

1. Zweck und Anwendungsbereich

Auf der Grundlage der VDI 3492, bzw. an Arbeitsplätzen gemäß der DGUV-Information 213-546 „Verfahren zur getrennten Bestimmung der Konzentrationen von lungengängigen anorganischen Fasern in Arbeitsbereichen - Rasterelektronenmikroskopisches Verfahren“, wurde von der BAuA (FG 4.5) ein neues Mess- und Analyseverfahren für faserförmige Nanomaterialien entwickelt, welches momentan validiert wird. Das Verfahren ist noch nicht standardisiert. Die Grundlagen sind in dieser SAA aufgeführt.

Angewendet wird die SAA bei der Bestimmung der Expositionen gegenüber nanoskaligen Fasermaterialien an Arbeitsplätzen. Dazu wird mit einem definierten Luftvolumen ein goldbeschichtetes Kernporenfilter mit der staubbeladenen Luft durchströmt. Das Aerosol scheidet sich auf dem Filter ab, das im Anschluss rasterelektronenmikroskopisch analysiert wird. Gewertet werden alle nanoskaligen faserförmigen bzw. -faserhaltigen Objekte mit WHO Dimensionen¹, allerdings mit einem Durchmesser $20 \text{ nm} < D < 3 \text{ }\mu\text{m}$. Mit Hilfe der Probenahmeparameter (Volumenstrom und Sammelzeit) und der gewerteten faserförmigen bzw. faserhaltigen Objekten werden die Faseranzahlkonzentrationen berechnet. Fasern mit $1 \text{ }\mu\text{m} < \text{Länge} < 5 \text{ }\mu\text{m}$ werden in dieser SAA gezählt aber nicht gewertet.

2. Zuständigkeiten

Die Standardarbeitsanweisung gilt für das Staub- und Nanolabor, Standort Berlin innerhalb von Forschungsprojekten. Die vorliegende SAA kann als Grundlage für Standardisierung und Normungsaktivitäten genutzt werden.

3. Beschreibung

3.1 Probenahme an Arbeitsplätzen

Bei den Messungen zur Bestimmung der Faseranzahlkonzentration von nano- und mikroskaligen Faserstäuben handelt es sich bis zur Etablierung eines allgemein anerkannten Standards, um eine **orientierende Messung**, die auf der Grundlage der TRGS 402 durchgeführt wird.

Es werden sowohl stationäre als auch personengetragene Sammelsysteme zur Messung eingesetzt. Die personengebundene Probenahme mit dem PGP-FAP (37 mm Kernporenfilter) erfolgt entsprechend der SAA „Arbeitsplatzmessungen mit dem PGP-FAP“. Die personengebundene Probenahme mit dem Probenahmekopf gemäß VDI 3492 (25 mm Kernporenfilter) wird analog durchgeführt. Bei der personengebundenen Probenahme werden Pumpen der Firma Gilian eingesetzt.

Für die stationären Messungen stehen die Probenahmegeräte PNA 3000 der Firma APC Analytics sowie die BPP 4-8 der Firma biomess Ingenieurbüro GmbH zur Verfügung. Weitere Probenahmepumpen, bei denen eine automatische Regelung des Volumenstroms gewährleistet ist, können ebenfalls eingesetzt werden. Insbesondere sind die Pumpen für die Expositionsmessung nano- und mikroskaliger Faserstäube geeignet, die leicht zu reinigen sind und eine ausreichende Pumpenleistung besitzen, um Messungen mit Kernporenfiltern mit einem Durchmesser von 25 mm und 400 nm Porenweite zu gewährleisten. Im Übrigen gelten die Bestimmungen in der SAA „Arbeitsplatzmessungen mit dem PGP-FAP“.

Derzeit werden goldbedampfte Kernporenfilter mit $0,4 \text{ }\mu\text{m}$ Porenweite und einem Durchmesser von 25 mm (Herstellerangabe) der Firma APC eingesetzt.

Für nanoskalige Faserstäube gilt: Die Probenahmedauer und das Probenahmenvolumen müssen unter Berücksichtigung der Staubkonzentrationen vor Ort so gewählt werden, dass hohe Luftvolumen pro Filterfläche ausgewertet werden können und damit die geforderte analytische Nachweisgrenze erreicht wird ($< 10.000 \text{ F/m}^3$, bevorzugt unter 1.000 F/m^3).

Üblicherweise werden Hintergrundmessungen, d.h. Messungen ohne Aktivitäten mit Fasermaterialien, durchgeführt. Diese Messungen werden aktiv gestartet, d.h. bei Beginn der Hintergrundmessungen wird

¹ WHO-Kriterien für kritische Fasern: Durchmesser $D < 3 \text{ }\mu\text{m}$, Länge $L > 5 \text{ }\mu\text{m}$, Verhältnis $D:L > 3:1$

	<h2 style="margin: 0;">Standardarbeitsanweisung</h2> <p style="margin: 0;">Messung nano- und mikroskaliger Fasermaterialien in der Luft an Arbeitsplätzen – Probenahme und REM Auswertung</p>	Dokument: REM AP Datum: 05.08.2021 erstellt: D. Bäger Revision: 1.1 Seite: 2 von 8
---	---	--

aktiv mögliches abgelagertes Material aufgewirbelt. Somit können Ablagerungen bzw. Kontaminationen im Umfeld des zu bemessenden Arbeitsbereiches bestimmt werden.

3.2 Präparation der Filterproben

Die goldbedampften Kernporenfilter werden unter der örtlichen Absaugung auf einen Probenhalter für die REM Analyse präpariert. Kernporenfilter mit 37 mm Durchmesser müssen zunächst auf die geeignete Größe des Probentellers zugeschnitten werden. Kernporenfilter mit 25 mm Durchmesser werden nicht weiter zugeschnitten.

3.3 Rasterelektronenmikroskopische Auswertung

Die Arbeitsbedingungen am REM, die Zählregeln sowie das Klassifizierungsschema für die Expositionsbewertung erfolgt nach der mit IFA und SUVA abgestimmten vorläufigen Konvention (Gefahrstoff – Reinhaltung der Luft, 78 (2018) Heft 5 und 6).

Im REM erfolgt zunächst die Aufnahme von mindestens einem Übersichtsbild des Filters, um Aussagen z.B. hinsichtlich Beschädigung, Inhomogenität oder groben Schmutzpartikeln zu treffen. Auffälligkeiten sind im REM Laborbuch zu dokumentieren.

Danach erfolgt die eigentliche Auswertung am REM (Hitachi SU8230), mittels der Tisch Navigationssoftware „TiNa“. Für die Auswertung der Sammelproben wird innerhalb der „TiNa“ ein Projekt erstellt, in dem, in Abhängigkeit von den Probenahmebedingungen, entsprechend viele Bildaufnahme positionen auf der Probe zufällig erzeugt werden. Nach Einmessung der Probe werden die zufällig erzeugten Stellen nacheinander mittels „TiNa“ angefahren. Die erste Bildaufnahme erfolgt manuell mit den notwendigen Aufnahme parametern. Für die Bedienung von „TiNa“ existiert eine Bedienungsanleitung des Softwareherstellers, die regelmäßig aktualisiert wird.

Um den Zeitbedarf gering zu halten, werden möglichst große REM-Aufnahmen erstellt, vorzugsweise 20 MPixel große Bilder. Die Kantenlänge eines Pixels des REM-Bildes muss an die Strukturdimension der zu analysierenden Partikel oder Fasern angepasst werden. Sie sollte mindestens dem Durchmesser der dünnsten relevanten Faser entsprechen, um alle relevanten Fasern verlässlich zählen zu können. Der geforderte untere Durchmesser von mindestens 20 nm sollte sicher erkannt werden können.

Aktuell wird das REM mit folgenden Messeinstellungen betrieben:

- Beschleunigungsspannung: 3 kV
- Arbeitsabstand: 6 mm
- Bildpunkte: 5120 x 3840 Pixel, entspricht einer Bildgröße von ca. 20 MPixel
- Punktauflösung (Pixelgröße): 8,3 nm

Unter Beachtung eines 95%-Vertrauensintervalls wird die Bildanzahl der am REM zu analysierenden Bilder so gewählt (Einstellung „TiNa“), dass die analytische Nachweisgrenze unter 10.000 F/m³ liegt, bevorzugt unter 1.000 F/m³. Entscheidend ist dabei das ausgezählte effektive Luftvolumen (zur Berechnung wird die Excel Vorlage *REM-Nachweisgrenze für Filterproben 20180724_auto_ok.xlsm* verwendet (Q:\fb_4\fb45\REM-Bilder\Allgemein\REM-Nachweisgrenze für Filterproben 20180724_auto_ok.xlsm).

Da sich für die spätere Bildauswertung das Einblenden der Skala und des Vergrößerungsfaktors als störend herausgestellt hat, wird nur das erste Bild mit eingblendeten Informationen gespeichert, jedoch nicht für die Auswertung berücksichtigt. Die übrigen Bilder werden ohne Beschriftung aufgenommen.

Die Probenkennzeichnung bzw. Bildbezeichnung und Bildrückverfolgbarkeit erfolgt gemäß Abschnitt 3.2 der Verfahrensanweisung „Probenkennzeichnung und Rückverfolgbarkeit“.

Die Auswertung bzw. Zählung der Fasern erfolgt auf der Grundlage der gespeicherten digitalen Bilder. Werden WHO-analoge Faserobjekte erkannt und können nicht allein aufgrund ihres auf dem Bild erkennbaren morphologischen Charakters als gehandhabtes Material identifiziert werden, erfolgt eine zusätzliche Analyse am REM mit EDX und/oder höherer Auflösung. Ein dafür nötiges wiederholtes Anfahren der Probenposition ist durch die BAuA Software für die REM-Tischnavigation möglich.

3.4 Auswertung der Expositionsmessungen

Für die Auswertung der digitalisierten Bilder hinsichtlich der Faserzählung bzw. deren Morphologie steht die Software „FibreDetect“ zur Verfügung. Handhabung und Auswertungsablauf wird in der SAA „Charakterisierung von faserförmigen (Nano)Materialien mittels FibreDetect“ beschrieben. Die in Tabelle 1 und 2 gezeigten Fasermorphologiekategorien werden gezählt sowie vermessen und im Exportfile hinsichtlich der Dimensionen gelistet. Kritische WHO Morphologien werden markiert. Größenkategorien und Bezeichnungen der verschiedenen Klassen von nanoskaligen faserförmigen bzw. -faserhaltigen Objekten mit einem Durchmesser $D < 3 \mu\text{m}$ sind in Tabelle 1 aufgeführt. Die konkreten Zählregelungen werden in Abschnitt 3.4.2 beschrieben.

3.4.1 Kategorisierung der Fasern

Die Kategorisierung der verschiedenen Morphologien von Fasern wird entsprechend Tabelle 1 durchgeführt. Beispiele folgen in Tabelle 2.

Tabelle 1: Größenkategorien und Bezeichnungen der verschiedenen Klassen von nanoskaligen faserförmigen bzw. -faserhaltigen Objekten mit einem Durchmesser $0,02 \mu\text{m} < D < 3 \mu\text{m}$.

	Individuelle Objekte		Faser-Cluster	Faser-Agglomerate	
	Form und Fläche des Partikels erkennbar	Verlauf von Faser-Anfang bis Ende verfolgbar	Teilweise auszählbar agglomerierte Objekte	Nicht-auszählbar agglomerierte Objekte	
Low-Aspect Ratio $L:D < 3:1$	LARPO Individuelles Partikelobjekt 		LARFC Teilweise auszählbar agglomerierte Objekte mit kollektivem LAR 	LARFA Nicht-auszählbar agglomerierte Objekte mit kollektivem LAR 	Low-Aspect Ratio $L:D < 3:1$
	High-Aspect Ratio $3:1 \leq L:D$ $20 \text{ nm} \leq D \leq 3 \mu\text{m}$	HARFO Individuelles HAR-Faserobjekt 	HARFC Teilweise auszählbar agglomeriertes Objekt mit kollektivem HAR 	HARFA Nicht einzeln auszählbar agglomeriertes Objekt mit kollektivem HAR 	High-Aspect Ratio $3:1 \leq L:D$ $20 \text{ nm} \leq D \leq 3 \mu\text{m}$
WHO-analoge AR $3:1 \leq L:D$ $20 \text{ nm} \leq D \leq 3 \mu\text{m}$		WHOFO Individuelles WHO-analoges Faserobjekt 	WHOFC Teilweise auszählbar agglomeriertes Objekt mit kollektivem, WHO-analogen Aspektverhältnis 	WHOFA Nicht einzeln auszählbar agglomeriertes Objekt mit kollektivem, WHO-analogen Aspektverhältnis 	WHO-analoge AR $3:1 \leq L:D$ $20 \text{ nm} \leq D \leq 3 \mu\text{m}$
	Zählregeln	LARPOs ignorieren!		LAR-/HAR-/WHOFCs an sich ignorieren!	LARFAs mit $L \leq 1 \mu\text{m}$ ignorieren!
		HARFOs mit $L \leq 1 \mu\text{m}$ erwähnen! HARFOs mit $1 < L < 5 \mu\text{m}$ separat zählen!	HARFOs in LAR-/HAR-/WHOFC mit $L \leq 1 \mu\text{m}$ erwähnen! HARFOs in LAR-/HAR-/WHOFC mit $1 < L < 5 \mu\text{m}$ separat zählen!*	HARFAs mit $L \leq 1 \mu\text{m}$ erwähnen! HARFAs mit $1 < L < 5 \mu\text{m}$ separat zählen!	
		WHOFOs zählen!	WHOFOs in LAR-/HAR-/WHOFC zählen!*	WHOFAFs zählen!	
*: Für die in einem Cluster maximal auszählenden Fasern kann eine Obergrenze festgelegt werden.					

Tabelle 2: Beispielbilder für die morphologische Unterscheidung nanoskaliger faserhaltiger bzw. faserförmiger Objekte.

Kategorie LARFA		
Agglomerate mit Aspektverhältnis kleiner 3:1		
Als Einzelfaser zählbare und längenbestimmbare Objekte mit einer rektifizierten Länge von 1 bis 5 µm		Agglomerate mit Aspektverhältnis größer 3:1 und einer Länge von 1 bis 5 µm
Kategorie HARFO	Kategorie HARFC	Kategorie HARFA
Als Einzelfaser zählbare und längenbestimmbare Objekte mit einer rektifizierten Länge größer als 5 µm		Agglomerate mit Aspektverhältnis größer 3:1 und einer Länge größer als 5 µm
Kategorie WHOFO	Kategorie WHOFC	Kategorie WHOFA

3.4.2 Zählung der Fasern

Nachdem die gefundenen Objekte mittels FibreDetect vermessen und kategorisiert wurden, kann mithilfe des Exportfiles die Anzahl der Objekte in den verschiedenen Kategorien nach Tabelle 2 ausgegeben werden.

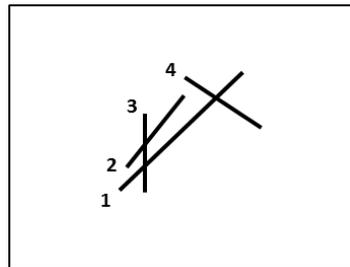
Für die Ermittlung der Konzentration von nanoskaligen faserförmigen Partikeln gemäß der zuvor beschriebenen Klassierung werden die folgenden Zählregeln angewandt:

- Als Faser bzw. faserförmiges Agglomerat im Sinne dieser Regel wird jedes Objekt gezählt, das
 - eine mittlere Breite $20 \text{ nm} < D < 3 \text{ µm}$ und ein Länge/Breite-Verhältnis $L:D > 3:1$ aufweist sowie
 - eine Länge $1 \text{ µm} \leq L \leq 5 \text{ µm}$
→ kurzes Nanofaser-Objekt (F_{HAR}) oder -Agglomerat (A_{HAR}) oder

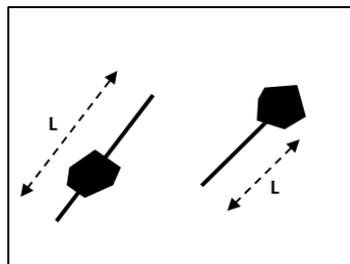
- eine Länge $L > 5 \mu\text{m}$ aufweist
→ WHO-analoges Nanofaser-Objekt (F_{WHO}) oder -Agglomerat (A_{WHO})

Als Länge L gilt dabei die rektifizierte Länge, als Breite D die mittlere Breite einer Einzelfaser bzw. eines Agglomerats.

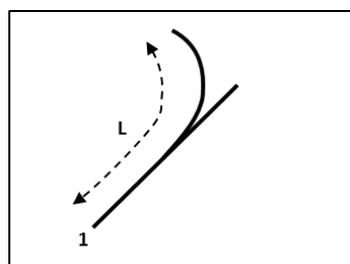
- Fasern mit einer Länge $L < 1 \mu\text{m}$ werden nicht gezählt aber im Bericht erwähnt
→ sehr kurze Nanofasern.
- Einander überlappende oder überkreuzende Fasern (Faserbündel) werden einzeln gezählt, sofern dies möglich ist.



- Überlappen sich so viele Fasern, dass sie nicht einzeln gezählt werden können, so wird das Faserbündel als ein faserförmiges Agglomerat gezählt, wenn seine Gesamtdimensionen die oben genannten Kriterien für Länge L , die mittlere Breite des gesamten Objekts $D < 3 \mu\text{m}$ und das Länge-zu-Breite-Verhältnis $L:D$ erfüllen.
- Bei Einzelfasern und Faseragglomeraten werden die Breite und die gemessene rektifizierte Länge angegeben. Bei Agglomeraten wird für die Vermessung der Länge der längste mögliche Pfad gewählt.
- Für nichtfaserförmige Agglomerate mit $L:D < 3$ werden mithilfe eines Polygonzugs bei FibreDetect die projizierte Fläche sowie der Umfang bestimmt.
- Ausbauchungen (wie sie beispielsweise durch Harz oder Binder bei künstlichen Mineralfasern auftreten können) werden ignoriert.
- 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.



- Eine Faser, die an einer oder mehreren Stellen ihrer Länge kompakt und ungeteilt erscheint, sich aber an anderen Stellen in separate Fasern zu teilen scheint (aufspießt), wird als 1 Faser angesehen. Für die Längenbestimmung wird der längste Pfad gewählt. Ihre Breite wird im nicht aufgespießten Teil gemessen.



 <p>Bundesanstalt für Arbeitsschutz und Arbeitsmedizin</p>	<p>Standardarbeitsanweisung</p> <p>Messung nano- und mikroskaliger Fasermaterialien in der Luft an Arbeitsplätzen – Probenahme und REM Auswertung</p>	<p>Dokument: REM AP Datum: 05.08.2021 erstellt: D. Bäger Revision: 1.1 Seite: 8 von 8</p>
---	--	---

Das Ergebnis der Konzentrationsberechnung wird als Kopie im entsprechenden Ordner der Arbeitsplatzmessung hinterlegt.

3.5 Messbericht

Zu den Arbeitsplatzmessungen sind Messberichte anzufertigen. Eine Vorlage und Beispielmessberichte sind aufgeführt unter:

Q:\fb_4\fb45\Arbeitsplatzmessungen

4. Mitgeltende Unterlagen

- Verfahrensanweisung „Probenkennzeichnung und Rückverfolgbarkeit“
- Verfahrensanweisung „Überwachung von Mess- und Prüfmitteln“
- Verfahrensanweisung „Qualitätsaufzeichnungen und QM-Dokumente“
- SAA „Arbeitsplatzmessungen mit dem PGP-FAP“
- SAA „Charakterisierung von faserförmigen (Nano-) Materialien mittels FibreDetect“
- Bedienungsanleitung „TiNa“
- Formblatt Probennahmeprotokoll