DGUV
Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung
Spitzenverband

Vorschriften- und Regelwerk

Verfahren zur Bestimmung von Beryllium und seinen anorganischen Verbindungen

Von den Unfallversicherungsträgern anerkannte Messverfahren zur Feststellung der Konzentrationen krebserzeugender, keimzellmutagener oder reproduktionstoxischer Stoffe in der Luft in Arbeitsbereichen

DGUV Information 213-513

Impressum

Herausgegeben von: Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung e.V. (DGUV)
Glinkastraße 40
10117 Berlin
Telefon: 030 13001-0 (Zentrale)
E-Mail: info@dguv.de
Internet: www.dguv.de

Arbeitsgruppe Analytik
im Sachgebiet „Gefahrstoffe“ des Fachbereichs „Rohstoffe und chemische Industrie“ der DGUV

Korrespondenzadresse
Berufsgenossenschaft Rohstoffe und chemische Industrie
Prävention – Gefahrstoffe und biologische Arbeitsstoffe
Gefahrstoffe, Biostoffe, Analytik
Postfach 10 14 80, 69004 Heidelberg
E-Mail: analytik@bgrci.de

Ausgabe: April 2025

Satz und Layout: Satzweiss.com Print Web Software GmbH, Saarbrücken

Druck: Max Dorn Presse GmbH & Co. KG, Obertshausen

Copyright: Diese Publikation ist urheberrechtlich geschützt.
Die Vervielfältigung, auch auszugsweise, ist nur mit ausdrücklicher Genehmigung gestattet.

Bezug: Bei Ihrem zuständigen Unfallversicherungsträger oder unter www.dguv.de/publikationen › Webcode: p213513

Verfahren zur Bestimmung von Beryllium und seinen anorganischen Verbindungen

Von den Unfallversicherungsträgern anerkannte Messverfahren zur Feststellung der Konzentrationen krebserzeugender, keimzellmutagener oder reproduktionstoxischer Stoffe in der Luft in Arbeitsbereichen

Verfahren zur Bestimmung von Beryllium und seinen anorganischen Verbindungen

Von den Unfallversicherungsträgern anerkannte Messverfahren zur Feststellung der Konzentrationen krebserzeugender, keimzellmutagener oder reproduktionstoxischer Stoffe in der Luft in Arbeitsbereichen

Verfahren 03

Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Membranfilter, Atomabsorptionsspektrometrie mit Graphitrohrofentechnik (GFAAS) nach Säureaufschluss

Beryllium – 03 – GFAAS

(erstellt: April 2025, ersetzt Verfahren 02)

Zurückgezogene Verfahren (Erläuterungen siehe Seite 5)

Verfahren 01

Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Partikelfilter, Atomabsorptionsspektroskopie nach Nassaufschluss

Beryllium – 01 – AAS

(erstellt: Dezember 1983, zurückgezogen: Oktober 2008)

Verfahren 02

Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Partikelfilter, Atomabsorptionsspektrometrie mit Graphitrohrofentechnik (GFAAS) nach Säureaufschluss

Beryllium – 02 – GFAAS

(erstellt: Juni 2008, zurückgezogen: April 2025)

Erläuterungen zur Gültigkeit

Einige Messverfahren dieser Reihe entsprechen bezüglich der Validierung, der Bestimmungsgrenze und der Probenahme nicht mehr den Anforderungen an das aktuelle Regelwerk, können aber für spezielle Aufgabenstellungen oder als Grundlage für eine Weiterentwicklung der Verfahren herangezogen werden. Diese sind als eingeschränkt geeignet mit den folgenden Kategorien gekennzeichnet:

E1: Validierung entspricht nicht den aktuellen Anforderungen

E2: Bestimmungsgrenze genügt nicht den aktuellen Anforderungen

E3: Probenahme entspricht nicht den aktuellen Anforderungen

Diese Verfahren sind unverändert in der Version der damaligen Ausgabe im Anhang wiedergegeben.

Als zurückgezogen werden Messverfahren bezeichnet, wenn das Verfahren durch ein neueres anerkanntes Verfahren gleicher Methodik ersetzt oder die angewandte Methode veraltet, nicht mehr nachvollziehbar oder fehlerbehaftet ist.

Teil dieses Verfahrens sind die im „Allgemeinen Teil“ (DGUV Information 213-500) beschriebenen Anforderungen und Grundsätze.

Die Verfahren wurden bis 1998 unter der Nummer ZH 1/120.xx und von 1999 bis 2014 unter der Nummer BGI 505-xx bzw. BGI/GUV-I 505-xx veröffentlicht.

Eine Übersicht über die aktuellen und zurückgezogenen Messverfahren aus der DGUV Information 213-5xx-Reihe finden Sie als Download unter https://analytik.bgrci.de.

Verfahren 03

Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Membranfilter, Atomabsorptionsspektrometrie mit Graphitrohrofentechnik (GFAAS) nach Säureaufschluss

Erprobtes und von den Unfallversicherungsträgern anerkanntes Messverfahren zur Bestimmung von Beryllium und seinen anorganischen Verbindungen in Arbeitsbereichen.

Es sind personengetragene und ortsfeste Probenahmen für Messungen zur Beurteilung von Arbeitsbereichen möglich.

Nachfolgend sind die im Verfahren betrachteten Verbindungen bzw. Verbindungsklassen und deren Beurteilungsmaßstäbe für Beryllium gemäß TRGS 900 [1] und TRGS 561 [2] aufgeführt.

Name	CAS-Nr.	Molmasse [g/mol]	Formel	Beurteilungsmaßstäbe [µg/m³]
Beryllium und seine anorganischen Verbindungen	7440-41-7	9,01	Be	AGW 0,14 (E) ÜF 1 (I) AGW 0,06 (A) ÜF 1 (I)

(E) in der einatembaren Fraktion
(A) in der alveolengängigen Fraktion
AGW Arbeitsplatzgrenzwert
ÜF Überschreitungsfaktor
Die Konzentrationen beziehen sich auf den Elementgehalt des entsprechenden Metalls.

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung ... **8**

1 Geräte, Chemikalien und Lösungen ... **9**

1.1 Geräte ... 9

1.2 Chemikalien ... 11

1.3 Lösungen ... 12

2 Probenahme ... **14**

3 Analytische Bestimmung ... **15**

3.1 Probenaufbereitung ... 15

3.2 Instrumentelle Arbeitsbedingungen ... 16

4 Auswertung ... **18**

4.1 Kalibrierung ... 18

4.2 Qualitätskontrollprobe ... 20

4.3 Berechnen des Analysenergebnisses ... 21

5 Beurteilung des Verfahrens ... **22**

5.1 Präzision ... 22

5.2 Wiederfindung ... 23

5.3 Bestimmungsgrenze ... 25

5.4 Lagerfähigkeit ... 26

5.5 Selektivität ... 26

5.6 Messunsicherheit ... 27

5.7 Vergleich des offenen Aufschlusses mit dem mikrowellenunterstützten Druckaufschluss ... 28

6 Literatur- und Quellenverzeichnis ... **29**

Kurzfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von Beryllium und seinen anorganischen Verbindungen im Arbeitsbereich personengetragen oder ortsfest bestimmt.

Messprinzip:	Mithilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch einen Membranfilter gesaugt. Die auf dem Filter abgeschiedene Fraktion wird nach Säureaufschluss mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit Graphitrohrofentechnik (GFAAS) auf Beryllium analysiert.
Bestimmungsgrenzen:	absolut: 0,0016 µg/Probenträger relativ: 0,0013 µg/m³ für 1,2 m³ Probenahmeluftvolumen (2 h Probenahme bei 10 l/min, 20 ml Probelösung, Verdünnungsfaktor 4, Injektionsvolumen von 20 µl und 5 µl Matrixmodifier)
Messbereich:	validiert: 0,0013 – 0,12 µg/m³, bezogen auf ein Probenahmeluftvolumen von 1,2 m³
Arbeitsbereich:	analytisch: 0,05 – 0,5 µg/l
Selektivität:	Die Selektivität des Verfahrens hängt vor allem von der Wahl der Absorptionswellenlänge, der Abwesenheit spektraler Störungen und der Minimierung nichtspektraler Störungen ab.
Vorteile:	Personengetragene Messungen mit hoher Empfindlichkeit möglich, einsetzbar für Kurzzeitmessungen.
Nachteile:	Keine Anzeige von Konzentrationsspitzen, großer technischer und zeitlicher Aufwand.
Apparativer Aufwand:	Probenahmeeinrichtung: bestehend aus Pumpe und Probenahmekopf, Filterhalter mit Membranfilter und Stützgitter, Volumenstrommessgerät, Aufschlussapparatur, Atomabsorptionsspektrometer mit Graphitrohrtechnik (Graphitrohr mit L´vov-Plattform, pyrobeschichtet) und Zeeman-Untergrundkorrektur

1 Geräte, Chemikalien und Lösungen

Die in diesem Abschnitt aufgeführten Materialien, Verbrauchsmaterialien und Chemikalien wurden für die Ermittlung der hier dargestellten Verfahrenskenndaten verwendet. Alternativen gleicher Qualität und Reinheit können ebenfalls eingesetzt werden, z. B. Perfluoralkoxy-Copolymere (PFA) vs. Quarzglas. Verbrauchsmaterialien und Chemikalien etc. sind vor Einsatz auf Blindwerte und Störkomponenten zu überprüfen und müssen gegebenenfalls berücksichtigt werden.

1.1 Geräte

Für die Probenahme:

- Pumpe für personengetragene Probenahme und stationäre Probenahme mit einem Volumenstrom-Nennbereich von 10 l/min, z. B. Typ SG10-2, Fa. GSA Messgerätebau GmbH, 40880 Ratingen
- Probenahmekopf GSP 10, z. B. Fa. GSA Messgerätebau GmbH
- Probenahmekopf FSP-10 mit Zyklonabscheider, z. B. Fa. GSA Messgerätebau GmbH
- PGP Filterkassette aus Kunststoff mit Deckeln für Filter mit einem Durchmesser von 37 mm, z. B. GSA Messgerätebau GmbH
- Stützgitter, 37 mm, z. B. Fa. Metaq GmbH, 42115 Wuppertal
- Membranfilter, Durchmesser 37 mm, Porenweite 8,0 µm, Cellulosenitrat, möglichst mit Prüfzeugnis über Metallgehalte, z. B. Fa. Sartorius AG, 37075 Göttingen
- Volumenstrommessgerät, z. B. TSI Modell 4140, Fa. TSI GmbH, 52068 Aachen

Für die Probenvorbereitung:

- Heizblockthermostat aus Metall oder Graphit mit Zeit-/Temperatur-Regelung, Arbeitsbereich bis 200 °C, z. B. Fa. Gebr. Liebisch GmbH & Co., 33649 Bielefeld
- Graduierte Aufschlussgefäße mit Luftkühler aus Quarzglas (Durchmesser 19 mm, maximales Volumen 25 ml) mit Schliffhülse (NS 19/26), säurefeste 0,2-ml-Graduierung im Bereich 15 bis 25 ml, z. B. Fa. VWR International GmbH, 64295 Darmstadt
- Graduierte Aufschlussgefäße mit Luftkühler aus Quarzglas (Durchmesser 23 mm, maximales Volumen 50 ml) mit Schliffhülse (NS 19/26), säurefeste 0,5-ml-Graduierung im Bereich 35 bis 50 ml, z. B. Fa. VWR International GmbH

- Siedestäbe (Durchmesser ca. 4 mm), hergestellt aus Quarzglas[1] mit aufgesteckten, auswechselbaren Endstücken aus Polytetrafluorethylen (PTFE)-Schlauch, z. B. Fa. VWR International GmbH
- Verschlussstopfen aus Polyethylen für die Aufschlussgefäße (NS 19/26), z. B. Fa. Pöppelmann GmbH & Co. KG, 49378 Lohne
- 5-Liter-Flasche aus PFA mit PTFE-Dispenser zur Luftkühlerspülung oder Herstellung von Verdünnungen, z. B. Optifix HF Dispenser 30 ml, z. B. Fa. Poulten & Graf (Fortuna), 97877 Wertheim
- 1-Liter-Gefäß aus PFA zur Verdünnung von Säuren
- Messzylinder aus PFA, 1000 ml, 500 ml, 100 ml, 50 ml, z. B. Fa. VITLAB GmbH, 63762 Großostheim
- 2,5-Liter-Quarzglasflasche mit seitlichem Einfüllstutzen (NS 29/32), verschließbar mit luftdurchlässigem PTFE-Schliffstopfen und PTFE („Flusssäure“)-Dispenser als Flaschenaufsatz, Sonderanfertigung, z. B. Fa. VWR International GmbH
  Einsatzzweck: Verteilung von frisch angesetzten Standardsäuregemischen in die Aufschlussgefäße
- Keramikpinzette zur Überführung der Membranfilter in die Aufschlussgefäße, z. B. Fa. PLANO GmbH, 35578 Wetzlar

Für die analytische Bestimmung:

- Atomabsorptionsspektrometer mit Graphitrohrofen (GFAAS), bevorzugt mit Zeeman-Untergrundkorrektur und automatischem Probengeber; Graphitrohr mit L´vov-Plattform, pyrobeschichtet und Berylliumhohlkathodenlampe
- Messkolben aus PFA für Standard- und Kalibrierlösungen mit Schraubverschluss und Ringmarke, z. B. 1000 ml, 500 ml, 100 ml, 50 ml, 10 ml, z. B. Fa. VITLAB GmbH
- Mehrweg-PTFE-Gefäße, Volumen 5 ml, für automatischen Probengeber, z. B. Fa. Analytik Jena GmbH, 07745 Jena
- Einweg-Polystyrolgefäße, Volumen ca. 1,5 ml für automatischen Probengeber, z. B. Fa. Greiner Bio-One, 72636 Frickenhausen
- Kolbenhubpipetten zum Abdecken eines Volumenbereichs von 2 µl bis 10 ml, luftpolsterverdrängend: für wässrige Lösungen und Suspensionen wasserähnlicher Dichte und

1 Herkömmliche Siedestäbe lassen sich nicht rückstandsfrei reinigen.

Viskosität, z. B. Socorex Acura 825 (2 µl bis 1000 µl), Socorex Acura 835 (500 µl bis 5000 µl und 1000 µl bis 10000 µl), Fa. Socorex Isba S.A., Ecublens, Schweiz
- Gefäße, z. B. 2 l aus PFA, zur Bevorratung der Verdünnungslösung
- Mikrowaage, Ablesbarkeit mindestens 0,01 mg, z. B. AT 460 DeltaRange, Fa. Mettler-Toledo GmbH, 35396 Gießen
- Reinstwasseranlage mit Umkehrosmose-Anlage und Reinstwassersystem, zur Bereitung von Reinstwasser (spezifischer Widerstand ≥ 18,2 MΩ • cm bei 25 °C), Reduzierung des allgemeinen Metallgehalts, insbesondere Herstellung von bor- und alkaliarmem Wasser, z. B. GenPure mit X-CAD, Fa. Wilhelm Werner GmbH, 51381 Leverkusen

1.2 Chemikalien

- Reinstwasser (spezifischer Widerstand ≥ 18,2 MΩ • cm bei 25 °C)
- Salzsäure, 30 %, Metallkonzentrationen vom Hersteller chargenabhängig zertifiziert, z. B. Suprapur, Fa. Merck KGaA, 64293 Darmstadt
- Salpetersäure, 65 %, Metallkonzentrationen vom Hersteller chargenabhängig zertifiziert, z. B. Suprapur, Fa. Merck KGaA
- Salpetersäure, 67 – 69 %, Metallkonzentrationen vom Hersteller chargenabhängig zertifiziert, z. B. INSTRA-ANALYZED Plus für die Spurenanalytik von Metallen, J.T. Baker, Fa. VWR International GmbH (zur Herstellung der Verdünnungslösung)
- Beryllium-Plasma-Standardlösung, 1000 µg/ml, rückführbar auf SRM von NIST, z. B. $Be_4O(C_2H_3O_2)_6$ in 5 % HNO_3, z. B. Alfa Aesar Specpure®, Fa. Thermo Fisher (Kandel) GmbH, 76185 Karlsruhe, Produkt-Nr. 13848
- Berylliumoxid, 99,95 % (Metallbasis), rückführbar auf SRM von NIST, z. B. Alfa Aesar, Fa. Thermo Fisher (Kandel) GmbH, Produkt-Nr. 35480
- Beryllium metal basis 99,8 %, Beryllium foil, 0,25 mm (0,01 in) thick ≈ 0,29 g/25 × 25 mm (metal basis) vacuum tight, z. B. Alfa Aesar, Fa. Thermo Fisher (Kandel) GmbH, Produkt-Nr. 41642
- Magnesium-Matrixmodifikator für die Graphitrohr-AAS, c(Mg) = 10,0 ± 0,2 g/l ($Mg(NO_3)_2$ * 6 H_2O in HNO_3 17 %), z. B. Fa. Merck KGaA, Produkt-Nr. 1.05813 (Mg-Stammlösung)
- Palladium-Matrixmodifier für die Graphitrohr-AAS, c(Pd) = 10,0 ± 0,2 g/l ($Pd(NO_3)_2$/HNO_3 ca. 15 %), z. B. Fa. Merck KGaA, Produkt-Nr. 1.07289 (Pd-Stammlösung)

- 29-Element Solution, 10 µg/ml in 5 % HNO_3, z. B. Fa. PerkinElmer LAS GmbH, 63110 Rodgau-Jügesheim, Produkt-Nr. N9301720
- Mehrelement-Qualitätskontrollstandard (QC33), 100 mg/l für 33 Elemente, rückführbar auf SRM von NIST, inklusive Analysenzertifikat, z. B. ARISTAR® für ICP, Fa. VWR International GmbH, Produkt-Nr. 84791.180
- Argon 5.0 (Reinheit mindestens 99,999 %)

1.3 Lösungen

Unter Verwendung der in Abschnitt 1.2 aufgeführten Chemikalien werden folgende Lösungen hergestellt. Die Herstellung weiterer Lösungen wird in den entsprechenden Abschnitten beschrieben.

Säureaufschlussgemisch:	2 Volumen-Teile Salpetersäure (65 %) und 1 Volumen-Teil Salzsäure (25 %) [3, 4] Die 25 %ige Salzsäure wird hergestellt, indem 185 ml Reinstwasser in einem 1-l-PFA-Gefäß vorgelegt und mit 815 ml HCl (30 %) vermischt werden. In einer 2,5-l-Quarzglasflasche werden 1400 ml 65 %ige Salpetersäure mit einer Lösung aus 130 ml Reinstwasser und 570 ml 30 %iger Salzsäure gemischt.
Verdünnungs- und Nullwertlösung (zur Verdünnung und Stabilisierung von Proben und Standards):	In einem 2-l-PFA-Gefäß werden ca. 1,5 l Reinstwasser vorgelegt, 20 ml 67 – 69 %ige Salpetersäure zugegeben und anschließend bis auf 2 l mit Reinstwasser aufgefüllt und geschüttelt.
Spüllösung GFAAS:	In einem 1000-ml-Messkolben werden ca. 900 ml Reinstwasser vorgelegt, 5 ml 65 %ige Salpetersäure zugegeben und anschließend bis auf 1000 ml mit Reinstwasser aufgefüllt und geschüttelt.

Modifierlösung (c(Mg) = 0,1 g/l, c(Pd) = 1 g/l):	In einem 10-ml-Messkolben werden ca. 5 ml Reinstwasser vorgelegt, 0,1 ml der Mg-Stammlösung und 1 ml der Pd-Stammlösung zugeführt und anschließend bis auf 10 ml mit Reinstwasser aufgefüllt und geschüttelt.
Qualitätskontrollprobe:	Die Qualitätskontrollproben werden aus dem in Abschnitt 1.2 beschriebenen Mehrelement-Qualitätskontrollstandard (QC 33) hergestellt. Eine ausführliche Beschreibung zur Herstellung der Qualitätskontrollproben ist unter Abschnitt 4.2 aufgeführt.
Qualitätskontrollprobe 1:	c(Be) = 0,2 µg/l
Qualitätskontrollprobe 2:	c(Be) = 0,1 µg/l
Dotierlösungen zur Ermittlung der Präzision:	Die Dotierlösungen werden aus der in Abschnitt 1.2 beschriebenen Beryllium-Plasma-Standardlösung hergestellt. Eine ausführliche Beschreibung zur Herstellung der Dotierlösungen ist unter Abschnitt 5.1 aufgeführt.
Dotierlösung 1:	c(Be) = 3 mg/l
Dotierlösung 2:	c(Be) = 1,5 mg/l
Dotierlösung 3:	c(Be) = 0,18 mg/l

Säurestabilisierte Lösungen mit einer Metallkonzentration > 1 mg/l sind mindestens vier Wochen lagerstabil. Säurestabilisierte Lösungen mit einer Metallkonzentration 0,1 mg/l bis 1 mg/l sind mindestens zwei Wochen lagerstabil. Säurestabilisierte Lösungen mit Metallkonzentrationen < 0,1 mg/l sollten nicht länger als zwei Tage verwendet werden. Diese Angaben stellen eine Empfehlung dar.

Kalibrations- und Kontrollproben sind arbeitstäglich neu anzusetzen.

2 Probenahme

Die verwendete Filtercharge ist vor Durchführung der Messungen auf ihre Metallgehalte (Filterchargen-Blindwert) und somit ihrer Eignung zur Einhaltung der Mindestanforderungen an die Leistungsfähigkeit von Messverfahren zu überprüfen [5].

Die Filterkapsel wird mit dem Membranfilter (Ø 37 mm) und dem Stützgitter bestückt, in den Probenahmekopf des Gesamtstaubprobenahmegerätes (GSP 10) oder des Feinstaubsammelgerätes (FSP-10) eingesetzt und dieser mit der Pumpe verbunden. Es wird ein Volumenstrom von 10 l/min eingestellt. Mit diesem Volumenstrom wird die Definition des einatembaren bzw. alveolengängigen Staubes [6] eingehalten. Bei zweistündiger Probenahme entspricht dies einem Probeluftvolumen von 1,2 m^3.

Die Probenahme kann sowohl ortsfest als auch personengetragen erfolgen. Es ist darauf zu achten, dass die Öffnung des Sammelkopfes frei zugänglich ist.

Nach der Probenahme ist der Volumenstrom auf Konstanz zu überprüfen. Ist die Abweichung vom eingestellten Volumenstrom > ± 5 %, wird empfohlen, die Probenahme zu wiederholen (siehe hierzu DGUV Information 213-500 „Allgemeiner Teil“, Abschnitt 3 [7]).

Der beaufschlagte Membranfilter wird anschließend aus dem Probenahmesystem entnommen, mit den Deckeln der Filterkapsel verschlossen und zur Analyse möglichst erschütterungsarm ins Labor transportiert.

3 Analytische Bestimmung

3.1 Probenaufbereitung

Der beaufschlagte Membranfilter wird mithilfe einer Keramikpinzette vorsichtig gefaltet, in ein 25-ml-Aufschlussgefäß überführt und mit einem Siedestab auf den Boden gedrückt. Anschließend wird der Filter mit 10 ml des Standard-Säureaufschlussgemisches versetzt. Das Gefäß wird – mit Luftkühler versehen – im Aluminium-Heizblock-Thermostaten zwei Stunden unter Rückfluss (ca. 135 °C Block-Temperatur) gehalten. Nach einer Abkühlphase auf ca. 50 °C werden durch den Luftkühler vorsichtig 10 ml Reinstwasser zur Spülung des Kühlers und gleichzeitiger Verdünnung der unter Umständen leicht viskosen Lösung zugegeben und erneut bis zum Sieden erhitzt. Nach dem Abkühlen werden Luftkühler und Siedestab entfernt, das Aufschlussgefäß mittels Polyethylenstopfen verschlossen und das Volumen der Probelösung abgelesen.

Die Aufschlusslösung wird vor der Analyse im Verhältnis 1:4 mithilfe des automatischen Probengebers der GFAAS mit der Verdünnungslösung (siehe Abschnitt 1.3) verdünnt und anschließend analysiert. Jede Probe wird doppelt analysiert und der Mittelwert zur Ergebnisberechnung herangezogen.

Je Probenserie wird parallel ein aktueller Blindwert bestimmt. Dazu werden mindestens zwei unbeaufschlagte Filter der gleichen Charge dem gesamten Aufarbeitungsverfahren unterzogen und analysiert. Dieser aktuelle Blindwert darf maximal um die dreifache Standardabweichung von dem im Rahmen der Methodenentwicklung, gemäß Abschnitt 5.3, bestimmten mittleren Blindwert abweichen. Ist dies nicht der Fall, so ist ein neuer mittlerer Blindwert zu bestimmen.

3.2 Instrumentelle Arbeitsbedingungen

Die in Abschnitt 5 angegebenen Verfahrenskenngrößen wurden unter folgenden Gerätebedingungen ermittelt:

Gerät:	Atomabsorptionsspektrometer mit Zeeman-Graphitrohrofensystem, „AAS PinAACle 900Z“ der Fa. PerkinElmer LAS GmbH mit „Furnace Autosampler AS900“, integriertem Umlaufkühler, Advanced Platform THGA, Graphitrohr mit Endkappen, pyrobeschichtet, Berylliumhohlkathodenlampe, Einbrenndauer mindestens 30 Minuten
Absorptionswellenlänge:	234,86 nm
Spaltbreite:	0,7 nm
Lampenstrom:	7 mA
Untergrundkompensation:	Longitudinale Zeeman-Untergrundkorrektur mit Wechselspannung
Messlösungen:	Ein Aliquot der Aufschlusslösung (siehe Abschnitt 3.1) wird mit der in Abschnitt 1.3 genannten Verdünnungslösung mindestens 1:4 (v/v) verdünnt. Liegt das Messergebnis außerhalb des linearen Bereichs der Kalibrierfunktion, müssen weitere Verdünnungen, z. B. 1:40 und 1:400 (v/v), hergestellt werden.
Injektionsvolumina:	20 µl Messlösung und 5 µl Matrixmodifier, Injektion erfolgt durch den automatischen Probengeber. Zusätzlich werden immer nach Überführung der Messlösung und des Modifiers in das Graphitrohr 5 µl der Verdünnungslösung über den automatischen Probengeber, zur Spülung der Probenschleife, zugegeben.

Alle Lösungen müssen arbeitstäglich neu angesetzt werden, dies beinhaltet insbesondere die Kalibrierlösungen und Qualitätskontrollproben (siehe Abschnitt 4.1 und 4.2). Das Temperatur-/Zeitprogramm der GFAAS ist in Tabelle 1 beschrieben.

Tabelle 1 Temperatur-/Zeitprogramm

Programm-schritt	Erläuterung	Heizrate [°C/s]	Ofentempe-ratur [°C]	Haltezeit [s]	Argon-Spül-gas [ml/min]
1	Injektion/ Trocknung	1	120	15	250
2	Trocknung	15	140	60	250
3	Pyrolyse	10	1000	20	250
4	Atomisierung/ Messung	0	2250	3	0
5	Ausheizen	1	2450	3	250

Die aufbereiteten Proben-, die Nullwert- und Filterblindwertlösungen werden mittels GFAAS analysiert. Dazu werden die Proben und Filterblindwertlösungen vorab im Verhältnis 1:4 mit der unter Abschnitt 1.3 beschriebenen Verdünnungslösung verdünnt.

Jeweils 20 µl der zu untersuchenden Lösung mit 5 µl Modifierlösung werden per automatischem Probengeber in das Graphitrohr injiziert und mit den aufgeführten AAS-Bedingungen analysiert. Jede Probe wird doppelt analysiert und der Mittelwert zur Ergebnisberechnung herangezogen. Die Spülung des AAS-Systems erfolgt mit der in Abschnitt 1.3 angegebenen Spüllösung.

Bei ermittelten Berylliumkonzentrationen oberhalb des Kalibrierbereiches werden die Probelösungen, wie oben beschrieben, stärker verdünnt und nochmals analysiert.

Nach der Kalibrierung, nach maximal 20 bis 25 Probenmessungen und am Ende der Sequenz werden die Qualitätskontrollproben analysiert. Diese müssen innerhalb definierter Grenzen (+/- 10 %) liegen, ansonsten ist die Kalibrierung zu überprüfen und die Analyse der Probelösungen zu wiederholen. Damit werden die Stabilität des Analysegerätes und die Richtigkeit der Ergebnisse überprüft.

Ein elektronischer Nullwertabgleich wird nach jeder Messung vorgenommen. Der Nullwert wird regelmäßig über eine Messung der Nullwertlösung, spätestens alle 20 bis 25 Proben analysiert und das Signal (Fläche) auf Null gesetzt. Anschließend wird immer eine vollständige Rekalibrierung durchgeführt.

4 Auswertung

4.1 Kalibrierung

Die Kalibrierung ist arbeitstäglich durchzuführen.

Zur Erstellung der Kalibrierlösungen (siehe Tabelle 2) wird aus dem 29-Element Solution-Standard (10 mg/l, siehe Abschnitt 1.2) zunächst eine Beryllium-Stammlösung von 50 µg/l hergestellt. Hierzu werden 500 µl des 29-Element Solution-Standards in einen 100-ml-Messkolben pipettiert und anschließend bis zur Marke mit der Verdünnungslösung (siehe Abschnitt 1.2) aufgefüllt und umgeschüttelt.

Aus der Beryllium-Stammlösung (50 µg/l) wird die Beryllium-Kalibrierlösung mit einer Konzentration von 0,5 µg/l Beryllium hergestellt, indem man 1000 µl der Beryllium-Stammlösung (50 µg/l) in einen 100-ml-Messkolben pipettiert und anschließend bis zur Marke mit der Verdünnungslösung auffüllt und umschüttelt.

Mithilfe des automatischen Probengebers werden Kalibrierlösungen aus der 0,5-µg/l-Beryllium-Kalibrierlösung in Höhe der in Tabelle 2 aufgeführten Berylliumkonzentrationen hergestellt und vermessen. Die Verdünnung der Kalibrationslösung erfolgt automatisch mit der Verdünnungslösung (siehe Abschnitt 1.2). Das Probeninjektionsvolumen der Kalibration beträgt insgesamt 25 µl, wobei 5 µl Matrixmodifier per automatischem Probengeber zupipettiert werden. Tabelle 2 zeigt das Dosierschema zur Herstellung der Kalibierlösungen. Die Standards werden unter den in Abschnitt 3.2 beschriebenen AAS-Bedingungen analysiert.

Tabelle 2 Verdünnungen zur Erstellung der Kalibrierfunktionen

Kalibrations-lösung	Volumen Kalibrierlösung (0,5 µg/l) [µl]	Volumen Ver-dünnungslö-sung [µl]	Volumen Matrix-modifier [µl]	Konzentration Be [µg/l]
0	0	20	5	0
1	2	18	5	0,05
2	4	16	5	0,10
3	6	14	5	0,15
4	8	12	5	0,20
5	10	10	5	0,25
6	12	8	5	0,30
7	14	6	5	0,35
8	16	4	5	0,40
9	18	2	5	0,45
10	20	0	5	0,50

Die Extinktionen werden über die Peakflächen bestimmt und gegen die Konzentrationen aufgetragen. Die Kalibrierfunktion verläuft unter den angegebenen Bedingungen linear.

Durch geeignete Verdünnungsschritte lassen sich höhere Berylliumkonzentrationen in der Probelösung bestimmen. Wegen möglicher spektraler Interferenzen sind Linien und Signale immer kritisch zu prüfen.

4.2 Qualitätskontrollprobe

Die Qualitätskontrolle erfolgt innerhalb eines Analysenlaufs und wird mithilfe kommerziell erhältlicher Lösungen (Mehrelement-Qualitätskontrollstandard, siehe Abschnitt 1.2) durchgeführt. Ziel ist es, die Richtigkeit der Kalibrierung und die zeitliche Stabilität arbeitstäglich und über die gesamte Messdauer zu prüfen.

Zur Herstellung der Qualitätskontrollproben wird eine Mehrelement-Qualitätskontrollstandard-Stammlösung von 200 µg/l hergestellt, indem 100 µl des Mehrelement-Qualitätskontrollstandards in einen 50-ml-Messkolben pipettiert und mithilfe der unter Abschnitt 1.3 genannten Verdünnungslösung bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt werden. Aus der Mehrelement-Qualitätskontrollstandard-Stammlösung (200 µg/l) werden 50 µl bzw. 25 µl in jeweils 50-ml-Messkolben pipettiert und bis zur Marke mit der Verdünnungslösung aufgefüllt und umgeschüttelt. Daraus ergeben sich eine Qualitätskontrollprobe 1 von 0,2 µg/l Beryllium und eine Qualitätskontrollprobe 2 von 0,1 µg/l an Beryllium (siehe Tabelle 3).

Tabelle 3 Verdünnungen zur Erstellung der Qualitätskontrollproben

Qualitätskontrollprobe	Volumen Stammlösung [µl]	Konzentration Beryllium in Qualitätskontrollprobe [µg/l]
1	50	0,2
2	25	0,1

4.3 Berechnen des Analysenergebnisses

Die Berechnung der Berylliumkonzentration in der Luft am Arbeitsplatz erfolgt mithilfe der von der Software berechneten Konzentration an Beryllium in der Messlösung über die gemessene Extinktion. Die Datenauswerteeinheit verwendet dazu die berechnete Kalibrierfunktion. Aus den Berylliumkonzentrationen wird unter Berücksichtigung der entsprechenden Verdünnungen und des Probeluftvolumens die Konzentration an Beryllium in der Luft im Arbeitsbereich berechnet.

Die Massenkonzentrationen von Beryllium in der Probeluft in µg/m³ werden nach folgender Gleichung berechnet:

$$\rho = \frac{((C \cdot f_{vC}) - (C_{\mathrm{Blind}} \cdot f_{v\mathrm{CBlind}})) \cdot V_{\mathrm{Lsg}}}{V_{\mathrm{Luft}} \cdot \eta}$$

Es bedeuten:

ρ	Massenkonzentration an Beryllium in der Luftprobe in µg/m³
C	Konzentration an Beryllium in der Messlösung in µg/l
f_{vC}	Verdünnungsfaktor der Probe (in der Regel Verdünnung 1:4)
C_{Blind}	Konzentration des Blindwertes (Mittelwert) in µg/l in der Messlösung
$f_{vCBlind}$	Verdünnungsfaktor des Blindwertes (in der Regel Verdünnung 1:4)
V_{Lsg}	Volumen der Probelösung in l
V_{Luft}	Probeluftvolumen in m³
η	Wiederfindung

5 Beurteilung des Verfahrens

Die Kenndaten der Methode wurden gemäß DIN EN 482, TRGS 402, DIN EN ISO 21832, ISO 20581 und DIN 32645 ermittelt [5, 8, 9, 10, 11]

5.1 Präzision

Zur Ermittlung der Präzision wurden jeweils sechs Membranfilter mit unterschiedlichen Massen an Beryllium mit den in Abschnitt 1.3 beschriebenen Dotierlösungen dotiert.

Zur Herstellung der Beryllium-Dotierlösung 1 (3,0 mg/l) wurden 300 µl der Beryllium-Plasma-Standardlösung (1000 mg/l) (siehe Abschnitt 1.2) in einen 100-ml-Messkolben, in dem wenige Milliliter der Verdünnungslösung vorgelegt waren (Abschnitt 1.3), pipettiert und bis zur Marke mit Verdünnungslösung aufgefüllt. Die Beryllium-Dotierlösung 2 (1,5 mg/l) wurde analog angesetzt: Dazu wurden 150 µl der Beryllium-Plasma-Standardlösung (1000 mg/l) in einen 100-ml-Messkolben pipettiert und mit Verdünnungslösung bis zur Marke aufgefüllt. Für die Beryllium-Dotierlösung 3 (0,18 mg/l) wurden 3 ml aus der Beryllium-Dotierlösung 1 (3 mg/l) in einen 50-ml-Messkolben pipettiert und mit Verdünnungslösung bis zur Marke aufgefüllt.

Zur Ermittlung der Präzision des 0,1-fachen AGW wurden 40 µl der Beryllium-Dotierlösung 3 (0,18 mg/l) auf die Cellulosenitratfilter dotiert, für den AGW wurden 48 µl der Beryllium-Dotierlösung 2 (1,5 mg/l) dotiert und für den 2-fachen AGW 48 µl der Beryllium-Dotierlösung 1 (3,0 mg/l).

Die Filter wurden 24 Stunden bei Raumtemperatur im Abzug getrocknet und anschließend wie unter Abschnitt 3.1 beschrieben aufgeschlossen, aufgearbeitet und analysiert (siehe Abschnitt 3.2 und 4).

Bei einem Probeluftvolumen von 1200 l entsprechen diese Belegungen den in Tabelle 4 aufgeführten Luftkonzentrationen.

Die Aufschlusslösungen wurden vor der Analytik mittels GFAAS mit der unter Abschnitt 1.3 genannten Verdünnungslösung um den Faktor 4 verdünnt. Zudem wurden zwei unbenutzte Filter als Blindwert dem vollständigen Analysenverfahren unterworfen.

Aus den Ergebnissen wurden die Präzisionsdaten ermittelt, die in Tabelle 4 aufgeführt sind.

Tabelle 4 Präzisionsdaten

Dotierte Masse an Beryllium [µg]	Geprüfte Konzentration* [µg/m³]	Relative Standardabweichung [%]
0,0072	0,006	2,3
0,072	0,06	1,4
0,144	0,12	1,5

* die Konzentration ergibt sich für eine zweistündige Probenahme bei einem Volumenstrom von 10 l/min

5.2 Wiederfindung

Wegen der unterschiedlichen chemischen Zusammensetzung und den unterschiedlichen physikalischen Eigenschaften der Aerosole in verschiedenen Arbeitsbereichen ist keine allgemeingültige Angabe zur Wiederfindung des Gesamtverfahrens möglich.

Die analytische Wiederfindung wird in Bezug auf die oben angegebene Probenvorbereitung gemäß DIN EN ISO 21832 als 100 % definiert (Beschränkung auf diejenigen Metalle und Verbindungen, die im angegebenen System löslich sind) [9].

Zur Überprüfung der beschriebenen Aufarbeitungsmethode in Hinblick auf die analytische Wiederfindung und Reproduzierbarkeit des Verfahrens wurden zertifiziertes Beryllium und zertifizierte Berylliumverbindungen (siehe Abschnitt 1.2) eingesetzt. Die Wiederfindungsversuche wurden mit Beryllium (Beryllium metal basis) und Berylliumoxid durchgeführt (siehe Abschnitt 1.2).

Zur Abdeckung des Mindestmessbereichs wurden die 0,1-fache, die 1-fache und die 2-fache Konzentration des AGW von Beryllium (A-Staub) berücksichtigt. Zusätzlich wurde zur Wiederfindung in diesem Versuch die relative Standardabweichung für jede Konzentration berechnet, die das Maß für die Vergleichspräzision ist. Da diese Konzentrationen im Ultraspurenbereich liegen und somit eine verlässliche Einwaage an Referenzmaterialien schwierig ist, wurde wie folgt vorgegangen:

Es wurden ca. 10 mg der in Tabelle 5 aufgeführten Substanzen auf Cellulosenitratfilter in zwei Teilproben A und B eingewogen, in 25-ml-Aufschlussgefäße überführt und 10 ml des Säureaufschlussgemischs (siehe Abschnitt 1.3) hinzugegeben, mit Siedestäben versehen und zwei Stunden lang unter Rückfluss bei 135 °C Blocktemperatur gekocht. Nach Abkühlen auf ca. 50 °C wurden die Proben mit jeweils 10 ml Reinstwasser über den Luftkühler versehen und nochmals bei 135 °C für ca. 30 Minuten erhitzt. Die auf diese Weise aufbereiteten Lösungen waren optisch partikelfrei. Es wurde auf ein Endvolumen von 20 ml mit Reinstwasser aufgefüllt.

Die so erstellten Reinsubstanzlösungen enthielten eine errechnete Berylliumkonzentration für Beryllium als Metall in der Teilprobe A von 548,90 mg/l und in der Teilprobe B von 518,96 mg/l. Für Berylliumoxid ergab sich eine errechnete Berylliumkonzentration in der Teilprobe A von 194,54 mg/l und in der Teilprobe B von 192,74 mg/l. Diese Lösungen wurden so weit verdünnt, dass sie Berylliumkonzentrationen bei der Analyse von 0,0060 µg/m^3 (entspricht 0,1-fachem AGW, 7,2 ng absolut), 0,06 µg/m^3 (entspricht 1-fachem AGW, 72,0 ng absolut) und 0,12 µg/m^3 (entspricht 2-fachem AGW, 144 ng absolut) entsprachen.

Zusätzlich wurden mindestens zwei unbeaufschlagte Filter (Leerfilter) den vollständigen Analysenverfahren unterworfen. Bei der Berechnung der Ergebnisse war keine Blindwertkorrektur notwendig.

Die quantitative Analyse ergab eine mittlere Wiederfindung für metallisches Beryllium von 100,1 % und für Berylliumoxid von 97,1 %.

Eine Korrektur um die Wiederfindungsrate ist für die hier angegebenen Analyten nicht notwendig.

Die Wiederfindung der oben genannten Referenzmaterialien ist in Tabelle 5 als Mittelwert aufgeführt.

Tabelle 5 Mittlere Wiederfindung von Beryllium für n = 6 Bestimmungen

Geprüfte Substanz	Masse an Beryllium auf dem Filter [ng]	Konzentration an Beryllium [µg/m³]	Mittelwert Wiederfindung [%]	Mittelwert relative Standard-abweichung [%]
Beryllium	7,2	0,006	96,7	1,0
Beryllium	72,0	0,06	101,5	1,3
Beryllium	144,0	0,12	102,2	1,2
Berylliumoxid	7,2	0,006	95,6	2,2
Berylliumoxid	72,0	0,06	96,6	1,7
Berylliumoxid	144,0	0,12	99,2	1,5

5.3 Bestimmungsgrenze

Im Rahmen der Methodenentwicklung wurde die Bestimmungsgrenze in Anlehnung an die in der DIN 32645 genannten Leerwertmethode berechnet [11]. Dazu wurden zehn unbeaufschlagte Membranfilter dem gesamten Aufarbeitungsprozess unterzogen, analysiert und die Messwerte zur Ermittlung der Bestimmungsgrenze herangezogen. Der Mittelwert, der durch die eingesetzten Filter, Reagenzien und Gefäße verursachten Analytblindwerte und die zugehörige Standardabweichung wurden berechnet. Die zehnfache Standardabweichung der Blindwerte in der Messlösung sowie das Aufschlussvolumen von 20 ml, der Verdünnungsfaktor 4 und das Probenahmeluftvolumen von 1,2 m³ werden zur Ermittlung der relativen Bestimmungsgrenze herangezogen.

Für diese Parameter ergibt sich eine relative Bestimmungsgrenze von 0,0013 µg/m³ Beryllium bzw. von 0,0016 µg Beryllium absolut pro Probenträger.

5.4 Lagerfähigkeit

Zur Überprüfung der Lagerfähigkeit beaufschlagter Membranfilter wurden Filterdotierungen mittels der in Abschnitt 1.3 beschriebenen Dotierlösungen durchgeführt.

Die Dotierungen von Beryllium auf Filter und dem Aufarbeitungsverfahren der Proben wurden mit der in Abschnitt 5.1 beschriebenen Vorgehensweise durchgeführt.

Über einen Zeitraum von vier Wochen wurden an jeweils zwei Messtagen jeweils drei Filter dem gesamten Aufarbeitungs- und Analysenverfahren unterworfen. Es zeigte sich, dass die Wiederfindungen im Bereich von 0,006 µg/m^3 bis 0,12 µg/m^3 über den untersuchten Zeitraum stabil waren.

Eine Lagerstabilität für Konzentrationen an Beryllium in der Nähe der Bestimmungsgrenze kann in einem Zeitraum von 14 Tagen garantiert werden. Es wird daher empfohlen, eine Lagerdauer von 14 Tagen nicht zu überschreiten.

5.5 Selektivität

Die Selektivität des Verfahrens hängt vor allem von der Wahl der Wellenlänge sowie der Abwesenheit spektraler Störungen ab.

Bei nichtspektralen Interferenzen wie komplexeren Matrixeffekten empfiehlt sich der Einsatz des Standardadditionsverfahrens. Als Strahlungsquelle sollten nach Möglichkeit elektrodenlose Entladungslampen (EDL) verwendet werden, da diese über eine erheblich höhere Strahlungsflussdichte verfügen als Hohlkathodenlampen (HKL). Die Messungen mit der EDL sind deutlich empfindlicher und liefern zudem ein besseres Signal-Rausch-Verhältnis [12].

Die Belastung des Graphitrohrs bzw. der Graphitplattform in der GFAAS ist stark von der Matrix der zu analysierenden Proben abhängig. Bei unbekannten Probenzusammensetzungen sind längere Ausheizschritte bei höheren Temperaturen erforderlich, die starken Einfluss auf die Lebensdauer der Graphitbauteile haben. Der Zustand der Graphitbauteile muss regelmäßig überprüft werden, z. B. über die Wiederfindung der Kontrollproben.

5.6 Messunsicherheit

Die erweiterte Messunsicherheit wurde unter Abschätzung aller relevanten Einflussgrößen ermittelt. Die Ergebnisunsicherheit umfasst zwei wesentliche Schritte, die Unsicherheitskomponenten der Probenahme und der Analyse.

Für die Abschätzung der Unsicherheitskomponenten des Verfahrens wurde die Unsicherheit in Zusammenhang mit dem Probeluftvolumen und dem Probenahmewirkungsgrad für alveolengängige und einatembare Stäube bestimmt [9].

Die Unsicherheitskomponenten der Analyse umfassen die gesamte analytische Aufbereitung inklusive Aufschluss, Verdünnung, Kalibration, Wiederfindung und Präzision. Die konzentrationsabhängigen Messunsicherheiten der Analyse für dieses Verfahren wurden mittels „QMSys GUM PRO“[2] ermittelt und sind in Tabelle 6 aufgeführt.

Die Kombination aller Unsicherheitsbeiträge führt zu kombinierten Messunsicherheiten des Gesamtverfahrens. Durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor k = 2 erhält man die in Tabelle 6 angegebenen Werte der erweiterten Messunsicherheit (U) für das Gesamtverfahren für die geprüften Berylliumkonzentrationen bei einem Volumenstrom von 10 l/min und einer Probenahmedauer von zwei Stunden.

Tabelle 6 Erweiterte Messunsicherheit U für n = 6 Bestimmungen

Metall	Fraktion	Geprüfte Konzentration [µg/m³]	Erweiterte Messunsicherheit U [%]
Beryllium	A-Fraktion	0,006	18,6
		0,06	17,1
		0,12	16,9
Beryllium	E-Fraktion	0,006	15,4
		0,06	14,6
		0,12	13,5

2 QMSys GUM Professional, Version 18.09.12, Qualisyst GmbH, Gabrovo, Bulgarien; Software basierend auf dem EURACHEM/CITAC Guide „Quantifying uncertainty in analytical measurements“, ISO-Publikation „Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM) [13, 14], entsprechend den Anforderungen von DIN EN ISO/IEC 17025 [15]

5.7 Vergleich des offenen Aufschlusses mit dem mikrowellenunterstützten Druckaufschluss

Im Rahmen der Wiederfindungsversuche dieser Validierung wurde der hier beschriebene offene DFG-Aufschluss mit dem mikrowellenunterstützten Druckaufschluss verglichen, der als alternatives Aufschlussverfahren in der MAK Collection der DFG genannt ist [3, 4]. Dafür wurden für den mikrowellenunterstützten Druckaufschluss ebenfalls ca. 10 mg der in Abschnitt 5.2, Tabelle 5 aufgeführten Substanzen auf Cellulosenitratfilter eingewogen. Die Substanzen wurden mit 10 ml Salpetersäure (65 %, siehe Abschnitt 1.2) versetzt, mit PTFE-Deckeln verschlossen und für 65 Minuten bei 250 °C und 140 bar aufgeschlossen. Die aufgeschlossenen Proben wurden nach dem Abkühlen in 25-ml-Aufschlussgefäße überführt und mit Reinstwasser auf ein Endvolumen von 20 ml aufgefüllt und umgeschüttelt. Die auf diese Weise aufbereiteten Lösungen waren ebenfalls optisch partikelfrei. Die Reinsubstanzlösungen enthielten eine errechnete Berylliumkonzentration für Beryllium als Metall in der Teilprobe A von 518,96 mg/l und in der Teilprobe B von 568,86 mg/l. Für Berylliumoxid ergab sich eine errechnete Berylliumkonzentration in der Teilprobe A von 180,13 mg/l und in der Teilprobe B von 183,73 mg/l. Die Aufschlusslösungen wurden auf die gleiche Weise wie die Aufschlussproben mittels offenen Aufschlussverfahrens verdünnt und analysiert. Die mittlere Wiederfindung für metallisches Beryllium lag bei 99,1 % und für Berylliumoxid bei 95,9 %.

Die Wiederfindungsrate des offenen Konventionsaufschlusses und des mikrowellenunterstützten Druckaufschlusses sind vergleichbar, jedoch zeigen sich beim mikrowellenunterstützten Druckaufschluss schlechtere Variationskoeffizienten (> 5 %). Es wurden keine weiteren Verfahrenskenndaten für den mikrowellenunterstützten Druckaufschluss ermittelt.

6 Literatur- und Quellenverzeichnis

[1] Technische Regeln für Gefahrstoffe 900 (TRGS 900)
Arbeitsplatzgrenzwerte
BArBl. Nr. 1, S. 41 – 55 (2006),
berichtigt: GMBl Nr. 30, S. 626-627 (2023), zuletzt geändert und ergänzt:
GMBl 2024, S. 411-412 [Nr. 21] (vom 17.06.2024)

[2] Technische Regeln für Gefahrstoffe 561 (TRGS 561)
Tätigkeiten mit krebserzeugenden Metallen und ihren Verbindungen
GMBl Nr. 43, S. 786 – 812 (2017)

[3] Pitzke, K., Breuer, D., Hebisch, R., Kirchner, M., Maschmeier, C.-P., Mattenklott, M., Schmitz, A., Schuh, C., Schwank, T., Sonnenburg, R., Timm, K., Hartwig, A.
MAK Commission: Probenahme und Bestimmung von Aerosolen und deren Inhaltsstoffen – Bestimmung von metallhaltigen Staubinhaltsstoffen
In: The MAK Collection for Occupational Health and Safety 2019, Vol. 4, No. 4, Wiley-VCH, Weinheim 2019

[4] IFA Arbeitsmappe Kennzahl 6015
Aufarbeitungsverfahren zur Analytik metallhaltiger Stäube
Erich Schmidt Verlag, Berlin 2018

[5] DIN EN 482:2021-05
Exposition am Arbeitsplatz – Verfahren zur Bestimmung der Konzentration von chemischen Arbeitsstoffen – Grundlegende Anforderungen an die Leistungsfähigkeit
Beuth Verlag, Berlin 2021

[6] DIN EN 481:1993-09
Arbeitsplatzatmosphäre; Festlegung der Teilchengrößenverteilung zur Messung luftgetragener Partikel
Beuth Verlag, Berlin 1993

[7] DGUV Information 213-500
Allgemeiner Teil
DGUV, Berlin 2015
www.dguv.de/publikationen (Webcode: p213500)

[8] Technische Regeln für Gefahrstoffe 402 (TRGS 402)
Ermitteln und Beurteilen der Gefährdungen bei Tätigkeiten mit Gefahrstoffen: Inhalative Exposition
GMBI Nr. 42, S. 898 – 920 (2023)

[9] DIN EN ISO 21832:2020-08
Luft am Arbeitsplatz – Metalle und Metalloide in luftgetragenen Partikeln – Anforderungen an die Evaluierung von Messverfahren
Beuth Verlag, Berlin 2020

[10] ISO 20581:2016-11
Luft am Arbeitsplatz – Allgemeine Leistungsanforderungen an Verfahren zur Messung chemischer Arbeitsstoffe
Beuth Verlag, Berlin 2016

[11] DIN 32645:2008-11
Chemische Analytik – Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze unter Wiederholbedingungen – Begriffe, Verfahren, Auswertung
Beuth Verlag, Berlin 2008

[12] Doerffel, K., Eckschlager, K.
Optimale Strategien in der Analytik
Harri Deutsch, Thun 1981

[13] EURACHEM/CITAC Guide Quantifying uncertainty in analytical measurement – Part 3 (QUAM), 1995

[14] ISO/IEC Guide 98-3:2008-09
Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)
Beuth Verlag, Berlin 2008

[15] DIN EN ISO/IEC 17025:2018-03
Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien
Beuth Verlag, Berlin 2018

Eingereicht durch Katrin Pitzke, Institut für Arbeitsschutz (IFA) der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung, Sankt Augustin.

Erarbeitet und verabschiedet durch die AG Analytik im Sachgebiet „Gefahrstoffe“ des Fachbereichs „Rohstoffe und chemische Industrie“ der DGUV.

Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung e.V. (DGUV)

Glinkastraße 40
10117 Berlin
Telefon: 030 13001-0 (Zentrale)
E-Mail: info@dguv.de
Internet: www.dguv.de