nachbeschichten der Probe) für die Untersuchung im REM bereit.

Werden zu Beginn der Auswertung mit dem REM noch zu viele störende organische Partikeln gefunden, sollte die Kaltveraschung wiederholt werden.

Es ist empfehlenswert, das ganze Filter für die REM-Auswertung zu montieren. Wenn es erforderlich ist, das Filter zu teilen, sollte dies mit einem scharfen gekrümmten Skalpell mit abrollendem (wiegendem) Schnitt geschehen. Dabei ist darauf zu achten, die Staubbelegung auf der Filteroberfläche nicht zu beeinträchtigen. Wird ein solches Teilstück verwendet, muss es sowohl den Rand- als auch den Mittelbereich des Filters beinhalten (z. B. Sektor). Bei Verwendung von Kohle-Tabs zur Montage auf dem Probenträger kann es unter Umständen nach einiger Zeit zu Veränderungen in der Oberflächenbeschaffenheit der Filter kommen, so dass es sinnvoll ist, ein Teilstück des Filters als Rückstellprobe aufzubewahren.

3.2 *Vorbereitung der Referenzproben*

Von den Referenzproben (Materialproben) werden Streupräparate hergestellt. Stückige Materialien werden zerkleinert (z. B. gebrochen, geschnitten, gesägt, geraspelt, geschabt), aus Fasermatten oder ähnlichen Produkten wird mit der Pinzette etwas Material entnommen. Diese so zerkleinerten Materialien werden so wie auch die Partikeln von Pulvern oder Pudern auf Kohle-Tabs aufgebracht, mit einem Spatel leicht festgedrückt und der lose aufliegende Rest vorsichtig entfernt (unter dem Abzug abklopfen oder abblasen). Die Kohle-Tabs werden auf den REM-Probenträgern befestigt.

4 Auswertung mit dem Rasterelektronenmikroskop

4.1 Allgemeine Verfahrenshinweise

Vergrößerung

Unter Vergrößerung wird das Verhältnis der Länge eines Objekts auf dem Bild, das ausgewertet wird, zur tatsächlichen Länge dieses Objektes verstanden. Es handelt sich demzufolge um die Ist-Vergrößerung und nicht um die am Gerät angezeigte Nenn-Vergrößerung. Die Faserzählung wird bei einer Ist-Vergrößerung von mindestens 2000:1 durchgeführt. Sie sollte 2500:1 nicht überschreiten. Hiervon kann abgewichen werden, wenn gezeigt werden kann, dass gleichwertige Ergebnisse erzielt werden.

In regelmäßigen Zeitabständen und nach Wartungs- und Reparaturarbeiten am REM muss mit Hilfe eines geeigneten Testpräparates (z. B. Kreuzgitter) die Vergrößerung überprüft werden.

Beschleunigungsspannung

Die Beschleunigungsspannung soll mindestens 15 kV betragen. Sowohl der Mg-Peak von Chrysotil als auch der Fe-Peak von Amphibolasbesfasern müssen sicher detektiert werden können. Für die stabile Abbildung organischer Fasern kann es notwendig sein, mit einer Beschleunigungsspannung von 10 kV oder weniger zu arbeiten.

Kippwinkel

Die Probe darf für die Auszählung nicht gekippt werden (Kippwinkel 0°).

Sichtbarkeit dünner Fasern

Alle REM-Parameter (insbesondere Vergrößerung, Beschleunigungsspannung, Strahldurchmesser, Arbeitsabstand, Rasterzeit) müssen so gewählt werden, dass auch sehr dünne und kontrastschwache Fasern noch sichtbar sind. Dazu wird bei der für die Zählung gewählten Vergrößerung eine gerade noch sichtbare Faser auf einem Testpräparat mit Chrysotilfasern nach Abschnitt 1.5 ausgesucht. Die Breite D dieser Faser wird sodann bei einer Vergrößerung von mindestens 10000:1 bestimmt. Ist sie $\leq 0,2 \mu\text{m}$, so ist die Mindestanforderung an die Sichtbarkeit von faserförmigen Partikeln erfüllt. Ist diese Mindestanforderung auch nach mehreren Versuchen nicht erfüllt, müssen die REM-Parameter entsprechend angepasst und die Sichtbarkeitskontrolle wiederholt werden¹.

¹ Die Verwendung des TV-Modus wird nicht empfohlen.

BGI 505-46

Diese Kontrolle muss einmal pro Arbeitswoche sowie nach Wartungs- und Reparaturarbeiten am REM vorgenommen werden.

EDX-Analyse

Die Verwendung eines Leichtelementdetektors wird empfohlen. Die Einstellungen der Betriebsparameter müssen so gewählt werden, dass eine Chrysotilfaser von $\leq 0,2 \mu\text{m}$ Durchmesser innerhalb einer maximalen Messzeit von 100 s ein hinreichend ausgeprägtes Röntgen-Emissionsspektrum liefert (vergleiche Abschnitt 4.3). Das bedeutet, dass für die Mg- und für die Si-Linie bei Chrysotil ein Verhältnis der Intensitäten $(S+U)/U$ ($S+U$ = Peakhöhe, U = Untergrundsignal bei dieser Energielage) größer als 2:1 erreicht werden muss. Gleichzeitig ist auf die notwendige Randbedingung $S > 3 \cdot \sqrt{U}$ für die entsprechende Energielage zu achten [2]. In der Regel muss für die EDX-Analyse die Vergrößerung am REM $\geq 5000:1$ eingestellt werden.

Für die EDX-Analyse ist ein möglichst großer Raumwinkel des Detektorsystems erwünscht. Die Identifizierbarkeit von Fasern einer Breite um $0,2 \mu\text{m}$ ist nur bei Raumwinkeln $> 10^{-3} \text{ sr}$ gesichert.

In regelmäßigen Zeitabständen und nach Wartungs- und Reparaturarbeiten an der EDX-Anlage muss eine Überprüfung und gegebenenfalls Kalibrierung der Energielage und der Intensitätsverhältnisse der Peaks durchgeführt werden.

Auswertung

Die nach dem Test zur Sichtbarkeit dünner Fasern und zur EDX-Analyse (siehe oben) festgelegten Parameter sind für die Auswertung der Filterproben beizubehalten. Für die EDX-Analyse und für die Ermittlung der Faserabmessungen darf bei höherer Vergrößerung als der für die Faserzählung verwendeten gearbeitet werden.

Die Elementpeaks werden in die Kategorien A, B und C eingeteilt, die wie folgt definiert sind [2]:

- Kategorie A: $(S+U)/U \geq 4$
- Kategorie B: $2 \leq (S+U)/U < 4$
- Kategorie C: $(S+U)/U < 2$ und $S > 3 \cdot \sqrt{U}$ (Element signifikant nachgewiesen)

mit der Signalhöhe S und der Höhe des Untergrunds U .

4.2 Regeln für die Faserzählung

Grundlage für die Faserzählung sind die Kriterien nach WHO [1].

- Als Faser im Sinne dieser Regel wird jedes Objekt gezählt, das eine Länge $L > 5 \mu\text{m}$, eine Breite $D < 3 \mu\text{m}$ und ein Länge/Breite-Verhältnis $L/D > 3:1$ aufweist. Als Länge gilt die rektifizierte Länge, als Breite die mittlere Breite (siehe Abbildung 4). Werden Fasern mit $D < 0,2 \mu\text{m}$ gezählt, müssen diese im Auswerteprotokoll gesondert aufgeführt werden.

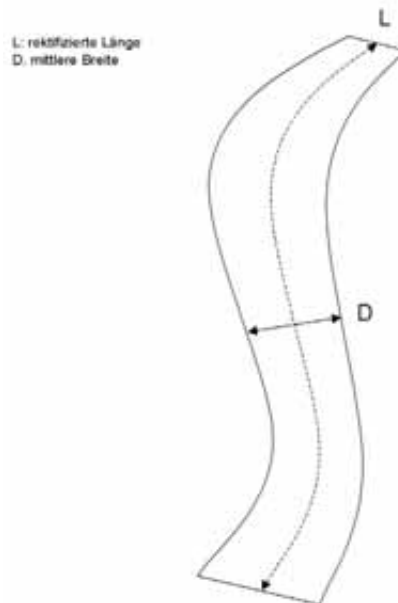


Abbildung 4: Ermittlung der Länge und Breite einer Faser

- Ausbauchungen, wie sie beispielsweise durch Harz oder Binder bei künstlichen Mineralfasern (KMF) auftreten können, werden ignoriert. Im Zweifelsfall wird $D < 3 \mu\text{m}$ angenommen [1].
- Fasern, die an nicht faserförmige Partikeln angelagert sind oder angelagert zu sein scheinen werden behandelt, als ob die nicht faserförmigen Partikeln nicht vorhanden wären. Es wird jedoch nur die sichtbare Länge der Fasern berücksichtigt, es sei denn, die Fasern gehen durch die Partikeln hindurch und scheinen nicht unterbrochen zu sein.

BGI 505-46

- Fasern, deren beide Enden im Inneren des Zählfeldes liegen, erhalten das Zählgewicht 1, Fasern mit nur einem Ende im Zählfeld erhalten das Zählgewicht 1/2, Fasern mit beiden Enden außerhalb des Zählfeldes erhalten das Zählgewicht 0.
- Ein Faseragglomerat, das an einer oder mehreren Stellen seiner Länge kompakt und ungeteilt erscheint, sich aber an anderen Stellen in separate Fasern zu teilen scheint, wird als gespaltene Faser angesehen. Jedes andere Agglomerat, in dem Fasern sich berühren oder kreuzen, wird als Bündel angesehen.
- Eine gespaltene (aufgespleißte) Faser zählt als 1 Faser, sofern die oben genannten Kriterien erfüllt sind. Ihre Breite wird in dem nicht aufgespleißten Teil gemessen. Einander überlappende (überkreuzende) Fasern (Faserbündel oder -büschel) werden einzeln gezählt, wenn dies möglich ist.
- Überlappen sich so viele Fasern, dass sie nicht einzeln gezählt werden können (Faserbündel), so wird das Faserbündel nur dann als eine Faser gezählt, wenn seine Gesamtdimensionen die o.g. Kriterien für Länge, Breite und Längen/Breite-Verhältnis erfüllen. Andernfalls bleibt das Faserbündel unberücksichtigt.
- Falls mehr als ein Achtel einer Zählfeldfläche von Faser- oder Partikelagglomeraten bedeckt ist, wird dieses Zählfeld nicht berücksichtigt.
- Es ist eine Fläche von mindestens 0,15 mm² auszuwerten.
- Es sind insgesamt mindestens 50 Fasern (ohne Calciumsulfatfasern) zu zählen und zu identifizieren. Sollten auf der untersuchten Filterfläche von 0,15 mm² noch nicht 50 Fasern (ohne Calciumsulfatfasern) gefunden worden sein, sind weitere Bildfelder auszuwerten, bis diese Faserzahl erreicht ist. Wird die geforderte Faserzahl nach Auswertung von mindestens 0,5 mm² Filterfläche nicht erreicht, kann die Auswertung beendet werden.
- Auszuwertende Bildfelder werden so ausgewählt, dass die gesamte Fläche des Filterabschnittes gleichmäßig berücksichtigt wird ohne Bevorzugung der Randpartien oder des zentralen Filterbereiches und Überlappungen der auszuzählenden Bildfelder ausgeschlossen sind. Zu empfehlen ist die mäanderförmige Verteilung der Bildfelder über die gesamte effektive Filterfläche.

Abbildung 5 zeigt schematisch Beispiele für die Anwendung der Faserzählregeln.

BGI 505-46

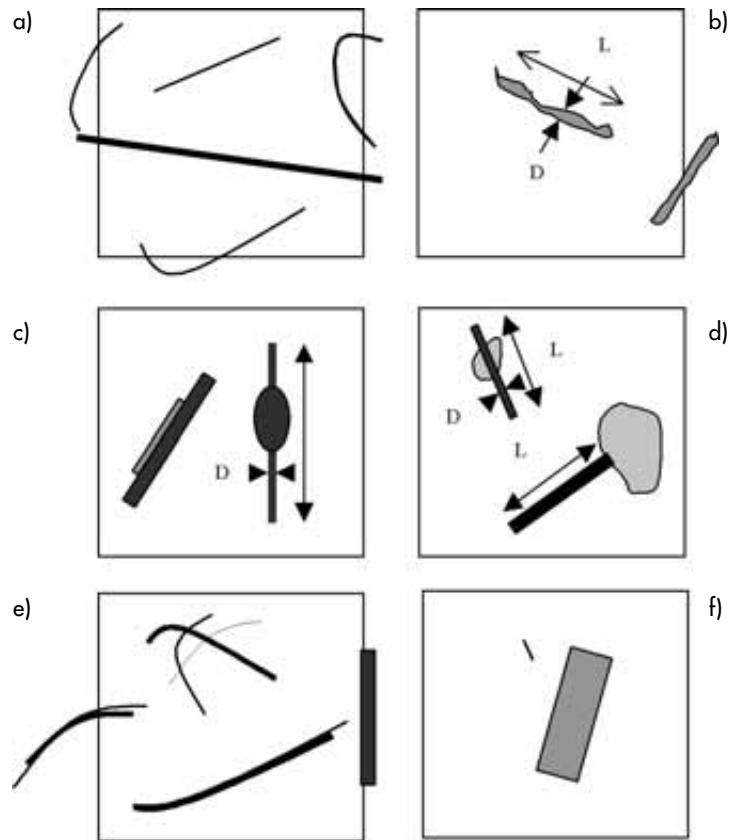


Abbildung 5: Beispiele zur Anwendung der Faserzählregeln
(die Länge der Bildkante entspricht 38 µm):

- a) 2 ½ Fasern: 5 Enden im Zählfeld
- b) 1 ½ Fasern
- c) 3 Fasern: Die beiden aneinanderliegenden Fasern sind deutlich unterscheidbar; die Ausbauchung wird für die Breitenbetrachtung ignoriert
- d) 2 Fasern: Der sichtbare Teil der Faser wird berücksichtigt
- e) 4 ½ Fasern: Agglomerat aus 3 Fasern, die Aufspaltungen werden ignoriert. Die Enden der an der rechten Kante liegenden Faser werden als außerhalb befindlich angesehen.
- f) 0 Fasern: Die faserförmigen Partikeln sind zu kurz oder zu dick

BGI 505-464.3 *Faseridentifizierung*

Nach diesem Verfahren werden Chrysotilfasern, Amphibolasbestfasern, Calciumsulfatfasern, gegebenenfalls anorganische Produktfasern und sonstige anorganische Fasern unterschieden. In die Gruppe „sonstige anorganische Fasern“ werden alle Fasern eingestuft, die nicht als Asbest, Calciumsulfatfasern oder gegebenenfalls Produktfasern identifiziert werden können, jedoch ein Linienspektrum mit Elementen der Ordnungszahl $Z \geq 11$ (Ausnahme: Kohlenstofffasern) ergeben. Zu organischen Fasern siehe Abschnitt 4.5.

Eine Faseridentifizierung, bei der zwischen Chrysotil, Amphibolasbesten, Calciumsulfat, gegebenenfalls anorganischen Produktfasern und sonstigen anorganischen Fasern unterschieden wird, lässt sich anhand einer halbquantitativen Beurteilung der Elementspektren durchführen. Beispiele für Spektren anorganischer Fasern zeigen die Abbildungen im Anhang 1 (die Goldpeaks rühren von der Goldbeschichtung des Kernporenfilters her). Da die Peakhöhen von dem verwendeten Detektor und den Geräteparametern abhängen, müssen unter den gegebenen Bedingungen eigene Referenzspektren von den Faserarten, z. B. unter Zuhilfenahme von Standardproben, erstellt werden.

Bei der praktischen Durchführung der Analyse ist darauf zu achten, dass der Elektronenstrahl stabil (ohne Drift) auf die Faser gerichtet ist und dabei eventuell anhaftende oder benachbarte Partikeln möglichst weit von seinem Auftreffpunkt entfernt liegen.

Zur Identifizierung der Fasern sind die in den Tabellen 2 und 3 genannten Kriterien anzuwenden.

BGI 505-46

Tabelle 2: Identifizierungskriterien für Faserstäube
(S: Signal, U: Untergrund)

Faserart	Identifizierungskriterien	Bemerkungen
Chrysotil	<ul style="list-style-type: none"> – Mg- und Si-Peak deutlich, Verhältnis $(S + U)/U > 2$ (Kat. A oder B) – Fe- und Mn-Peak möglich, Verhältnis $S/U < 1$ (Kat. C) – Al-Peak fehlend oder sehr klein (Kat. C) 	<p><u>Chrysotil aus Asbestzement:</u> zusätzlicher Ca-Peak durch Bindemittelreste möglich</p> <p><u>Chrysotil aus Magnesiumestrich:</u> zusätzlicher Cl-Peak möglich</p>
Amphibolasbeste	Siehe Tabelle 3 und analytische Hinweise in [8]	Da es sich bei den Amphibolasbesten um eine Mineralgruppe handelt, unterscheiden sich die Spektren hinsichtlich detektierter Elemente und deren Peakhöhen
Calciumsulfat	<ul style="list-style-type: none"> – Ca-Peak deutlich – S-Peak deutlich (teilweise Überlagerung durch M-Linie des Au) 	
Produktfasern	Vgl. Abschnitt 4.4	bei gebrauchten Produktfasern können zusätzlich zu den typischen Peaks andere Elementpeaks, z. B. von Fe auftreten
Sonst. anorg. Fasern	Alle Fasern, die ein anderes Elementspektrum mit dem Verhältnis $(S + U)/U > 2$ für mindestens ein Element mit $Z \geq 11$ ergeben (Ausnahme: Kohlenstofffasern)	typische Hauptelemente können sein: Na, Mg, Al, Si, K, Ca, Fe weiterhin können auftreten: Ti, Mn, Ba, Zr, B

BGI 505-46

Tabelle 3: Unterscheidungsmerkmale für Amphibolasbeste

Amphibol- asbest	Identifizierungskriterien	Bemerkungen
Aktinolith	<ul style="list-style-type: none"> - Si-, Fe-, Ca-Peak deutlich - Mg-Peak schwach bis deutlich - Na-Peak möglich - Al-Peak fehlend oder sehr klein 	Übergänge zu Tremolit vorhanden
Amosit	<ul style="list-style-type: none"> - Si-, Fe-Peak deutlich, Verhältnis $(S + U)/U > 2$ - Mg-Peak und Ca-Peak möglich - Al-Peak fehlend oder sehr klein 	
Antho- phyllit	<ul style="list-style-type: none"> - Si-, Mg-Peak deutlich - Fe-Peak schwach bis deutlich - Al-Peak fehlend oder sehr klein 	Eine Abgrenzung zu Fe-haltigem Talk ist mit dieser Methode in der Regel nicht möglich.
Krokydo- lith	<ul style="list-style-type: none"> - Si-, Fe-Peak deutlich - Na-Peak schwach - Al-Peak fehlend oder sehr klein 	
Tremolit	<ul style="list-style-type: none"> - Si-, Mg-, Ca-Peak deutlich - Al-Peak fehlend oder sehr klein 	Übergänge zu Aktinolith vorhanden

(Anmerkung: Ist eine exakte Unterscheidung notwendig, sind die ergänzenden Identifikationskriterien [10] anzuwenden und muss die EDXA für die quantitative Elementbestimmung mit geeigneten Standards kalibriert sein)

Fasern, welche nicht einer der in den Tabellen 2 und 3 genannten Faserarten zuzuordnen sind, werden für die Berechnung des Analyseergebnisses nicht berücksichtigt.

Die Identifizierung nach den hier genannten Kriterien ist nicht in jedem Fall eindeutig [8]. Im Zweifelsfall sind Kenntnisse über die im Arbeitsbereich verwendeten Materialien zu berücksichtigen. In allen Fällen sind die M- und L-Linien der Goldbeschichtung des Filters zusätzlich im Spektrum vorhanden und führen zu Überlagerungen unter anderem mit der K-Linie des Schwefels.

Die Identifizierungskriterien sind zu modifizieren, wenn:

- die REM-EDX-Spektren von Asbest-Standards gerätebedingt abweichende Peak-Höhen und / oder Signal-zu-Untergrund-Verhältnisse aufweisen,
- die speziell in dem von der Untersuchung betroffenen Produkt vorliegenden Asbestfasern bezüglich ihrer Elementzusammensetzung von

BGI 505-46

den Standards abweichen (z. B. signifikanter Anteil eines nichttypischen Elements, siehe auch Abbildung A1.1 im Anhang)

Fehlen in dem Elementspektrum Peaks für Elemente mit $Z \geq 11$ (mit Ausnahme der Goldpeaks), kann dies als Hinweis auf unter Umständen nach der Veraschung verbliebenes organisches Material gewertet werden. Auch beim Vorliegen sehr dünner anorganischer Fasern ($D < 0,2 \mu\text{m}$) ist damit zu rechnen, dass keine auswertbaren oder unvollständige Elementsignale erscheinen.

4.4 *Anorganische Produktfasern*

Für die Einstufung von Fasern als anorganische Produktfasern müssen die Spektren der Fasern auf dem Messfilter weitgehend (nach den im Folgenden genannten Kriterien) mit denen im Produkt übereinstimmen. Deshalb werden für das in Frage kommende Produkt Referenzproben nach Abschnitt 3.2 hergestellt und darin an unterschiedlichen Stellen Elementspektren dünner Fasern als Referenzspektren aufgenommen. Die Aufnahme dieser Referenzspektren muss – unter Umständen mit Ausnahme der verwendeten Vergrößerung – unter den gleichen Gerätebedingungen erfolgen, wie die Auswertung des Messfilters.

Zur Charakterisierung dieser Referenzspektren werden für jede Materialprobe Elementspektren für jeweils zehn dünne Fasern aufgenommen [2]. Dabei wird für das Produkt

- ein Element-Peak der Kategorie A zugeordnet, wenn er bei mindestens 9 von 10 Fasern den Kriterien der Kategorie A (siehe Abschnitt 4.1) entspricht.
- ein Element-Peak der Kategorie B zugeordnet, wenn er bei mindestens 7 von 10 Fasern den Kriterien der Kategorien A oder B entspricht und für das Produkt die Bedingung für die Zuordnung zu A nicht erfüllt.

Beim Vergleich der für Fasern auf dem Messfilter gefundenen Spektren mit den Referenzspektren müssen

- Elementpeaks der Kategorie A im Referenzspektrum wenigstens in der Kategorie B auf dem Messfilter wiedergefunden werden und
- von den Elementpeaks der Kategorie B im Referenzspektrum wenigstens ein Drittel der Elemente für die Faser in der Filterprobe wiedergefunden werden (hier nicht unbedingt als Kategorie B-Peak),
- mindestens ein Element-Peak der Kategorie B im Referenzspektrum als Kategorie B oder C für die Faser auf dem Messfilter gefunden werden, wenn das Referenzspektrum weniger als drei Peaks der Kategorie B aufweist,

BGI 505-46

um die gefundene Faser als Produktfaser zu interpretieren. Bei Produktfasern aus künstlichen Mineralfasern muss zusätzlich die Morphologie (parallele Kanten) mit derjenigen der Fasern im Produkt vereinbar sein.

4.5 *Organische Fasern*

Sollen bei der Untersuchung auch organische Fasern berücksichtigt werden, darf die Probe nicht verascht werden. Die optimale Beschleunigungsspannung muss anhand der Probe ermittelt werden (mitunter weniger als 10 kV), um eine stabile Abbildung zu erzielen. Dabei ist sicherzustellen, dass Fasern der Dicke 0,2 µm, oder, wenn so dünne Fasern in der Probe nicht vorkommen, die dünnsten vorkommenden Fasern sicher erkannt werden können. Es sollen fensterlose Detektoren oder Detektoren mit ultradünnen Fenstern verwendet werden, mit denen leichte Elemente ab $Z = 6$ (Kohlenstoff) nachgewiesen werden können. Fasern werden dann als organische Fasern eingestuft, wenn die Hauptpeaks Elementen mit $Z < 11$ zuzuordnen sind (Ausnahme: Kohlenstofffasern). In speziellen Fällen können auch Cl oder S zu beobachten sein.

Eine Unterscheidung zwischen verschiedenen Arten organischer Fasern ist mit dieser Methode nicht möglich. Unter Umständen können morphologische Charakteristiken brauchbare Hinweise liefern [11].

4.6 *Berechnen des Analysenergebnisses*

Das Verfahren liefert als Analysenergebnis die Faseranzahlkonzentrationen C_i (Fasern je m^3 Luft, Fasergruppe i) anorganischer Fasern in der Luft in Arbeitsbereichen mit den Kriterien $0,2 \mu m \leq D < 3 \mu m$, $L > 5 \mu m$, und $L/D > 3$.

C_1 : Chrysotilfasern

C_2 : Amphibolasbestfasern

C_3 : Calciumsulfatfasern

C_4 : Produktfasern (falls gemessen)

C_5 : sonstige anorganische Fasern.

Die Faseranzahlkonzentration für die Fasergruppe i ($i = 1$ bis 5) wird wie folgt berechnet:

$$C_i = \frac{n_i \cdot A}{N \cdot a \cdot V}$$

Hierbei bedeuten:

C_i : Faseranzahlkonzentration für die Fasergruppe i in Fasern/ m^3 ,

n_i : nach den Zählregeln ermittelte gewichtete Faserzahl für die Fasergruppe i ,

A : wirksame Filterfläche in mm^2 ,

BGI 505-46

N: Anzahl der ausgewerteten Zählfelder,
 a: Fläche eines Zählfeldes in mm²,
 V: Probeluftvolumen in m³ mit $V = Q \cdot t$ (Q: Probeluftvolumenstrom
 in m³/h,
 t: Probenahmedauer in h).

Fasern mit $D < 0,2 \mu\text{m}$ werden, falls gefunden, ohne Zuordnung zu einer Faserart gesondert aufgeführt.

4.7 *Analysenbericht*

Es wird empfohlen, während der Auswertung ein Auswerteprotokoll (Urprotokoll) in Anlehnung an [2] zu führen. Dieses ist die Grundlage für die Erstellung des Analysenberichtes.

Der Analysenbericht enthält mindestens:

- Name und Anschrift des Analysenlabors,
- Name und Anschrift des Auftraggebers,
- Eindeutige Probenkennzeichnung,
- Daten zur Probenahme,
- Datum der Auswertung,
- Identifizierung der verwendeten REM/EDXA-Systeme,
- Hinweis auf das angewandte Analysenverfahren (hier: BGI 505-46),
- Name des Sachbearbeiters,
- Analyseergebnis, bestehend aus Faseranzahlkonzentrationen und Zahl der gefundenen Fasern, unterteilt nach Faserart (Chrysotil, Amphibolasbest, Calciumsulfat, gegebenenfalls Produktfasern, sonstige anorganische Fasern und, wenn gewünscht, organische Fasern), Fläche und Anzahl der ausgewerteten Bildfelder, Bildfeldvergrößerung, Bemerkungen (z. B. zu Fasern mit $D < 0,2 \mu\text{m}$, Faserbüscheln und Fasern mit $D > 3 \mu\text{m}$). Zusätzlich können Abbildungen und Spektren der untersuchten Fasern zweckdienlich sein.

5 **Beurteilung des Verfahrens**5.1 *Messunsicherheit*

Abweichungen der Messgröße (Faseranzahlkonzentration) vom wahren Wert können außer bei der Probenahme entstehen bei:

- der Probenpräparation (beim Hantieren und Schneiden der Filter, bei der Kaltveraschung),
- der Auswertung (Geräteeinstellung, Auswahl der Zählfelder, Faserzählung und -identifizierung).

BGI 505-46

- der Erfassung und Elementanalyse dünner Fasern mit $D < 0,2 \mu\text{m}$,
- der Bewertung von Aggregaten aus Fasern und isometrischen Partikeln bei der Faserzählung,
- der Interpretation der Spektren.
- Zufallsbedingte Streuungen der Messergebnisse aufgrund der Zählstatistik werden mit Hilfe der Poisson-Statistik abgeschätzt [9], vergleiche Anhang 2.

Die optimale Faserbelegungsichte liegt im Bereich von etwa 100 bis 1000 Fasern/mm². Auch hohe Anteile nicht faserförmiger Partikeln beeinträchtigen die Auswertung, da sie diese stören und Fasern überdecken können. Dadurch ist sowohl die Erkennbarkeit als auch die Elementanalyse behindert.

Der 95 %-Vertrauensbereich für die Faseranzahlkonzentration aufgrund der Zählstatistik kann mittels der Poisson-Verteilung abgeschätzt werden (Siehe Tabelle im Anhang 2). Zur Berechnung des Vertrauensbereiches werden in der in Abschnitt 4.6 angegebenen Formel die zu der gefundenen Faserzahl n_i gehörenden Vertrauensgrenzen λ_u und λ_o eingesetzt.

5.2 Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenze des Zählverfahrens ist unterschritten, wenn bei der REM-Auswertung keine Faser gefunden wurde. Unter Verwendung der Poisson-Statistik ergibt sich aus der oberen Vertrauensgrenze des 95 %-Vertrauensbereiches zu $x = 0$ mit $\lambda_o \approx 3,0$ die Nachweisgrenze aus der Formel in Abschnitt 4.6. Sie ist somit probenabhängig und abhängig vom Auswerteaufwand und beträgt beispielsweise für ein spezifisches Probenvolumen von 40 l/cm² bei einer Auswertefläche von 0,5 mm² ca. 15.000 Fasern/m³. Für ein spezifisches Probenvolumen von 1 m³/cm², das nur unter optimalen Bedingungen bei sehr geringen Staubkonzentrationen auswertbare Proben liefert, wäre die Nachweisgrenze ca. 300 Fasern/m³ für 1 mm² und ca. 600 Fasern/m³ für 0,5 mm² Auswertefläche. Unter den o. g. Probenahmebedingungen (Anströmgeschwindigkeit etwa 5 cm/s) würde dies eine Probenahmedauer von etwa 56 h bedeuten.

5.3 Selektivität

Das Verfahren ist selektiv nach den in den Abschnitten 4.2 und 4.3 genannten Kriterien für Chrysotilfasern, Amphibolasbestfasern, Calciumsulfatfasern, gegebenenfalls Produktfasern und sonstige anorganische Fasern.

Fehlinterpretationen, insbesondere bei der Identifizierung von Asbestfasern sind möglich, wenn

BGI 505-46

- in den Arbeitsbereichen Silikatfasern mit einer asbestähnlichen Elementzusammensetzung Verwendung finden;
- die Fasern kontaminiert sind (z. B. bei Mörtel, Farb- und Anstrichmassen, Asbestzement, Magnesiestrich und somit zusätzliche Peaks auftreten können);
- nicht faserförmige Partikeln in unmittelbarer Nähe der Fasern liegen (dichte Belegung, Grobstaubpartikeln, kettenförmige Rauchpartikeln, insbesondere Schweißrauche, Tabakrauch);
- durch ungleichmäßige Partikelbelegung des Filters (hervorgerufen durch z. B. hohe Luftfeuchtigkeit bei der Probenahme, Anwesenheit von Nebel bzw. Tröpfchenaerosolen in der Probenluft).

6 Literatur

- [1] Determination of airborne fibre number concentrations. A recommended method, by phase-contrast optical microscopy (membrane filter method). World Health Organisation (WHO), Genf, 1997.
- [2] Messen von Innenraumlufverunreinigungen. Messen von Immissionen. Messen anorganischer faserförmiger Partikeln – Rasterelektronenmikroskopisches Verfahren. VDI 3492, 2004.
- [3] Verfahren zur Bestimmung von lungengängigen Fasern – Lichtmikroskopisches Verfahren. BGI 505-31 (bisher ZH 1/120.31). Carl Heymanns Verlag KG, Köln. April 2004.
- [4] Verfahren zur Bestimmung der Massenanteile von Chrysotilasbest und Amphibolasbesten. BGI 505-30 (bisher ZH 1/120.30), Carl Heymanns Verlag KG, Köln, März 1991.
- [5] Richtlinie für die Bewertung und Sanierung schwach gebundener Asbestprodukte in Gebäuden (Asbest-Richtlinie). Mitteilungen DIBt, 1996.
- [6] Messung von Gefahrstoffen. BIA-Arbeitsmappe, Kennzahl 3030. Erich Schmidt Verlag Bielefeld, 1997.
- [7] Ermittlung und Beurteilung der Konzentrationen gefährlicher Stoffe in der Luft in Arbeitsbereichen. TRGS 402. BArbBl. 11/1997.
- [8] Messung von Gefahrstoffen. BIA-Arbeitsmappe, Kennzahl 7487. Erich Schmidt Verlag Bielefeld, 1997.
- [9] L. Sachs: Angewandte Statistik. Anwendung statistischer Methoden. Springer-Verlag Berlin, 1984.

BGI 505-46

- [10] M. Mattenkott: Identifizierung von Asbestfasern in Stäuben, Pulvern und Pudern mineralischer Rohstoffe. Gefahrstoffe – Reinhaltung der Luft 58, 1998, S.15-22.
- [11] P. Latzke, R. Hesse: Textile Fasern. Deutscher Fachverlag, Frankfurt, 1988.

Anhang 1: Beispiele für Spektren anorganischer Fasern

- Alle Spektren: – Abszisse in keV
 – Filter goldbeschichtet
 – 20 kV Beschleunigungsspannung

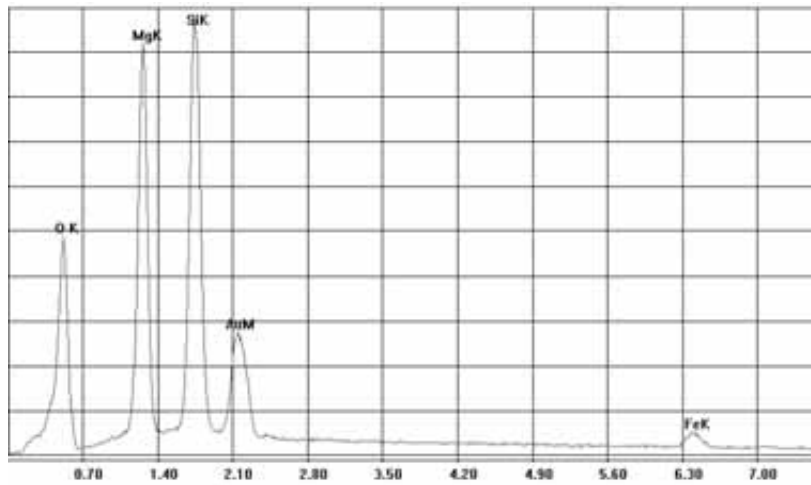


Abbildung A 1.1: Chrysotilspektrum (hier Beispiel eines Fe-haltigen Chrysotils, Verhältnis S/U ca. 1 für Fe)

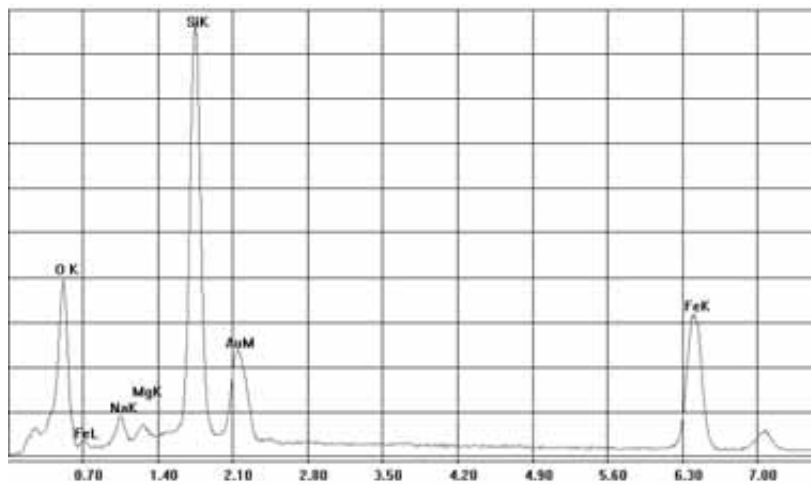


Abbildung A 1.2: Krokydolithspektrum

BGI 505-46

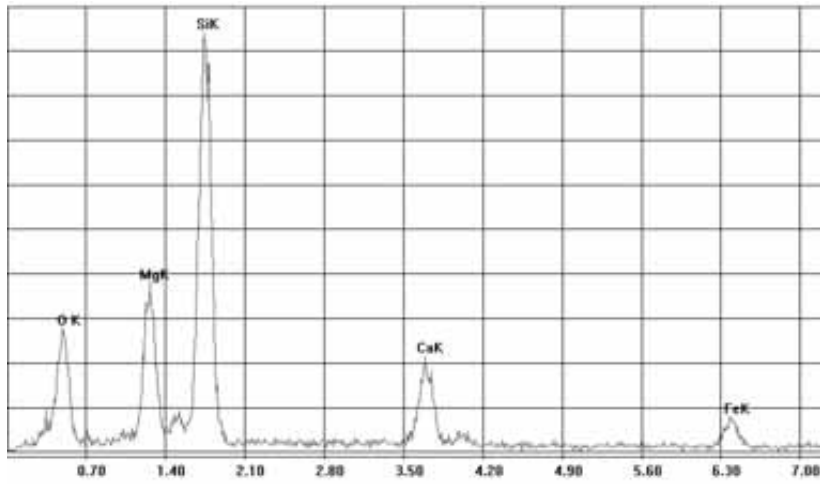


Abbildung A 1.3: Aktinolithspektrum

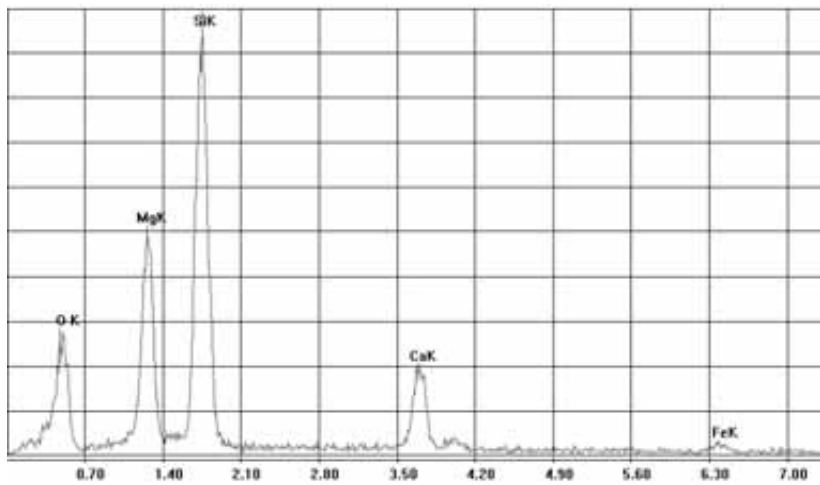


Abbildung A 1.4: Tremolitspektrum

BGI 505-46

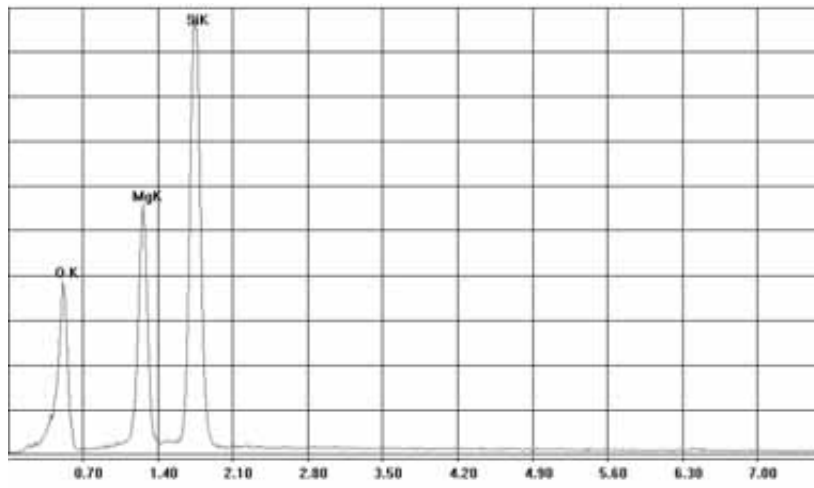


Abbildung A 1.5: Talkspektrum

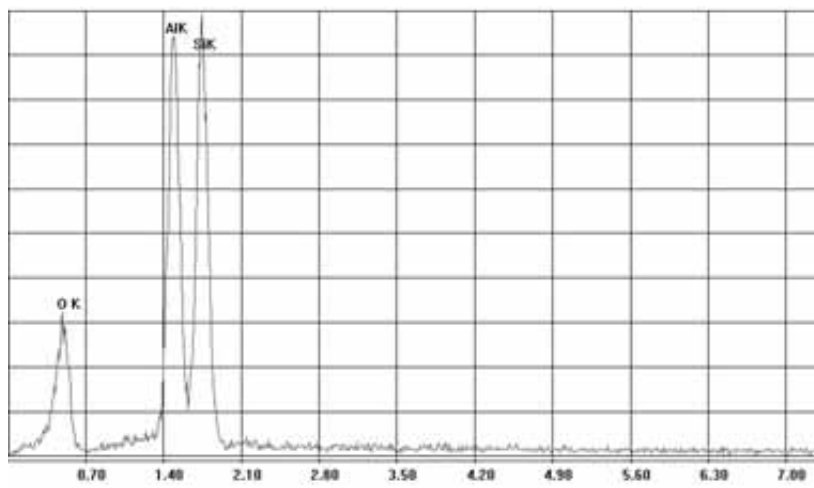


Abbildung A 1.6: Spektrum einer Keramikfaser

BGI 505-46

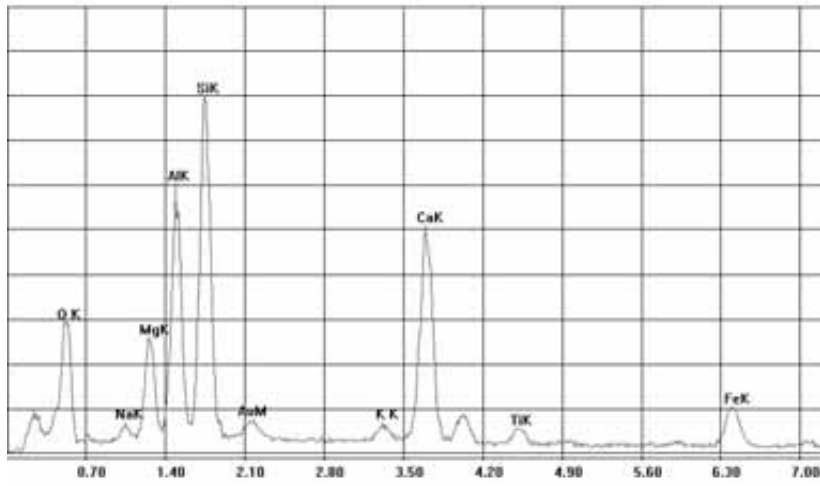


Abbildung A 1.7: Spektrum einer Steinwollfaser

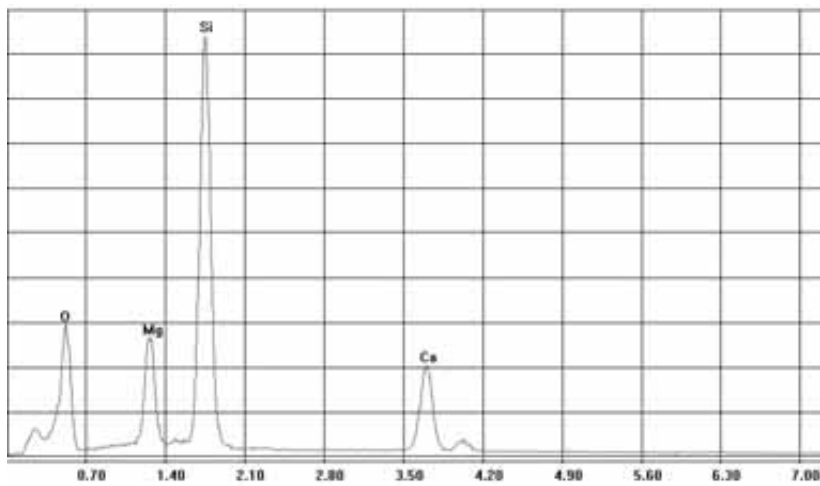


Abbildung A 1.8: Spektrum einer Hochtemperaturglasfaser

BGI 505-46

Anhang 2: Vertrauensbereichsgrenzen für das Zählergebnis

Tabelle: Untere und obere Grenzen λ_u und λ_o des 95 %-Vertrauensintervalls eines Zählergebnisses x bei Anwendung der Poisson-Statistik

x	λ_u	λ_o	x	λ_u	λ_o
0,5	0,000	4,674	13,5	7,287	22,861
1	0,025	5,572	14	7,654	23,490
1,5	0,108	6,416	14,5	8,024	24,116
2	0,242	7,225	15	8,395	24,740
2,5	0,416	8,006	15,5	8,769	25,363
3	0,619	8,767	16	9,145	25,983
3,5	0,845	9,511	16,5	9,523	26,602
4	1,090	10,242	17	9,903	27,219
4,5	1,350	10,960	17,5	10,285	27,834
5	1,623	11,668	18	10,668	28,448
5,5	1,908	12,368	18,5	11,053	29,060
6	2,202	13,059	19	11,439	29,671
6,5	2,504	13,744	19,5	11,827	30,280
7	2,814	14,423	20	12,217	30,888
7,5	3,131	15,095	20,5	12,607	31,495
8	3,454	15,763	21	12,999	32,101
8,5	3,782	16,426	21,5	13,393	32,705
9	4,115	17,085	22	13,787	33,308
9,5	4,453	17,739	22,5	14,183	33,910
10	4,795	18,390	23	14,580	34,511
10,5	5,141	19,038	23,5	14,978	35,111
11	5,491	19,682	24	15,377	35,710
11,5	5,844	20,323	24,5	15,777	36,308
12	6,201	20,962	25	16,179	36,905
12,5	6,560	21,597	25,5	16,581	37,501
13	6,922	22,230	26	16,984	38,096

BGI 505-46

Tabelle (Fortsetzung): Untere und obere Grenzen λ_u und λ_o des 95 %-Vertrauensintervalls eines Zählergebnisses x bei Anwendung der Poisson-Statistik

x	λ_u	λ_o	x	λ_u	λ_o
26,5	17,388	38,690	40	28,577	54,469
27	17,793	39,284	40,5	28,999	55,045
27,5	18,199	39,876	41	29,422	55,621
28	18,606	40,468	41,5	29,846	56,197
28,5	19,013	41,059	42	30,270	56,772
29	19,422	41,649	42,5	30,694	57,346
29,5	19,831	42,238	43	31,119	57,921
30	20,241	42,827	43,5	31,545	58,495
30,5	20,652	43,415	44	31,970	59,068
31	21,063	44,002	44,5	32,397	59,641
31,5	21,475	44,589	45	32,823	60,214
32	21,888	45,174	45,5	33,250	60,786
32,5	22,301	45,760	46	33,678	61,358
33	22,716	46,344	46,5	34,106	61,929
33,5	23,130	46,928	47	34,534	62,500
34	23,546	47,512	47,5	34,962	63,071
34,5	23,962	48,094	48	35,391	63,641
35	24,379	48,676	48,5	35,821	64,211
35,5	24,796	49,258	49	36,250	64,781
36	25,214	49,839	49,5	36,681	65,350
36,5	25,632	50,420	50	37,111	65,919
37	26,051	51,000	50,5	37,54	66,49
37,5	26,471	51,579	51	37,97	67,06
38	26,891	52,158	51,5	38,40	67,62
38,5	27,312	52,736	52	38,84	68,19
39	27,733	53,314	52,5	39,27	68,76
39,5	28,154	53,892	53	39,70	69,33

BGI 505-46

Tabelle (Fortsetzung): Untere und obere Grenzen λ_u und λ_o des 95 %-Vertrauensintervalls eines Zählergebnisses x bei Anwendung der Poisson-Statistik

x	λ_u	λ_o	x	λ_u	λ_o
53,5	40,13	69,89	67	51,92	85,09
54	40,57	70,46	67,5	52,36	85,65
54,5	41,00	71,02	68	52,80	86,21
55	41,43	71,59	68,5	53,25	86,77
55,5	41,87	72,16	69	53,69	87,32
56	42,30	72,72	69,5	54,13	87,88
56,5	42,74	73,29	70	54,57	88,44
57	43,17	73,85	70,5	55,01	89,00
57,5	43,61	74,41	71	55,45	89,56
58	44,04	74,98	71,5	55,89	90,11
58,5	44,48	75,54	72	56,34	90,67
59	44,91	76,11	72,5	56,78	91,23
59,5	45,35	76,67	73	57,22	91,79
60	45,79	77,23	73,5	57,66	92,34
60,5	46,22	77,79	74	58,11	92,90
61	46,66	78,36	74,5	58,55	93,46
61,5	47,10	78,92	75	58,99	94,01
62	47,54	79,48	75,5	59,44	94,57
62,5	47,97	80,04	76	59,88	95,13
63	48,41	80,60	76,5	60,32	95,68
63,5	48,85	81,17	77	60,77	96,24
64	49,29	81,73	77,5	61,21	96,79
64,5	49,73	82,29	78	61,66	97,35
65	50,17	82,85	78,5	62,10	97,90
65,5	50,60	83,41	79	62,55	98,46
66	51,04	83,97	79,5	62,99	99,01
66,5	51,48	84,53	80	63,44	99,57

BGI 505-46

Tabelle (Fortsetzung): Untere und obere Grenzen λ_u und λ_o des 95 %-Vertrauensintervalls eines Zählergebnisses x bei Anwendung der Poisson-Statistik

x	λ_u	λ_o	x	λ_u	λ_o
80,5	63,88	100,12	90,5	72,82	111,18
81	64,33	100,68	91	73,27	111,73
81,5	64,77	101,23	91,5	73,72	112,28
82	65,22	101,78	92	74,16	112,83
82,5	65,66	102,34	92,5	74,61	113,38
83	66,11	102,89	93	75,06	113,93
83,5	66,56	103,44	93,5	75,51	114,48
84	67,00	104,00	94	75,96	115,03
84,5	67,45	104,55	94,5	76,41	115,58
85	67,89	105,10	95	76,86	116,13
85,5	68,34	105,66	95,5	77,31	116,68
86	68,79	106,21	96	77,76	117,23
86,5	69,24	106,76	96,5	78,21	117,78
87	69,68	107,31	97	78,66	118,33
87,5	70,13	107,87	97,5	79,11	118,88
88	70,58	108,42	98	79,56	119,43
88,5	71,03	108,97	98,5	80,01	119,98
89	71,47	109,52	99	80,46	120,53
89,5	71,92	110,07	99,5	80,91	121,08
90	72,37	110,63	100	81,36	121,63