

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Bestimmung von Asbest in technischen Produkten
Rasterelektronenmikroskopisches Verfahren

VDI 3866
Blatt 5
Entwurf

Determination of asbestos in technical products –
Scanning electron microscopy method

Einsprüche bis 2015-10-31

- vorzugsweise über das VDI-Richtlinien-Einspruchsportal
<http://www.vdi.de/einspruchsportal>
- in Papierform an
Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN
Fachbereich Umweltmesstechnik
Postfach 10 11 39
40002 Düsseldorf

Inhalt	Seite
Vorbemerkung	2
Einleitung	2
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweise	3
3 Grundlage des Verfahrens	3
4 Geräte, Betriebsmittel und Zubehör	4
4.1 Geräte für die Probenpräparation	4
4.2 Geräte für die Auswertung	4
4.3 Zubehör	4
5 Probenvoruntersuchung und -präparation	4
5.1 Voruntersuchung der kompakten Probe	4
5.2 Probenvorbehandlung	4
5.3 Probenpräparation	5
5.4 Vorgehensweise für ausgewählte Produktgruppen	5
6 Mikroskopische Untersuchung	6
6.1 Probenuntersuchung im REM	6
6.2 Faseridentifizierung mit EDXA	7
6.3 Geräteeinstellungen am REM	10
6.4 Abschätzung des Massenanteils von Asbest	11
7 Analysenprotokoll	12
8 Verfahrensbewertung	12
8.1 Allgemeines	12
8.2 Nachweisgrenze	12
8.3 Messunsicherheit	13
9 Qualitätssicherung	14
10 Anwendungshinweise	14
Anhang Beispiele für REM-Aufnahmen von Materialproben	16
Schrifttum	20

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL
Fachbereich Umweltmesstechnik

Vorbemerkung

Der Inhalt dieser Richtlinie ist entstanden unter Beachtung der Vorgaben und Empfehlungen der Richtlinie VDI 1000.

An der Erarbeitung dieser Richtlinie waren beteiligt:

Knut Berlin, München

Dr. Gisela Binde, Berlin

Dagmar Friedrich-Tietz, Eschborn

Klaus Hermann, Filderstadt

Walter Hiltbold, Basel

Dr. Norbert Höfert, Düsseldorf

Dr. Birgitta Höwing, Bochum

Reiner König, Eschborn

Heinz Kropiunik, Wien

Peter Kunzendorf, Ratingen

Dr. Markus Mattenkloft, St. Augustin

Jan Tempelman, Utrecht

Peter Thomas, St. Augustin

Allen, die ehrenamtlich an der Erarbeitung dieser Richtlinie mitgewirkt haben, sei gedankt.

Eine Liste der aktuell verfügbaren Blätter dieser Richtlinienreihe ist im Internet abrufbar unter www.vdi.de/3866.

Einleitung

Der industrielle Einsatz von Asbest begann bereits in der zweiten Hälfte des 19. Jahrhunderts. Nach der Markteinführung von Asbestzement um 1900 erreichten die verwendeten Asbestmengen in Deutschland im Mittel 20000 bis 30000 Tonnen pro Jahr. Bis zum Jahr 1980 wurde Asbest aufgrund seiner vielfältigen Verwendungsmöglichkeiten in mehr als 3000 verschiedenen Produkten eingesetzt. Von Mitte der 1960er- bis Ende der 1970er-Jahre erreichten die Asbestimporte der Bundesrepublik Deutschland durchschnittlich rund 170000 Tonnen pro Jahr (in der DDR bis zu 70000 Tonnen pro Jahr). Beginnend mit dem Verbot von Spritzasbest im Jahr 1979 (in der DDR bereits 1969) wurde durch immer weiter reichende Herstellungs- und Verwendungsverbote die importierten Asbestmengen bis Mitte der 1990er-Jahre auf nahezu null reduziert. Die Hauptphase der Substi-

tution von Asbest lag im Zeitraum von 1985 bis 1990. Die Verwendung von Asbest in Deutschland ist seit 1993 verboten. Nur bei der Verwendung von natürlichen mineralischen Rohstoffen und im Rahmen von ASI-Arbeiten ist ein Umgang mit asbesthaltigen Materialien unter Beachtung der technische Regeln TRGS 517 und TRGS 519 zulässig.

Die Richtlinienreihe VDI 3866 zur Bestimmung von Asbest in technischen Produkten besteht aus dem Grundlagenblatt zur Messplanung und zur Entnahme und Aufbereitung der Materialproben (VDI 3866 Blatt 1) sowie drei Folgeblättern zur Asbestbestimmung mit den Analysenverfahren IR-Spektroskopie (VDI 3866 Blatt 2), Phasenkontrastmikroskopie (VDI 3866 Blatt 4) und Rasterelektronenmikroskopie (VDI 3866 Blatt 5). VDI 3866 Blatt 3 war ursprünglich für das Verfahren der Röntgendiffraktometrie vorgesehen, wurde wegen eingeschränkter Anwendbarkeit jedoch nicht realisiert.

Alle nicht verfahrensspezifischen Schritte, die der Probenpräparation und Probenanalyse vorausgehen, werden in VDI 3866 Blatt 1 behandelt.

In der vorliegenden Richtlinie wird die qualitative Bestimmung von Asbest einschließlich der Unterscheidung zwischen Chrysotil und Amphibolasbest in Proben von technischen Produkten mithilfe des REM/EDXA-Verfahren (Rasterelektronenmikroskopie/energiedispersive Röntgenanalyse) beschrieben. Dieses Verfahren erlaubt zudem die Abschätzung des prozentualen Asbestmassengehalts der untersuchten Probe.

Wurde in der Vergangenheit bei der Herstellung eines Produkts zur Verbesserung von dessen technischen Eigenschaften Asbest zugemischt, so betrug der Asbestmassenanteil dabei üblicherweise mindestens 1 % (siehe VDI 3866 Blatt 1). In neuerer Zeit geraten Produkte in den Fokus der Untersuchungen, bei denen der Asbestgehalt deutlich kleiner sein kann – bis zu einem Massenanteil von 0,1 %. Dies betrifft z.B. Kleber, Versiegelungen, Spachtelmassen und Estriche sowie gegebenenfalls auch Faserzementplatten, die in der Zeit der Umstellung auf asbestfreie Produkte hergestellt wurden. Weiterhin können zur Herstellung von technischen Produkten natürliche mineralische Materialien eingesetzt worden sein, bei denen Asbest als unerwünschte Beimengung enthalten gewesen sein kann, z.B. bei Talkum oder Vermiculit. Der Asbestmassengehalt liegt in diesen Fällen meist unter 0,1 %.

Mit dieser Richtlinie liegt die Überarbeitung der Richtlinie VDI 3866 Blatt 5 von Oktober 2004 vor

und stellt die Untersuchung und Präparation der häufig sehr komplex vorliegenden Proben wesentlich ausführlicher dar. Weiterhin ist die REM/EDXA-Analytik an die moderne Gerätegeneration (Leichtelementdetektoren) angepasst. Die Illustration des Verfahrens erfolgt durch praxisnahe Beispiele.

1 Anwendungsbereich

Diese Richtlinie legt ein rasterelektronenmikroskopisches Verfahren zum qualitativen Nachweis von Asbest in technischen Produkten, deren Asbestmassenanteil mindestens 1 % beträgt, fest. Durch Aufkonzentrieren der Probe (Säurebehandlung, Veraschung) kann die Nachweisgrenze bei bestimmten Produkten abgesenkt werden. Das Verfahren eignet sich auch zur Abschätzung des prozentualen Asbestmassengehalts des technischen Produkts.

Bild 1 veranschaulicht, welche prozentualen Asbestgehalte in häufig angewendeten asbesthaltigen Produkten zu erwarten sind.

2 Normative Verweise

Das folgende zitierte Dokument ist für die Anwendung dieser Richtlinie erforderlich:

VDI 3866 Blatt 1:2000-12 Bestimmung von Asbest in technischen Produkten; Grundlagen; Entnahme und Aufbereitung der Proben

3 Grundlage des Verfahrens

Mit diesem Verfahren können kompakte oder pulverförmige Proben von technischen Produkten

untersucht werden. Die Proben werden zunächst im Stereomikroskop untersucht, um eine Einschätzung der Produktart und der Beschaffenheit vorzunehmen. Liegt die Probe kompakt vor, werden zunächst deren Bruchflächen daraufhin untersucht, ob Fasern sichtbar sind. Das Ergebnis der Voruntersuchung entscheidet über die weitere Probenbehandlung. Bei einem hohen Gehalt an Fasern kann deren Identifizierung direkt an der kompakten Materialprobe vorgenommen werden (Bruchflächenuntersuchung). Werden nur wenige Fasern gesehen, wie es beispielsweise bei Proben von Rohrisolierungen, Kittungen oder Estrichen der Fall ist, können diese für die Analytik im Rasterelektronenmikroskop (REM) direkt auf den REM-Probenträger extrahiert werden. Werden keine Fasern gesehen, wird die Probe im REM an den Bruchflächen oder, zerkleinert, als Streu- oder Suspensionsprobe untersucht.

Die Untersuchung und Analyse der interessierenden Bereiche der kompakten Probe bzw. der Streuprobe im REM wird bei 50- bis 2000-facher Vergrößerung durchgeführt. Wesentliche Merkmale der morphologischen Beurteilung im REM sind die deutliche Sichtbarkeit einer Längsspaltbarkeit sowie das damit verbundene Aufspießen des Objekts an den Faserenden oder das Vorliegen dünner Fasern ($D < 1 \mu\text{m}$) mit einem großen Länge-Durchmesser(L/D)-Verhältnis. Mit großen L/D -Verhältnissen und dem Auftreten von dünnen Fasern ist jedoch auch bei anderen Fasern wie künstlichen Mineralfasern zu rechnen. Bei Mineralfasern ist jedoch keine Längsspaltbarkeit zu erkennen. In

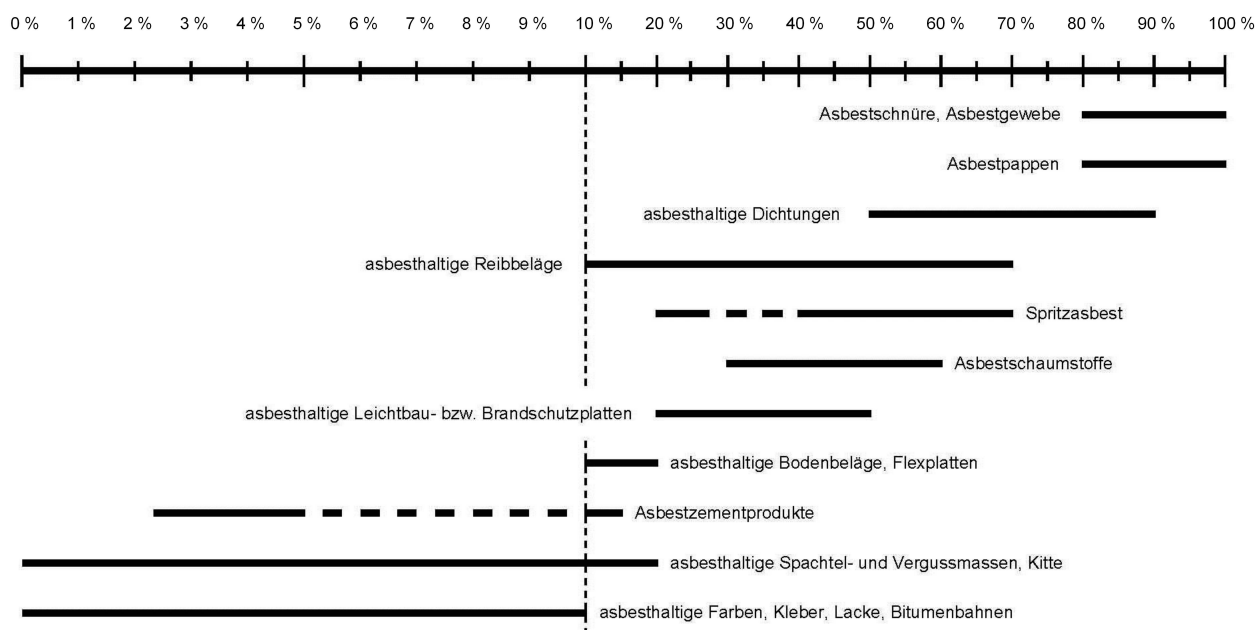


Bild 1. Prozentuale Asbestgehalte in häufig angewendeten asbesthaltigen Produkten