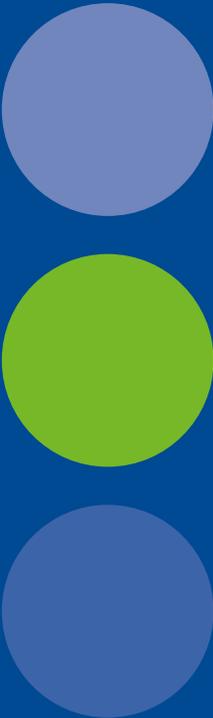


505-31

BGI/GUV-I 505-31

Information



Verfahren zur Bestimmung der Konzentrationen von lungengängigen Fasern in Arbeitsbereichen – Licht- mikroskopisches Verfahren

Von den Unfallversicherungsträgern anerkannte Analysenverfahren zur Feststellung der Konzentrationen krebserzeugender Arbeitsstoffe in der Luft in Arbeitsbereichen

Impressum

Herausgeber:
Deutsche Gesetzliche
Unfallversicherung e.V. (DGUV)

Mittelstraße 51
10117 Berlin
Tel.: 030 288763800
Fax: 030 288763808
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 – Wissenschaftliche Fachreferate
Fachbereich Gefahrstoffe und biologische Arbeitsstoffe
Postfach 10 14 80, 69004 Heidelberg
E-Mail: analytik@bgrci.de

Layout & Gestaltung:
Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung e.V. (DGUV), Medienproduktion

Ausgabe Februar 2014

BGI/GUV-I 505-31 zu beziehen bei Ihrem zuständigen Unfallversicherungsträger
oder unter www.dguv.de/publikationen

Verfahren zur Bestimmung der Konzentrationen von lungengängigen Fasern in Arbeitsbereichen – Lichtmikroskopisches Verfahren

Von den Unfallversicherungsträgern anerkannte Analysenverfahren zur Feststellung der Konzentrationen krebserzeugender Arbeitsstoffe in der Luft in Arbeitsbereichen

Verfahren 01

Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Partikelfilter, Auswertung mit Phasenkontrast-Lichtmikroskop nach Präparation des Filters

Fasern – 01 – Phako

(erstellt: Januar 1991, zurückgezogen: April 2004)

Verfahren 02

Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Partikelfilter – Auswertung mit Lichtmikroskop nach Präparation des Filters

Fasern – 02 – Phako

(erstellt: April 2004, zurückgezogen: März 2013)

Verfahren 03

Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Membranfilter, Auswertung mit Phasenkontrast-Lichtmikroskop nach Präparation des Filters

Fasern – 03 – Phako

(erstellt: März 2013, ersetzt Verfahren BGI 505-31-02 vom April 2004)

Teil dieses Verfahrens sind die im „Allgemeinen Teil“ (BGI/GUV-I 505-0) beschriebenen Anforderungen und Grundsätze.

Eine Übersicht über die aktuellen und zurückgezogenen Analyseverfahren der BGI/GUV-I 505 finden Sie als Download unter <http://analytik.bgrci.de>

Verfahren 03

Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Membranfilter, Auswertung mit Phasenkontrast-Lichtmikroskop nach Präparation des Filters

Erprobtes und von den Unfallversicherungsträgern anerkanntes diskontinuierliches Verfahren zur Bestimmung von lungengängigen Fasern der Länge $L > 5 \mu\text{m}$, der Breite $D < 3 \mu\text{m}$ und des Länge-zu-Breite-Verhältnisses $L/D > 3$ [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 Membranfilter.

Die Auswertung wird mit dem Phasenkontrast-Lichtmikroskop (Phako) nach Präparation des Filters durchgeführt.

Das hier beschriebene Verfahren entspricht dem von der Weltgesundheitsorganisation (WHO) 1997 [1] empfohlenen Verfahren, das in der geänderten EU-Richtlinie über den Schutz der Arbeitnehmer gegen Gefährdung durch Asbest am Arbeitsplatz [2] als europäische Referenzmethode genannt wird. Das Verfahren kann eingesetzt werden, wenn die Gesamtzahl der lungengängigen Fasern von Interesse ist.

Da dieses Verfahren faserspezifische, aber nicht faserartspezifische Informationen liefert, ist in den Fällen, in denen neben der Faseranzahlkonzentration auch das Fasermaterial zu bestimmen ist, die Anwendung des rasterelektronenmikroskopischen Verfahrens BGI/GUV-I 505-46 [3] sinnvoll.

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

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Kurzfassung	7
1 Geräte, Betriebsmittel und Zubehör	8
1.1 Geräte für die Probenahme	8
1.2 Geräte für die Filterpräparation	10
1.3 Geräte für die Auswertung	11
1.4 Betriebsmittel	12
1.5 Zubehör	12
2 Probenahme	13
2.1 Vorbereiten der Messfilter	13
2.2 Durchführen der Probenahme	13
2.3 Abstimmungserfordernisse zwischen Probenahme und Auswertung	15
3 Probenvorbereitung	17
4 Probenauswertung	18
4.1 Allgemeine Verfahrenshinweise	18
4.2 Regeln für die Faserzählung	19
4.3 Berechnen der Faseranzahlkonzentration und Darstellung des Messergebnisses	22
4.4 Auswertbericht	23
4.5 Bildung von Mittelwerten	24
5 Beurteilung des Verfahrens	26
5.1 Messunsicherheit	26
5.2 Nachweisgrenze	27
5.3 Analytische Empfindlichkeit (nach VDI 3492 [8])	28
5.4 Selektivität	28
6 Literatur	29
Anhang 1 Vertrauensbereichsgrenzen für das Zählergebnis	31

Kurzfassung

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

Messprinzip: Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch ein Membranfilter gesaugt. Die abgeschiedenen Fasern der kritischen Abmessungen werden nach Präparation des Filters lichtmikroskopisch gezählt.

Nachweisgrenze: Die Nachweisgrenze ist probenabhängig – unter günstigen Bedingungen (geringe Staubkonzentrationen, kein Grobstaub) liegt sie für ein spezifisches Probeluftvolumen von ca. 34 l/cm^2 bei $30.000 \text{ Fasern/m}^3$, von ca. 68 l/cm^2 bei $15.000 \text{ Fasern/m}^3$.

Ergebnisse werden jedoch bereits oberhalb der analytischen Empfindlichkeit von 10.000 bzw. 5.000 F/m^3 ausgewiesen (siehe Abschnitt 5.3).

Selektivität: Das Verfahren liefert keine faserartspezifischen Ergebnisse, da es lediglich die Faserform berücksichtigt.

Vorteile: Verhältnismäßig geringer apparativer und zeitlicher Aufwand.

Nachteile: Nicht faserartspezifisch.

Sehr dünne Fasern (Faserbreite unter $0,2$ bis $0,25 \mu\text{m}$) werden nicht gesehen.

Apparativer Aufwand: Probenahmeapparatur, Präparationsapparatur, Phasenkontrast-Lichtmikroskop mit Walton-Beckett-Okulareinsatz, Testpräparat HSE/NPL Mark II.

1 Geräte, Betriebsmittel und Zubehör

Zur Durchführung einer Messung nach dem hier beschriebenen Verfahren sind die in den Abschnitten 1.1 bis 1.5 genannten Geräte, Betriebsmittel und Zubehör 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 unbeaufsichtigtes Messfilter angewandt.

1.1 Geräte für die Probenahme

- Probenahmekopf

Dieser besteht im Wesentlichen aus einem zylindrischen Ansaugtubus, einem Filterhalter mit Messfilter mit oder ohne Stützfilter (kein faserhaltiges Material wie z. B. Glasfaserfilter oder Karton) und einem Absaugstutzen. Die praktische Erfahrung zeigt, dass die Verwendung eines Stützfilters in der Regel nicht notwendig ist. 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 muss das 1,5- bis 3,0-fache des effektiven Filterdurchmessers d_{eff} (Durchmesser der durchströmten kreisförmigen Filterfläche) betragen [1]. 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. Ein Beispiel für ein in der Praxis eingesetztes Probenahmegerät zeigt Abbildung 2.

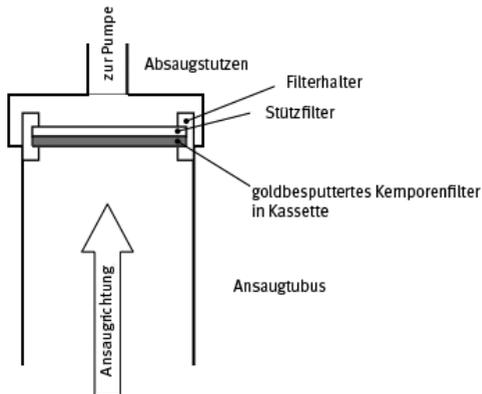


Abb. 1
Prinzipskizze für einen geeigneten Probenahme-
kopf

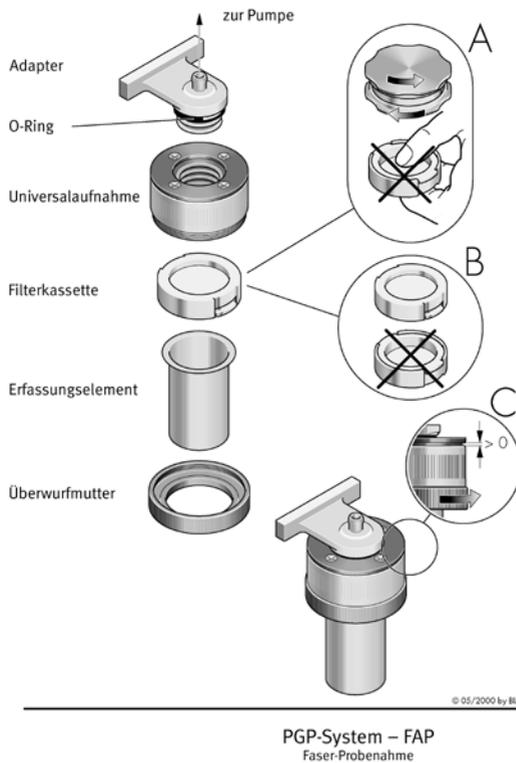


Abb. 2
Probenahmekopf mit
Filterkassette – System
BIA [5]

- Probenahmepumpe

Es ist eine Pumpe zu verwenden, 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

- Aceton-Verdampfungseinrichtung für kleinste Mengen¹⁾,
- ggf. Heizplatte oder Trockenschrank.

¹⁾ Zu beziehen unter: JS Holdings, Unit 6, Leyden Road, Stevenage, Hertfordshire, SG1 2BW, UK.

1.3 Geräte für die Auswertung

Lichtmikroskop (Durchlicht) mit zentrierbarem Phasenkontrastkondensator und achromatischen Phasenkontrastobjektiven, z. B. Fa. Carl Zeiss Jena GmbH, 07745 Jena. Nennvergrößerung: 10 x (oder 12,5 x) für das Okular und 40 x für das Objektiv. Das Objektiv soll eine numerische Apertur zwischen 0,65 und 0,75 aufweisen, die Absorption des Phasenrings soll nicht weniger als 65 % und nicht mehr als 85 % betragen. Das Mikroskop muss mit einer eingebauten Lichtquelle mit Leuchtfeldblende ausgestattet sein, so dass die Köhler-Beleuchtung eingestellt werden kann. Eines der Okulare soll einen Dioptrienausgleich ermöglichen. Ein fokussierbares Okular mit Walton-Beckett-Zählfeldeinsatz für einen Zählfeld-Durchmesser von $(100 \pm 2) \mu\text{m}$ bei Verwendung des Objektivs 40 x. Die Spezifizierung des Okular-Zählfeldeinsatzes nach Walton-Beckett (Referenz-Nr. G-22)²⁾ für die Bestellung erfolgt in Abhängigkeit von dem tatsächlich verwendeten Mikroskop unter exakt den Bedingungen (Objektiv, Okular, Zwischenvergrößerung, Pupillendistanz (bei älteren Mikroskopen)), unter denen ausgewertet wird.

(Hinweis für die Bestellung: Der erforderliche Durchmesser des kreisförmigen Zählfeldes wird wie folgt ermittelt: In das Okular wird ein Okularmaßstab eingelegt und bestimmt, welcher Distanz auf diesem Maßstab $100 \mu\text{m}$ des Objektmikrometers entsprechen. Diese Distanz in mm (sie kann z. B. unter Verwendung eines mit einem Nonius ausgestatteten Kreuztisches unter dem Mikroskop gemessen werden) ist der bei der Bestellung anzugebende Zählfeld-Durchmesser. (Beispiel: 4,50 mm entsprechen $108 \mu\text{m}$; dann entsprechen $100 \mu\text{m}$ $4,50/1,08 = 4,17 \text{ mm}$). Außerdem ist bei der Bestellung die Angabe des Gesamtdurchmessers des Okulareinsatzes erforderlich (z. B. 17 mm).)

Mechanischer Kreuztisch mit Halteklammern und x-y-Verschiebung. Zentrierfernrohr oder Bertrand-Linse als Hilfsmittel zur Justierung des Phasenkontrasts.

²⁾ Zu beziehen unter: Graticules Ltd., Morley Road, Tonbridge, Kent, TN9 1RN, UK.

1.4 Betriebsmittel

Messfilter: Weiße Membranfilter aus Celluloseester mit oder ohne Gitteraufdruck, Porenweite 0,8 µm bis maximal 1,2 µm. Die Filter müssen für die Aufgabenstellung geeignet sein, d. h. durch die Einwirkung von Acetondampf glasklar durchsichtig werden und müssen partikelfrei sein (Blindwert im Mittel nicht mehr als 2 Fasern in 100 Zählfeldern), z. B. alto tec GmbH, 22763 Hamburg.

Unter Umständen Stützfilter (faserfrei, z. B. Membranfilter mit einem mittleren Porendurchmesser $> 5 \mu\text{m}$).

Aceton, Glycerintriacetat (Triacetin).

1.5 Zubehör

Objektmikrometer (Unterteilung in 2 µm oder 10 µm).

Testpräparat HSE/NPL Mark II.³⁾

Pipette, Pinzette, Skalpell, mikroskopische Objektträger, Deckgläschen.

³⁾ Zu beziehen unter: PTR Optics, BioCity Nottingham, Pennyfoot Street, Nottingham, NG1 1GF, UK.

2 Probenahme

2.1 Vorbereiten der Messfilter

Membranfilter einer neuen Charge werden vor ihrer Verwendung für die Probenahme hinsichtlich ihrer Verunreinigung durch faserförmige Partikel überprüft. Dazu werden aus einer neuen Charge wenigstens 2 Filter entnommen, entsprechend Abschnitt 3 präpariert und nach Abschnitt 4 ausgewertet. Die dadurch festgestellte Untergrundverschmutzung soll nicht mehr als 2 faserförmige Partikel je ausgewertetem Filter betragen. Werden auf einem der Filter 3 faserförmige Partikel festgestellt, wird die Prozedur für ein weiteres leeres Filter wiederholt. Werden auf einem Filter 4 oder bei der Wiederholung 3 oder mehr faserförmige Partikel festgestellt, darf die Charge nicht verwendet werden.

Neben der Feststellung der Filterblindwerte sollte sichergestellt werden, dass die verwendeten Geräte und Betriebsmittel sauber sind und keinen Fremdeintrag faserförmiger Partikel verursachen. Chargen mit zu hoher Grundverschmutzung dürfen für die Probenahme nicht verwendet werden.

Das für die Probenahme vorbereitete Messfilter wird so in die Filterhalterung eingelegt, dass es beim Einlegen nicht beschädigt wird und ein dichter Sitz gewährleistet ist. Wird ein Stützfilter verwendet, muss der Messfilter plan aufliegen. Stützgitter dürfen nicht verwendet werden, da es ansonsten zu einer ungleichmäßigen Belegung der Filter kommt. Die Berührung der Filteroberflächen mit bloßen Fingern ist zu vermeiden. Die Filterkassetten werden bereits im Labor bestückt und verschlossen.

2.2 Durchführen der Probenahme

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. Hierbei ist eine Berührung der Filteroberflächen zu vermeiden. Die Probenahme erfolgt mit offener Filterhalterung und nach untenweisendem Ansaugtubus.

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 $0,24 \text{ l}/(\text{cm}^2 \cdot \text{min})$ nicht unterschreiten. Im Einzelfall (z. B. bei hohen Staubkonzentrationen) kann die Filteranströmgeschwindigkeit auf bis zu 2 cm/s abgesenkt werden. Nur wenn keine Grobstaubpartikel in der Luft im Arbeitsbereich erwartet werden, kann empfohlen werden, den spezifischen Volumenstrom zu erhöhen. Dabei ist darauf zu achten, dass das Filter nicht durch den erhöhten Strömungswiderstand deformiert oder beschädigt wird. Die Messung des Probeluftvolumenstroms erfolgt für das komplette Probenahmesystem (mit Messfilter und ggf. Stützfilter bestücktem 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 – das auf dem Filter aufgedruckte Gittermuster (sofern vorhanden) bzw. die weiße Filteroberfläche muss zum Ende der Probenahme noch deutlich sichtbar sein. Zu dichte Filterbelegungen sind nicht quantitativ auswertbar. In der Regel erhält man für eine Probenahmedauer von 2 bis 3 h bei einer Filteranströmgeschwindigkeit von 5 cm/s in Arbeitsbereichen eine auswertbare Filterbelegung. Bei nur geringen Staubkonzentrationen ohne Grobstaubpartikel sind eine Probenahmedauer auch von 8 Stunden und länger oder eine höhere Filteranströmgeschwindigkeit möglich (siehe oben). 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 einer Stunde zu wählen, z. B. bei hohen Staubkonzentrationen, vielen Grobstaubpartikeln. Bei Kurzzeitexpositionen sollte angestrebt werden, denselben Probenträger während mehrerer gleichartiger Kurzzeitphasen einzusetzen, um vertretbare Nachweisgrenzen (siehe Abschnitt 5.2) zu bekommen. Man erhält dann einen Mittelwert für die Kurzzeitexposition. Wenn nur eine einzelne Kurzzeitexposition auftritt, wird empfohlen, diese durch eine Probenahme von mindestens 1 h zu erfassen.

Unmittelbar nach Beendigung der Probenahme werden die Probenahmeeinrichtung abgeschaltet, die Probenahmedauer und die übrigen Daten zur Probenahme 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.

2.3 Abstimmungserfordernisse zwischen Probenahme und Auswertung

Probenahme und Auswertung der Messfilter werden in der Regel entweder durch verschiedene Abteilungen und/oder verschiedene Personen innerhalb der jeweiligen Organisation oder verschiedener Firmen durchgeführt.

Ein Informationsfluss zwischen der probenehmenden und auswertenden Stelle, der über die bloße Mitteilung von Luftvolumen und Probenbezeichnung hinausgeht, ist daher im Zuge der Qualitätssicherung unerlässlich. Weitergehende Informationen umfassen neben den nachfolgend aufgeführten Punkten auch die Art der Messung.

Werden bei der Auswertung Abweichungen, die möglicherweise während der Probenahme aufgetreten sind, erkannt, sind sie unverzüglich der probenehmenden Stelle oder Person mitzuteilen. Dazu gehören z. B.:

- zu geringes Luftvolumen,
- ein undichter Filtersitz,
- fehlerhaft eingelegte Filter,
- inhomogene oder unerwartete Staubbelegungen,
- Nichtauswertbarkeit wegen zu hoher Staubbelegung.

Bei der Probenahme erkennbar auftretende Veränderungen sind dem Labor mitzuteilen, z. B.:

- Staub freisetzende Arbeiten im Umfeld des Probenahmeortes,
- hohe Feuchtigkeit (Arbeiten mit Wasserdampf, -nebel, Spritzwasser),
- Ölnebel oder andere Flüssigkeitsaerosole,
- Manipulationen am Filter (z. B. Berührung der Filteroberfläche).

Im Zuge der Auswertung kann dann geprüft werden, ob am Filter (Filtersitz, Partikel, Faserform und Faserart, Inhomogenitäten) Besonderheiten auftreten.

3 Probenvorbereitung

Das Membranfilter wird erforderlichenfalls mittels eines gekrümmten Skalpells mit abrollendem (wiegendem) Schnitt halbiert (eine Schere sollte nicht verwendet werden) und mit einer Pinzette, die am unbeaufschlagten Filterrand angesetzt wird, mit der staubbeaufschlagten Seite nach oben auf einen sauberen Glasobjektträger so aufgelegt, dass die Gitterlinien (sofern vorhanden) parallel zu den Kanten des Objektträgers liegen. Das Filter wird entsprechend der Bedienungsanleitung für das Aceton-Verdampfungsgerät unter das Acetondampf-Auslassrohr gebracht. Der Acetondampf soll auf das Membranfilter gleichmäßig einwirken, was durch langsames Hin- und Herbewegen des Filters unter dem Auslassrohr erreicht wird. Dabei ist darauf zu achten, die Dampfmenge möglichst gering zu halten⁴⁾. Nach wenigen Sekunden wird das Filter transparent. Mit einer Pipette wird anschließend ein Tropfen Glycerintriacetat auf das Filter aufgebracht, um optimalen Kontrast zu erzielen, und sofort danach ein sauberes Deckgläschen schräg über die Kante aufgelegt. Das Deckgläschen darf nicht auf das Filter gedrückt werden. Nach einigen Stunden ist das Präparat glasklar und kann unter dem Phasenkontrastmikroskop ausgezählt werden. Das Auflösen der Filterstruktur kann auf etwa 15 Minuten verkürzt werden, wenn das Präparat auf ca. 50 °C erwärmt wird (Heizplatte oder Trockenschrank). Soll das Präparat aufbewahrt oder verschickt werden, empfiehlt sich eine Versiegelung der Kanten des Deckgläschens mit z. B. Nagellack. Membranfilter, die hoher Feuchte ausgesetzt waren, sollten vor der Behandlung mit Acetondampf vorsichtig getrocknet werden.

⁴⁾ Die Präparationsmethode sollte mit Blindfiltern geübt werden.

4 Probenauswertung

4.1 Allgemeine Verfahrenshinweise

Das Mikroskop wird entsprechend den Angaben des Mikroskopherstellers justiert, die Köhlersche Beleuchtung eingestellt und die Ringblende des Phasenkontrast-Kondensors auf den Phasenring des Objektivs 40 x zentriert. Der Durchmesser des Walton-Beckett-Zählfeldes muss, bezogen auf das Objekt, (100 ± 2) μm betragen, was mittels eines Objektmikrometers überprüft wird. Bei älteren binokularen Mikroskopen ist zu beachten, dass sich die Vergrößerung mit Veränderung des Augenabstandes ändern kann.

Anschließend wird das Testpräparat HSE/NPL Mark II unter das Mikroskop gelegt und entsprechend der Gebrauchsanleitung ausgewertet. Ausgehend von der Gruppe der dicksten Rillen sollen wenigstens die Rillen der 5. Gruppe noch wahrgenommen werden können (das Präparat enthält 7 Rillengruppen). Dabei ist in der Regel ein leichtes Nachfokussieren erforderlich. Ein Auszählen der einzelnen Rillen ist nicht nötig. Mit diesem Test wird festgestellt, ob das Mikroskop und die Zählperson für die Auswertung geeignet sind.

Das durchsichtige Filterpräparat wird unter das Mikroskop gelegt und die Fokussierung auf die staubbeaufschlagte Filteroberfläche sowie die Köhlersche Beleuchtung nachjustiert. Dies ist nötig, da das Filterpräparat eine andere Dicke hat als das Testpräparat.

Es empfiehlt sich, zunächst das Filter bei reduzierter Vergrößerung (100 x bis 150 x) übersichtsweise abzurastern. Stellt sich dabei heraus, dass die einzelnen Gesichtsfelder deutlich unterschiedliche Belegungen aufweisen (Anhäufungen von Partikeln, „Löchern“ in der Belegung, Inselbildungen), ist das Filter für die quantitative Auswertung nicht geeignet.

Die eigentliche Faserzählung wird bei 400- bis 500-facher Gesamtvergrößerung (Objektiv 40 x, Okular 10 x bis 12,5 x) vorgenommen. Das auf das Filter aufgedruckte Gitter (sofern Filter mit Gitteraufdruck verwendet werden) erleichtert das Finden der Filteroberfläche (Grobfokussieren). Für die Faserzählung selbst ist der Knopf für die Feinfokussierung hin und her zu bewegen, um auch diejenigen Fasern, die im Filterinneren abgeschieden wurden, erkennen zu können. Wurde bei der Filterpräparation zu viel Lösemittel verwendet, was an Verzerrungen des Gitteraufdruckes bzw. des

Filterrandes zu erkennen ist, so ist eine hinreichend sichere und zuverlässige Auswertung der Faserbelegungsichte und somit der Faserzahlkonzentration nicht gewährleistet.

Die Zählfelder werden zufällig auf der auszuwertenden beaufschlagten Filterfläche so ausgewählt, dass eine Bevorzugung des Randbereichs oder des Mittenbereichs vermieden wird. Bewährt hat sich auch das gleichmäßige Mäandern über die auszuwertende beaufschlagte Filterprobe. Die Zählfelder sollten wenigstens 4 mm vom Filterrand entfernt sein. Zählfelder werden verworfen, wenn eine Gitterlinie darin ist oder wenn mehr als 1/8 des Zählfeldes durch Partikelagglomerate oder Luftbläschen (durch nicht sachgerechtes Präparieren verursacht) bedeckt ist.

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 3).
- 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 Partikel angelagert sind oder angelagert zu sein scheinen, werden behandelt, als ob die nicht faserförmigen Partikel nicht vorhanden wären. Es wird jedoch nur die sichtbare Länge der Fasern berücksichtigt, es sei denn, die Fasern gehen durch die Partikel hindurch und scheinen nicht unterbrochen zu sein.
- Fasern, deren beide Enden im Inneren des Zählfeldes liegen, erhalten das Zählgewicht 1, Fasern mit nur einem Ende im Zählfeld erhalten das Zählgewicht $\frac{1}{2}$, 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 aufgespaltene (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 oben genannten Kriterien für Länge, Breite und Länge/Breite-Verhältnis erfüllen. Andernfalls bleibt das Faserbündel unberücksichtigt.
- Es sind insgesamt mindestens 100 Fasern zu zählen oder 100 Zählfelder auszuwerten. Es müssen mindestens 20 Zählfelder ausgewertet werden, auch wenn hierin mehr als 100 Fasern sind.

Abbildung 4 zeigt schematische Beispiele für die Anwendung der Faserzählregeln.

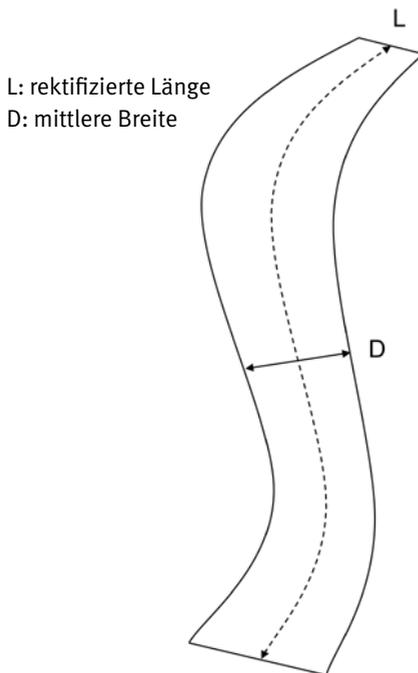


Abb. 3
Ermittlung der Länge und Breite einer Faser

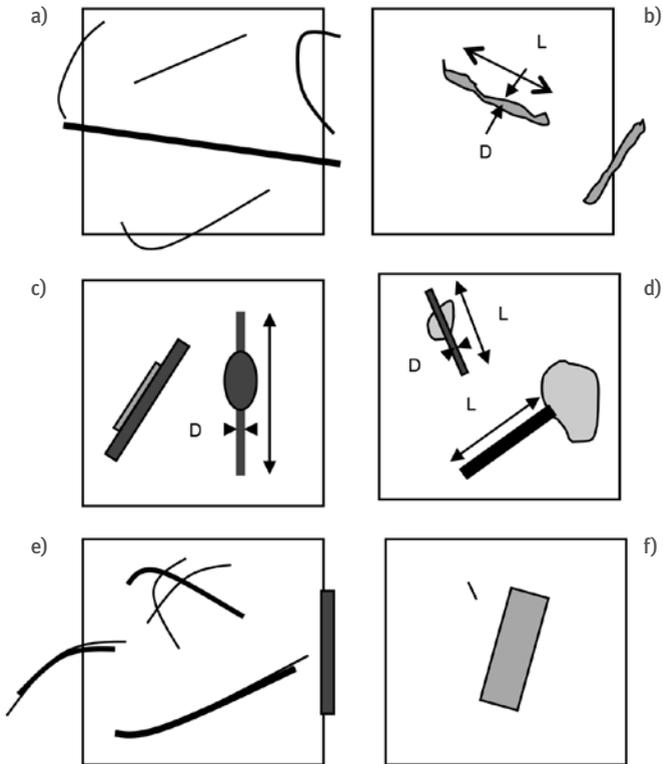


Abb. 4 Beispiele zur Anwendung der Faserzählregeln (die Länge der Bildkante entspricht 38 µm):

- 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 Aufspleißungen 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.

4.3 Berechnen der Faseranzahlkonzentration und Darstellung des Messergebnisses

Die Faseranzahlkonzentration ergibt sich zu

$$C = \frac{n \cdot A}{N \cdot a \cdot V}$$

Hierbei bedeuten:

C = Faseranzahlkonzentration in Fasern/m³

n = nach den Zählregeln ermittelte gewichtete Faserzahl

A = wirksame Filterfläche in mm²

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)

Beim Zählergebnis „Fasern“ ist für die Faseranzahlkonzentration in der Luftprobe als Messergebnis „< analytische Empfindlichkeit“ auszuweisen (siehe Abschnitt 5.3).

Ist das Zählergebnis „1/2 Faser“, so wird es als „1 Faser“ ausgewiesen.

Tabelle 1 stellt beispielhaft die Messergebnisse für Zählergebnisse zwischen 0 und 3 Fasern dar.

Tabelle 1: Messergebnis für Zählergebnisse zwischen 0 und 3 Fasern bei Probenahme unter Standardbedingungen (NWG 15.000 Fasern/m³)

Zählergebnis	Messergebnis [Fasern/m ³]	95%-Vertrauensbereich [Fasern/m ³]
0	< 5.000	0 – 15.000
1/2	5.000	130 – 27.860
1	5.000	130 – 27.860
2	10.000	1.200 – 36.130
3	15.000	3.090 – 43.840

Im Analysenbericht sind das Messergebnis, die Nachweisgrenze (NWG) und der 95%-Vertrauensbereich auszuweisen.

Der relative Abstand der Ober- und Untergrenze des 95%-Vertrauensbereichs vom Messwert hängt allein von der Zahl der gefundenen Fasern ab (siehe auch Anhang 1). Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 5 dargestellt.

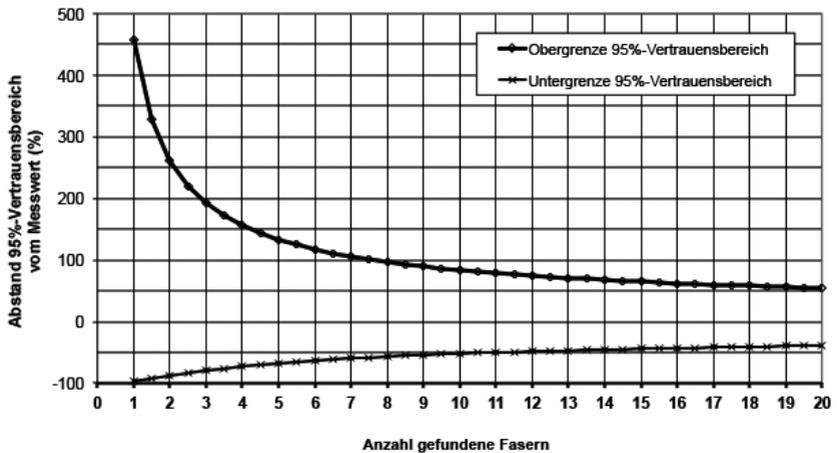


Abb. 5 95%-Vertrauensbereich in Abhängigkeit von der Zahl der gefundenen Fasern (siehe auch Anhang 1)

4.4 Auswertbericht

Es wird empfohlen, während der Auswertung ein Auswertprotokoll zu führen. Dieses ist die Grundlage für die Erstellung des Auswertberichtes.

Der Auswertebericht enthält mindestens:

- Name und Anschrift des Analysenlabors,
- Name und Anschrift des Auftraggebers,
- eindeutige Probenkennzeichnung,
- Daten zur Probenahme (Probenahmeort, Datum und Uhrzeit der Probenahme, Probeluftvolumen, Kennzeichen des Probenträgers),
- Datum der Auswertung,
- Hinweis auf das angewandte Auswerteverfahren (hier: BGI/GUV-I 505-31),
- Name des Sachbearbeiters,
- Auswertergebnis, bestehend aus Faseranzahlkonzentration, Nachweisgrenze und 95%-Vertrauensbereich, Zahl der gefundenen Fasern, Fläche und Anzahl der ausgewerteten Bildfelder, Bemerkungen (z. B. zu Faserbüscheln und Fasern mit $D > 3 \mu\text{m}$).

4.5 Bildung von Mittelwerten

In bestimmten Situationen kann es erforderlich sein, aus zwei oder mehreren Messwerten einen Mittelwert zu bilden (\bar{C}). Hierzu benötigt man die Faserzahl n_i (gefundene Fasern) und das ausgewertete Probeluftvolumen V_i jeder einzelnen Probe. Dafür werden mehrere Einzelwerte zusammengefasst, indem die Faserzahlen n_i und die ausgewerteten Probeluftvolumina V_i aufsummiert werden.

Das ausgewertete Probeluftvolumen V_i einer Probe berechnet sich anhand der ausgewerteten Fläche einer Probe (siehe auch Abschnitt 4.3).

$$V_i = \frac{V \cdot N \cdot a}{A}$$

Es gilt dann

$$\bar{C} = \frac{\sum n_i}{\sum V_i}$$

und für die Nachweisgrenze

$$E = \frac{3}{\sum V_i}$$

Zur Berechnung des 95%-Vertrauensbereiches werden die Werte $\sum n_i$ und $\sum V_i$ verwendet.

5 Beurteilung des Verfahrens

5.1 Messunsicherheit

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

- bei der Probenpräparation (beim Handhaben und Schneiden der Filter, durch unsachgemäße Anwendung des Acetondampfes und des Glycerintriacetates),
- bei der Auswertung (Geräteeinstellung, Auswahl der Zählfelder, Faserzählung),
- bei der Bewertung von Aggregaten aus Fasern und isometrischen Partikeln,
- durch zufallsbedingte Streuungen der Messergebnisse aufgrund der Zählstatistik,
- durch die Verunreinigung der Messfilter (Blindwerte).

Die optimale Faserbelegungsichte liegt im Bereich von etwa 100 bis 1.000 Fasern/mm². Hohe Anteile nicht faserförmiger Partikel beeinträchtigen jedoch die Auswertung, da sie diese stören und Fasern überdecken können. Mehr als 100 Fasern zu zählen verbessert die Präzision nur unwesentlich, darunter wird sie zunehmend schlechter, wie die Tabelle 2 zeigt [1].

Tabelle 2: Typische Variationskoeffizienten (Intralaborwerte) beim Zählen von n Fasern [1]

n	Typischer Variationskoeffizient (%)
5	49
10	37
20	30
50	25
80	23
100	22
200	21

Die Werte in oben stehender Tabelle gelten für erfahrene Auswertepersonen in einem Labor, das Qualitätssicherungsmaßnahmen, z. B. in Form der Durchführung von wiederkehrenden Vergleichszählungen und regelmäßiger Teilnahme an Ringversuchen, anwendet.

Es ist zu beachten, dass gerade bei kurzer Probenahmedauer der Vertrauensbereich der Messwerte sehr groß sein kann.

Der 95%-Vertrauensbereich für die Faseranzahlkonzentration aufgrund der Zählstatistik kann mittels der Poisson-Verteilung abgeschätzt werden (siehe Tabelle im Anhang 1). Zur Berechnung des Vertrauensbereiches werden in der in Abschnitt 4.4 angegebenen Formel die zu der gefundenen Faserzahl n_j gehörenden Vertrauensgrenzen λ_U und λ_O eingesetzt.

5.2 Nachweisgrenze

Die Zählfehler werden umso größer, je weniger Fasern gezählt werden (vergleiche Tabelle 2). Bei einem „wahren“ mittleren Zählwert von 7 Fasern in 100 Zählfeldern werden in etwa 5 % der Fälle Zählungen im Bereich der maximal zulässigen mittleren Grundverschmutzung und darunter gemacht. Daher ist es vernünftig, als Nachweisgrenze etwa 10 Fasern/mm² anzusetzen. Dies entspricht bei einer effektiven Filterfläche von 707 mm² und einem Probeluftvolumen von 240 l etwa 30.000 Fasern/m³. Dieser Wert kann durch höheren Auswerteaufwand und größeres Probeluftvolumen (letzteres nur in dem Maß, in dem die Partikelbelegungsdichte mikroskopisch noch auswertbar ist) abgesenkt werden.

Eine Absenkung der Nachweisgrenze deutlich unter 15.000 Fasern/m³ ist nicht immer sinnvoll, da zumeist mit einem Untergrund von einigen tausend organischen und anorganischen Fasern je m³ zu rechnen ist, der nicht von der konkret interessierenden Faserart unterschieden werden kann [6], [7].

Fasern mit $D < 0,2$ bis $0,25 \mu\text{m}$ (je nach Kontrastverhältnissen) werden mit diesem Verfahren nicht gesehen.

5.3 Analytische Empfindlichkeit (nach VDI 3492 [8])

Unter der analytischen Empfindlichkeit versteht man im Sinne dieses Verfahrens die berechnete Faseranzahlkonzentration in der Luftprobe, die *einer* einzelnen auf der Filterprobe gezählten Faser entspricht (siehe auch VDI 3492 [8] und ISO 14966 [9]).

Der Wert der analytischen Empfindlichkeit ergibt sich, indem in die Formel aus Abschnitt 4.3 für das Zählergebnis der Wert 1 eingesetzt wird.

5.4 Selektivität

Das Verfahren ist faserspezifisch nach den in Abschnitt 4 genannten Kriterien. Eine Unterscheidung der Fasern nach dem Material ist damit nicht möglich – hier müssen Vorinformationen über die am Arbeitsplatz eingesetzten Arbeitsstoffe herangezogen oder andere Analysenverfahren verwendet werden, z. B. [3].

Einige organische Fasern – insbesondere solche tierischen Ursprungs – können durch die Einwirkung des Acetondampfes zu einem mehr oder weniger großen Teil gelöst oder angegriffen werden. Daher muss hierfür diese Methode in geeigneter Weise validiert werden.

Kettenförmige Rauchpartikel (Schweißrauche, Tabakrauch) können irrtümlich als Fasern interpretiert werden.

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] Richtlinie 2003/18/EG des Europäischen Parlaments und des Rates vom 27. März 2003
zur Änderung der Richtlinie 83/477/EWG des Rates über den Schutz der Arbeitnehmer
gegen Gefährdung durch Asbest am Arbeitsplatz
- [3] BGI/GUV-I 505-46
Verfahren zur getrennten Bestimmung der Konzentrationen von anorganischen Fasern
in Arbeitsbereichen – Rasterelektronenmikroskopisches Verfahren
DGUV, Berlin 2013
- [4] BGI 505-30
Verfahren zur Bestimmung der Massenanteile von Chrysotilasbest und Amphibol-
asbesten
Carl Heymanns Verlag, Köln 1991
- [5] Messung von Gefahrstoffen
BIA-Arbeitsmappe, Kennzahl 3030
Erich Schmidt Verlag, Bielefeld 1997
- [6] Rödelsperger, K., U. Teichert, H. Marfels, K. Spurny, R. Arhelger, H.-J. Woitowitz
Measurement of inorganic fibrous particulates in ambient air and indoors with the
scanning electron microscope
IARC Scientific Publications 90, 1989, 361 – 366
- [7] Schneider, T., G. Burdett, L. Martinon, P. Brochard, M. Guillemin, U. Teichert, E. Olsen,
U. Draeger
Ubiquitous fibre exposure in Europe. A pilot study
Eurima Project HSP-05
Hewa Druck, Gladbeck 1995

- [8] VDI 3492
Messen von Innenraumlufiverunreinigungen – Messen von Immissionen – Messen anorganischer faserförmiger Partikel – Rasterelektronenmikroskopisches Verfahren
Beuth Verlag, Berlin 2013

- [9] ISO 14966
Atmosphärische Luft – Bestimmung der Faserzahlkonzentration anorganischer faserförmiger Partikel – Rasterelektronenmikroskopisches Verfahren
Beuth Verlag, Berlin 2002, geändert durch ISO 14966 Technical Corrigendum 1, 2007

Anhang 1

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

x	λ_U	λ_0
22	13,787	33,308
22,5	14,183	33,910
23	14,580	34,511
23,5	14,978	35,111
24	15,377	35,710
24,5	15,777	36,308
25	16,179	36,905
25,5	16,581	37,501
26	16,984	38,096
26,5	17,388	38,690
27	17,793	39,284
27,5	18,199	39,876
28	18,606	40,468
28,5	19,013	41,059
29	19,422	41,649
29,5	19,831	42,238
30	20,241	42,827
30,5	20,652	43,415
31	21,063	44,002
31,5	21,475	44,589
32	21,888	45,174
32,5	22,301	45,760
33	22,716	46,344

x	λ_U	λ_0
33,5	23,130	46,928
34	23,546	47,512
34,5	23,962	48,094
35	24,379	48,676
35,5	24,796	49,258
36	25,214	49,839
36,5	25,632	50,420
37	26,051	51,000
37,5	26,471	51,579
38	26,891	52,158
38,5	27,312	52,736
39	27,733	53,314
39,5	28,154	53,892
40	28,577	54,469
40,5	28,999	55,045
41	29,422	55,621
41,5	29,846	56,197
42	30,270	56,772
42,5	30,694	57,346
43	31,119	57,921
43,5	31,545	58,495
44	31,970	59,068
44,5	32,397	59,641

x	λ_U	λ_0
45	32,823	60,214
45,5	33,250	60,786
46	33,678	61,358
46,5	34,106	61,929
47	34,534	62,500
47,5	34,962	63,071
48	35,391	63,641
48,5	35,821	64,211
49	36,250	64,781
49,5	36,681	65,350
50	37,111	65,919
50,5	37,54	66,49
51	37,97	67,06
51,5	38,40	67,62
52	38,84	68,19
52,5	39,27	68,76
53	39,70	69,33
53,5	40,13	69,89
54	40,57	70,46
54,5	41,00	71,02
55	41,43	71,59
55,5	41,87	72,16
56	42,30	72,72

x	λ_U	λ_0
56,5	42,74	73,29
57	43,17	73,85
57,5	43,61	74,41
58	44,04	74,98
58,5	44,48	75,54
59	44,91	76,11
59,5	45,35	76,67
60	45,79	77,23
60,5	46,22	77,79
61	46,66	78,36
61,5	47,10	78,92
62	47,54	79,48
62,5	47,97	80,04
63	48,41	80,60
63,5	48,85	81,17
64	49,29	81,73
64,5	49,73	82,29
65	50,17	82,85
65,5	50,60	83,41
66	51,04	83,97
66,5	51,48	84,53
67	51,92	85,09
67,5	52,36	85,65

x	λ_U	λ_0
68	52,80	86,21
68,5	53,25	86,77
69	53,69	87,32
69,5	54,13	87,88
70	54,57	88,44
70,5	55,01	89,00
71	55,45	89,56
71,5	55,89	90,11
72	56,34	90,67
72,5	56,78	91,23
73	57,22	91,79
73,5	57,66	92,34
74	58,11	92,90
74,5	58,55	93,46
75	58,99	94,01
75,5	59,44	94,57
76	59,88	95,13
76,5	60,32	95,68
77	60,77	96,24
77,5	61,21	96,79
78	61,66	97,35
78,5	62,10	97,90
79	62,55	98,46

x	λ_U	λ_0
79,5	62,99	99,01
80	63,44	99,57
80,5	63,88	100,12
81	64,33	100,68
81,5	64,77	101,23
82	65,22	101,78
82,5	65,66	102,34
83	66,11	102,89
83,5	66,56	103,44
84	67,00	104,00
84,5	67,45	104,55
85	67,89	105,10
85,5	68,34	105,66
86	68,79	106,21
86,5	69,24	106,76
87	69,68	107,31
87,5	70,13	107,87
88	70,58	108,42
88,5	71,03	108,97
89	71,47	109,52
89,5	71,92	110,07
90	72,37	110,63
90,5	72,82	111,18

x	λ_U	λ_0
91	73,27	111,73
91,5	73,72	112,28
92	74,16	112,83
92,5	74,61	113,38
93	75,06	113,93
93,5	75,51	114,48
94	75,96	115,03
94,5	76,41	115,58
95	76,86	116,13
95,5	77,31	116,68
96	77,76	117,23
96,5	78,21	117,78
97	78,66	118,33
97,5	79,11	118,88
98	79,56	119,43
98,5	80,01	119,98
99	80,46	120,53
99,5	80,91	121,08
100	81,36	121,63

**Deutsche Gesetzliche
Unfallversicherung e.V. (DGUV)**

Mittelstraße 51
10117 Berlin
Tel.: 030 288763800
Fax: 030 288763808
E-Mail: info@dguv.de
Internet: www.dguv.de