

DIN ISO 15767

ICS 13.040.30

Ersatz für
DIN ISO 15767:2004-02**Arbeitsplatzatmosphäre –
Kontrolle und Charakterisierung der Unsicherheit beim Wägen von
gesammelten Aerosolen (ISO 15767:2009)**

Workplace atmospheres –
Controlling and characterizing uncertainty in weighing collected aerosols
(ISO 15767:2009)

Air des lieux de travail –
Contrôle et caractérisation de l'incertitude de pesée des aérosols collectés
(ISO 15767:2009)

Gesamtumfang 31 Seiten

Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG) im DIN

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Begriffe	6
3 Instabilität der Masse — Ursachen und Minimierung	8
3.1 Allgemeines	8
3.2 Feuchtigkeitsaufnahme	8
3.3 Elektrostatische Effekte	9
3.4 Auswirkungen durch flüchtige Verbindungen (außer Wasser)	9
3.5 Beschädigung durch Handhabung	10
3.6 Veränderungen durch Auftrieb	10
4 Korrektur der Instabilität der Masse durch Verwendung von Blindproben	10
4.1 Allgemeines	10
4.2 Mindestanzahl an Blindproben	11
4.3 Dauer und Abfolge der Wägung	11
4.4 Dauer der Konditionierung	11
4.5 Lagerbeständigkeit	11
5 Transport von Sammelprobenträgern mit gesammelten Aerosolproben zum Labor	12
5.1 Allgemeines	12
5.2 Empfohlene Verpackung	12
6 Wägeeinrichtung und Wägeverfahren	13
6.1 Waage	13
6.2 Empfohlene Kontrollen des Umgebungsklimas	13
6.3 Weitere Anforderungen an die Einrichtungen	14
6.4 Wägeverfahren	14
7 Empfehlungen hinsichtlich der Angabe der ermittelten Masse in Bezug auf LOD und LOQ	14
8 Schätzung der Unsicherheit des analytischen Verfahrens der Wägung von Aerosol-Sammelprobenträgern	15
8.1 Einleitung	15
8.2 Über eine erweiterte Zeitspanne innerhalb des Labors erhaltener Schätzwert der Standardabweichung s_W	15
9 Maßnahmen, die die Gültigkeit der vorher bestimmten Messunsicherheit sicherstellen	16
9.1 Fortgesetzte Bestimmung der Vergleichpräzision des Labors	16
9.2 Beteiligung an der Leistungsprüfung des Labors	16
9.3 Selbstüberprüfung des Labors im Hinblick auf die Wägeunsicherheit	16
Anhang A (normativ) Unsicherheitskomponente beim Wägen des gesammelten Aerosols	17
Anhang B (informativ) Interpretation der Nachweisgrenze (LOD) und der Bestimmungsgrenze (LOQ)	21
Anhang C (informativ) Beispiel für eine Verfahrensbewertung	23
Anhang D (normativ) Prüfung der Transportintegrität	24
Anhang E (informativ) Überprüfung der Wägeunsicherheit	26
Anhang F (informativ) Unsicherheit der Waage	27
Literaturhinweise	29

Nationales Vorwort

Die zugrunde liegende Internationale Norm ISO 15767:2009 wurde vom Unterkomitee SC 2 „Workplace atmospheres“ (Sekretariat: ANSI, USA) des Technischen Komitees ISO/TC 146 „Air quality“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) ausgearbeitet.

Die unveränderte Übernahme der Internationalen Norm ISO 15767:2009 ins Deutsche Normenwerk wurde auf der 27. Sitzung des NA 095-03-01-01 AK „Staub“ am 5. März 2009 beschlossen.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Für die in diesem Dokument zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen:

ISO 7708 siehe DIN ISO 7708

Alternativ zu DIN ISO 7708 wird die Anwendung der Norm DIN EN 481, *Arbeitsplatzatmosphäre — Festlegung der Teilchengrößenverteilung zur Messung luftgetragener Partikel* empfohlen.

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 15767:2004-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Normtitel geändert und Abschnitt „Normative Verweisungen“ gestrichen;
- b) originalsprachige Benennungen im Abschnitt „Begriffe“ ergänzt;
- c) Schätzung der Unsicherheit des analytischen Verfahrens der Wägung von Aerosol-Sammelproben-trägern neu aufgenommen;
- d) Maßnahmen, die die Gültigkeit der vorher bestimmten Messunsicherheit sicherstellen, neu aufgenommen;
- e) Anhang A im Hinblick auf die Unsicherheitskomponente beim Wägen des gesammelten Aerosols überarbeitet;
- f) informative Anhänge zur Überprüfung der Wägeunsicherheit und zur Unsicherheit der Waage neu aufgenommen;
- g) Norm redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN ISO 15767: 2004-02

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 7708, *Luftbeschaffenheit — Festlegung von Partikelgrößenverteilungen für die gesundheitsbezogene Schwebstaubprobenahme*

Arbeitsplatzatmosphäre — Kontrolle und Charakterisierung der Unsicherheit beim Wägen von gesammelten Aerosolen

Einleitung

Die Bewertung von Gefährdungen durch luftgetragene Aerosole an Arbeitsplätzen erfordert die Probenahme auf einem Sammelprobenträger und die anschließende Analyse des gesammelten Materials. Das Gewicht des Sammelprobenträgers ist im Allgemeinen um ein Vielfaches (10 bis 20 Mal oder mehr) größer als das der Aerosolprobe. Das Wägen der Aerosolprobe ist folglich eigentlich das Differenzwägen des Probenträgers, wobei es sich bei der Aerosolprobe im Wesentlichen um eine Störgröße des Probenträgers handelt. Das Ergebnis ist im Allgemeinen eine geschätzte Konzentration eines Gefahrstoffes in der Luft. Die Unsicherheit bei diesen Schätzungen hängt von mehreren Faktoren ab, u. a. von der angewendeten spezifischen Analyseweise.

Diese Internationale Norm befasst sich mit einer spezifischen Analyseweise, die hauptsächlich bei der Probenahme von Aerosolen zur Anwendung kommt, gemeint ist die Wägung des gesammelten Materials. Obgleich die gravimetrische Analyse scheinbar einfach durchzuführen ist, unterliegt sie einer Unsicherheit, die durch die Instabilität der Masse des Probenahmemediums und anderer, ebenfalls zu wägender Elemente eingebracht wird. Als Beispiel dienen Aerosolprobenahmegeräte, mit denen Partikel entsprechend der Festlegung für einatembare Aerosole gesammelt werden. Bei einigen Probenahmegeräten werden der Filter und die Kassette zusammen gewogen, um die Schätzwerte zu bestimmen. Daher kann es zu einer Unsicherheit kommen, wenn z. B. die Kassette zwischen den für eine Schätzung der Konzentration erforderlichen Wägungen Wasser absorbiert oder desorbiert. Diese Internationale Norm beschreibt eine derartige Unsicherheit und vermittelt Lösungen, um diese so gering wie möglich zu halten.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm gibt Empfehlungen zur Überprüfung der mit der Instabilität des Aerosol-sammelmediums verbundenen Unsicherheit bei der Analyse, wobei das Sammelmedium oder der Sammelprobenträger beliebige Teile einbeziehen, die zum Sammeln der Partikel verwendet werden (z. B. Filter oder Schaumstoff), sowie jene Probenträgerelemente, die durch Wägung analysiert werden müssen.

Diese Internationale Norm gilt für Ergebnisse, die sowohl aus der Literatur und, falls erforderlich und durchführbar, bei Untersuchungen im Labor zusammengetragen wurden. Die bei bestimmten Verfahren zur Probenahme von Aerosolen zu erwartende Unsicherheit wird, sofern möglich, zahlenmäßig erfasst. Bezüglich der zu verwendenden Materialien werden Empfehlungen gegeben. Es werden Mittel zur Minimierung der durch Instabilität bedingten Unsicherheit bereitgestellt. Für die Durchführung der Wägung werden Empfehlungen gegeben. Ein Verfahren zur Abschätzung der Wägeunsicherheit wird beschrieben. Schließlich werden Empfehlungen im Hinblick auf die Berichterstattung über die gemessene Masse, einschließlich einer Unsicherheitskomponente und der Nachweis- und Bestimmungsgrenzen gegeben.

2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

2.1

Aerosolprobe

(en: aerosol sample)

auf einem Sammelprobenträger oder einer Probenahmekassette gesammelte Aerosolpartikel

2.2

Sammelprobenträger

Sammelsubstrat

(en: collection substrate)

Aerosol-Probenahmefilter, Schaumstoff, Prallblech oder für die nachfolgende Analyse vorgesehene Depositionsplatte, mit einer beliebigen Halterung, z. B. einer Probenahmekassette, sofern verwendet, das/der zusammen mit der Aerosolprobe, sofern vorhanden, als eine Einheit gewogen wird

ANMERKUNG Umgekehrt stellt beispielsweise ein 25-mm- oder 37-mm-Kunststoff-Filterhalter, wie dieser als geschlossene oder offene Ausführung häufig zur Probenahme des „Gesamtstaubs“ eingesetzt wird, ein Teil dar, das nach vorstehend angegebener Definition kein Teil des Sammelprobenträgers ist, weil dieses nicht gewogen wird.

2.3

Probenträgerhalter

(en: substrate holder)

vorrangig zum Aufnehmen eines (beliebigen) Sammelprobenträgers bestimmte Kassette und bei der nur die Ablagerung auf dem Sammelprobenträger analysiert (gewogen) wird

2.4

Filterhalter

(en: filter holder)

Probenträgerhalter, der zum Aufnehmen eines Filters bestimmt ist und bei dem nur die Ablagerung auf dem Filter analysiert (gewogen) wird

2.5

Probenahmekassette

(en: sampling cassette)

Sammelprobenträger mit einer beliebigen Halterung, der als eine Einheit analysiert (gewogen) wird

2.6**Zeit bis zur Einstellung des Gleichgewichts**

(en: equilibration time)

von dem Typ des Sammelprobenträgers abhängige Zeitkonstante, die eine annähernd exponentiell gedämpfte Annäherung der Masse eines Aerosol-Sammelmediums an einen konstanten Wert kennzeichnet

ANMERKUNG 1 Die Konstante kann definiert werden als der Mittelwert der Differenz der Masse gegenüber der Gleichgewichtsmasse je mittlerer Masseänderung, die über ein beliebiges Zeitintervall gemittelt wird.

ANMERKUNG 2 Es sind Fälle möglich, in denen mehrere unabhängige Zeitkonstanten gefordert werden, um die Annäherung an das Gleichgewicht zu beschreiben.

ANMERKUNG 3 Die Zeit bis zur Einstellung des Gleichgewichts reicht von Sekunden bis zu Wochen.

2.7**Feld-Blindprobe**

(en: field blank)

Blind-Sammelprobenträger, der auf die gleiche Weise wie der Sammelprobenträger mit der Aerosolprobe behandelt wird, wobei in die Behandlung die Konditionierung und das Einbringen in die Probenahmegeräte oder Transportbehältnisse sowie der Transport zwischen dem Laboratorium und dem Probenahmeort einbezogen werden, ohne jedoch der Probenahme zu unterliegen

2.8**Labor-Blindprobe**

(en: lab blank)

Blind-Sammelprobenträger, der niemals das Labor verlässt, jedoch auf die gleiche Weise wie der Sammelprobenträger mit der Aerosolprobe behandelt wird, wobei in die Behandlung die Konditionierung und das Einbringen in die Probenahmegeräte oder Transportbehältnisse einbezogen werden

2.9**Blind-Sammelprobenträger**

(en: blank collection substrate)

Sammelmedium oder Probenträger, das/der derselben Charge wie das Probenahmemedium entnommen, aber nicht der Probenahme ausgesetzt wird

2.10**Nachweisgrenze**

(en: limit of detection)

LOD

dreifacher Wert der für die ermittelte Aerosol-Probenmasse geschätzten Standardabweichung, berechnet für Doppelwägung (exponiert gegen nicht exponiert) und für die Unsicherheit, die mit den verwendeten Korrektur-Blindwerten verbunden ist

ANMERKUNG Der LOD-Wert nach dieser Definition berücksichtigt keine Variabilitätsquellen über das Wägen hinaus.

2.11**falsch positiver Anteil**

(en: false positive rate)

Anteil unrichtiger Behauptungen für das Vorhandensein einer Aerosolprobe auf einem Probenträger

ANMERKUNG Anhang B beschreibt auf der Grundlage der Methodenbewertung das Abschätzen des falsch positiven Anteils in diesen Behauptungen.

2.12

Bestimmungsgrenze

(en: limit of quantification)

LOQ

zehnfacher Wert der für die ermittelte Aerosol-Probenmasse geschätzten Standardabweichung

ANMERKUNG Der LOQ-Wert kann als ein Schwellenwert angewendet werden, um die genaue Messung eines Stoffes sicherzustellen. Hinsichtlich Einzelheiten siehe Anhang B.

2.13

Unsicherheitskomponente

(en: uncertainty component)

u_w

geschätzte Standardabweichung der Aerosol-Probenmasse

ANMERKUNG Zu Einzelheiten siehe Anhang A und ISO/IEC-Guide 98-3.

3 Instabilität der Masse — Ursachen und Minimierung

3.1 Allgemeines

Die Instabilität der Masse der bei der Probenahme verwendeten Sammelprobenträger kann verschiedene Gründe haben (siehe Literaturhinweise [1] bis [14]). Die folgenden Unterabschnitte behandeln jene Ursachen, die hierbei von größerer Bedeutung sind.

3.2 Feuchtigkeitsaufnahme

3.2.1 Feuchtigkeitsaufnahme ist als die häufigste Ursache für eine Instabilität der Masse anzusehen. Wasser kann direkt durch den Filter oder Schaumstoff oder anderes Sammelprobenträgermaterial, das gewogen wird, aufgenommen werden. Ebenso ist eine Wasseraufnahme durch ein beliebiges Teil des Probenahmesystems, das in die Wägung einbezogen wird, für möglich zu halten. So kann zum Beispiel die Probenahmekassette, falls diese gewogen wird, die Ursache für eine signifikante Unsicherheit sein [1].

3.2.2 Die Auswirkungen einer Wasseraufnahme können durch den Einsatz nicht-sorptiver Materialien verringert werden. Bei der Probenahme können jedoch Verhältnisse existieren, unter denen hydrophobes (wasserabweisendes) Material nicht einsetzbar ist. Tabelle 1 enthält eine Aufstellung üblicher Aerosol-Sammelprobenträger mit unterschiedlichem Wasseraufnahmevermögen.

Tabelle 1 — Wasseraufnahmevermögen einiger Probenahmemedien für Aerosole

Art des Sammelprobenträgers oder Art der Kassette	Wasseraufnahmevermögen			
	sehr gering	gering	hoch	sehr hoch
Cellulosefaserfilter			*	
Glasfaserfilter		*		
Quarzfaserfilter		*		
Celluloseester-Membranfilter			*	
Polytetrafluorethen-Filter	*			
PVC-Membranfilter		*		
Polykarbonat-Filter	*			
Silber-Membranfilter	*			
Polyurethanschaum				*
Sammelprobenträger mit Aufprallfläche aus gefettetem Mylar (Impaktor)		*		
Sammelprobenträger mit Aufprallfläche aus gefetteter Aluminiumfolie (Impaktor)		*		
kohlenstoffhaltige Kunststoffe				*
Aluminiumkassette		*		
Edelstahlkassette	*			

ANMERKUNG 1 In [2] bis [4] sind weitere Einzelheiten angegeben. Auch in [5] wird angegeben, dass Filter aus scheinbar gleichem Material, die jedoch von unterschiedlichen Herstellern bezogen wurden, große Schwankungen zeigen können.

ANMERKUNG 2 Im Allgemeinen ist bei vielen Materialien ein Kompromiss zwischen Hydrophobie und Leitfähigkeit zu suchen [9]. Daher muss bedacht werden, dass eine Verringerung der Hydrophobie Probleme bei der Probenahme hervorrufen kann.

ANMERKUNG 3 Durch eine Vorbehandlung der Probenträger, z. B. Einfetten, kann das Wasseraufnahmevermögen ebenfalls beeinflusst werden.

3.3 Elektrostatische Effekte

Elektrostatische Effekte sind eine bekannte Ursache für Probleme beim Wägen. Solche Effekte können im Allgemeinen verringert werden, indem der Sammelprobenträger mit Hilfe einer Plasma-Ionenquelle oder radioaktiven Quelle unmittelbar vor dem Wägen oder während des Wägens entladen wird. Die Verwendung leitfähiger Materialien kann zu einer Verringerung dieser Probleme führen. Siehe auch [7].

3.4 Auswirkungen durch flüchtige Verbindungen (außer Wasser)

3.4.1 Flüchtige Verbindungen können in nicht exponierten Sammelmedien vorhanden sein [3] oder während der Probenahme von den Medien adsorbiert werden.

3.4.2 Die Desorption flüchtiger Bestandteile aus nicht exponierten Medien kann kontrolliert werden, indem z. B. vor dem Konditionieren und Wägen ein Erhitzen oder eine Behandlung im Sauerstoffplasma durchgeführt wird. Alternativ können Verluste durch die Verwendung von Blindproben kompensiert werden (siehe Abschnitt 4).

3.4.3 Falls flüchtige Stoffe, die während der Probenahme gesammelt wurden, Teil der vorgesehenen Aerosolprobe sind, müssen genormte, schriftlich festgelegte Verfahren angewendet werden, um sicherzustellen, dass alle Verluste minimiert oder zumindest kontrolliert werden, z. B. durch eine Konditionierung unter exakt festgelegten Bedingungen.

3.4.4 Falls flüchtige Stoffe, die während der Probenahme gesammelt wurden, nicht Teil der vorgesehenen Aerosolprobe sind, kann deren Eliminierung schwierig werden, sofern die Wägung das einzige angewendete Analyseverfahren ist. Es sollten vorzugsweise nicht-sorptive Medien verwendet werden.

3.5 Beschädigung durch Handhabung

3.5.1 Bei Verwendung von Sammelprobenträgern mit geringer Materialfestigkeit, wie z. B. Quarzfiltern, werden Verfahren benötigt, die eine mechanische Beschädigung unter Kontrolle halten.

3.5.2 Die Einrichtung zur Entnahme von Luftproben sollte so beschaffen sein, dass eine Beschädigung der Sammelprobenträger während des Ein- und Ausbaus vermieden wird.

3.5.3 Zur Handhabung der Filter sollten Pinzetten mit abgeflachten Spitzen verwendet werden. Um empfindliche Probenträger ohne direkte Berührung zu wägen, dürfen nicht oxidierende Metall Dosen angewendet werden.

3.5.4 Die zu wägenden Teile dürfen mit den Händen nur berührt werden, wenn Handschuhe getragen werden.

3.5.5 Falls Handschuhe getragen werden, dürfen sie keine Rückstände an den zu wägenden Teilen hinterlassen.

3.5.6 Um Verunreinigungen zu vermeiden, muss die Handhabung in einer sauberen Umgebung erfolgen.

3.6 Veränderungen durch Auftrieb

Für kleine Gegenstände, z. B. Membranfilter mit 37 mm Durchmesser, sind keine Korrekturen für den Luftauftrieb^[8] erforderlich, der gleich der Dichte der Luft multipliziert mit dem Volumen der verdrängten Luft ist. Es können jedoch Bedingungen vorliegen (z. B. wenn eine vollständige Probenahmekassette ohne eine Korrektur durch Anwendung von Blindproben gewogen wird), bei denen der zu wägende Gegenstand so groß ist, dass der Auftrieb korrigiert werden muss. Wenn beispielsweise das zu wägende Volumen $0,1 \text{ cm}^3$ überschreitet, ist für die Durchführung einer Wägung auf $0,01 \text{ mg}$ eine Korrektur erforderlich, falls zwischen den Wägungen Druckänderungen in der Größenordnung von 10 % zu erwarten sind (z. B. in unterschiedlichen absoluten Höhen). Falls eine derartige Korrektur notwendig wird, sollten der atmosphärische Druck und die Temperatur zum Zeitpunkt der Wägung protokolliert werden.

4 Korrektur der Instabilität der Masse durch Verwendung von Blindproben

4.1 Allgemeines

4.1.1 Es existieren viele Ansätze, um die Instabilität der Masse zu regulieren (siehe Literaturhinweise [15] bis [25]). Die Verwendung von Blindproben ist die wichtigste praktische Maßnahme, um die Unsicherheit durch die Instabilität der Masse zu verringern. Die Korrektur der Instabilität der Masse hängt von der jeweiligen Anwendung ab und sollte nach einem schriftlich festgelegten Verfahren durchgeführt werden. Die allgemeinen Grundlagen werden nachfolgend beschrieben. Blindprobenahmemedien werden unter möglichst gleichen Bedingungen wie bei den aktiven Probenahmemedien exponiert, ohne tatsächlich Luft anzusaugen. Die Korrektur erfolgt durch Subtraktion der mittleren Masseänderung der Blindproben von der Masseänderung der aktiven Sammelprobenträger mit Aerosolproben. Falls die zu beprobende Atmosphäre Wassertröpfchen (oder andere flüchtige Bestandteile) enthält, die zu wägen sind, ist eine Korrektur ausschließlich durch die Verwendung von Blindproben nicht ausreichend. Auf ähnliche Weise kann das durch die Aerosolprobe selbst aufgenommene Wasser besondere Beachtung erfordern, z. B., wenn das aufgenommene Wasser zu bestimmen ist. Die Blindproben müssen auf die verwendeten Probenahmegeräte abgestimmt sein, z. B., wenn das Probenahmegerät einen Filter innerhalb einer Probenahmekassette enthält, die gewogen wird, muss für den Blindversuch dieselbe Art Filter in derselben Art Kassette verwendet werden.