

VEREIN  
DEUTSCHER  
INGENIEURE

Bestimmung von Asbest in  
technischen Produkten  
Rasterelektronenmikroskopisches Verfahren

VDI 3866

Blatt 5 / Part 5

Determination of asbestos in  
technical products  
Scanning electron microscopy method

Ausg. deutsch/englisch  
Issue German/English

*Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung im Bundesanzeiger einem öffentlichen Einspruchsverfahren unterworfen. Die deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.*

*The draft of this guideline has been subject to public scrutiny after announcement in the Bundesanzeiger (Federal Gazette). The German version of this guideline shall be taken as authoritative. No guarantee can be given with respect to the English translation.*

Inhalt	Seite	Contents	Page
Vorbemerkung . . . . .	2	Preliminary note . . . . .	2
Einleitung . . . . .	3	Introduction . . . . .	3
<b>1 Anwendungsbereich . . . . .</b>	<b>4</b>	<b>1 Scope . . . . .</b>	<b>4</b>
<b>2 Grundlage des Verfahrens . . . . .</b>	<b>4</b>	<b>2 Principle. . . . .</b>	<b>4</b>
<b>3 Geräte, Betriebsmittel und Zubehör . . . . .</b>	<b>4</b>	<b>3 Apparatus and accessories . . . . .</b>	<b>4</b>
3.1 Geräte für die Probenpräparation . . . . .	4	3.1 Sample preparation apparatus . . . . .	4
3.2 Geräte für die Auswertung . . . . .	5	3.2 Apparatus for analysis . . . . .	5
3.3 Zubehör . . . . .	5	3.3 Accessories . . . . .	5
<b>4 Probenvorbereitung . . . . .</b>	<b>5</b>	<b>4 Sample preparation . . . . .</b>	<b>5</b>
4.1 Allgemeines. . . . .	5	4.1 General . . . . .	5
4.2 Voruntersuchung der kompakten Probe . . . . .	5	4.2 Preliminary examination of a compact sample . . . . .	5
4.3 Probenvorbehandlung. . . . .	6	4.3 Sample pretreatment . . . . .	6
4.4 Probenpräparation . . . . .	6	4.4 Sample preparation. . . . .	6
<b>5 Mikroskopische Untersuchung . . . . .</b>	<b>7</b>	<b>5 Microscopic examination . . . . .</b>	<b>7</b>
5.1 Probenuntersuchung im REM . . . . .	7	5.1 SEM examination of samples . . . . .	7
5.2 Faseridentifizierung mit EDXA . . . . .	8	5.2 Fibre identification by means of EDXA . . . . .	8
5.3 Geräteeinstellungen am REM . . . . .	9	5.3 SEM instrument settings . . . . .	9
5.4 Abschätzung des Massenanteils von Asbest. . . . .	11	5.4 Estimation of the asbestos percentage . . . . .	11
<b>6 Analysenprotokoll . . . . .</b>	<b>12</b>	<b>6 Analytical record . . . . .</b>	<b>12</b>
<b>7 Verfahrensbewertung. . . . .</b>	<b>14</b>	<b>7 Performance characteristics. . . . .</b>	<b>14</b>
7.1 Allgemeines. . . . .	14	7.1 General . . . . .	14
7.2 Messunsicherheit . . . . .	14	7.2 Measurement uncertainty . . . . .	14
7.3 Nachweisgrenze . . . . .	14	7.3 Limit of detection . . . . .	14
<b>8 Qualitätssicherung . . . . .</b>	<b>15</b>	<b>8 Quality assurance . . . . .</b>	<b>15</b>
<b>Anhang A</b> Flussdiagramm für die Probenuntersuchung . . . . .	16	<b>Annex A</b> Flow diagram for sample investigation . . . . .	17
<b>Anhang B</b> Beispiele für REM-Aufnahmen von Materialproben. . . . .	18	<b>Annex B</b> Examples of SEM micrographs of bulk material samples . . . . .	18
Schrifttum. . . . .	23	Bibliography . . . . .	23

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Arbeitsgruppe Messen anorganischer faserförmiger Partikeln  
Ausschuss Messen von Innenraumluft

## Vorbemerkung

In der Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL – erarbeiten Fachleute aus Wissenschaft, Industrie und Verwaltung in freiwilliger Selbstverantwortung VDI-Richtlinien und DIN-Normen zum Umweltschutz. Diese beschreiben den Stand der Technik bzw. den Stand der Wissenschaft in der Bundesrepublik Deutschland und dienen als Entscheidungshilfen bei der Erarbeitung und Anwendung von Rechts- und Verwaltungsvorschriften. Die Arbeitsergebnisse der KRdL fließen ferner als gemeinsamer deutscher Standpunkt in die europäische technische Regelsetzung bei CEN (Europäisches Komitee für Normung) und in die internationale technische Regelsetzung bei ISO (Internationale Organisation für Normung) ein.

Folgende Themenschwerpunkte werden in vier Fachbereichen behandelt:

### *Fachbereich I*

#### *„Umweltschutztechnik“*

Produktionsintegrierter Umweltschutz; Verfahren und Einrichtungen zur Emissionsminderung; ganzheitliche Betrachtung von Emissionsminderungsmaßnahmen unter Berücksichtigung von Luft, Wasser und Boden; Emissionswerte für Stäube und Gase; anlagenbezogene messtechnische Anleitungen; Umweltschutzkostenrechnung

### *Fachbereich II „Umweltmeteorologie“*

Ausbreitung von Luftverunreinigungen in der Atmosphäre; störfallbedingte Freisetzungen; mikro- und mesoskalige Windfeldmodelle; Wechselwirkung zwischen Atmosphäre und Oberflächen; meteorologische Messungen; angewandte Klimatologie; Lufthygienekarten; human-biometeorologische Bewertung von Klima und Lufthygiene; Übertragung meteorologischer Daten

### *Fachbereich III „Umweltqualität“*

Wirkung von Luftverunreinigungen auf Mensch, Tier, Pflanze, Boden, Werkstoffe und Atmosphäre; wirkungsbezogene Mess- und Erhebungsverfahren; Erfassung und Wirkung mikrobieller Luftverunreinigungen; Olfaktometrie; Umweltsimulation

### *Fachbereich IV*

#### *„Umweltmesstechnik“*

Emissions- und Immissionsmesstechnik für anorganische und organische Gase sowie für Partikel; optische Fernmessverfahren; Messen von Innenraumluftverunreinigungen; Messen von Bodenluftverunreinigungen; Verfahren zur Herstellung von Referenzmaterialien; Prüfpläne für Mess-

## Preliminary note

In the Commission on Air Pollution Prevention of VDI and DIN – Standards Committee KRdL – experts from science, industry and administration, acting on their own responsibility, establish VDI guidelines and DIN standards in the field of environmental protection. These describe the state of the art in science and technology in the Federal Republic of Germany and serve as a decision-making aid in the preparatory stages of legislation and application of legal regulations and ordinances. KRdL's working results are also considered as the common German point of view in the establishment of technical rules on the European level by CEN (European Committee for Standardization) and on the international level by ISO (International Organization for Standardization).

The following topics are dealt with in four subdivisions:

### *Subdivision I*

#### *„Environmental Protection Techniques“*

Integrated pollution prevention and control for installations; procedures and installations for emission control; overall consideration of measures for emission control with consideration given to the air, water and soil; emission limits for dusts and gases; plant-related measurement instructions; environmental industrial cost accounting

### *Subdivision II „Environmental Meteorology“*

Dispersion of pollutants in the atmosphere; emissions from accidental releases; micro- and meso-scale wind field models; interaction between the atmosphere and surfaces; meteorological measurements; applied climatology; air pollution maps; human-biometeorological evaluation of climate and air hygiene; transfer of meteorological data

### *Subdivision III „Environmental Quality“*

Effects of air pollutants on man, farm animals, vegetation, soil, materials, and the atmosphere; methods for the measurement and evaluation of effects; determination of microbial air pollutants and their effects; olfactometry; environmental simulation

### *Subdivision IV*

#### *„Environmental Measurement Techniques“*

Techniques for emission and ambient air measurements of inorganic and organic gases as well as particulate matter; optical open-path measurement methods; measurement of indoor air pollutants, measurement of soil air pollutants; procedures for establishing reference material; test procedures for

geräte; Validierungsverfahren; Messplanung; Auswerteverfahren; Qualitätssicherung

measurement devices; validation procedures; measurement planning; evaluation methods; quality assurance

Die Richtlinien und Normen werden zunächst als Entwurf veröffentlicht. Durch Ankündigung im Bundesanzeiger und in der Fachpresse erhalten alle interessierten Kreise die Möglichkeit, sich an einem öffentlichen Einspruchsverfahren zu beteiligen. Durch dieses Verfahren wird sichergestellt, dass unterschiedliche Meinungen vor Veröffentlichung der endgültigen Fassung berücksichtigt werden können.

The guidelines and standards are first published as drafts. These are announced in the Bundesanzeiger (Federal Gazette) and in professional publications in order to give all interested parties the opportunity to participate in an official objection procedure. This procedure ensures that differing opinions can be considered before the final version is published.

Die Richtlinien und Normen sind in den sechs Bänden des VDI/DIN-Handbuches Reinhaltung der Luft zusammengefasst.

The guidelines and standards are published in the six-volume VDI/DIN Reinhaltung der Luft (Air Pollution Prevention) manual.

## Einleitung

Die Richtlinienreihe VDI 3866 zur Bestimmung von Asbest in technischen Produkten besteht aus dem grundlegenden Blatt 1 zur Messplanung und zur Entnahme und Aufbereitung der Materialproben (VDI 3866 Blatt 1) sowie drei Folgeblättern zur Asbestbestimmung mit den Analyseverfahren IR-Spektroskopie (VDI 3866 Blatt 2), Phasenkontrastmikroskopie (VDI 3866 Blatt 4) und Rasterelektronenmikroskopie.

## Introduction

Guideline series VDI 3866 on the determination of asbestos in technical products consists of the fundamental Part 1 on measurement planning, sampling and sample preparation (VDI 3866 Part 1) and three supplementary parts on determining asbestos using the analytical methods IR spectroscopy (VDI 3866 Part 2), phase-contrast optical microscopy (VDI 3866 Part 4) and scanning electron microscopy.

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

All of the procedural steps which are not method-specific and precede sample preparation and sample analysis are dealt with in Part 1.

In der vorliegenden Richtlinie VDI 3866 Blatt 5 wird die qualitative Bestimmung von Asbest einschließlich der Unterscheidung zwischen Chrysotil und Amphibolasbest in Proben von technischen Produkten mit Hilfe des REM/EDXA-Verfahren (Rasterelektronenmikroskopie/energiedispersive Röntgenanalyse) beschrieben. Dieses Verfahren erlaubt zudem die Abschätzung des Asbestmassengehalts der untersuchten Probe.

This guideline VDI 3866 Part 5 specifies the qualitative determination of asbestos including the differentiation between chrysotile and amphibole asbestos in bulk material samples of technical products using the SEM/EDXA method (scanning electron microscopy/energy dispersive X-ray analysis). Furthermore, this method allows the estimation of the asbestos mass percentage of the investigated sample.

Wurde in der Vergangenheit bei der Herstellung eines Produktes zur Verbesserung der technischen Eigenschaften Asbest zugemischt, so betrug der Asbestmassenanteil dabei üblicherweise mindestens 1 % (siehe VDI 3866 Blatt 1). Es sind nur sehr wenige Ausnahmen bekannt, bei denen der Asbestgehalt geringer sein kann (herab bis zu einem Massenanteil von 0,4 %; dies betrifft z.B. einige Kleber, Versiegelungen, Spachtelmassen und Estriche).

When in the past asbestos was used to improve the technical properties of a product, the mass percentage of asbestos was usually at least 1 % (see VDI 3866 Part 1). There are only a few known exceptions where the asbestos mass content can be less (down to 0.4 %; this relates to, for example, some glues, sealing compounds, fillers and screeds).