

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 2003-08-31

- *vorzugsweise in Tabellenform als Datei per E-Mail an krdl@vdi.de
Die Vorlage dieser Tabellen kann abgerufen werden unter <http://www.vdi-richtlinien.de/einsprueche>*
- *in Papierform an
Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN
Postfach 10 11 39
40002 Düsseldorf*

Inhalt	Seite
Vorbemerkung.....	2
Einleitung	2
1 Anwendungsbereich	2
2 Grundlage des Verfahrens	3
3 Geräte, Betriebsmittel und Zubehör	3
3.1 Geräte für die Probenpräparation	3
3.2 Geräte für die Auswertung	3
3.3 Zubehör	3
4 Probenvorbereitung	3
4.1 Allgemeines.....	3
4.2 Voruntersuchung der kompakten Probe	3
4.3 Probenvorbehandlung.....	3
4.4 Probenpräparation	4
5 Mikroskopische Untersuchung	4
5.1 Probenuntersuchung im REM	4
5.2 Faseridentifizierung mit EDXA	5
5.3 Geräteeinstellungen am REM	5
5.4 Abschätzung des Massenanteils von Asbest	6
6 Analysenprotokoll	7
7 Verfahrensbewertung	7
7.1 Allgemeines.....	7
7.2 Messunsicherheit.....	7
7.3 Nachweisgrenze	7
8 Qualitätssicherung	8
Anhang A Flussdiagramm für die Probenuntersuchung.....	9
Anhang B Beispiele für REM-Aufnahmen von Materialproben	11
Schrifttum.....	16

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL
Arbeitsgruppe Messen anorganischer faserförmiger Partikeln
Ausschuss Messen von Innenraumluf

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. 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 Messgeräte; Validierungsverfahren; Messplanung; Auswerteverfahren; Qualitätssicherung

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.

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

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 Analysenverfahren IR-Spektroskopie (VDI 3866 Blatt 2), Phasenkontrastmikroskopie (VDI 3866 Blatt 4) und Rasterelektronenmikroskopie.

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

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.

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 0,4 %; dies betrifft z.B. einige Kleber, Versiegelungen, Spachtelmassen und Estriche).

1 Anwendungsbereich

Diese Richtlinie legt ein rasterelektronenmikroskopisches Verfahren zum qualitativen Nachweis von Asbest in technischen Produkten, deren As-

bestmassenanteil mindestens 1 % beträgt, fest. Das Verfahren eignet sich zudem zur Abschätzung des Asbestmassengehalts der Probe.

2 Grundlage des Verfahrens

Zur Untersuchung können kompakte oder pulverförmige Proben gelangen. Liegt die Probe kompakt vor, werden zunächst deren Bruchflächen mikroskopisch (Rasterelektronenmikroskop (REM) oder Stereomikroskop) daraufhin untersucht, ob Fasern sichtbar sind. Das Ergebnis dieser Voruntersuchung entscheidet über die weitere Probenbehandlung. Bei einem hohen Gehalt an Fasern kann deren Identifizierung an der kompakten Materialprobe vorgenommen werden (Bruchflächenuntersuchung). Werden nur wenige oder gar keine Fasern gesehen, wird die Probe zunächst pulverisiert und dann untersucht (Pulveruntersuchung).

Die Untersuchung und Analyse der interessierenden Bereiche der kompakten Probe bzw. der Pulverprobe wird bei 50- bis 5.000facher Vergrößerung mit dem REM durchgeführt. Die gefundenen Fasern oder Faserbündel werden mit Hilfe der energiedispersiven Röntgenanalyse (EDXA) identifiziert. Eine begleitende morphologische Beurteilung der Fasern kann zur Bewertung des Analysergebnisses mit herangezogen werden.

Der Asbestmassengehalt kann bei der Pulveruntersuchung visuell abgeschätzt und einer bestimmten Massengehaltsklasse (siehe Abschnitt 5.4.2) zugeordnet werden. Bei der Bruchflächenuntersuchung ist eine Abschätzung des Asbestgehalts nicht sinnvoll.

3 Geräte, Betriebsmittel und Zubehör

3.1 Geräte für die Probenpräparation

Beschichtungsanlage

zum Aufbringen der für die Untersuchung im REM erforderlichen Gold- oder Kohlenstoffschicht auf den Proben

ggf. Stereomikroskop

Vergrößerung ca. 20fach, zur Voruntersuchung der Materialprobe

ggf. Kaltveraschungsanlage

zur Probenvorbehandlung von Proben mit organischer Matrix

3.2 Geräte für die Auswertung

Rasterelektronenmikroskop mit EDXA-Einrichtung
zur morphologischen und mikroanalytischen Untersuchung der Proben

3.3 Zubehör

Pinzetten

zur Handhabung von kompakten Proben bei den verschiedenen Arbeitsgängen

Testpräparate

reale Materialien (z.B. Asbestzement) mit bekanntem Asbestgehalt

Behälter

für die Probenaufbewahrung (z.B. Beutel, Dose), dicht schließend, möglichst durchsichtig

Klebstoffe

z.B. Kohlenstofflack oder „Leit-Tabs“, um die zu untersuchende Probe elektrisch leitend auf dem Probenträger des REM zu fixieren

Material zur Kohlenstoff- oder Goldbeschichtung

geräteabhängig, z.B. Kohlenstoffgarn oder Goldtarget

4 Probenvorbereitung

4.1 Allgemeines

Der Ablauf der Probenuntersuchung ist als Flussdiagramm in Anhang A dargestellt.

4.2 Voruntersuchung der kompakten Probe

Zunächst wird die nach VDI 3866 Blatt 1, Abschnitt 6.3.2, vorbereitete kompakte Probe durch visuelle Inspektion und Betrachtung der Bruchflächen entweder direkt im REM oder vorab im Stereomikroskop zur Festlegung des weiteren Vorgehens untersucht. Werden bei dieser Voruntersuchung Fasern bzw. Faserbüschel in größerem Umfang in der Bruchfläche erkannt, kann die REM-Untersuchung zur Faseridentifizierung an der kompakten Probe erfolgen. Werden keine oder nur sehr wenige Fasern erkannt, muss die Probe zur weiteren Untersuchung zunächst nach Abschnitt 6.3.3.1 von VDI 3866 Blatt 1 pulverisiert werden.

4.3 Probenvorbehandlung

Proben, bei denen Fasern gegebenenfalls in eine organische Matrix eingebunden sind (z.B. Fußbodenbeläge, Bitumen, Farbe), kann eine Probenvorbehandlung erforderlich sein, um diese Fasern freizulegen. Bewährt haben sich folgende Maßnahmen:

- Kaltveraschung zum Anätzen der Probenoberfläche
- Anwendung eines Lösemittels zum teilweisen Ablösen der Matrix (z.B. Xylol für Bitumen)
- Versprühen durch Kälteeinwirkung und anschließendes Zerkleinern